

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la recherche scientifique

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département : Métallurgie

Mémoire de master en génie des matériaux

***Consolidation par pression atmosphérique
d'une poudre d'aciers à outils T15 de
forme irrégulière***

Ali BOUCETTA

Sous la direction de Dr. Abdelmadjid KASSER

Présenté et soutenu publiquement le (03/07/2017)

Composition du Jury :

Président	M. Mohamed Lamine DJEGHLAL	Professeur	ENP
Promoteur	M. Abdelmadjid KASSER	Maître de Conférence A	ENP
Examineur	M. Kamel ABADLI	Docteur	ENP

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la recherche scientifique

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département : Métallurgie

Mémoire de master en génie des matériaux

*Consolidation par pression atmosphérique
d'une poudre d'aciers à outils T15 de
forme irrégulière*

Ali BOUCETTA

Sous la direction de Dr. Abdelmadjid KASSER

Présenté et soutenu publiquement le (03/07/2017)

Composition du Jury :

Président	M. Mohamed Lamine DJEGHLAL	Professeur	ENP
Promoteur	M. Abdelmadjid KASSER	Maître de Conférence A	ENP
Examineur	M. Kamel ABADLI	Docteur	ENP

REMERCIEMENTS

En préambule à ce mémoire je remercie **ALLAH** qui me aide et me donne la patience et le courage durant ces années d'étude.

La première personne qui je tiens à remercier est mon promoteur **Mr. A.KASSER**, pour l'orientation, la confiance, la patience qui ont constitué un apport considérable sans lequel ce travail n'aurait pas pu être mené au bon port. Qu'il trouve dans ce travail un hommage vivant à sa haute personnalité.

Je tiens aussi à remercier **Melle. C. ALOUANE** qui me aide à réaliser ce travail.

Mes vifs remerciements vont également aux membres du jury: **Mr. M. DJAGHLAL** et **Mr.K. ABADLI** pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon recherche en acceptant d'examiner mon travail et de l'enrichir par leurs propositions.

On n'oublie pas les parents pour leur contribution, leur soutien et leur patience.

Enfin, j'adresse mes plus sincères remerciements à tous mes enseignants et collègues, qui toujours encouragée au cours de la réalisation de ce mémoire.

ملخص :

الهدف من هذا البحث هو دراسة الظواهر المرافقة لعملية تلييد مسحوق فولاذ الأدوات T15 ذو الحبيبات الغير المنتظمة بإستخدام طريقة الدمج بالضغط الجوي CAP . المنهج التجريبي المستخدم في هذا البحث يبدأ بإزالة طبقة أكسيد الحديد المترسبة على سطح جزيئات المسحوق بإستخدام حمض النتريك بعد ذلك. تملأ العبوات الزجاجية بكمية من المسحوق. بعد ذلك تفرغ من الهواء بإستخدام مضخة التفريغ و تغلق بإستخدام التلحيم بالشعلة. التلييد الحر للكبسولة يتم داخل الفرن في درجة حرارة تقدر ب 1250 درجة مئوية في المدد الزمنية: 1, 2, 4, 8 سا. تم الاعداد الميتالوجرافي للحصول على الصور المجهرية التي تعالج بعد ذلك بالإستخدام البرنامج الحاسوبي « ImageJ »-للحصول على معلومات حول : نسبة المسامية, عمق توغل الزجاج , الحجم المتوسط للحبيبات, و نسبة الكرييدات, ثم القيام بمقارنة النتائج المتحصل عليها مع نتائج مسحوق فولاذ الأدوات T15 ذو الحبيبات الكروية.

الكلمات المفتاحية: تعدين المساحيق, فولاذ الأدوات, الدمج بالضغط الجوي, المسامية, توغل الزجاج.

ABSTRACT :

The aim of this research is the study of sintering phenomena for high speed steel powder T15 using the CAP process (consolidation by atmospheric pressure). The experimental procedure followed to reach this goal, starts with a simple decapping with nitric acid of the powder to eliminate the oxide layer formed on the surface of the particles. Then a fractions of powder were encapsulated in special glass moulds using a constant amount of loose powder. The moulds were then evacuated using a vacuum pump while heated to about 100 °C to eliminate the moisture adsorbed by the powder particles. Prior to sealing the powder was flushed by nitrogen gas up to five times in order to remove the last oxygen molecules in the powder. Once the moulds are cooled and a good vacuum is reached, the moulds are then sealed off by necking using a blue torch. The capsules obtained were then put in alumina crucible and surrounded by silica sand then sintered at 1250 °C for different periods of time. In order to analyse and scrutinise the microstructures of the acquired samples a metallographic preparation is necessary. After that, using the microstructure analysis software available « ImageJ », the samples were then characterised in order to determine: the porosity rate, glass penetration, grain size and carbides fraction. Then, the hardness was measured and found to be in good accordance to that of high speed steel found in literature. Finally, a comparison between:

- Sintered high speed steel powder T15 samples (irregular particles),
- Sintered high speed steel powder T15 samples (spherical particles),

Keywords : Powder Metallurgy, High Speed Tool Steel T15, Porosity, Glass Penetration, Consolidation by atmospheric pressure.

RÉSUMÉ :

Le but de ce travail de recherche est l'étude des phénomènes observés lors du frittage d'une poudre d'acier à outil T15 par le procédé de consolidation par pression atmosphérique (CAP). La procédure expérimentale suivie dans ce travail, commence par un décapage des oxydes entourant les particules de la poudre suivi par un remplissage des capsules en verre par une masse de poudre. Les capsules remplies en poudre sont dégazées en utilisant une pompe à vide primaire. Avant d'être scellé de l'azote gazeux a été injecté dans les capsules pour éliminé les dernière molécules d'oxygène qui reste dans la poudre. Quand un bon vide est atteint les capsules sont alors soudées par chalumeau. Les capsules obtenues sont alors placé dans des creusets d'alumine et entouré par du sable siliceux. Les creusets sont alors placés dans un four à moufle et frittés à 1250°C pendant des périodes de temps allant de 30min, 1h, 2h, 4h et 8h. Les échantillons frittés obtenus sont alors caractérisés pour déterminer : le taux de porosité, la pénétration du verre, la taille des grains, fraction des carbures. La dureté des échantillons a été mesurée et sa valeur a été trouvé conforme aux valeurs de dureté des aciers à outils rapides disponible dans la littérature. Finalement, une comparaison entre cette poudre et la poudre d'acier à outils T15 de forme sphérique.

Mots clés : Métallurgie des poudres, Acier à outils T15, Porosité, Pénétration du verre, Consolidation par pression atmosphérique.

TABLE DES MATIÈRES

Table des matières.....	
Liste des figures.....	
Liste des tableaux.....	
Introduction générale.....	9
Partie 1. Synthèse bibliographique	
Chapitre 1. Généralités Sur La Métallurgie Des Poudres	
1.1. Introduction.....	12
1.2. Élaboration des poudres métalliques.....	12
1.3. Caractérisation des poudres métalliques.....	13
1.3.1. Caractérisation de la morphologie	13
1.3.1.1. Caractérisation de la forme	13
1.3.1.2. Caractérisation de la taille.....	14
1.3.1.3. Composition granulométrique d'une poudre	15
1.3.2. Composition chimique de la poudre.....	16
1.3.3. Propriétés pratiques des poudres	16
1.4. Frittage des poudres métalliques.....	17
1.4.1. Mécanismes de frittage.....	17
1.4.2. Frittage en phase solide.....	17
1.4.3. Consolidation par pression atmosphérique (CAP).....	21
1.4.4. Atmosphères de frittage.....	22
1.4.4.1. Le rôle des atmosphères de frittage.....	22
1.4.4.2. Atmosphère neutre (Vide).....	23
1.5. Conclusion.....	23
Chapitre 2. Les Aciers À Outils	
2.1. Introduction.....	25
2.2. La production des aciers à outils par la métallurgie des poudres.....	25
2.3. Avantages des aciers rapides frittés.....	26
2.4. Les aciers à coupe rapides (La gamme M et T).....	27
2.5. L'acier à outil T15.....	29
2.6. Conclusion.....	30
Partie 2. Synthèse Expérimentale	
Chapitre 3. Procédure Expérimentale	
3.1. Matériau utilisé.....	33
3.2. Caractérisation de la poudre.....	33
3.2.1. Caractérisation de la taille.....	33
3.2.2. Caractérisation de la forme.....	35
3.3. Décapage de la poudre (désoxydation).....	35
3.4. Élaboration des échantillons (encapsulation).....	35
3.5. Frittage sous pression atmosphérique.....	37
3.6. Préparation métallographique des échantillons.....	38
3.7. Traitement d'image (Microstructure).....	42
3.8. Mesure de la taille moyenne des grains	42
3.9. Essai mécanique.....	43

Chapitre 4. Résultats et Discussions

4.1. Résultats de la caractérisation de la poudre.....	45
4.1.2. Caractérisation de la forme.....	46
4.1.3. Composition chimique.....	46
4.2. Influence de temps de frittage sur le taux de porosité.....	47
4.3. Influence de temps de frittage sur la pénétration du verre.....	49
4.4. Influence de temps de frittage sur la croissance des grains.....	51
4.5. L'effet de temps du frittage sur la dureté.....	53
4.6. Comparaison entre les poudres d'acier à outils T15 de forme irrégulière et sphérique frittées à 1250°C.....	54
4.6.1. Influence de la forme des particules sur le taux de porosité.....	54
4.6.2. Influence de la forme des particules sur la pénétration du verre.....	55
4.6.3. Influence de la forme des particules sur la croissance des grains.....	56
4.6.4. Influence de la forme des particules sur la dureté.....	57
Conclusion générale	58
Références Bibliographiques	59

LISTE DES FIGURES

Chapitre 1. Généralités Sur La Métallurgie Des Poudres

Fig 1.1. Exemples de distributions réelle de tailles des particules.....	15
Fig 1.2. (a) Mécanismes de transport de matière pendant le frittage en phase solide, (b) Mécanismes de frittage possible dans le cou.....	17
Fig 1.3. Schéma de progression du frittage.....	18
Fig 1.4. Schéma montrant la courbe de densification d'une poudre.....	20
Fig 1.5. Les trois stades de frittage.....	20
Fig 1.6. Consolidation par pression atmosphérique.....	21

Chapitre 2. Les Aciers À Outils

Fig 2.1. Micrographies d'acier T15 montrant des carbures alliés,(a) Acier corroyé et (b) Acier élaboré par MDP.....	25
Fig 2.2. Comparaison entre les aciers rapides frittés et d'autres matériaux.....	26
Fig 2.3 . (a) Micrographie d'un acier M 2 fritté et (b) Micrographie d'un acier T6 fritté	28

Chapitre 3. Procédure Expérimentale

Fig 3.1. Tamiseuse utilisé pour la caractérisation	34
Fig 3.2. Remplissage de la bouteille.....	36
Fig 3.3. La bouteille coudée.....	36
Fig 3.4. Le dispositif de l'encapsulation.....	36
Fig 3.5. Capsule obtenue après encapsulation.....	36
Fig 3.6. Four à moufle utilisée pour le frittage des capsules.....	37
Fig 3.7. (a) Creuset utilisé, (b) Un des échantillons élaborés.....	37
Fig 3.8. Meule de tronçonnage.....	38
Fig 3.9. Interface du logiciel ImageJ.....	42
Fig 3.10. Microduromètre.....	43

Chapitre 4. Résultats et Discussions

Fig 4.1. Courbe de distribution des tailles des particules	45
Fig 4.2. Caractérisation de la forme des particules par microscope optique x200.....	46
Fig 4.3. Variation de porosité en fonction du temps de frittage.....	47
Fig 4.4. Micrographies optiques montrant l'évolution du taux de porosité avec le temps de frittage	48
Fig 4.5. Évolution de la pénétration du verre en fonction du temps de frittage.....	49
Fig 4.6. Évolution de la pénétration de verre avec le temps de frittage.....	50
Fig 4.7. Relation entre la taille des grains et la porosité lors du frittage de l'acier T15 en poudre.....	51
Fig 4.8. Microstructure d'acier à outils T15 fritté à 1250°C pendant différents temps de frittage.....	52
Fig 4.9. Variation de la dureté Hv en fonction du temps de frittage.....	53
Fig 4.10. Variation de la porosité en fonction du temps de frittage pour les 2 cas étudiés.	54
Fig 4.11. La pénétration du verre en fonction du temps de frittage pour les 2 cas étudiés.	55
Fig 4.12. La pénétration du verre pendant 8h de frittage à 1250°C (a) poudre irrégulière, (b) poudre sphérique.....	55
Fig 4.13. La croissance des grains en fonction du temps de frittage pour les 2 cas étudiés.....	56
Fig 4.14. Microstructures d'acier à outils T15 fritté à 1250°C pendant 8h (a) poudre irrégulière, (b) poudre sphérique.....	56
Fig 4.15. Variation de la dureté en fonction du temps de frittage pour les 2 cas étudiés.	57

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre 1. Généralités Sur La Métallurgie Des Poudres

Tableau 1.1. Méthodes d'élaboration des poudres métalliques.....	12
Tableau 1.2. Système de caractérisation de la forme des particules.....	14
Tableau 1.3. Quelques équations de mécanismes de frittage pendant le stade de frittage initial.....	19
Tableau 1.4. Exemples d'atmosphères de frittage.....	22

Chapitre 2. Les Aciers À Outils

Tableau 2.1. Influence des éléments d'additions.....	27
Tableau 2.2. Les principales gammes d' aciers à outils.....	28
Tableau 2.3. Résistance à l'usure, ténacité et dureté à chaud des aciers à outils.....	29
Tableau 2.4. Classification et composition nominale de l'acier à outils T15 d'après ASTM.....	30

Chapitre 3. Procédure Expérimentale

Tableau 3.1. Quelques information sur le matériau utilisé.....	33
Tableau 3.2. Résultats du tamisage de la poudre.....	34
Tableau 3.3. Paramètres de pré-polissage.....	39
Tableau 3.4. Paramètres de polissage.....	40
Tableau 3.5. Paramètres d'attaque chimique.....	41

Chapitre 4. Résultats et Discussions

Tableau 4.1. Composition chimique de la poudre d'acier à outils T15 utilisé.....	46
Tableau 4.2. Résultats du taux de porosité de la poudre d'acier T15 fritté à 1250 °C.	47
Tableau 4.3. Résultats de la pénétration du verre de la poudre d'acier T15 fritté à 1250 °C.....	49
Tableau 4.4. Résultats de la croissance des grains de la poudre d'acier T15 fritté à 1250 °C.....	51
Tableau 4.5. Résultats de l'essai de dureté.....	53

Introduction générale

La production massive des métaux et alliages est généralement réalisée à travers les procédés conventionnels de fusion-coulé-solidification. Les processus de métallurgie des poudres offrent une deuxième option pour produire des pièces de formes spécifiques. La métallurgie des poudres rassemble les procédés thermomécaniques d'élaboration et de mise en forme de matériaux métalliques à partir de poudres. Le frittage est l'une des étapes les plus importantes dans le processus de production des pièces par la métallurgie des poudres, il consiste à consolider soit un agrégat de poudre ou un comprimé vert de la composition désiré sous des conditions contrôlé de température, de temps et de pression.

Il existe plusieurs types de frittage selon les caractéristiques de la poudre à fritter. Les poudres d'acier à outils élaborées par atomisation à gaz ou à l'eau sont frittées par un procédé nommé compactage isostatique à chaud (HIP) ou par frittage en phase liquide. Récemment, d'autres techniques de consolidation sont utilisés dans le frittage des aciers à outils, l'une de ces techniques est le procédé CAP (consolidation par pression atmosphérique). Cette technique de consolidation représente une alternative du procédé HIP à cause de ses avantages économiques. Ces avantages sont liées principalement au verre utilisés dans l'encapsulation de la poudre remplaçant l'acier utilisé dans le procédé HIP. Tandis que l'inconvénient majeur de ce procédé est la pénétration du verre à travers la poudre pendant le frittage. Notre travail de recherche consiste à évaluer les paramètres qui régissent le phénomène de pénétration du verre afin de le minimiser ou d'avoir une pénétration nulle. Notre étude a porté sur la consolidation d'un acier à outils rapide T15 en poudre en utilisant le procédé CAP.

Le présent travail est composé de deux grandes parties : une partie bibliographique et une autre expérimentale, chacune des deux parties est constitué de deux chapitres.

La partie bibliographique comprends les chapitres suivants :

Chapitre 1 : Généralités sur la métallurgie des poudres.

Chapitre 2 : Les aciers à outils.

La partie expérimentale comprends les chapitres suivants :

Chapitre 3 : Procédure expérimentale.

Chapitre 4 : Résultats et discussions.

À la fin de ce mémoire nous présenterons les différents résultats obtenus lors de ce travail de recherche, suivi d'une conclusion générale illustrant les points importants acquis.

Partie 1

Synthèse bibliographique

Chapitre 1

Généralités Sur La Métallurgie Des Poudres

Chapitre 1. Généralités Sur La Métallurgie Des Poudres

1.1. Introduction

Contrairement aux procédés de la métallurgie classique, qui font toujours intervenir la solidification d'un métal fondu, la métallurgie des poudres part d'une poudre métallique et utilise un procédé de consolidation appelé frittage. Celui-ci peut être défini comme une réaction entre particules d'une masse de poudre qui entraîne la formation d'un solide continu cohérent[1].

Dans ce chapitre, on va parler bref-ment sur les méthodes d'élaboration des poudres métalliques et leurs caractérisation ainsi que le frittage des poudres.

1.2. Élaboration des poudres métalliques

La première étape dans la fabrication des pièces par métallurgie des poudres est l'élaboration de la poudre elle-même par conséquent son rôle est primordiale. La maîtrise de cette étape conduit à des bons résultats en terme des propriétés des pièces finies. Selon le principe général de fonctionnement, les méthodes d'élaboration peuvent être classées comme le montre le tableau suivant :

Tableau 1.1 : Méthodes d'élaboration des poudres métalliques [2,3].

Méthodes mécaniques	<ul style="list-style-type: none">• Broyage Procédé Macro-mesh , La mécano-synthèse.• Le procédé « Cold Stream »
Méthodes physiques	<ul style="list-style-type: none">• Atomisation par un fluide Atomisation à l'eau , Atomisation à gaz ...• Atomisation par centrifugation Atomisation par électrode tournant , par solidification rapide .• Atomisation par ultrason ...
Méthodes chimiques	<ul style="list-style-type: none">• Dissociation des métaux carbonyles• Réduction des oxydes• Le procédé « Sherritt »• Méthode électrolytique

- ***Atomisation à l'eau***

Aujourd'hui la principale technique d'atomisation pour les poudres métalliques est l'atomisation à l'eau- essentiellement les métaux ferreux. La production mondiale de poudre de fer est de 60-70 % par atomisation à l'eau. Cette technique est aussi utilisée pour la production de poudres de cuivre, de nickel et leurs alliages, des aciers inoxydables, des aciers à outils et des poudres magnétiques douces pour compactage et frittage[3]. Généralement l'atomisation à l'eau donne des poudres irrégulières et légèrement oxydées. Par conséquent, elle exige un recuit ultérieur dans une atmosphère réductrice. Le traitement de recuit sert également pour les poudres ferreux destinées aux compactage et frittage à adoucir les particules et de les rendre plus compressible [4].

La technique est habituellement moins coûteuse que les autres techniques d'atomisation en raison du faible coût du fluide, la faible énergie utilisée pour la pressurisation par rapport aux gaz et la très forte productivité qui peut être obtenue (jusqu'à 30 tonnes/heure). Ces principales limitations se situent au niveau de la pureté de la poudre et de la forme des particules, en particulier pour les métaux et alliages les plus réactifs [3].

- ***Atomisation à gaz***

L'atomisation à gaz est la deuxième technique la plus importante dans les procédés d'atomisation. Dans cette technique, le jet de gaz remplace celui de l'eau dont l'effet trempant est nettement supérieur à celui du gaz [4]. De ce fait, la forme des particules est sphérique ou proche de sphérique [2]. La technique approprié pour consolider telle forme de particule est le compactage isostatique à chaud (HIP) [4]. Le gaz utilisé dans l'atomisation peut être l'air, l'azote, l'argon, ou l'hélium. Le choix est fait selon les exigences déterminées par le métal à atomiser, par exemple, l'atomisation à l'air est utilisée dans la production d'aluminium et ses alliages, de cuivre et ses alliages, des métaux précieux, d'étain et de poudres de plomb, alors que l'atomisation par un gaz inerte s'applique surtout pour les produits fortement alliés tels que l'acier inoxydable, les aciers à outils, les superalliage à base de nickel ou de cobalt..etc[2].

1.3. Caractérisation des poudres métalliques

1.3.1. Caractérisation de la morphologie

1.3.1.1. Caractérisation de la forme

La forme de la poudre est caractérisée par la dimensionnalité de la particule et sa surface de contour. La plupart des particules de poudre sont de nature tridimensionnelle [5]. Les particules sphériques représentent l'exemple le plus simple et le plus idéal de cette forme. Les particules poreuses diffèrent des particules irrégulières en raison de la présence de la porosité, qui elle-même peut être très irrégulière à la fois en taille et en forme. Une grande quantité de porosité rend toute caractérisation de forme très difficile[5].

Tableau 1.2 : Système de caractérisation de la forme des particules[5].

<i>Forme de particule</i>		<i>Méthode d'élaboration</i>
Aciculaire		Décomposition chimique
Dendritique		Électrolyse
Irrégulière		Atomisation à l'eau Décomposition chimique
Sphérique		Atomisation à gaz Carbonyle(Fe)
Angulaire		Broyage mécanique Carbonyle(Ni)
Flacon		Communication mécanique
Nodulaire		Atomisation Décomposition chimique
Poreuse		Réduction des oxydes
Fibreuse		Décomposition chimique Communication mécanique

1.3.1.2. Caractérisation de la taille

- **Tamisage**

Les tamis standard sont utilisés industriellement depuis plus de cent ans. La distribution granulométrique est contrôlée et certifiée par le producteur de poudre et est fréquemment contrôlée par l'utilisateur final. Typiquement, une série de tamis est sélectionnée qui s'étend sur toute la gamme des tailles de particules présentes dans une poudre. Les tamis sont empilés dans l'ordre, avec la plus grande maille en haut et une assiette en bas.

Un poids d'échantillon approprié de poudre métallique est dispersé sur le tamis supérieur et recouvert. La pile de tamis est agitée d'une manière prescrite (secouage) pendant une période de temps spécifiée. Les fractions de poudre restant sur chaque

tamis et dans le récipient inférieur sont pesées séparément et rapportées en pourcentages par chaque tamis[6].

- **Analyse quantitative d'image (Microscopie)**

La microscopie est l'une des méthodes de comptage, dans laquelle chaque particule individuelle est observée et mesurée. En plus de la taille des particules, elle peut également donner d'autres informations telles que la forme des particules et l'état d'agglomération. Le problème dans l'utilisation de la microscopie est la représentativité de l'échantillon, car les mesures microscopiques sont effectuées sur de très petites quantités d'échantillon et la méthode d'échantillonnage peut provoquer l'agglomération des particules[2].

La microscopie optique ainsi que la microscopie électronique sont employés pour la mesure de la taille des particules. Les microscopes optiques peuvent être utilisés pour des particules jusqu'à environ $0,8 \mu\text{m}$ [2].

1.3.1.3. Composition granulométrique d'une poudre

Une poudre n'est jamais formée de particules d'égales dimensions. La composition granulométrique caractérise la distribution des grains en fonction de leur dimensions[7]. L'analyse granulométrique s'effectue par divers procédés. Lorsque les dimensions des grains sont grandes (40 à 500 microns), on utilise une série de tamis. Pour les grains fins (1 à 40 microns), on peut dénombrer les particules au microscope ou employer d'autres procédés comme la sédimentation[7].

La répartition granulométrique est importante au niveau de la capacité de remplissage de la poudre et elle conditionne le déroulement des opérations de moulage et de frittage [8].

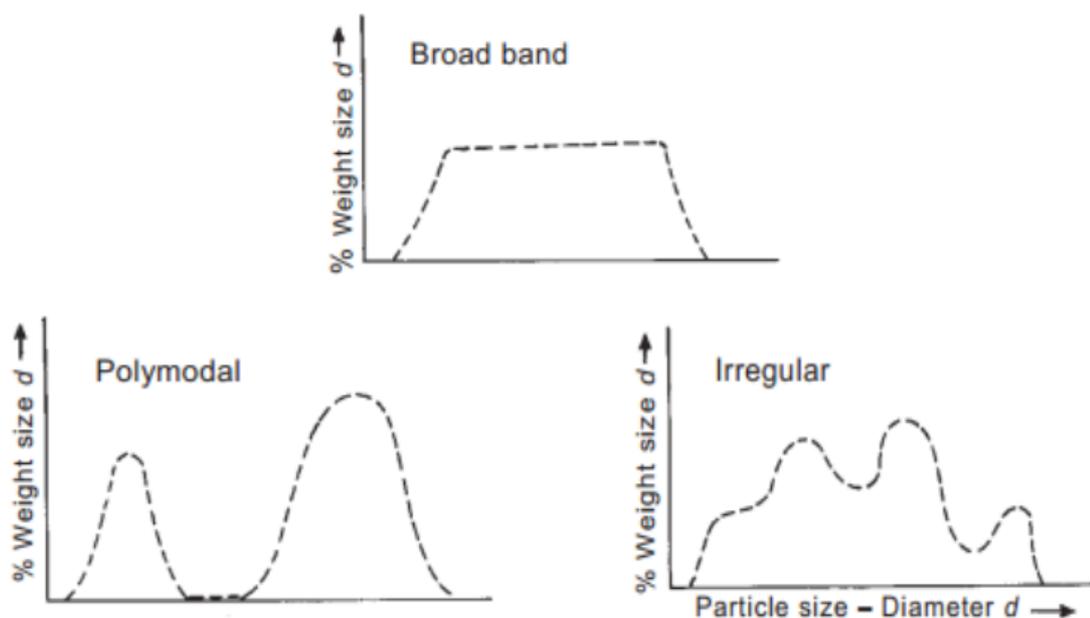


Fig 1.1. Exemples de distributions réelle de tailles des particules[5].

1.3.2. Composition chimique de la poudre

La composition chimique se détermine généralement par l'analyse chimique. Les poudres peuvent contenir des impuretés introduites par des produits de base ou pendant l'élaboration[7].

La détermination par examen métallographique de l'état chimique sous lequel existe l'impureté ainsi que sa localisation, présente une grande importance.

En raison de la grande surface des particules, la stabilité chimique d'une poudre est beaucoup plus faible que celle du métal compact; en particulier, leur oxygénation étant aisée, il est indispensable de conserver les poudres en atmosphère neutre dans des récipients fermés[7].

Les poudres atomisées à l'eau sont caractérisées par une densité apparente élevée et un écoulement plus rapide en raison d'une surface plus lisse, un manque de pores internes et une surface spécifique plus faible[9].

1.3.3. Propriétés pratiques des poudres

Il s'agit de propriétés directement utilisées pour la production des pièces et qui dépendent de façon complexe et mal déterminée des propriétés précédemment définies.

- a) **Volume massique apparent** : Cette donnée permet de déterminer le volume à prévoir pour la cavité de la matrice[8]. Le volume massique apparent augmente avec la finesse de la poudre, avec la rugosité des grains, avec leur porosité; il est minimale quand la poudre est un mélange en proportions convenables de particules de diverses dimensions[7].
- b) **Facteur d'écoulement**: Cette grandeur, liée au temps d'écoulement d'une masse donnée de poudre dans un entonnoir déterminé, permet d'évaluer la durée du remplissage de la matrice[7].
- c) **Compressibilité** : Le comportement d'une poudre à la compression dépend de deux facteurs : variation de la masse volumique en fonction de la pression, et aptitude à la mise en forme[7].
- d) **Retrait au cours du frittage** : Un retrait important gêne l'obtention de pièces de dimensions bien déterminées. Le retrait est d'autant plus faible que la masse volumique après compression est plus grande[7].
- e) **Surface spécifique** : est définie comme étant la superficie totale par unité de masse (m^2 / kg), elle dépend de la taille, la forme, la densité et l'état de surface des particules. Les principales méthodes utilisées pour déterminer cette surface sont:
 - La méthode d'adsorption de gaz détermine la surface d'une poudre en mesurant la quantité de gaz adsorbé par une couche monomoléculaire de la poudre. L'azote est le gaz le plus couramment utilisé. Cette méthode peut également être utilisée pour déterminer le volume des pores et la distribution des tailles, pour les diamètres de pores allant de 14 Å à 600 Å.
 - Perméamétrie mesure la résistance à l'écoulement de fluide à travers un lit de poudre compactée[10].

- f) **Porosité** : est la partie vide du volume lié à l'ensemble du volume de tout matériau poreux. elle peut être subdivisée en deux catégories : pores interconnectés et pores fermés[2]. La densité des pores peut influencer grandement la dureté des matériaux de la métallurgie des poudres[10].

1.4. Frittage des poudres métalliques

1.4.1. Mécanismes de frittage

Sur la base de la théorie sur la force motrice, un certain nombre de mécanismes de transport de matériaux ont été proposés pour fonctionner pendant le frittage. Ce sont :

- Évaporation, condensation ;
- Écoulement visqueux ;
- Écoulement plastique ;
- Diffusion (diffusion volumique, diffusion des joints de grains et diffusion de la surface) [10](figure 1.2).

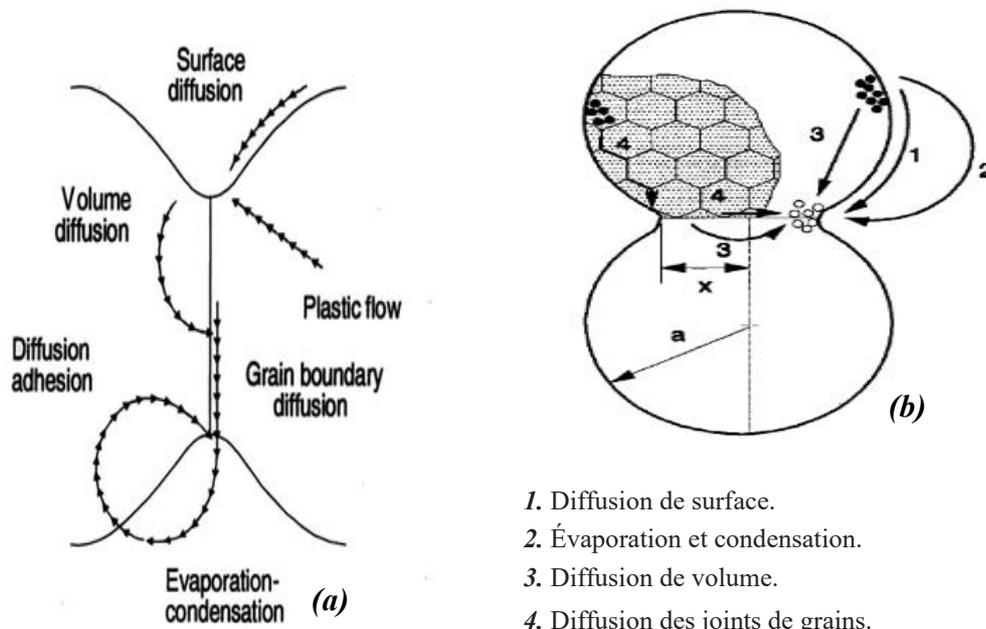


Fig 1.2. (a) Mécanismes de transport de matière pendant le frittage en phase solide [10],
(b) Mécanismes de frittage possible dans le cou [2].

1.4.2. Frittage en phase solide

Entre un tas de poudre ou un comprimé et la pièce après frittage, la différence géométrique essentielle est la diminution de la surface de la phase solide. Cette surface est, initialement, celle de la totalité des grains de poudre, et, après frittage, la somme des surfaces externe et interne. La surface interne est la somme de toutes les surfaces des trous (pores) qui persistent [11].

À cette variation de surface correspond une variation d'énergie de surface dont l'existence est bien connue pour les liquides, et qui a une valeur voisine dans le cas des solides.

Si l'on facilite les mouvements des atomes, donc les déplacements de matière, en augmentant la température, l'énergie potentielle de surface tendra à diminuer. La porosité des pièces, restant après la compression, aura donc aussi tendance à diminuer. Les trous se rapprocheront de la forme sphérique dont la surface est minimale pour un volume donné. Ensuite, ils diminueront de volume et disparaîtront [11].

À l'énergie de surface, est associée une tension superficielle qui va déterminer les contraintes internes du frittage. Si d'autres phénomènes n'interviennent pas, il en résulte donc un retrait en volume des pièces mais l'élimination des pores ne se produit, sauf exceptions, qu'au bout d'un très long temps et à très haute température ce qui ne correspond pas aux conditions industrielles.

Cependant, une conséquence pratique immédiate est que, pour obtenir un retrait donné en un temps donné, la température de frittage nécessaire variera en sens inverse du diamètre des grains de poudre puisqu'une poudre fine a une surface très élevée donc une énergie de surface beaucoup plus grande à volume égal [11].

- **Étapes de frittage en phase solide**

Le frittage en phase solide est un processus complexe, qui peut être divisé en trois étapes comme le montre la figure 1.3 .

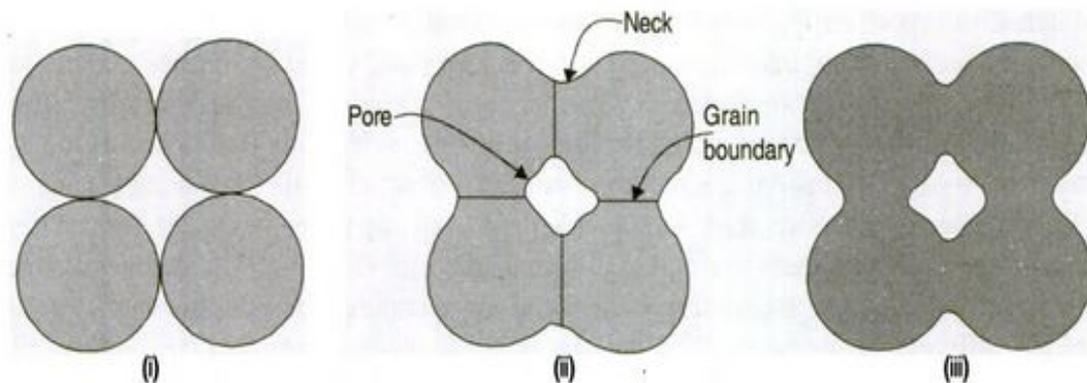


Fig 1.3. Schéma de progression du frittage :
(i) Particules en contact ;(ii) Formation du cou , joint de grain , pore;(iii) Géométrie finale de frittage [10].

Dans la première étape (stade initial) :

- Les cous sont formés aux points de contact entre les particules, qui continuent de croître au cours de cette étape ;
- La formation rapide du cou et la croissance du cou a lieu dans la poudre compacte ;
- Pendant cette étape, les pores sont interconnectés et les formes des pores sont irrégulières [10].

Tableau 1.3 : Quelques équations de mécanismes de frittage pendant le stade de frittage initial[12].

<i>Mécanisme de frittage</i>	<i>Croissance des cous</i>	<i>Retrait de frittage</i>
Évaporation – condensation	$x^3 = \sqrt{\left(\frac{18}{\pi}\right) \frac{p_{\infty} \gamma_s}{d^2} \left(\frac{M}{RT}\right)^{\frac{3}{2}} at}$	/
Diffusion des joints de grains	$x^6 = \frac{48 D_b \delta_b \gamma_s V_m a^2}{RT} t$	$\frac{\Delta l}{l} = \left(\frac{3 D_b \delta_b \gamma_s V_m}{4 RT a^4}\right)^{\frac{1}{3}} t^{\frac{1}{3}}$
Écoulement visqueux	$x^2 = \frac{4 \gamma_s a}{\eta} t$	$\frac{\Delta l}{l} = \frac{3 \gamma_s}{8 \eta a} t$
Diffusion surfacique	$x^7 = \frac{56 D_s \delta_s \gamma_s V_m a^3}{RT} t$	/

Dans la deuxième étape du frittage (stade intermédiaire) :

- L'énergie inter-faciale est la force motrice pendant cette étape ;
- Si la croissance du cou est suffisante, les canaux des pores deviennent de nature cylindrique ;
- Les gradients de courbure près des cous sont responsables du flux massique. Le gradient de courbure est élevé pour les cous de petite taille, ce qui conduit à un frittage plus rapide ;
- Avec suffisamment de temps à la température de frittage, les pores deviennent éventuellement arrondis. Au fur et à mesure que le cou augmente, le gradient de courbure diminue et le taux de frittage diminue également [2] ;
- L'arrondissement des pores peut également se produire sans retrait, cela implique le changement dans la forme des pores, mais aucun changement dans le volume des pores i.e. le pore peut devenir sphérique et isolé, mais il n'y aura pas un retrait de frittage [11] ;
- Avec un frittage continu ces canaux de pores cylindriques deviennent instables , pincer progressivement et se fermer ;
- Un réseau de pores et un squelette de particules solides est formé ;
- La migration des joints de grains entre les particules originales par croissance du grain a lieu ;
- Le retrait en cas de présence se produit principalement dans cette étapes [11].

Dans l'étape finale (stade final) :

- La fermeture du canal des pores se produit et les pores deviennent isolés et ne sont plus interconnectés ;
- Les pores individuels résiduels sont situés soit au niveau des joints de grains ou à l'intérieur des grains ;
- À ce stade, la porosité ne change pas et des petits pores restent même après une longue période de frittage ;
- La densification se déroule à un rythme très lent [12].

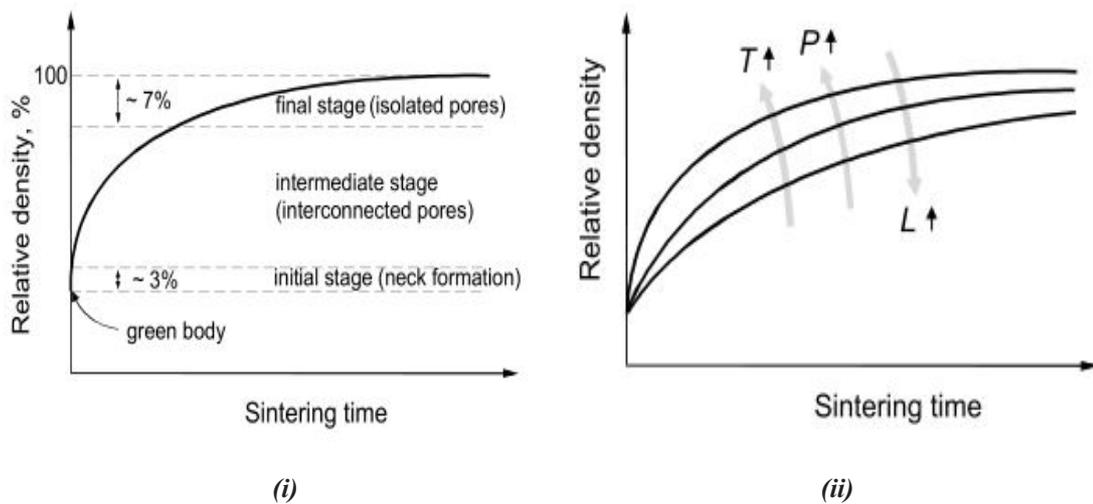


Fig 1.4. Schéma montrant la courbe de densification d'une poudre : (i) Les trois étapes de frittage , (ii) Effet des paramètres de frittage[13].

La figure ci-dessous montre les microstructures de la poudre pendant les trois stades de frittage.

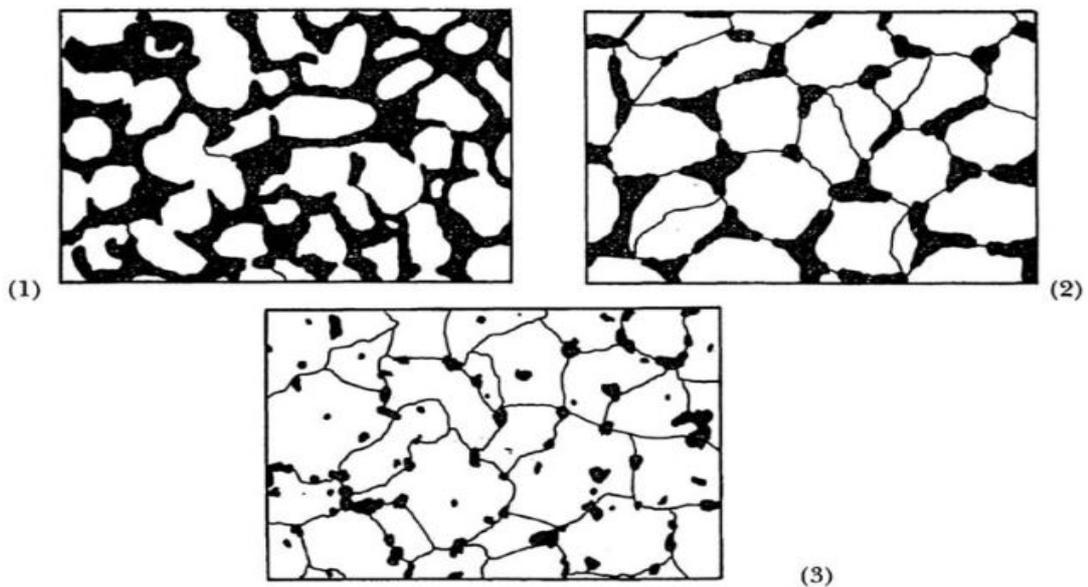


Fig 1.5. Les trois stades de frittage : (1) Stade initial ,(2) Stade intermédiaire, (3) Stade finale[2].

1.4.3. Consolidation par pression atmosphérique (CAP)

La poudre atomisée à gaz est mélangée avec une quantité prédéterminée d'acide borique H_3BO_3 qui est dissous dans l'alcool. Après mélange, l'alcool est évaporé par la chaleur et la pression réduite, laissant derrière lui un film uniforme et mince d'acide borique sur chaque particule de poudre. La quantité de H_3BO_3 dépend de la teneur en oxygène dans la poudre: Idéalement, les oxydes sur les surfaces des particules de la poudre devraient se transformer totalement en méta-borates à des températures élevées lors d'un traitement ultérieur [14].

La poudre séchée pré-traitée est remplie dans des moules en verre borosilicate de la géométrie requise et dégazée sous vide à des températures d'environ $450\text{ }^\circ\text{C}$. Le moule en verre est fermé sous vide, placé dans des creusets en mélange argile-graphite et incorporé dans du graphite granulaire ou du sable dont il évolue librement à haute température. Les creusets sont recouverts et chargés dans un four à air standard où ils sont maintenus jusqu'à 16 h à des températures comprises entre 1150 et $1200\text{ }^\circ\text{C}$ pour le fer et le nickel [14].

À la température de travail, le verre ramollit et transmet la pression atmosphérique vers la poudre dans le moule évacué. Cette pression externe relativement faible est suffisante pour consolider le matériau à une densité d'environ 95 à 99% qui dépasse la valeur limite de la porosité interconnectée d'environ 93%. En refroidissant, le verre s'écoule dans la plage de température de $300\text{ }^\circ\text{C}$ [14]. La figure ci-dessous illustre les étapes de cette technique :

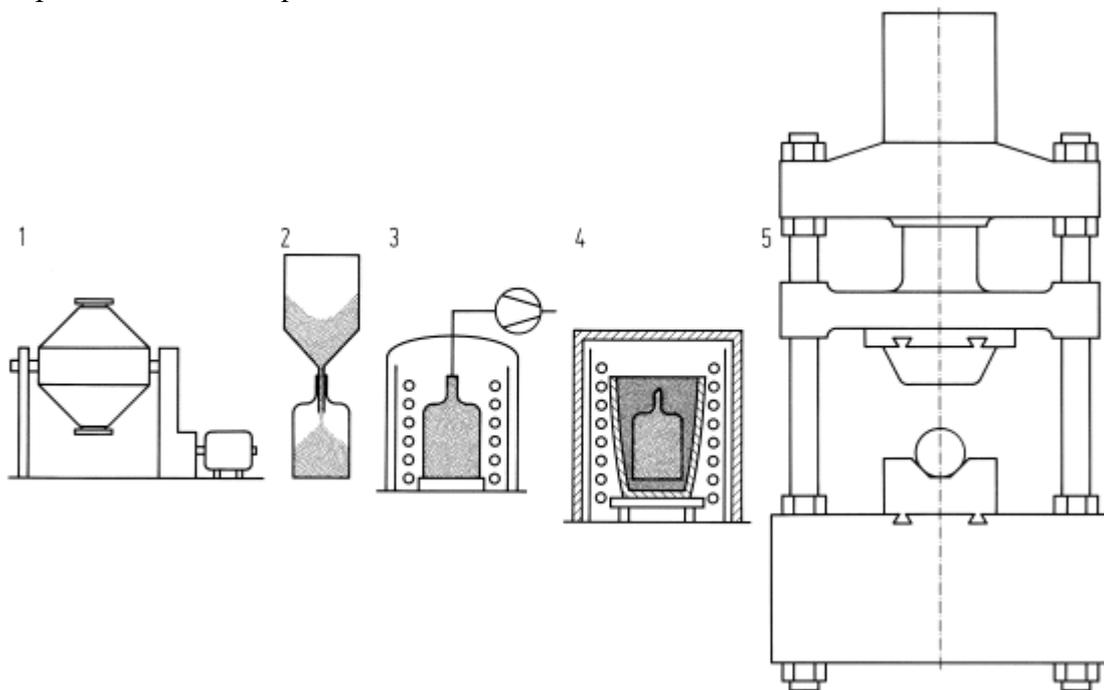


Fig 1.6. Consolidation par pression atmosphérique :
(1) Mélange avec le H_3BO_3 dessous dans l'alcool, et séchage.
(2) Remplissage du moule en verre.
(3) chauffage et dégazage.
(4) Travail à chaud [14].

1.4.4. Atmosphères de frittage

Presque tous les métaux d'importance technique réagissent avec le gaz de leur atmosphère environnante même à température ambiante, mais plus encore lorsqu'ils sont traités à des températures plus élevées. Le raison le plus important pour l'utilisation d'atmosphères de frittage spéciales est de protéger contre l'oxydation et la ré-oxydation les poudres métalliques frittées [5].

Il existe de nombreuses autres façons dont une atmosphère de frittage peut influencer le processus de frittage basique. En réduisant les oxydes, l'atmosphère peut créer des atomes métalliques mobiles. Les atomes de gaz de l'atmosphère de frittage peuvent pénétrer le comprimé de la poudre pendant le frittage à travers les pores interconnectés. Ils peuvent ensuite être piégés dans des pores fermés, ce qui entrave leur retrait. Les atomes de gaz de l'atmosphère de frittage peuvent également se diffuser dans le métal. Parfois, ces atomes peuvent également s'allier au métal [5].

Tableau 1.4 : Exemples d'atmosphères de frittage [26].

<i>Nature de l'atmosphère</i>	<i>Exemples</i>
Oxydation	CO ₂ , Air , Vapeur (H ₂ O) ,O ₂
Réduction	H ₂ , CO
Nitruration	Nitrogène ou Ammoniac (NH ₃)
Carburation	Méthane (CH ₄) ou Propane (C ₃ H ₈)
Décarburation	CO ₂ , Vapeur
Inerte / Neutre	Ar , He , Vide

1.4.4.1. Le rôle des atmosphères de frittage

Les atmosphères de frittage jouent un rôle important durant le frittage :

- Empêchant les réactions indésirables (oxydation, décarburation ou carburation) pendant le frittage ;
- Facilitant la réduction des oxydes de surface ;
- Facilitant l'ajout de dopants / autres adjuvants de frittage / éléments d'alliage qui augmentent le taux de frittage et favorisent la densification ;
- Aidant à éliminer les lubrifiants ou les liants ;
- Transférant la chaleur vers les compactes de poudre ;
- Contrôle de la composition et l'ajustement des niveaux d'impuretés tels que la teneur en azote [10].

1.4.4.2. Atmosphère neutre (Vide)

Le vide retient la chimie appropriée des pièces pendant le frittage. Il est souvent plus économique que les gaz atmosphériques, en particulier les gaz en bouteille. Les seuls coûts d'exploitation impliqués dans la production du vide concernent l'énergie électrique et l'huile pour les pompes. Les pompes à vide utilisées couramment sont des pompes mécaniques et des pompes à vapeur d'huile [5].

Tous les oxydes métalliques ont une pression dite de dissociation qui est égale à la pression partielle de l'oxygène présent dans l'atmosphère gazeuse à l'équilibre avec l'oxyde. Si la pression partielle de l'oxygène est inférieure à celle-ci, le composé sera transféré dans un oxyde ou un oxyde de valeur inférieure. Si la pression partielle de l'oxygène est supérieure à la pression de dissociation, le métal ou l'oxyde métallique s'oxyderont [5].

1.5. Conclusion

La métallurgie des poudres est le choix lorsque les exigences de dureté, de résistance à l'usure ou de températures de fonctionnement élevées dépassent les capacités des alliages moulés sous pression. La métallurgie des poudres offre une plus grande précision, en éliminant la plupart ou toutes les opérations d'usinage de finition requises pour les pièces moulées[5].

Chapitre 2

Les Aciers À Outils

Chapitre 2. Les Aciers À Outils

2.1. Introduction

Les aciers à outils sont les aciers utilisés dans l'usinage des pièces métalliques. Pour cela, ils sont caractérisés par leurs dureté et résistance mécanique élevées. Les aciers à outils diffèrent selon leurs compositions en éléments d'alliages et selon leur utilisation.

2.2. La production des aciers à outils par la métallurgie des poudres

Les deux chemins principaux de production des aciers à outils sont : la coulée en lingots et la métallurgie des poudres (MDP). Le choix entre les deux revient à celle qui donne une microstructure fine et une distribution homogène des carbures dans les pièces produites. Les résultats des deux chemins sont illustrés dans les microstructures d'un acier T15 dans la figure 2.1. D'après cette dernière, le chemin de la MDP est celui qui donne des bons résultats en termes de la microstructure et de la distribution des carbures. Le processus dans la MDP commence par la production de la poudre dont le procédé le plus utilisé dans ce cas est l'atomisation à l'eau ou à gaz (voire chapitre 1).

Le choix du fluide atomiseur est fonction du l'alliage atomisé ou du procédé de mise en œuvre pour la production de pièces. Dans le cas des aciers à outils atomisés à gaz le nitrogène est le fluide atomiseur le plus utilisé [15]. Les poudres ainsi produites sont traitées thermiquement pour deux raisons principales : soit pour réduire les oxydes et/ou pour abaisser leur dureté [16]. À cause de la forme sphérique de la poudre atomisée à gaz, le compactage isostatique à chaud (HIP) est la méthode de consolidation la plus répandue. Et pour les poudres atomisées à l'eau, la forme des particules est irrégulière alors le processus (compactage + frittage) est celui qui sera suivie.

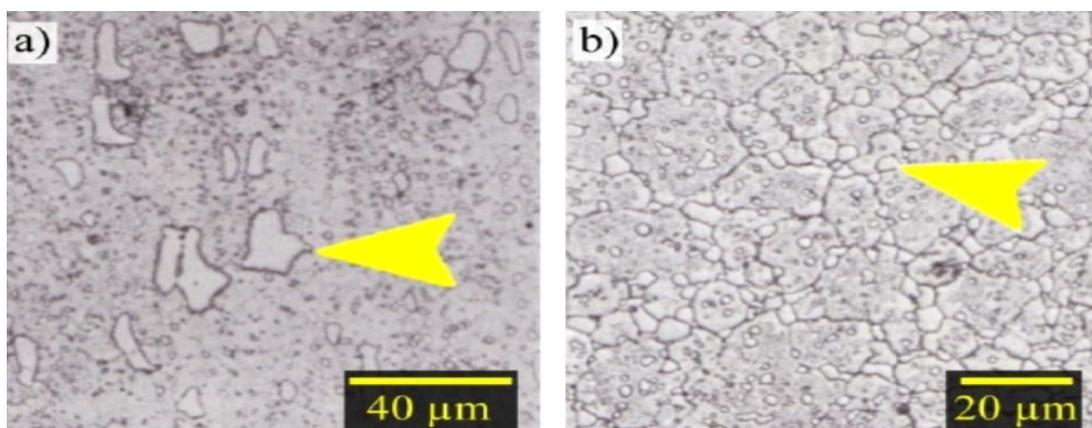


Fig 2.1. Micrographies d'acier T15 montrant des carbures alliés, (a) Acier corroyé et (b) Acier élaboré par MDP [3].

2.3. Avantages des aciers rapides frittés

Les aciers rapides produits par la métallurgie des poudres offrent une plus haute teneur en éléments d'alliage et une combinaison exceptionnelle de propriétés :

- Plus grande résistance ;
- Plus grande résistance à l'usure ;
- Plus grande dureté ;
- Plus grande dureté à chaud.

L'utilisation d'aciers rapides frittés prolonge la durée de vie des outils, rend celle-ci plus facilement prévisible, améliore les performances (avance et vitesse de coupe) et offre une solution aux problèmes d'écaillage. L'acier rapide fritté est un excellent substrat pour tirer le meilleur parti des revêtements.

Les aciers rapides frittés ont beaucoup d'avantages dans les applications hautes performances comme les outils de taillage d'engrenages, l'ébauche en fraisage, le brochage, aussi dans les cas de taraudage difficiles et pour les opérations de perçage et d'alésage. Les aciers rapides frittés sont utilisés aussi en sciage, pour les couteaux industriels, les outils de travail à froid, les cylindres de laminoir....etc [17].

Les aciers rapides offrent la résistance à la flexion la plus élevée de tous les matériaux de coupe. Une grande résistance à la flexion permet :

- Une meilleure résistance à l'écaillage des arêtes de coupe ;
- Des profondeurs de coupe plus importantes, c'est à dire un nombre de passes réduit ;
- L'augmentation de l'avance à la dent.

La figure ci-dessous illustre une des différences entre les aciers rapides frittés et d'autres matériaux.

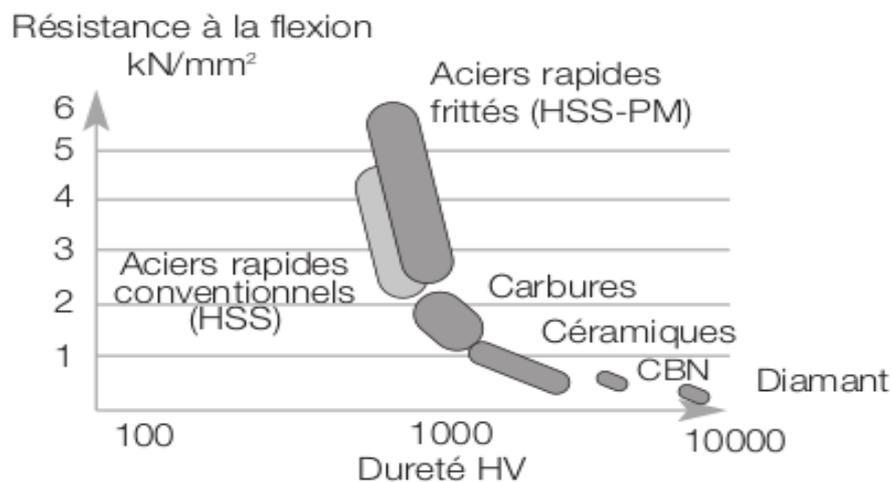


Fig 2.2. Comparaison entre les aciers rapides frittés et d'autres matériaux[18].

Le tableau ci dessous montre l'influence des éléments d'additions.

Tableau 2.1 : Influence des éléments d'additions [18].

<i>Élément d'addition</i>	<i>Influence</i>
<i>Cr</i>	Augmente la trempabilité Prévient la formation d'oxydes
<i>W</i>	Efficacité de la coupe. Résistance à l'adoucissement
<i>Mo</i>	Efficacité de la coupe Résistance à l'adoucissement Améliore la trempabilité
<i>V</i>	Forme des carbures très durs pour une bonne résistance à l'abrasion
<i>Co</i>	Améliore la résistance à la chaleur Améliore la dureté à chaud Améliore légèrement la conductivité thermique.

2.4. Les aciers à coupe rapides (La gamme M et T)

Les aciers à coupe rapides sont un groupe d'alliages à base de fer contenant principalement 20 à 30 % d'éléments carburigènes comme le tungstène, le molybdène, le vanadium, et le chrome [19]. Les aciers à coupe rapides contiennent un pourcentage de carbone qui varie de 0.7% dans des nuances comme T1 à 1.6% dans des nuances comme T15 [17]. Les propriétés les plus remarquables de ce type d'acier sont la dureté à chaud et la résistance à l'usure à haute température. La dureté à chaud typique des aciers à coupe rapide est de ≈ 52 HRC à 540 °C et de ≈ 48 HRC à 595 °C [11].

Les aciers à coupe rapides ont une microstructure typique formée d'une matrice martensitique et des carbures alliés (principalement M_6C et MC) [16].

La figure 2.3 présente des micrographies typiques d'aciers à coupe rapide frittés et revenus ; un acier M2 à la figure 2.3 (a) et un acier T6 à la figure 2.3 (b). Les deux gammes principales dans ce groupe d'alliages sont : la gamme M et la gamme T.

La première contient principalement du molybdène, alors que la deuxième contient principalement du tungstène. Les deux gammes sont essentiellement équivalentes en termes de performance [20]. Cela peut être expliqué par la similarité des carbures formés par les deux éléments, car ils ont le même rayon atomique. Par exemple le remplacement de 1,6 à 2,0% en poids de W avec seulement 1% en poids de Mo a permis de produire une microstructure et des propriétés nettement similaires dans les aciers à coupe rapides [15]. Le tableau 2.2 présente les gammes principales et ses propriétés.

Tableau 2.2 : Les principales gammes d' aciers à outils [21].

	<i>Gamme d'aciers à outils</i>	<i>Principaux éléments d'alliage (% M)</i>	<i>% M C</i>	<i>Teneur totale en éléments d'alliage (% M)</i>	<i>Microstructure typique</i>
<i>W</i>	Non alliés	Cr et V	0.7 - 1.5	< 1	Martensite
<i>L</i>	Faiblement alliés	Mn ,Cr ,V, Ni et Mo	0.45 - 1.1	1.8 - 5	Martensite
<i>S</i>	Résistant aux chocs	Mn ,Si ,Cr ,Mo, W et V	0.4 - 0.65	1.5 - 7.5	Martensite
<i>O</i>	Pour travail à froid , trempé à l'huile	Mn ,Si ,Cr ,Mo et W	0.85 - 1.55	1 - 5.5	Martensite
<i>A</i>	Pour travail à froid , trempé à l'air	Mn, Si, Cr ,Ni, Mo ,W et V	0.45 - 2.85	3.5 - 15	Martensite MC , M ₆ C, M ₂₃ C ₆
<i>D</i>	Pour travail à froid , à haut Cr et Haut C	Cr ,Mo, V et Co	1.4 - 2.5	11 - 18.7	Martensite MC , M ₇ C ₃ , M ₂₃ C ₆
<i>H</i>	Pour travail à chaud	Si ,Cr ,Mo ,W, V et Co	0.25 - 0.7	6.6 - 27.8	Martensite MC , M ₆ C
<i>T, M</i>	Aciers à coupe rapide	Cr ,Mo ,W ,V et Co	0.75 - 1.4	5.8 - 43	Martensite MC , M ₆ C
<i>P</i>	Pour moules	Mn ,Cr ,Ni et Mo	0.1 - 0.65	1.2 - 17.6	Martensite

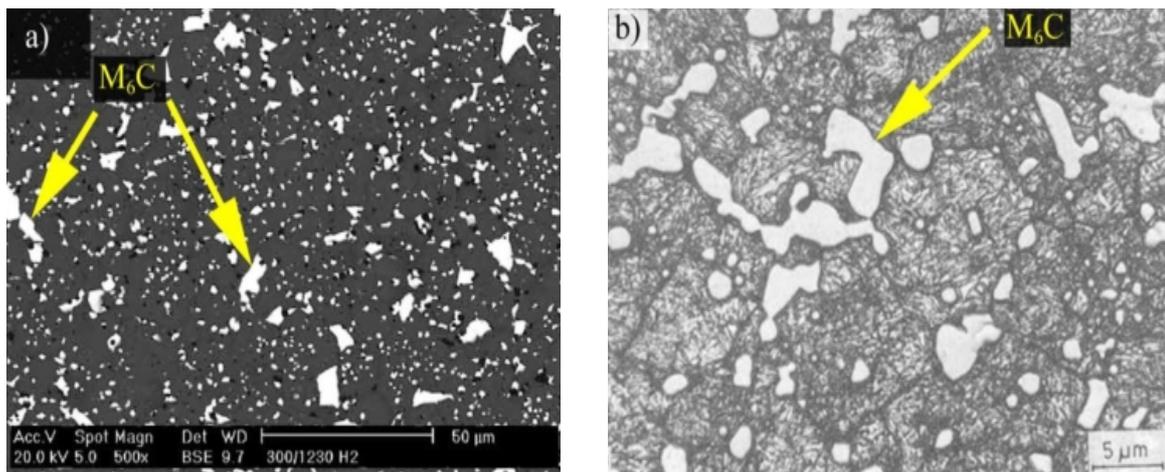


Fig 2.3 . (a) Micrographie d'un acier M 2 fritté (0.84 %_M C, 4.0 %_M Cr, 6.5 %_M W, 4.8 %_M Mo, et 2 %_M V) [22] et (b) Micrographie d'un acier T6 fritté (0.75 %_M C, 4.4 %_M Cr, 20.2 %_M W, 0.4 %_M Mo, 1.5 %_M V et 12.5 %_M Co) [23].

Les trois propriétés les plus importantes dans les aciers à outils sont typiquement la résistance à l'usure, la ténacité et la dureté à chaud. Le tableau 2.3 présente de façon qualitative les propriétés typiques des gammes d'aciers à outils [15].

Tableau 2.3: Résistance à l'usure, ténacité et dureté à chaud des aciers à outils [15].

<i>Gamme</i>	<i>Résistance à l'usure</i>	<i>Ténacité</i>	<i>Dureté à chaud</i>
<i>W</i>	Faible	Moyenne	Faible
<i>L</i>	Faible	Moyenne	Faible
<i>S</i>	Faible	Élevée	Moyenne
<i>O</i>	Moyenne	Faible	Faible
<i>A</i>	Moyenne	Moyenne	Moyenne
<i>D</i>	Élevée	Faible	Moyenne
<i>H</i>	Moyenne	Moyenne	Élevée
<i>T</i>	Élevée	Faible	Élevée
<i>M</i>	Élevée	Faible	Élevée
<i>P</i>	Faible	Élevée	Moyenne

2.5. L'acier à outil T15

Dans notre travail, nous intéresserons seulement à l'acier à outil de type *T15* qui est un acier de la gamme T où l'élément d'alliage majoritaire est le tungstène, sa teneur est comprise entre 11,75 et 13%. Sa densité est de 8,193 g/cm³. Ces propriétés sont les suivantes :

- **Une grande dureté**

Pour résister aux déformations lors du travail par enfoncement, par cisaillement ou par pénétration dans le métal pour enlever une partie sous forme de copeaux ; suivant l'emploi auquel est destiné l'outil, on attache plus ou moins d'importance au fait que la dureté persiste lorsque l'acier est porté à température élevée. La dureté de l'acier T15 est comprise entre 63 et 68 HRC.

- **Une limite d'élasticité élevée**

Pour limiter les déformations permanentes, ainsi qu'une excellente tenue au fluage aux températures atteintes en surface, notamment pour les aciers de travail à chaud.

- **Une bonne ténacité**

C'est-à-dire une bonne résistance à la rupture brutale. Il s'agit en effet pour l'outil de tolérer une certaine déformation plastique avant l'apparition de fissures ou de ruptures fragiles.

- **Une bonne résistance aux chocs**

C'est-à-dire la conservation de la ténacité pour des vitesses de sollicitation élevées, éventuellement en présence de zones où se concentrent les contraintes.

- **Une bonne résistance à l'usure**

Sous toutes ses formes qui conduisent à l'enlèvement de matière et à l'émission de débris (abrasion, adhésion, délamination).

Le tableau ci-dessous montre la composition chimique de l'acier à outils T15 d'après ASTM.

Tableau 2.4 : Classification et composition nominale de l'acier à outils T15 d'après ASTM [24].

		<i>Éléments chimique %</i>									
<i>Type</i>	<i>UNS No</i>	<i>C</i>	<i>Mn</i>	<i>Si</i>	<i>Cr</i>	<i>V</i>	<i>W</i>	<i>Mo</i>	<i>Co</i>	<i>P</i>	<i>S</i>
T15	T12015	1.5	0.15	0.15	4	5	12	1	5	0.03	0.03

2.6. Conclusion

Ce chapitre a introduit l'ensemble spécial des alliages connus sous le nom d'aciers à outils et la production de ce type d'aciers par la métallurgie des poudre, on se limite dans nos expérience à étudier la cinétique de frittage sur la gamme d'aciers rapides T, en particulier la nuance T15.

Partie 2

Synthèse Expérimentale

Chapitre 3

Procédure Expérimentale

Chapitre 3. Procédure expérimentale

Ce travail consiste à étudier la cinétique de frittage d'une poudre d'acier à outil T15 consolidée par pression atmosphérique (CAP).

Pour atteindre ce but, une succession d'étapes doivent être suivie. Comme la poudre est oxydée alors la première étape consiste à éliminer ces oxydes par décapage. Lorsque la poudre est décapée, elle est utilisée ensuite pour remplir des capsules en verre. Après le dégazage de ces capsules, elles sont frittées. L'explication détaillée de chaque étape est dans ce chapitre.

3.1. Matériau utilisé

L'acier à outils T15 fait partie de l'ensemble des aciers rapides destinés généralement pour la fabrication des outils de coupe.

Le tableau ci-dessous présente quelques informations sur la poudre d'acier à outils T15 utilisé.

Tableau 3.1 : Quelques information sur le matériau utilisé.

<i>Matériau</i>	<i>Désignation (ASTM)</i>	<i>Forme</i>	<i>Méthode d'élaboration</i>
Poudre d'acier à outils	T15	Irrégulière	Atomisation à l'eau

3.2. Caractérisation de la poudre

3.2.1. Caractérisation de la taille

La taille moyenne et la distribution en taille de la poudre de l'acier T15 sont déterminées par la technique de tamisage, à l'aide de la tamiseuse représenté sur la figure 3.1, (Au niveau de laboratoire LSGM). Cette dernière opération est effectuée au moyen d'une série des tamis qui sont disposés dans l'ordre croissant de la taille des mailles de bas en haut. Une masse de 90g de la poudre est placée au-dessus de tamis supérieur, puis les autres tamis choisis, dont les tailles des ouvertures sont respectivement (140 μ m, 112 μ m, 75 μ m, 56 μ m, 40 μ m, 25 μ m), et l'assiette, qui sert à retenir les particules très fines. Une fois que tout est mis en place, l'opération de tamisage est lancée en sélectionnant la fréquence du vibration et sa durée fixée à 20min. Lorsque le temps s'écoule et la masse de la poudre se sépare en plusieurs fractions appelées refus, on arrête la machine et on procède à la pesée du refus retenu de chaque tamis à l'aide d'une balance électronique de haute précision.

Les résultats obtenus (représentés sur le tableau 3.2) sont utilisés pour la détermination de la taille moyenne des particules de la poudre et la distribution de la taille dans la masse de la poudre en basant sur l'équation suivante :

$$\varnothing_m = O_1 \cdot X_1 + \frac{O_1 + O_2}{2} \cdot X_2 + \frac{O_2 + O_3}{2} \cdot X_3 + \frac{O_3 + O_4}{2} \cdot X_4 + \frac{O_n + O_{n+1}}{2} \cdot X_{n+1} \dots (3.1)$$

Où :

\varnothing_m : Le diamètre moyen de la poudre ;

O_1, O_2, \dots, O_n : les ouvertures des tamis ;

X_1, X_2, \dots, X_n : fractions massiques des refus retenus des tamis.



Fig 3.1. Tamiseuse utilisé pour la caractérisation .

Tableau 3.2 : Résultats du tamisage de la poudre.

Ouverture de tamis (μm)	Masse de refus (g)	Fraction massique X_i (%)
140	1.04560	0.01162
112	5.03610	0.05595
75	23.6290	0.26252
56	29.2411	0.32487
40	22.5497	0.25053
25	6.64270	0.07380
Assiette	0.01190	0.00013

3.2.2. Caractérisation de la forme

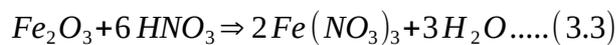
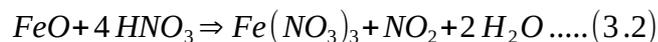
Après la caractérisation de la taille moyenne et la distribution en taille de la poudre utilisée, on a caractérisé la morphologie de la poudre par le microscope optique.

Plusieurs images ont été prise pour montrer la distribution en taille de la poudre ainsi pour montrer la forme des particules de la poudre.

3.3. Décapage de la poudre (désoxydation)

La poudre de l'acier utilisé se trouve dans un état oxydé. Cette oxydation est due à l'exposition de la poudre à l'air ambiant. Pour cela nous avons désoxydé la poudre par le procédé de décapage chimique qui est une opération de désoxydation des poudres ou l'élimination du film d'oxyde qui se trouve sur la surface des particules par une solution chimique. Il représente une condition nécessaire pour avoir des bons résultats, surtout dans le frittage parce que cette couche d'oxyde diminue la vitesse du frittage. Cette opération commence par la préparation de la solution décapante, celle-ci est composée de 4% d'acide nitrique (HNO_3) et 94% d'éthanol. Une fois la solution est préparée, une quantité de poudre est ajoutée et le tout est agité pendant une durée de 20 min. ensuite la poudre est rincée par l'éthanol et séchée.

Les équations possibles de désoxydation sont les suivantes :



3.4. Élaboration des échantillons (encapsulation)

Les échantillons sont élaborés par procédé CAP (Consolidation by Atmospheric Pressure) qui assure la transmission homogène de la pression atmosphérique vers la poudre par l'utilisation des capsules en verre dont les parois sont à l'état ramolli à la température de frittage. Le verre utilisé est de type « Duran » à une température de ramollissement égale à 825°C. Ce type de verre a des propriétés spécifique telles que la dilatation thermique faible, la grande résistance au choc thermique et mécanique et une résistance aux chocs mécaniques importante.

- L'opération commence par le remplissage d'une capsule se trouvant à une des extrémités d'un tube en verre (figure 3.2) par une masse de poudre.
- Ensuite, le tube est coudé (figure 3.3) et attaché à un dispositif pour faire le dégazage dont le but est de évacuer l'air, les produits volatiles et l'humidité retenu dans la poudre. Le dispositif utilisé est composé d'un manomètre, une source de N_2 et une pompe à vide. Le rôle de nitrogène est d'aider à l'élimination des molécules d'oxygène.

- Après faire rentrer et sortir le nitrogène 5 fois, une bec-benzène est placée sous la capsule pendant une 20 min pour éliminer l'humidité.
- La capsule est enfin scellée par chalumeau au niveau du cou qu'il la relie avec le tube.



Fig 3.2. Remplissage de la bouteille.



Fig 3.3. La bouteille coudée.

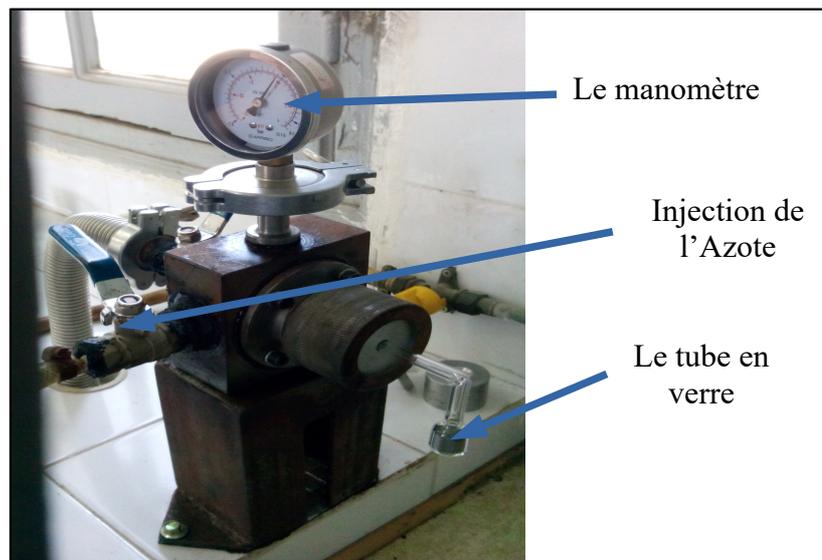


Fig 3.4. Le dispositif de l'encapsulation.

La capsule obtenue est représentée dans la figure 3.5.



Fig 3.5. Capsule obtenue après encapsulation.

3.5. Frittage sous pression atmosphérique

Les capsules ainsi produites sont introduites dans des creusets (figure 3.7(a)) et entourées de tous les côtés par du sable siliceux dont il est utilisé pour les raisons suivantes: maintenir la forme de l'échantillon par la prévention de l'écoulement du verre pendant le frittage, considérer comme un milieu de transfert de la pression atmosphérique vers l'échantillon. Le creuset est ensuite mis dans le four (figure 3.6) à 1250 °C pendant des durées différentes. Les creusets doivent avoir certaines propriétés telles que la résistance au choc thermique et la température de fusion élevée. Après le creuset est échappé du four, il est laissé se refroidir à l'air libre, ensuite l'échantillon fritté est débarrassé du sable et il devient prêt à utiliser.



Fig 3.6. Four à moufle utilisée pour le frittage des capsules.

La figure 3.7(b) montre un échantillon élaboré par le procédé CAP.

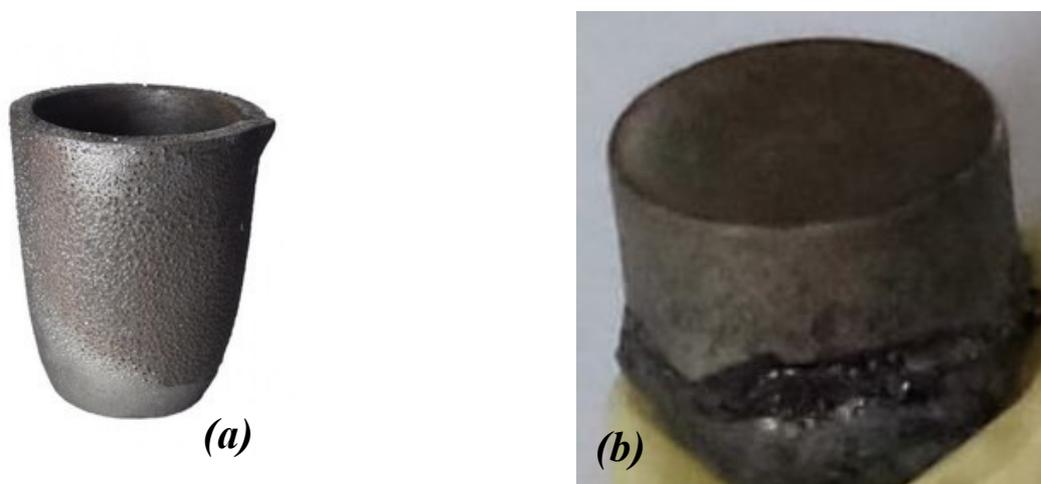


Fig 3.7. (a) Creuset utilisé, (b) Un des échantillons élaborés.

3.6. Préparation métallographique des échantillons

Le but de l'examen métallographique des métaux et alliages est de définir leur microstructure avec précision, c'est à dire de déterminer qualitativement la nature, la forme, la répartition de leurs constituants. De plus on peut parfois mesurer au moins approximativement les dimensions, le nombre et la proportion des particules, grains ou inclusions, sous la forme desquels se présentent les constituants.

Les échantillons obtenus sont subi une chaîne d'opération qui sont :

1. *Tronçonnage*

Le tronçonnage métallographique sert à prélever un échantillon représentatif.



Fig 3.8. Meule de tronçonnage.

Le tronçonnage abrasif sous eau est la méthode de tronçonnage métallographique la mieux adaptée car elle génère le moins de déformations possible. Le tronçonnage abrasif sous eau requiert une meule de tronçonnage contenant un abrasif et un liant. Afin de prévenir tout dommage à l'échantillon dû à l'échauffement par frottement, le liquide de refroidissement assure un arrosage permanent de la meule.

Le liquide de refroidissement permet également d'éliminer les débris présents dans la zone de coupe.

2. *Enrobage*

L'enrobage permet d'éviter d'endommager et d'altérer les caractéristiques des échantillons lors du polissage.

Pour ce travail on a utilisé l'enrobage à froid car les résines d'enrobage à froid constituent une solution économique, rapide et simple à mettre en œuvre.

3. Pré-polissage

La difficulté majeure rencontrée lors de la préparation est l'exposition de la porosité vraie après le pré-polissage et le polissage. Selon la dureté du matériau, cela sera plus ou moins réussi.

Lors du pré-polissage métallographique, le métal est repoussé dans les pores et si les étapes de polissage subséquentes ne sont pas effectuées correctement, des « couvercles » de métal résiduel, recouvrant les pores, fausseront l'évaluation correcte de la porosité.

Un pré-polissage et polissage soigneux, avec contrôles microscopiques entre les étapes de polissage, assureront une représentation vraie de la structure.

Le pré-polissage se fait sur un plateau tournant garni de disques de papier abrasif de granulométrie de plus en plus fine sous arrosage d'eau :

80 ; 120 ; 180 ; 240 ; 320 ; 400 ; 600 ; 800 ; 1200.

Pendant la manipulation on doit tourner l'échantillon de 90° à chaque changement de papier abrasif.

Le tableau ci-dessous montre les paramètres de pré-polissage utilisé.

Tableau 3.3 : Paramètres de pré-polissage.

Support		Papier SiC #80,#120,#180,#240,#320,#400, #600,#800,#1200
Lubrifiant		Eau
Suspension		///
Tour/min		375
Force		À main
Temps		À besoin

4. Polissage (finition)

La première étape de la finition est de bien rincer l'échantillon (sous l'eau), ainsi que les mains afin d'éviter de mettre des grains de toile émeri sur le disque de polissage final.

La finition s'effectue avec un disque de feutre (ou drap), lequel est soumis à une rotation de 550 à 1200 tr/min) s'il est possible.

Le feutre est ensuite garni de OP-S on la dépose par petits tas sur le feutre, OP-S est une suspension colloïdale de silice.

Le polissage à l'alumine donne aussi de bons résultats, dans ce cas le feutre est arrosé par cette alumine en suspension dans de l'eau distillée.

Le tableau ci-dessous montre les paramètres de polissage utilisé.

Tableau 3.4 : Paramètres de polissage.

Support		Feutre
Lubrifiant		///
Suspension		OP-S Suspension Alumine + Eau
Tour/min		550
Force		À main
Temps (min)		7 – 8

5. Nettoyage et séchage

Après le polissage, il est essentiel de nettoyer l'échantillon à l'aide d'un mélange eau/détergent afin d'éliminer des pores tout reste de suspension de polissage. L'échantillon est alors rincé à l'eau, puis séché dans un jet d'air comprimé, en tenant l'échantillon incliné. Il faut éviter de diriger le jet d'air comprimé directement du haut sur la surface de l'échantillon, car cela forcerait les liquides en dehors des pores, ce qui laisserait des auréoles sur la surface.

6. Attaque chimique

Il est recommandé tout d'abord d'examiner l'échantillon non-attaqué afin de vérifier la densité, la forme et la taille des pores, l'oxydation et les inclusions et les zones de frittage. Il est important de connaître la densité théorique afin de pouvoir la comparer à la densité obtenue.

Le temps d'attaque dépend de l'alliage et demande une certaine expérience pour arriver à trouver la durée d'attaque correcte. Une attaque trop courte ne permettra pas d'obtenir un contraste suffisant des différentes phases.

Par contre, si l'échantillon est sur-attaqué, il sera difficile de distinguer entre les différentes phases.

Lors du travail avec un matériau non-familier, il est recommandé de réduire le temps d'attaque plutôt que de le prolonger et de contrôler le résultat au microscope en premier lieu. L'attaque pourra être prolongée si nécessaire, mais si l'échantillon est sur-attaqué, il faudra repocéder à un polissage.

Pour révéler la structure, l'on peut utiliser les solutions d'attaque chimique ordinaires, employées pour les métaux et leurs alliages et qui sont recommandées dans les ouvrages spécialisés.

Pour mes échantillons (Acier à outils T15) le réactif d'attaque est le **NITAL (4%)** :

Pour préparé 100 ml du solution d'attaque, il nous faut :

- 4 ml Acide nitrique HNO_3
- 96 ml Éthanol $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$

Le temps d'attaque est approximativement $t_A \approx 110$ s.

Tableau 3.5: Paramètres d'attaque chimique.

<i>Échantillon</i>	<i>Réactif d'attaque</i>	<i>Temps d'attaque t_A (s)</i>
Acier à outils T15	4 % NITAL	≈ 110

Après cet examen initial, on attaque l'échantillon immédiatement pour éviter les auréoles conséquentes au séchage, qui pourraient se former lorsque les liquides de nettoyage et de séchage s'écoulent graduellement des pores.

- **Procédure**

Mouillage de la surface de l'échantillon par la solution d'attaque, lorsque le temps d'attaque adéquat est écoulé, on rince l'échantillon à l'eau, puis on le sèche dans un courant d'air chaud. L'interprétation et la documentation photographique devront avoir lieu immédiatement après le séchage.

3.7. Traitement d'image (Microstructure)

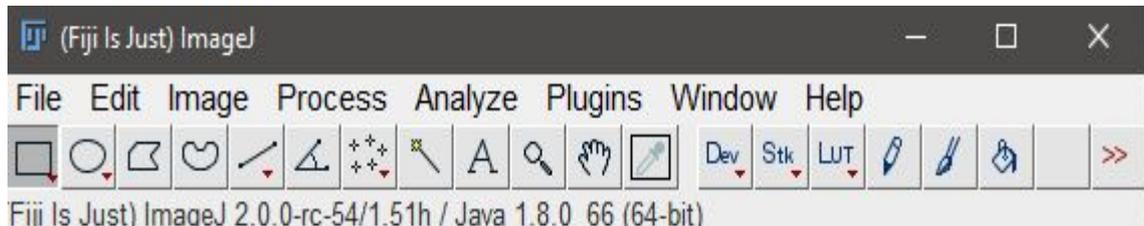


Fig 3.9. Interface du logiciel ImageJ.

- **Mesure du taux de porosité et la fraction de carbures**

La fraction de carbures et le taux de porosité sont calculés en utilisant le contraste créée par la différence en couleurs entre la matrice et les phases (carbures, pores) en utilisant toujours les fonctions de l'image J (figure 3.9).

- **Calcul de la pénétration du verre**

La pénétration du verre commence à partir des cotés de l'échantillon. Elle est clairement distinguée par rapport à son corps comme une couche brillante à proximités de ses bordures. La pénétration du verre se produit lors du frittage. Les particules du verre entrent dans les pores entre les particules de la poudre et elles ne donnent pas le temps pour la formation des cous. Le profondeur du pénétration dépend de la granulométrie des particules, du temps, et de la température de frittage et pour calculer ce profondeur il faut simplement mesurer la distance entre l'extimité de l'échantillon et la plus loin particule du verre dans les images present par le microscope optique.

3.8. Mesure de la taille moyenne des grains

La taille moyenne des grains donne une information sur les propriétés mécaniques du matériau. Ces propriétés sont bonnes lorsque la taille des grains est petite et vice-versa. Nous avons utilisé la technique d'interception linéaire dont Le principe est de compter le nombre d'interception des grains avec une ou plusieurs segments test traversant la microstructure. Lorsque deux grains sont consécutifs nous comptons l'interception et lorsque ne sont pas nous comptons $\frac{1}{2}$ interception. La norme exige que la longueur de la ligne doit être choisie de façon d'avoir au minimum 50 interception par ligne, donc pour remplir cette condition, nous avons ajusté le grossissement des micrographies. La taille moyenne des grains est donnée par l'équation suivante :

$$\varnothing_m = \frac{L \times 1000}{N \times G} X_v \dots (3.5)$$

Où :

\varnothing_m : La taille moyenne des grains en μm .

L : Longueur de la ligne en mm.

G : Le grossissement.

X_v : La fraction volumique des grains.

N : le nombre d'interception linéaire avec le segment test.

La fraction volumique des grains est calculée par l'imageJ, en utilisant la surface occupée par les grains par rapport à la surface totale de la microstructure et le grossissement est obtenu à partir du microscope. Enfin, la taille est donnée par la moyenne des trois ou plusieurs mesures prises dans chaque plage.

3.9. Essai mécanique

- *La dureté*

La dureté est la propriété d'un matériau mesurée par un microduromètre (figure 3.10). Elle est définie comme étant sa résistance à la pénétration d'un poinçon. Dans notre cas le pénétrateur est une pyramide en diamant (dureté Vickers). Après avoir précisé le temps d'appui et la force appliquée sur l'écran du duromètre, une empreinte est créée et la dureté est affichée sur l'écran. Et pour diminuer la probabilité d'erreur nous avons pris la moyenne de quelques mesures sur la même plage dans des lieux différents.



Fig 3.10. Microduromètre.

Chapitre 4

Résultats et Discussions

Chapitre 4. Résultats et Discussions

Le frittage par procédé CAP d'une poudre d'acier à outils T15 est engendré par des phénomènes de consolidation et de densification au sein du matériau fritté. Ces phénomènes sont influencés par plusieurs paramètres tels que le temps, la température, l'atmosphère et la taille et la forme des particules. Dans ce chapitre, on va présenter et interpréter les effets du temps de frittage sur la porosité, la pénétration du verre, la taille moyenne des grains et la dureté. On va aussi présenter d'autres résultats concernant le frittage de la poudre d'aciers à outils T15 de particules sphériques.

4.1. Résultats de la caractérisation de la poudre

4.1.1. Composition granulométrique et caractérisation de la taille

Les résultats obtenus après le tamisage sont représentés dans la figure 4.1

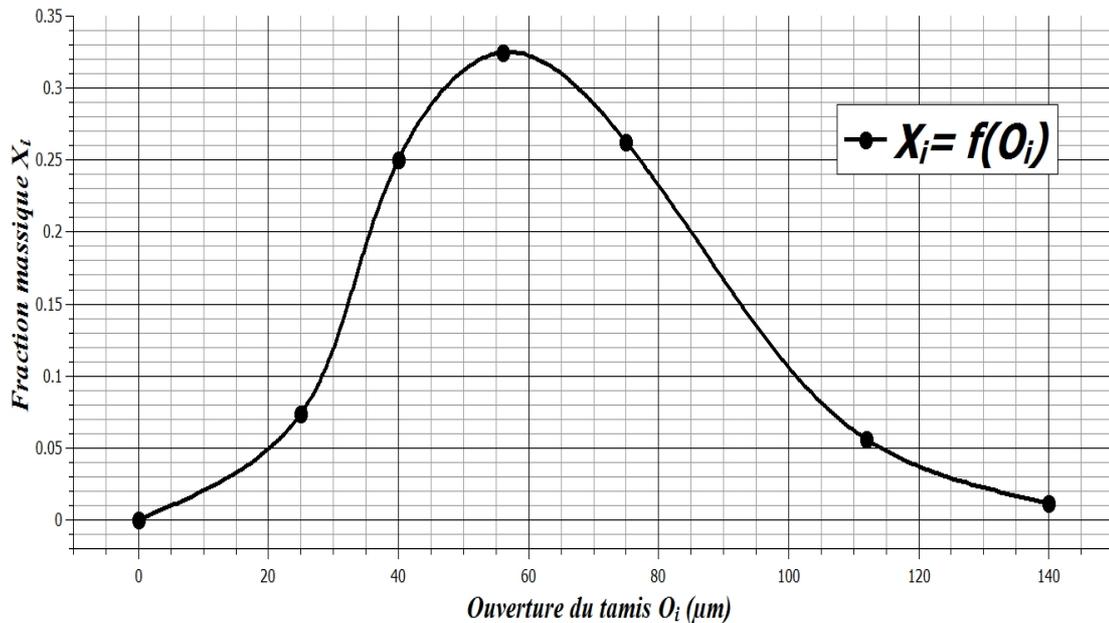


Fig 4.1. Courbe de distribution des tailles des particules .

$$\bar{\varnothing}_m = O_1 \cdot X_1 + \frac{O_1 + O_2}{2} \cdot X_2 + \frac{O_2 + O_3}{2} \cdot X_3 + \frac{O_3 + O_4}{2} \cdot X_4 + \frac{O_4 + O_5}{2} \cdot X_5 + \frac{O_5 + O_6}{2} \cdot X_6 + \frac{O_6}{2} \cdot X_A \quad (4.1)$$

$$\bar{\varnothing}_m = 140 \times 0.0112 + \frac{140 + 112}{2} \times 0.05595 + \frac{112 + 75}{2} \times 0.26252 + \frac{75 + 56}{2} \times 0.32487 + \frac{56 + 40}{2} \times 0.25053 + \frac{40 + 25}{2} \times 0.07380 + \frac{25}{2} \times 0.00013$$

La taille moyenne des particules est $\bar{\varnothing}_m = 68.927 \mu\text{m}$

4.1.2. Caractérisation de la forme

La figure ci-dessous montre une photo micrographie optique de la poudre à l'état de réception. La microstructure montre que la forme des particules de la poudre utilisée est de forme irrégulière avec une grande distribution de taille.

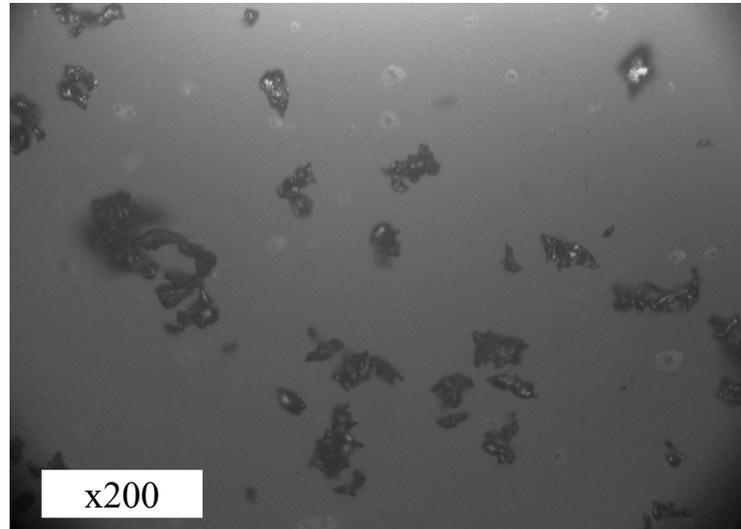


Fig 4.2. Caractérisation de la forme des particules par microscope optique x200.

4.1.3. Composition chimique

Les analyses de la poudre par fluorescence-X nous donnent les résultats suivants :

Tableau 4.1 : Composition chimique de la poudre d'acier à outils T15 utilisé[25].

Composition chimique (%)								
<i>W</i>	<i>V</i>	<i>Co</i>	<i>Cr</i>	<i>C</i>	<i>Mo</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>Ni</i>
10.6	4.8	6.4	6.5	1.55	3.9	0.31	0.31	0.078

L'analyse chimique du matériau de poudre a révélé la composition chimique montrée ci-dessus ; on remarque que l'acier possède une grande teneur en W, V, Cr et Co ce qui confirme la nuance T15 du matériau conformément à la norme ASTM. Les éléments chimiques responsables de la formation des carbures dans cet acier sont : W, V, Cr et C.

4.2. Influence de temps de frittage sur le taux de porosité

Le tableau ci-dessous montre les résultats de taux de porosité en fonction du temps de frittage obtenues.

Tableau 4.2 : Résultats du taux de porosité de la poudre d'acier T15 fritté à 1250 °C.

Temps de frittage	30 min	1h	2h	4h	8h
Taux de porosité (%)	7.358	5.307	5.247	4.696	3.893

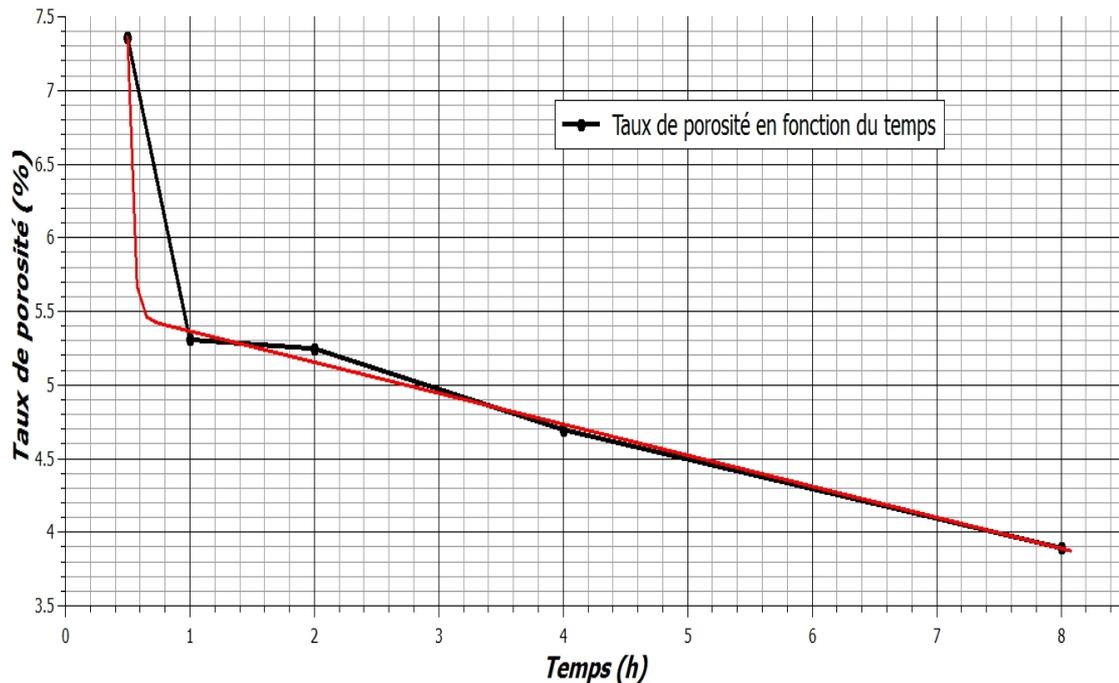


Fig 4.3. Variation de porosité en fonction du temps de frittage.

Les résultats montrent que le taux de porosité diminue avec le temps de frittage. Au début, les phénomènes de densification et consolidation sont accélérées. Cela peut être justifié par la formation et la croissance des ponts entre particules par les mécanismes de transport de matières (voir 1.4.1). Au fur et à mesure que les ponts grossissent, les rayons de courbures entre les particules diminuent. Après un certain temps, la croissance des cous est suffisante pour que les pores soient interconnectés. Après environ 2 heures de frittage, nous avons noté une diminution lente du taux de porosité au fur et à mesure que le temps de frittage s'écoule. Ce qui peut être expliqué par une diminution de l'énergie de surface du système due à la croissance des cous et la fermeture des pores. À cause de la forme irrégulière de la poudre les rayons de courbures sont minimale par rapport à celle de la poudre sphérique qui entraîne une cinétique de frittage lente par conséquent il faut plus de temps pour éliminer les pores.

La courbe de la variation de taux de porosité en fonction du temps de frittage suit une allure décroissante conforme à la littérature du frittage. En effet, nous savons que le frittage est un phénomène thermiquement activé, alors l'augmentation du temps de frittage diminue le taux de porosité (augmente la densité).

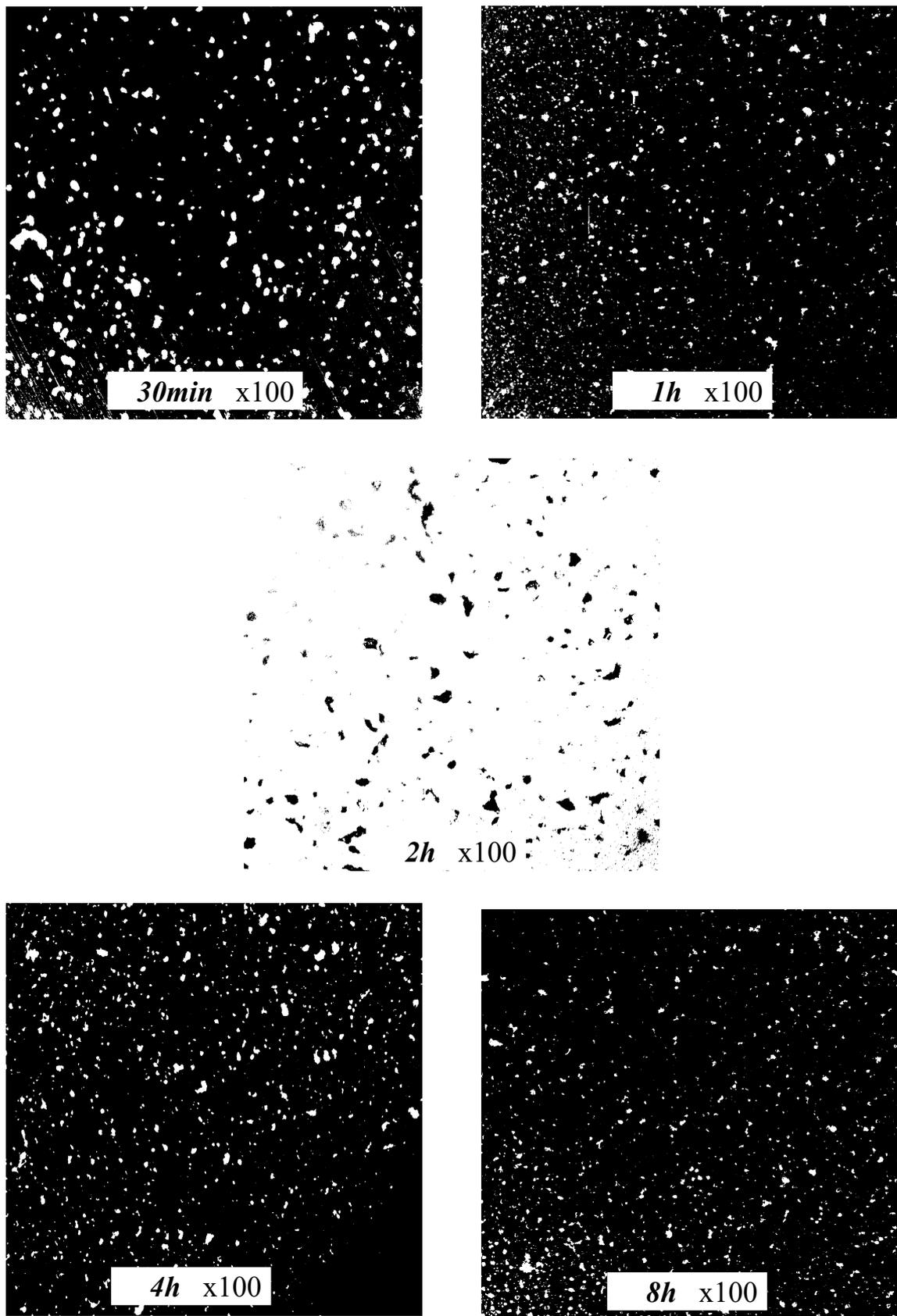


Fig 4.4. Micrographies optiques montrant l'évolution du taux de porosité avec le temps de frittage .

4.3. Influence de temps de frittage sur la pénétration du verre

Pendant la consolidation par pression atmosphérique d'une poudre métallique utilisant des capsules de verre, il y a un phénomène de pénétration de verre dans la poudre métallique. Cette pénétration est provoquée par le vide à l'intérieur de la capsule et la haute fluidité du verre à la température de frittage. Cette pénétration peut être un avantage si la capsule de poudre est destinée à être extrudée ou un inconvénient si le matériau fritté est destiné à être utilisé immédiatement après frittage. Si la poudre est destinée à être extrudée le film de verre peut jouer le rôle d'un parfait lubrifiant en réduisant les forces de frottement entre la chambre d'extrusion et la capsule extrudée. En revanche ce film peut être un inconvénient surtout pendant la brasure de l'outil sur le porte outil ; car dans ces conditions le verre peut constituer une barrière pour la diffusion de la brasure entre l'outil et le porte outil. Ce problème peut être évité évidemment par un meulage de la surface extérieure de l'outil pour la débarrasser du verre pénétré.

Après l'élaboration des échantillons, on a mesuré la pénétration du verre. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 4.3 : Résultats de la pénétration du verre de la poudre d'acier T15 fritté à 1250 °C.

Temps de frittage	30 min	1h	2h	4h	8h
Pénétration du verre (mm)	0.404	0.407	0.391	0.438	0.496

La figure ci-dessous montre l'évolution de la pénétration de verre comme fonction du temps.

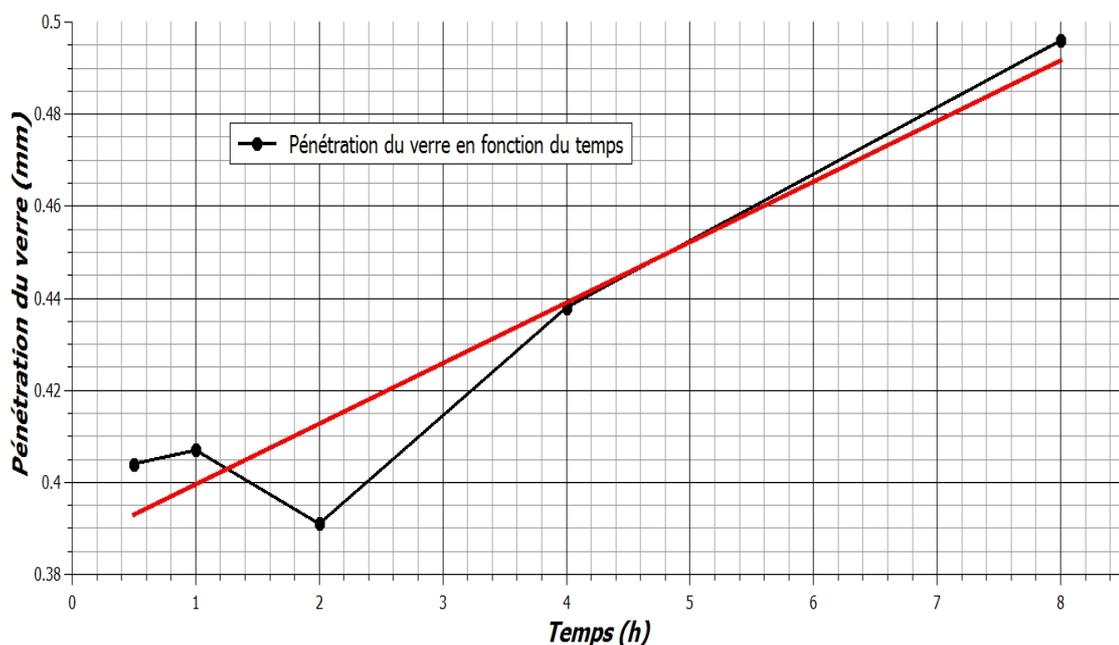


Fig 4.5. Évolution de la pénétration du verre en fonction du temps de frittage.

D'après la figure 4.5 nous observons que la profondeur de pénétration du verre augmente avec le temps de frittage. Au début de l'opération de frittage la consolidation et la densification sont accélérés par la grande énergie de surface, la poudre est de forme irrégulière qui a un empilement compact à l'état libre ce qui limite la pénétration du verre mais les pores existent toujours, ils sont connectés et ouverts alors le verre fondu s'écoule à travers le réseau des pores ouverts. Mais, au fur et à mesure que la densification évolue, la vitesse de pénétration diminue à cause de la fermeture des pores. En réalité pendant la consolidation des poudres métalliques par le procédé CAP, il y a un phénomène de compétition entre la vitesse de pénétration du verre et celle de fermeture des pores. Cette compétition est particulièrement marquée à haute température où les cinétiques de diffusion sont importantes.

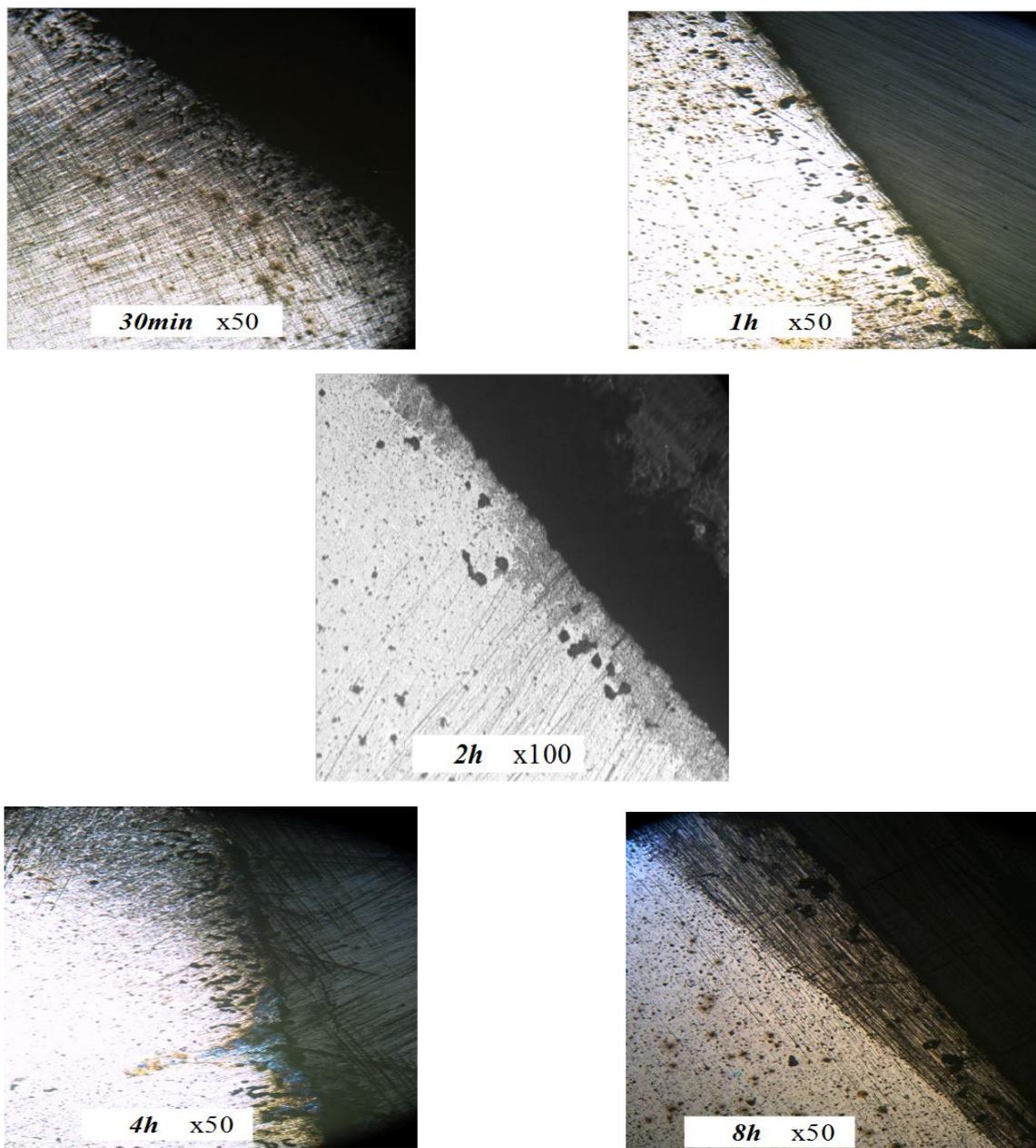


Fig 4.6. Évolution de la pénétration de verre avec le temps de frittage.

4.4. Influence de temps de frittage sur la croissance des grains

Le tableau ci-dessous montre les résultats de la croissance des grains obtenues pendant différents temps de frittage.

Tableau 4.4 : Résultats de la croissance des grains de la poudre d'acier T15 fritté à 1250 °C.

Temps de frittage	30 min	1h	2h	4h	8h
Taille moyenne des grains d_g (μm)	22.09	32.31	43.05	48.38	58.35

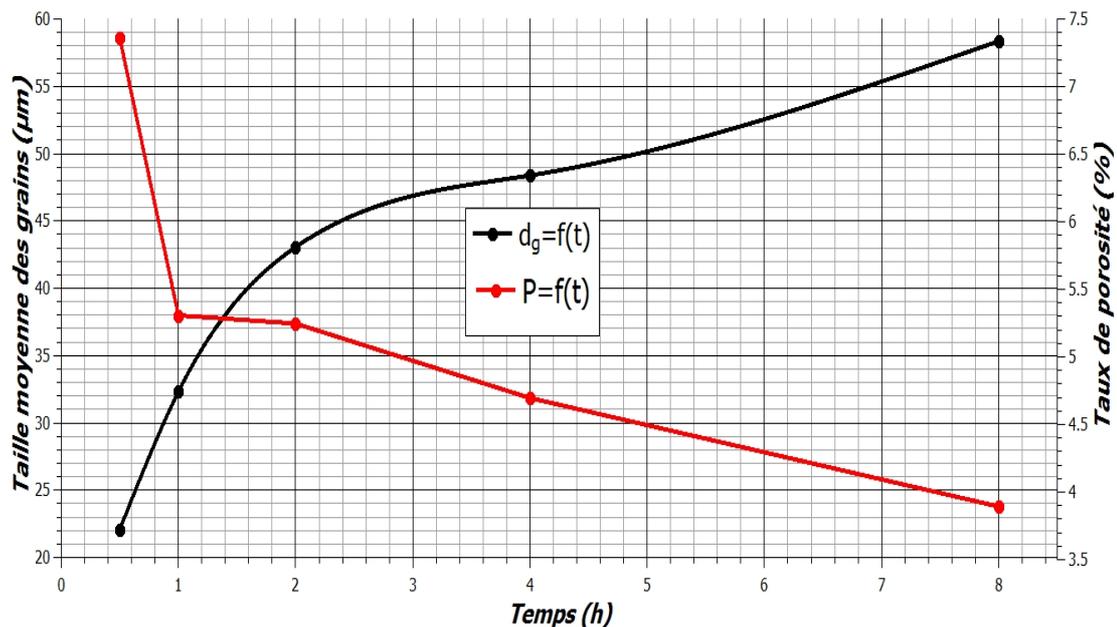


Fig 4.7. Relation entre la taille des grains et la porosité lors du frittage de l'acier T15 en poudre.

La croissance des grains est liée au taux de porosité présent dans le matériau fritté comme le montre la figure 4.7. L'explication des résultats obtenus et les raisons derrière cette relation est basée sur les phénomènes qui se passent pendant les stades de frittage. Au cours des deux premiers stades de frittage les grains sont entourés par les pores ce qui rend le mouvement des joints de grains difficile à cause des forces de traînage. Cela explique une faible croissance des grains. Au début du troisième stade beaucoup de pores s'éliminent tandis que les derniers coalescent en formant de gros pores isolés dans la matrice. C'est ainsi que la croissance des grains devient très rapide grâce à un mouvement de joint assez rapide à travers le matériau dense. Les pores qui restent sont toujours au niveau des joints de grains ce qui conduit au même résultat que celui des deux premiers stades. Au fur et à mesure que la densification progresse, les pores se rétrécissent et ils se séparent aux joints de grains, alors, la force de traînage diminue, ce qui entraîne une croissance rapide des grains.

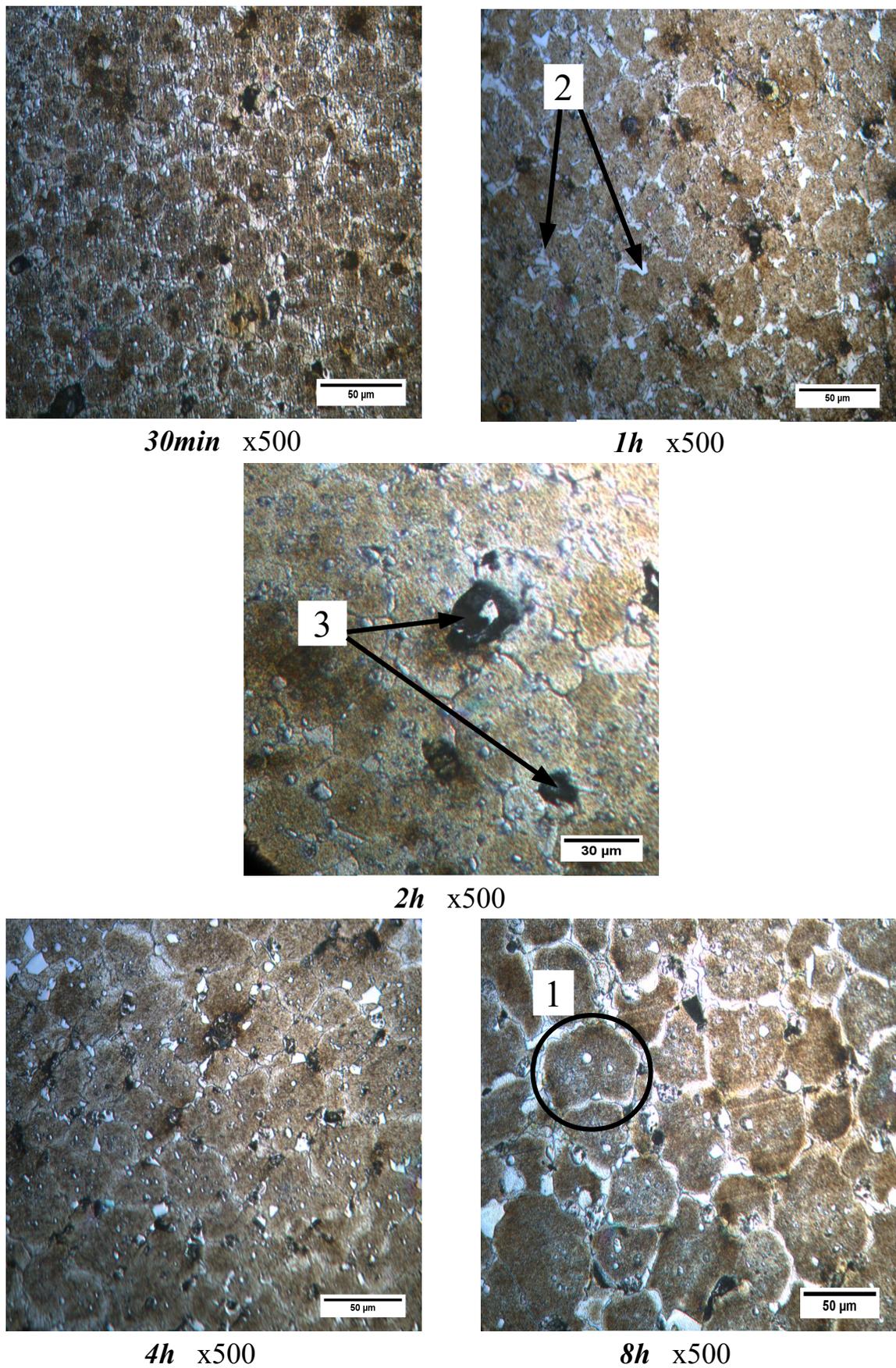


Fig 4.8. Microstructure d'acier à outils T15 fritté à 1250°C pendant différents temps de frittage. 1. Grain, 2. Carbures, 3. Pores.

4.5. L'effet de temps du frittage sur la dureté

Le tableau ci-dessous montre les résultats de l'essai de dureté obtenues.

Tableau 4.5 : Résultats de l'essai de dureté.

Temps de frittage	30 min	1h	2h	4h	8h
Dureté Hv	667	726.4	724.033	807.933	782.467

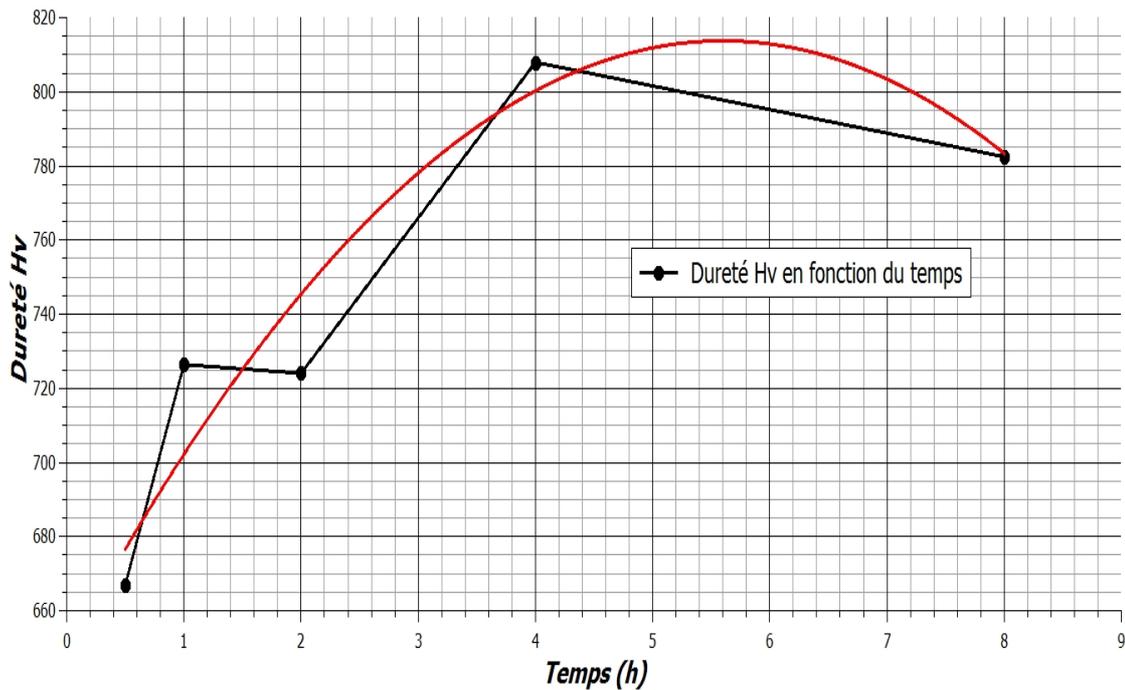


Fig 4.9. Variation de la dureté Hv en fonction du temps de frittage.

Les mesures de dureté effectuées sur les échantillons frittés à 1250°C pendant des temps différents montrent des valeurs maximales de l'ordre de 808 Hv. Cette dureté est typique d'un acier à outil à base de W. Ce niveau de dureté est obtenu pendant un temps de frittage d'environ 4 heures. La dureté suit ensuite un comportement décroissant. L'augmentation de la dureté en premier temps est une conséquence de l'augmentation de la densité de l'échantillon par les mécanismes de transferts de matière cités auparavant. La formation des carbures et leur distribution homogène dans la matrice, ainsi que leur taille fine et du à la finesse des grains et la surface importante des joints de grains, ce qui implique une grande valeur de dureté. La chute de dureté après 4 h de frittage est due à la croissance des grains pendant et après le stade final de frittage et aussi à la croissance de certains carbures par rapport aux autres, ce qui influe sur l'homogénéité de sa distribution qui va entraîner une diminution de la dureté.

4.6. Comparaison entre les poudres d'acier à outils T15 de forme irrégulière et sphérique frittées à 1250°C

Dans ce qui suit la comparaison se fait entre les deux types d'échantillons suivants:

- Échantillons en poudre d'acier à outils T15 de forme irrégulière frittée à 1250°C de taille moyenne des particules égales à 69µm.
- Échantillons en poudre d'acier à outils T15 de forme sphérique frittée à 1250°C de taille moyenne des particules égales à 87µm.

4.6.1. Influence de la forme des particules sur le taux de porosité

La figure ci-dessous montre l'évolution de la porosité en fonction du temps pour les deux types d'échantillons frittés à 1250°C.

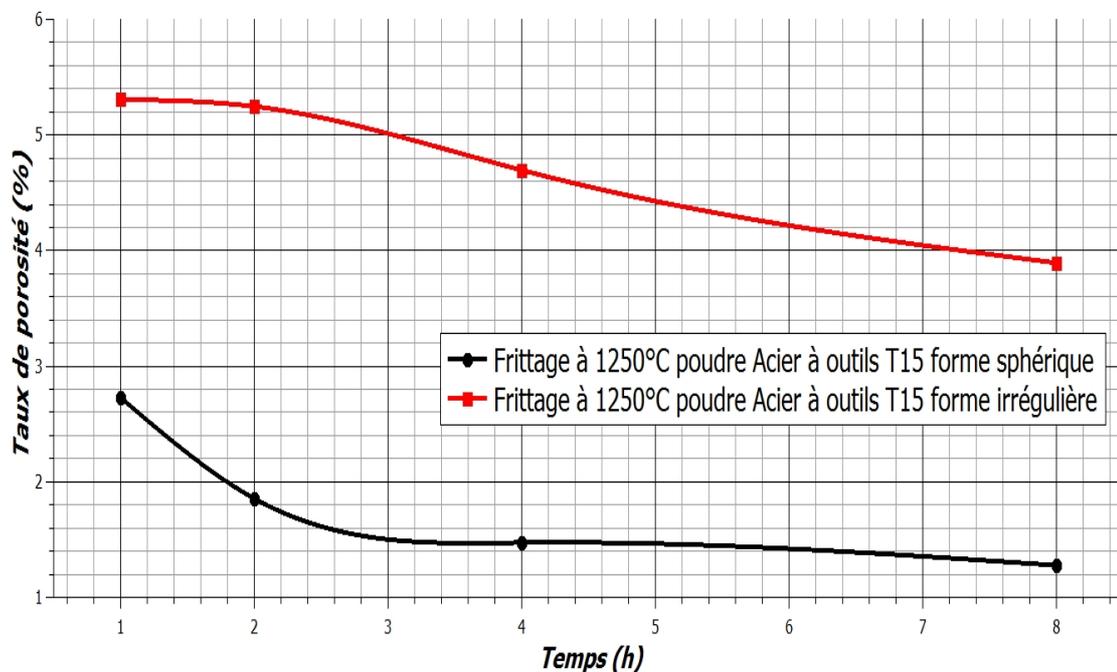


Fig 4.10. Variation de la porosité en fonction du temps de frittage pour les 2 cas étudiés.

Les résultats montrent que le taux de porosité diminue avec le temps de frittage dans les deux cas. D'après la figure 4.10 on remarque que la porosité est plus élevée dans les échantillons de poudre irrégulière que pour celle de poudre sphérique cela est due au fait que la cinétique de frittage des poudres de forme sphérique est plus rapide que celle de forme irrégulière à cause des courbures de surface et de leur faible rugosité. Par conséquent, la densité du matériau élaboré en poudre sphérique est meilleur que celle du matériau élaboré en poudre irrégulière pour les mêmes conditions de température et de temps de frittage.

4.6.2. Influence de la forme des particules sur la pénétration du verre

La figure ci-dessous montre l'évolution de la pénétration du verre comme fonction du temps pour les deux types d'échantillons frittés à 1250°C.

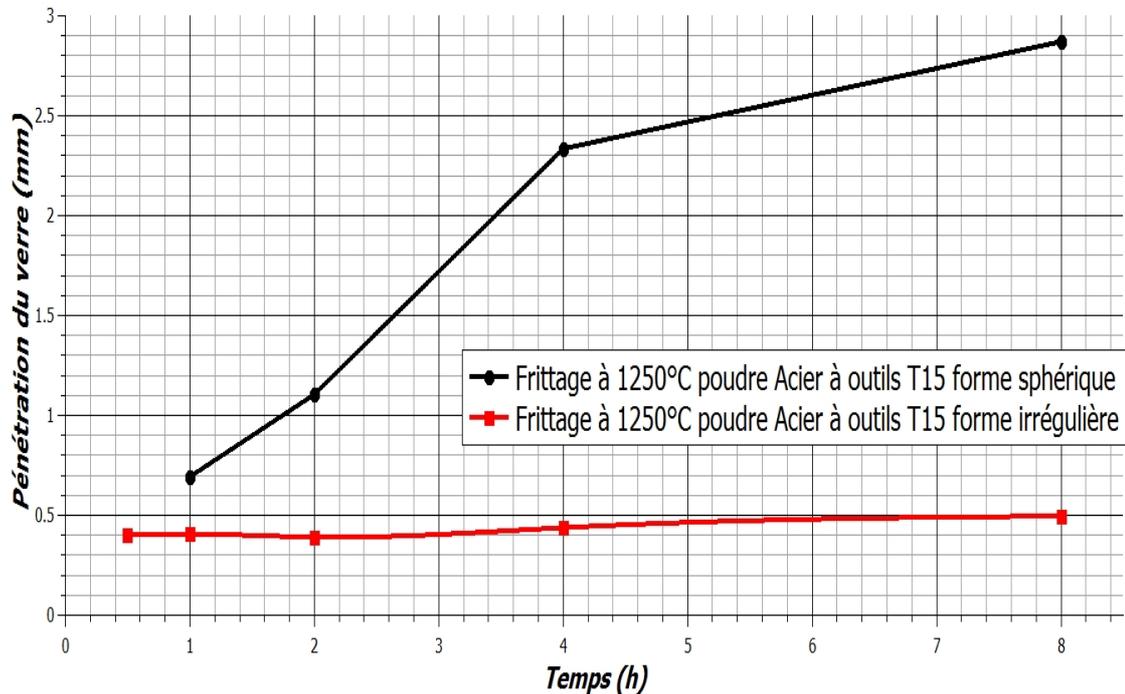


Fig 4.11. La pénétration du verre en fonction du temps de frittage pour les 2 cas étudiés.

D'après la figure 4.11 nous observons que la profondeur de pénétration du verre augmente avec le temps de frittage. Mais cette augmentation est plus grande dans le cas d'une poudre sphérique.

Au début, les particules de forme sphérique ont un état de surface lisse et un contact minimale entre particules ce qui donne un taux de porosité élevé par conséquent la pénétration du verre sera facile pendant les premier heures de frittage mais au fur et à mesure que la densification évolue, la vitesse de pénétration diminue à cause de la fermeture des pores. Par contre les particules de forme irrégulière ont un état de surface rugueux avec un contact entre particules important ce qui empêche la pénétration du verre qui est plus faible.

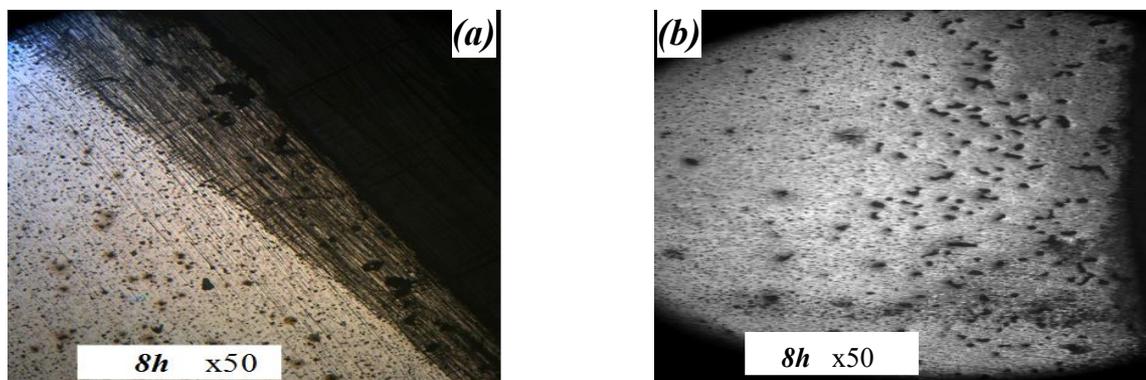


Fig 4.12. La pénétration du verre pendant 8h de frittage à 1250°C
(a) poudre irrégulière, (b) poudre sphérique.

4.6.3. Influence de la forme des particules sur la croissance des grains

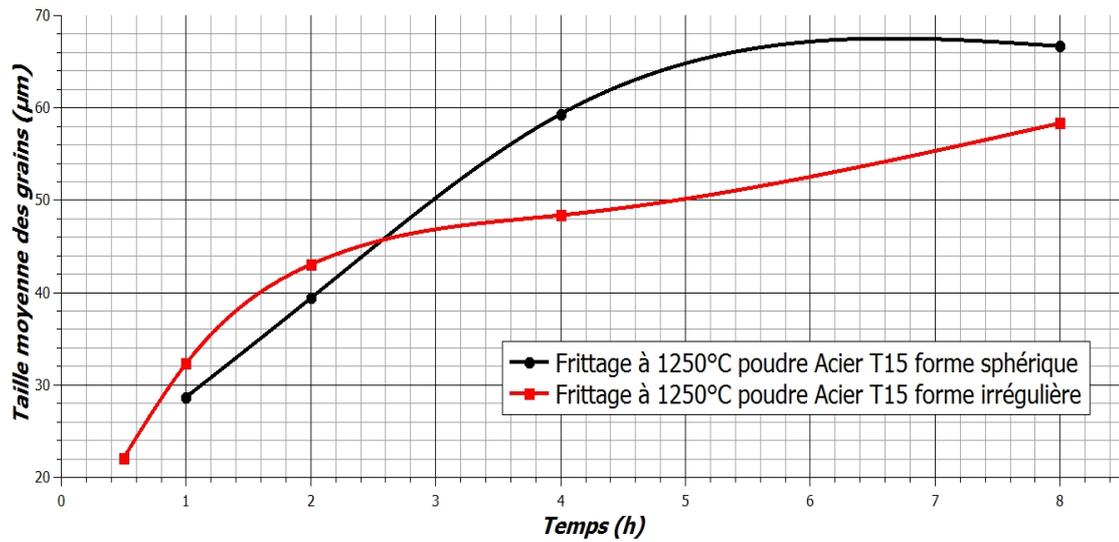


Fig 4.13. La croissance des grains en fonction du temps de frittage pour les 2 cas étudiés.

D'après la figure 4.13, on constate que pour les deux types d'échantillons étudiés, la taille moyenne des grains croît avec le temps de frittage, mais il est à noter que cette croissance est un peu plus importante dans le cas du poudre sphérique car la taille moyenne des particules est supérieure à celle de la poudre irrégulière et la cinétique de frittage des particules sphériques est plus rapide que celle des particules irrégulières cela est dû au fait que les rayons de courbures dans le premier cas sont plus grands ce qui facilite la formation et la croissance des joints donc une consolidation et une densification accélérées. La figure 4.14 présente des micrographies optiques des microstructures de l'acier fritté à 1250 °C pour une poudre irrégulière et une autre sphérique.

$$\varnothing_s = 87.21\mu\text{m} > \varnothing_r = 68.93\mu\text{m}$$

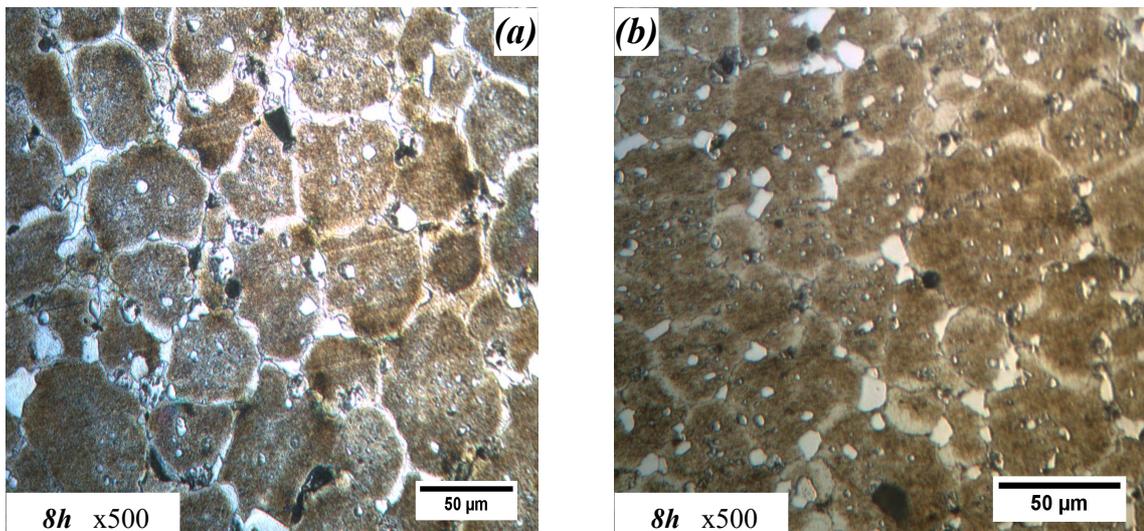


Fig 4.14. Microstructures d'acier à outils T15 fritté à 1250°C pendant 8h (a) poudre irrégulière, (b) poudre sphérique.

4.6.4. Influence de la forme des particules sur la dureté

La figure ci-dessous montre l'évolution de la dureté comme fonction du temps pour les deux types d'échantillons frittés à 1250°C.

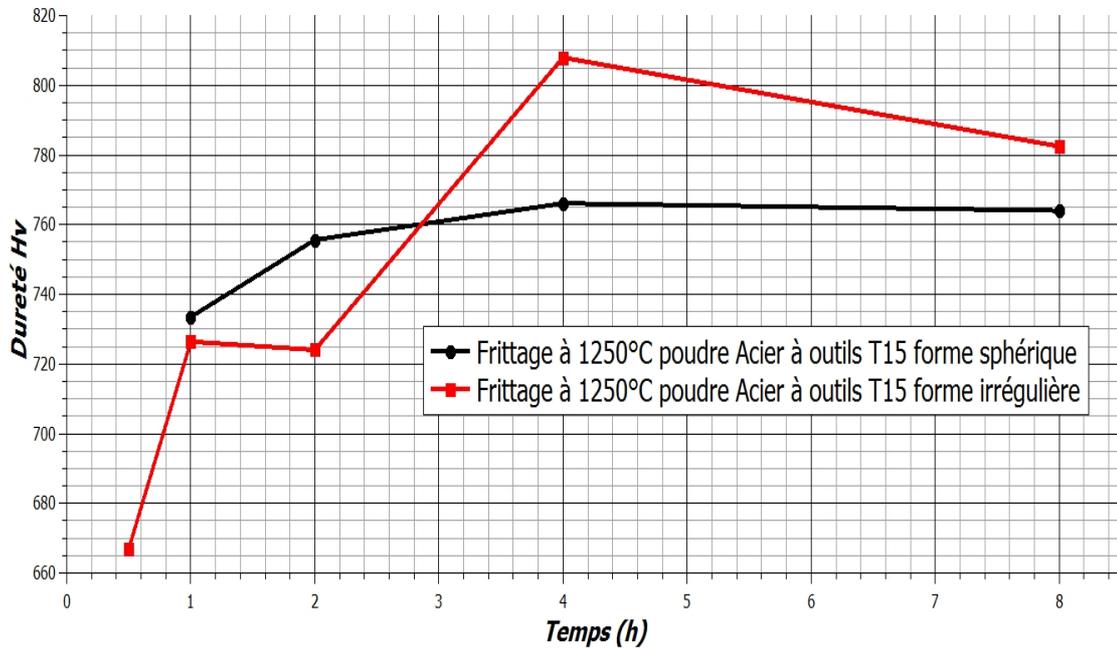


Fig 4.15. Variation de la dureté en fonction du temps de frittage pour les 2 cas étudiés.

D'après la figure 4.15 on remarque que la dureté augmente avec le temps de frittage dans les deux cas jusqu'à 4h ensuite elle diminue.

La dureté des échantillons en poudre irrégulière est légèrement supérieure à celle des échantillons en poudre sphérique cela est due au fait que la croissance des grains dans le premier cas est plus importante que le deuxième et la distribution des carbures n'est plus homogène à cause de la coalescence des carbures qui est plus rapide dans le cas du poudre sphérique .

Conclusion générale

Les résultats présentés dans ce travail de recherche sont bien conformes avec la théorie de frittage des aciers rapides disponibles dans la littérature. On peut résumer les résultats de recherche aux quels nous avons abouti comme suit :

- L'Augmentation du temps de frittage entraîne une diminution du taux de porosité donc une augmentation de la densité. Alors, un temps de frittage assez long tend à diminuer la porosité vers des valeurs minimales.
- La taille moyenne des grains est presque équivalente pour les deux types de poudres si celles-ci sont frittées sous les mêmes conditions de temps et de température de frittage.
- Au début, la vitesse de pénétration du verre dans la poudre est supérieure à la vitesse de densification ce qui entraîne une augmentation rapide de l'infiltration du verre tandis qu'elle devient lente après un certain temps car la vitesse de pénétration sera plus faible devant celle de densification. La pénétration du verre se situe dans un intervalle [0.4 – 0.5] mm selon les conditions de frittage utilisées.
- La dureté des échantillons obtenue par le procédé CAP est conforme aux valeurs de dureté des aciers à outils rapides disponibles dans la littérature. Elle se situe dans un niveau d'environ 808 HV.
- Les résultats optimum de frittage sont obtenus pour les paramètres suivants : température de frittage 1250°C, une durée de frittage de 4 à 6h sous une atmosphère neutre (vide) et une pression atmosphérique de 0.1 MPa.
- La cinétique de frittage des poudres sphériques est plus importante que celle des poudres irrégulières.
- La profondeur de pénétration du verre dans la poudre irrégulière est inférieure à celle d'une poudre sphérique à cause de la forme et l'état de surface des particules qui favorisent l'infiltration du verre dans le deuxième cas.
- La dureté des échantillons en poudre irrégulière est légèrement supérieure à celle des échantillons en poudre sphérique pour les mêmes conditions de travail.
- La dureté des échantillons obtenue dans les deux cas par le procédé CAP est conforme aux valeurs de dureté des aciers à outils rapides disponibles dans la littérature.

Références Bibliographiques

- [1]. M. EUDIER. « *Métallurgie des poudres généralités* ». Techniques de l'ingénieur .M860.1994.
- [2]. F. THUMMLER. « *An Introduction to Powder Metallurgy* ». The Institute of Materials .Cambridge UK. 1993. ISBN 0-901716-26-X
- [3]. D. BOUVARD. « *Métallurgie Des Poudres* » . Édition Hermes Science . Paris .2002.
- [4]. Josef M.CAPUS. « *Metals Powder : A Global Survey Of Production , Applications And Markets To 2010* ». 4th Edition. Elsevier advanced technology. 2006.
- [5].G.S. UPADHYAYA. « *Powder Metallurgy Technology*» (p170). Cambridge international science publishing. UK.2002. ISBN 1 898326 40 1.
- [6].« *ASM handbook Powder Metal Technologies and Applications* » Volume 7, ASM International. USA.1998. ISBN 0-87170-387-4.
- [7].C.CHAUSSIN. « *Métallurgie :Élaboration Des Métaux* » Tome 2 (pages 233,234). Dunod. Paris.1965.
- [8].Sidney H.AVNER. « *Introduction À La Métallurgie Physique* » (pages 697-700). CCDMD. Montréal, Canada. 2014.
- [9].A. ŠALAK. « *Machinability Of Powder Metallurgy Steels* » (Pages 15,17,18). CAMBRIDGE INTERNATIONAL SCIENCE PUBLISHING. Cambridge UK. 2005. 551 p. ISBN 1-898326-82-7.
- [10].P.C.ANGELO. « *Powder Metallurgy Science, Technology and applications* ». PHI Learning Private limited. New Delhi. 2009. 300 p. ISBN-978-81-203-3281-2.
- [11].Michel EUDIER. « *Fabrication des produits frittés* ». Techniques de l'ingénieur. M864.
- [12]. R.M.GERMAN . « *Sintering theory and practice* ». Library of congress cataloging in publication data .1996 .
- [13]. SUK-JOONG.KANG. « *Sintering : Densification ,Grain Growth& Microstructure* » (pages 6,7,40,52). Elsevier Butterworth-Heinemann.UK. 2005.
- [14]. P. BEISS. « *Powder Metallurgy Data. Part 1 : Metals And Magnets* ». Springer-Verlag Berlin Heidelberg .2003.
- [15]. Roberts, G. A., Krauss, G. & Kennedy, R. L. (1998). « *Tool steels* » . 5th edition . Materials Park, Ohio ASM International.
- [16].Philippe Beaulieu. Thèse: « *Développement de nouvelles poudres d'acier à outils pour des applications de résistance à l'usure à haute température* » .École polytechnique de Montréal. Août 2012.
- [17].BRATTI, R.W. « *Effect of Material Characteristics on Performance of High Speed Steel Cutting Tools* », ibid.
- [18].Christian Højerslev. « *Tool Steels* » .Risø National Laboratory, Roskilde January. 2001.
- [19].WAHLING, R., BEIS, P. and HUPPMANN, W.J. « *Sintering Behaviour and Performance Data of High Speed Components* », Powder Metallurgy, 29, (1), 53. 1986.
- [20].F.C. Campbell. « Elements of Metallurgy and Engineering Alloys » (page 421). ASM International.
- [21]. Ricardo H. R. Castro. «*Sintering Mechanisms of Convention Nanodensification and Field Assisted Processes* » (page 85). Springer. Berlin. 2013

-
- [22].Vàrez, A., Levenfeld, B., Torralba, J. M., Matula, G. & Dobrzanski, L.A. (2004). « *Sintering in different atmosphere of T15 and M2 high speed steels produced by a modified metal injection moulding process* ». Materials Science & Engineering A, A366(2). 318-324.
- [23].Martinez, V., Palma, R. & Urcola, J. J. (1990). « *Relation of hardness to toughness and retained austenite content in $N_2-H_2-CH_4$ sintered T6, T15 and T42 high-speed steels* ». Journal of Materials Science, 25(7), 3359-3367.
- [24] « *Standard Specification for Tool Steel High Speed* ». A600 .ASTM .2004
- [25] A.SEHISSEH .« *Contribution a l'étude du frittage d'une poudre d'acier à outils T15 par le procédé CAP et modélisation* ». Thèse Magister ENP Alger .2000.