

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

*Ministère de L'Enseignement Supérieure et de la Recherche  
Scientifique*

*Ecole Nationale Supérieure Polytechnique*



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
Ecole Nationale Polytechnique

**DEPARTEMENT DE METALLURGIE**

**Mémoire de fin d'études**

**Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en  
Métallurgie**

**Thème :**

**TRAITEMENT THERMIQUE  
D'ADOUCCISSEMENT D'UNE POUDRE DE  
BRONZE ELABOREE PAR BROYAGE  
MECANIQUE.**

**Proposé par : Mr A.KASSER  
Dirigée par : Mme. N. KECHOUD**

**Etudié par :Mr Abdessamed. AMIROUCHE**

**2008/2009**

## ***Remerciements***

*Qu'il me soit permis de remercier et d'exprimer ma profonde gratitude en premier lieu à Dieu le Tout Puissant de m'avoir créé et donné toute la force nécessaire pour accomplir ce modeste travail et ensuite à mes Parents qui me sont les plus chers au monde.*

*Je tiens à remercier tout particulièrement mes deux encadreurs Mme. N. KECHOUD et Mr. A. KASSER, pour leurs conseils qui m'ont été précieux, ainsi que pour toutes les suggestions et remarques qu'ils ont formulées tout au long de ce travail.*

*Je remercie par anticipation, monsieur le président de mon jury, Pr.N. Mesrati ainsi que tous les membres du jury à savoir, Dr A.Daimellah et Dr. Med Lamine Djeghlal, d'avoir bien voulu siéger dans mon jury.*

*Je remercie tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

**SAMADO**

## **DEDICACES**

*Je dédie ce travail*

- *A mes parents qui me sont les plus chers au monde.*
- *A mes frères et mes soeurs.*
- *A tous mes amis et surtout Sofiane, I.Aitouche, hadi, Bachen et tout le groupe de métallurgie.*
- *A tous ceux qui me sont chers.*
- *A tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin.*

**ABDESSAMED**

## RESUME

Ce travail a pour but d'effectuer un traitement thermique d'adoucissement d'une poudre de bronze élaborée par broyage mécanique à partir de copeaux. Lequel broyage, met les particules de la poudre dans un état d'écrouissage avancé, ce qui constitue un principal frein à la consolidation, compactage plus frittage, de cette poudre. Nous nous sommes attachés à suivre l'évolution de la microstructure et de la micro-dureté, de cette poudre au cours de son broyage et de son recuit. Enfin la poudre a été compactée et frittée à divers temps, pour une température donnée, afin d'étayer au mieux le bénéfice du recuit d'une part, et l'effet du temps de frittage d'autre part. .

**Mots clés :** bronze, broyage, traitement thermique d'adoucissement, décapage, compactage, frittage.

## ABSTRACT

The purpose of this work is to carry out a heat treatment of softening of a bronze powder worked out by mechanical crushing starting from chips. Which crushing, puts the particles of the powder in a state of advanced work hardening, which constitutes a main brake with the consolidation, compaction plus sintering, of this powder. We endeavoured to follow the evolution of the microstructure and the micro-hardness, this powder during its crushing and its annealing. Finally the powder was compacted and sintered at various times, for a given temperature, in order to as well as possible support the benefit of annealing on the one hand, and the effect of the time of sintering on the other hand.

**Key words:** bronze, crushing, heat treatment of softening, scouring compaction, sintering.

## ملخص

يهدف هذا العمل إلى إجراء المعالجة الحرارية لتخفيف من صلابة بودرة البرونز المعدة عن طريق الطحن الميكانيكي للرقائق. علما أن الطحن ، وضع البودرة في مرحلة متقدمة من الصلابة ، الذي يمثل عقبة رئيسية في طريق الكبس والدمج تم التلييد. ونحن ملزمون بمتابعة تطور المجهرى وتطور صلابة المسحوق خلال طحن والمعالجة. وأخيرا قمنا بدمج وتلييد المسحوق في أوقات مختلفة و في درجة حرارة معينة، وذلك لتقديم معرفة أفضل حول نجاح المعالجة من جهة، وتأثير وقت التلييد من ناحية أخرى.

**الكلمات الرئيسية :** برونز، الطحن، المعالجة الحرارية، التنظيف، الدمج، التلييد.

# Sommaire

Introduction générale .....	1
-----------------------------	---

## *Partie A : Partie théorique*

<b>I. Broyage Mécanique Et Caractérisations Des Poudres.....</b>	<b>2</b>
I.1. Introduction.....	2
I.2. Les principes du broyage.....	3
I.2.1 La fracture fragile.....	3
I.2.2. Le broyage ultrafin des matériaux durs et fragiles.....	5
I.3. Les différents types de broyeurs.....	6
I.3.1. Broyeurs planétaires à billes.....	6
I.3.2. Broyeurs à Attrition.....	7
I.3.3. Broyeurs commerciaux.....	8
I.4. Caractérisation des poudres.....	10
I.4.1.Caractérisation par tamisage.....	10
1.4.2. Caractérisation par sédimentation.....	10
I.4.3Autre technique de caractérisation.....	11
<b>II. Effet de broyage sur la dureté et la microstructure des matériaux.....</b>	<b>12</b>
II.1. Introduction .....	12
II.2.Effet de broyage sur la micro-dureté .....	12
II.3. Effet de broyage sur la taille de poudre et leur structure.....	13
<b>III. Bronze et leur traitement thermique.....</b>	<b>17</b>
III.1. Introduction .....	17
III.2. Les différents types de bronze.....	17
III.3. Propriétés physiques des bronzes.....	18
III.4. Caractéristiques mécaniques des bronzes.....	18
III.5. Évolution de la recristallisation et de l'adoucissement en fonction des conditions de recuit.....	19
III.6. Influence des différents facteurs sur la recristallisation et l'adoucissement .....	22
III.6.1.Facteurs liés au recuit.....	22
III.6.2.Écrouissage préalable.....	23
<b>IV. Compactage et frittage. ....</b>	<b>25</b>
IV.1. Compactage.....	25
IV.1. 1. Définition .....	25
IV.1.2. Distribution des contraintes et de la densité.....	25
IV.1.3.Techniques De Compactage.....	26
IV.1.3.1. Compactage axial à simple et double action.....	26
IV.1.3.2. Compactage isostatique.....	27
IV.1.3.3.Compression isostatique à chaud (ou CIC).....	28
IV.1.3.4. Compression – laminage.....	28
IV.2.Frittage .....	29
IV.2.1.Les mécanismes de transport de matière.....	30
IV.2.2. Stade de frittage.....	31

## *Partie B : Partie expérimentale*

<b>V .procédure expérimentale .....</b>	<b>32</b>
V.1 Composition chimique du matériau étudié.....	33
V.2. Production des copeaux et de la poudre .....	34
V.2.1. Fabrication des copeaux .....	34
V.2.2. Broyage des copeaux.....	35
V.2.3. Caractérisation des copeaux et de la poudre.....	36
V.3. Traitement thermique de la poudre.....	37
V.4. Décapage chimique de la poudre.....	38
V.5. Consolidation de la poudre.....	39
V.5.1. Compactage de la poudre.....	39
V.5.2. Frittage de la poudre.....	40
V.6 Caractérisations métallographiques.....	42
V.6.1 Préparation métallographique des échantillons .....	42
V.6.2. Observations microscopiques .....	43
V.6.3. Mesure de la micro-dureté.....	44
<b>VI .Résultats et interprétations .....</b>	<b>45</b>
VI.1. Caractérisation par tamisage des copeaux et de la poudre.....	45
IV.2. Forme des particules de la poudre finale.....	47
VI.3. Effet du temps de broyage sur la poudre de bronze.....	48
VI.3.1. Microstructure .....	48
VI.3.2. Mesure de la micro-dureté .....	50
VI.4. Effet du temps de traitement d'adoucissement sur la poudre .....	53
VI.4.1 Microstructure .....	53
VI.4.2 Mesure de la micro-dureté .....	55
VI.5. Caractérisation des poudres consolidées.....	58
VI.5.1 Evolution de la microstructure au cours du frittage.....	58
VI.5.1.1. Micrographies .....	58
VI.5.1.2. Taux de porosité.....	61
VI.5.2. Micro-dureté.....	65
<b>Conclusion général.....</b>	<b>66</b>

# Introduction générale

---

## INTRODUCTION GENERALE

La métallurgie des poudres est l'ensemble des sciences et techniques de fabrication des pièces métalliques à partir de poudres (métallique, céramique, polymère). Elle permet d'obtenir, avec un minimum d'étapes des produits finis avec un coût de production réduit ou des propriétés spécifiques ne pouvant être obtenues par d'autres procédés. La MDP permet de remplacer le cycle complexe d'élaboration des pièces usinées, (demi produit, ébauche, gamme d'usinage) par une gamme simple (élaboration de la poudre métallique, compression, frittage) sans perte de matière.

L'élaboration de produits par métallurgie des poudres comprend trois opérations essentielles : la fabrication et le mélange des poudres, la compression et le frittage. La mise en forme par compactage consiste à agglomérer le mélange de poudres par application d'une forte pression. L'étape de frittage apporte les propriétés finales de la pièce. Elle est réalisée à une température inférieure à la température de fusion du métal.

Les méthodes de fabrications de poudres métalliques sont classées en procédés mécaniques et procédés physico-chimiques. Et pendant cette étape, les poudres vont subir divers transformations mécaniques ou thermiques au cours des quelles ses surfaces vont évaluer tant d'un point de vue physico-chimique que géométrique. En particulier les poudres élaborées par broyage mécanique en plus d'être contaminées par l'enceinte de broyage, souvent en fonte ou en acier, ses particules sont fortement écrouies, et présentent donc une dureté élevée qui propose une difficulté au cours du compactage.

Aussi, l'objectif de notre travail est d'abord de produire une poudre de bronze par broyage mécanique, puis de lui faire subir un traitement thermique d'adoucissement afin de réduire sa dureté, l'amenant ainsi à une meilleure aptitude au compactage, lequel compactage sera suivi d'un frittage à haute température. Les différentes étapes du travail étant ponctuées de caractérisations.

Le présent mémoire est structuré en deux grandes parties, A et B, qui sont à leur tour divisées en différents chapitres.

La première partie, A, partie théorique, est composée de chapitres traitant du broyage mécanique et caractérisation des poudres, de l'effet du broyage sur la dureté et la microstructure des matériaux, des bronzes et leurs traitements thermiques, et enfin de la consolidation, compactage plus frittage.

La deuxième partie, B, traite de l'étude expérimentale, où sont reportés les procédés expérimentaux utilisés aux différents stades de notre étude, ainsi que les résultats expérimentaux et leurs interprétations.

Le rapport se termine par une conclusion générale ainsi que la liste des références bibliographiques consultées.

## **I. Broyage Mécanique Et Caractérisations Des Poudres**

### **I.1. Introduction**

Le broyage des matériaux aussi bien fragiles que ductiles, est d'un intérêt primordial du point de vue technique et économique pour l'industrie de la métallurgie des poudres. La pulvérisation mécanique est largement la méthode la plus utilisée pour le broyage des matériaux durs et les oxydes métalliques. Le broyage des gâteaux spongieux obtenus par réduction, par atomisation, ou des poudres électrolytiques, est le plus commun des processus de broyage. Les broyeurs de Hammer et Rod sont utilisés pour ce type de broyage. La pulvérisation mécanique est restreinte aux métaux relativement durs et fragiles. Quelques métaux réactifs comme le béryllium et les hydrures de métaux, sont utilisés pour la production des flocons de métaux et les matériaux chimiquement fragilisés. L'intérêt grandissant pour les poudres de métaux à particules plus fines que celles produites par atomisation, a relancé l'intérêt pour le broyage, particulièrement pour allier des métaux à l'état solide ou par broyage de haute énergie. Cependant, l'élaboration de poudres de métaux par broyage mécanique a reçu un minimum d'attention jusqu'à nos jours. Les objectifs du broyage incluent :

- . La réduction de la taille des particules ;
- . Le changement de la forme (écaillage) ;
- . L'agglomération ;
- . Les alliages à l'état solide (alliage mécanique) ;
- . Le mélange à l'état solide (alliage incomplet) ;
- . La modification, le changement des propriétés des matériaux (densité, coulabilité ou le travail de durcissement par écrouissage) ;
- . Le mélange de deux ou plusieurs matériaux ou phases mixées.

Dans la plupart des cas, l'objectif du broyage est la réduction de la taille des particules. L'opération de broyage provoque : la fracture, la déformation, ou la soudure à froid des particules percutées. Le broyage peut également produire des transformations polymorphes, comme dans le cas de l'oxyde de plomb et l'acier inoxydable. L'effet spécifique que le broyage provoque sur la poudre dépend des propriétés physiques et chimiques de la poudre, et de l'environnement liquide, vide ou gazeux dans lequel les opérations sont effectuées ainsi que des variables de broyage. Le choix des processus de broyage est basé sur les résultats désirés de l'opération de broyage, le comportement de la poudre dans les conditions de broyage, les caractéristiques de la poudre, et les propriétés physiques et mécaniques du matériau à mouler. Durant le broyage, quatre types d'efforts agissent sur le matériau : l'impact, l'usure, le cisaillement et la compression. L'impact est la frappe instantanée d'un objet par un autre. Les objets peuvent être tous en mouvement, ou alors l'un en mouvement et l'autre stationnaire. L'usure est la production des débris ou de particules sous l'action du frottement entre deux corps. Ce type d'effort de broyage est préféré lorsque le matériau est friable, et montre une abrasivité minimale. Le cisaillement consiste en la réduction ou en le clivage des particules, et est d'ordinaire

combiné avec deux types d'effort. Le cisaillement contribue à fracturer par cassure les particules, en des morceaux individuels avec un maximum de finesse. La compression, est l'application lente des forces de compression sur un corps. Ce type d'effort de broyage est d'habitude associé aux mâchoires du broyeur et au concassage de grands agglomérés de matériaux non ductiles.

La conception et l'amélioration des processus ont été basées sur des données empiriques et semi empiriques. L'avancement a été perçu dans la nature de la fracture fragile des matériaux relativement homogènes comme les verres. La recherche fondamentale sur le broyage des métaux ductiles manque, malgré la connaissance de beaucoup de phénomènes sur le processus. La pulvérisation n'est pas adéquatement comprise telle qu'elle est appliquée au mécanisme détaillé associé, quand les particules sont percutées au moyen de la collision. La fracture a lieu dans les matériaux durs et fragiles avec une déformation minimale des particules et agglomération par soudage à froid. La déformation, la soudure à froid et la fracture se produisent à différents degrés sur les matériaux, qu'ils soient durs ou ductiles. Bien que le cas fréquent soit le broyage de poudre de granulométrie <150 µm on peut broyer des particules ayant une granulométrie allant jusqu'à 6 mm [1].

## **I.2. Les principes du broyage**

### **I.2.1 La fracture fragile**

La théorie énoncée par Griffith [2], assume que tout matériau fragile contient des fissures bien dispersées, et que sa fracture émane de l'ensemble de ces fissures. La contrainte  $\sigma_c$  à laquelle la fissure se propage, dépend de la taille de cette fissure. La forme générale de l'équation de la fracture pour les modes de chargement qui mènent à des fissures catastrophiques est :

$$\sigma_e = A \sqrt{\frac{\gamma E}{c(1 - \mu^2)}}$$

où :

A : Constante numérique dépendant de la géométrie de la fissure, de sa position, du mode de chargement et des dimensions de la particule sous contrainte (exp : pour une fissure en fente sur une feuille infinie  $A = (2/\pi)^{1/2}$ )

c : Taille de la fissure.

E : Module d'élasticité.

$\mu$  : Coefficient de Poisson.

$\gamma$  : Energie de surface de la substance utilisée.

Ainsi, la contrainte mesurée dépend de la taille de la fissure, des propriétés élastiques et de l'énergie de surface. Pour les matériaux fragiles,  $\gamma$  est prise entre  $10^3$  et  $10^4$  erg/cm<sup>2</sup>. La contrainte  $\sigma$  pour la fracture d'une particule peut être représentée par [3] :

$$\sigma = \sqrt{\frac{2E\gamma}{L}}$$

Où

L : Longueur de la fissure.

r : Rayon de la fissure à la pointe de la propagation.

E : Module d'élasticité.

Lorsque la contrainte à la pointe de la fissure égalise la force de cohésion entre atomes, toutes les nouvelles énergies de surface sont approvisionnées par la contrainte elle-même à partir de l'énergie de déformation élastique et correspond approximativement au modèle de Griffith.

Trois types d'écoulement (facial, en volume et en coin) ont été découverts par Gilvarry [3], avec le respect de la position dans la surface ou à l'intérieur des particules individuelles.

La fracture initiale en surface des particules individuelles, généralement commence par un écoulement en surface sur la particule originale. Cependant, l'insuffisance de l'écoulement en surface existe pour expliquer le grand nombre de fragments formés durant la fracture fragile. Lorsqu'un écoulement intérieur est activé, deux surfaces en opposition sont créées.

Chacune d'elles contient des écoulements coupés par la propagation de la fracture. De nouvelles surfaces de fractures sont ainsi produites par la propagation des fractures à partir de ces écoulements volumiques.

D'après Gilvarry [3], les trois types d'écoulement sont distribués indépendamment l'un de l'autre, à cause de l'orientation aléatoire des fractures en surface et de la contrainte de fracture. Les écoulements activés sont distribués aléatoirement, indépendamment d'une quelconque contrainte produisant des fractures. Plus spécifiquement, la position de l'écoulement à l'intérieur d'un domaine est indépendante de la position des autres écoulements. Les fractures sont initiées par un système de contraintes extérieures qui sont dégagées avec la propagation des premiers écoulements faciaux.

Après la fracture initiale, les écoulements sont activés par les ondes de contraintes qui sont générées par l'application et l'annulation des contraintes externes. Selon Gilvarry, l'exposition des écoulements est distribuée selon une forme parabolique. Durant une opération de broyage, les conditions de réalisation d'une fracture sont satisfaites occasionnellement. Le temps et l'énergie requis pour produire une fracture varient avec le processus de broyage et son environnement. Comme la taille des particules diminue, la concentration de l'écoulement et la taille diminuent à un point, où l'écoulement en arêtes ne reste plus longtemps dans les particules activées par les contraintes [3]. En ce point, la fracture s'arrête.

### I.2.2. Le broyage ultrafin des matériaux durs et fragiles

Durant le broyage, la majeure partie de l'énergie emmagasinée est dépensée dans des processus internes variés qui ne contribuent pas à la cassure de la particule. Comme le broyage continu dans la région ultrafine, les modes de fractures varient, et les conditions qui étaient insignifiantes lorsque les particules étaient relativement grosses, deviennent graduellement des facteurs de contrôle.

Eventuellement, les processus de broyage atteignent des limites efficaces, où les effets chimiques et physiques associés aux surfaces, arêtes et aux coins se multiplient jusqu'à inhiber la pulvérisation. La longueur de l'arête du grain par unité de volume varie avec le carré de l'aire de la surface spécifique. Ainsi, la probabilité pour qu'une particule soit sous contrainte jusqu'à la cassure, devient de plus en plus faible à mesure que le temps de broyage augmente et la taille moyenne du produit broyé diminue.

Si la particule est déformée plastiquement, la fracture sera difficile à réaliser et la probabilité pour qu'une contrainte agisse est réduite d'avantage. Comme la taille des fragments diminue, la tendance des particules à s'agglomérer augmente. Pendant que l'opération de broyage continue, les particules deviennent de plus en plus fines et s'approchent de la limite de finesse, et une énergie maximale est dépensée. Les facteurs majeurs qui contribuent à un broyage limite sont [4] :

- L'augmentation de la résistance à la fracture.
- L'augmentation de la cohésion entre les particules, et la diminution de la taille des particules qui causent l'agglomération.
- L'augmentation excessive entre les surfaces d'impact qui se trouvent minimisées lorsque le diamètre des boulets ou le rayon de courbure décroît.
- Le revêtement du milieu broyant par de fines particules qui protègent le micro lit de l'impact.
- La rugosité de surface du milieu broyant.
- L'augmentation de la viscosité apparente lorsque la taille des particules diminue.
- Diminution de la friction interne du film lorsque la taille des particules diminue, et de même la diminution de la production des fines particules par le mécanisme de l'usure, et de la probabilité de la récupération des particules.

Généralement, quant la pulvérisation agit pendant un temps excessivement long, la contrainte nécessaire pour provoquer la fracture des particules augmente, pendant que les contraintes locales requises pour la fracture diminuent [4].

Les caractéristiques des particules déterminent les façons et les conditions dans lesquelles les particules sont déformées ou fracturées, et leur résistance à la cassure. Ainsi, la fracture mécanique des particules individuelles doit être prise en considération lors du choix des conditions et des équipements de broyage.

La figure I.2 montre l'écrasement des particules individuelles entre les boulets. Cette situation est rencontrée lors des opérations de broyage des grosses particules ou lors du broyage d'une fraction de poudre, comme avec les gros granulés des matériaux céramiques,

des métaux durs, ou les grosses particules des poudres des métaux ductiles atomisées. Dans ces conditions, beaucoup d'impacts de particules individuelles peuvent avoir lieu. Le principe de ce broyage est montré dans la figure I.2 ci-dessous. Avec les céramiques et les métaux durs, de grosses particules fragiles sont rapidement réduits en une poudre fine et ultrafine (figure I.2.a).



**Figure I.2.** Effets de l'impact sur les matériaux (a) fragiles, (b) ductiles [5].

Pendant le broyage des métaux ductiles figure.I.2.b, les particules individuelles ne se fracturent pas, mais se déforment et subissent de cette façon un changement de forme qui s'accompagne rarement d'un changement négligeable en masse.

Les grosses particules individuelles des matériaux fragiles se désintègrent en fragments, tandis que, celles des matériaux ductiles se déforment dans un premier temps en galettes pour ensuite prendre la forme de flocon.

### I.3. Les différents types de broyeurs

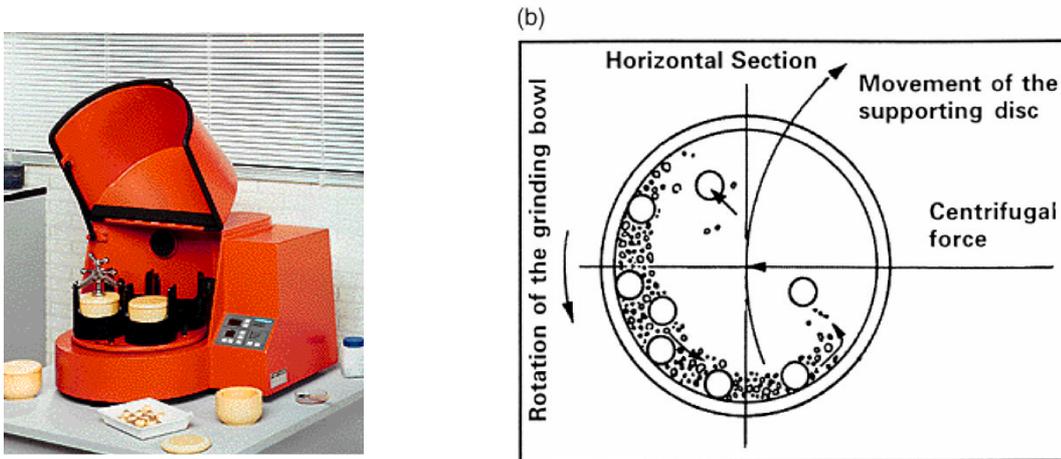
Différents types d'équipement de broyage à grande énergie sont employés pour produire les poudres mécaniquement alliées. Ils diffèrent dans leur capacité, efficacité de broyage et arrangements additionnels pour se refroidir ou se chauffer,...etc. Une description détaillée des différents broyeurs disponibles peut être trouvée dans la référence [6]. Une courte description de certains d'entre eux est fournie ci- dessous.

#### I.3.1. Broyeurs planétaires à billes

L'un des broyeurs célèbre pour entreprendre des expériences de broyage mécanique, est le broyeur planétaire à billes (désigné sous le nom de Fritsch Pulverisette), dans lequel une centaine de grammes de poudre peuvent être broyées à la fois comme le montre la figure I.3. Le broyeur planétaire à boules doit son nom aux planètes en mouvement du système solaire. Ainsi, des fioles sont fixées sur un disque de soutien tournant, et un mécanisme d'entraînement spécial fait tourner ces fioles autour de leurs propres axes. Une force centrifuge est produite par les fioles tournant autour de leurs propres axes, mais aussi par le disque tournant de soutien. La combinaison des deux forces, agit sur le contenu des fioles qui se compose de la poudre et des billes de broyage. Cependant, les fioles et le disque de support tournent dans des directions opposées, ce qui fait que les forces centrifuges agissent alternativement dans les fioles avec des directions opposées. Ces deux mouvements opposés provoquent chez les billes de broyage en bas de la paroi intérieure de la fiole, l'effet de frottement. Cela est suivi d'un déplacement libre de ces billes, qui se heurtent contre la paroi intérieure donnant ainsi l'effet d'impact comme illustré par la figure I.3.b.

Quoique la vitesse linéaire des billes dans ce type de broyeur soit plus haute que celle des broyeurs à secousses, en revanche, la fréquence des impacts est beaucoup plus grande dans les

broyeurs planétaires. Par conséquent, par rapport aux broyeurs à secousses, les broyeurs planétaires à billes peuvent être considérés comme des broyeurs à basse énergie.



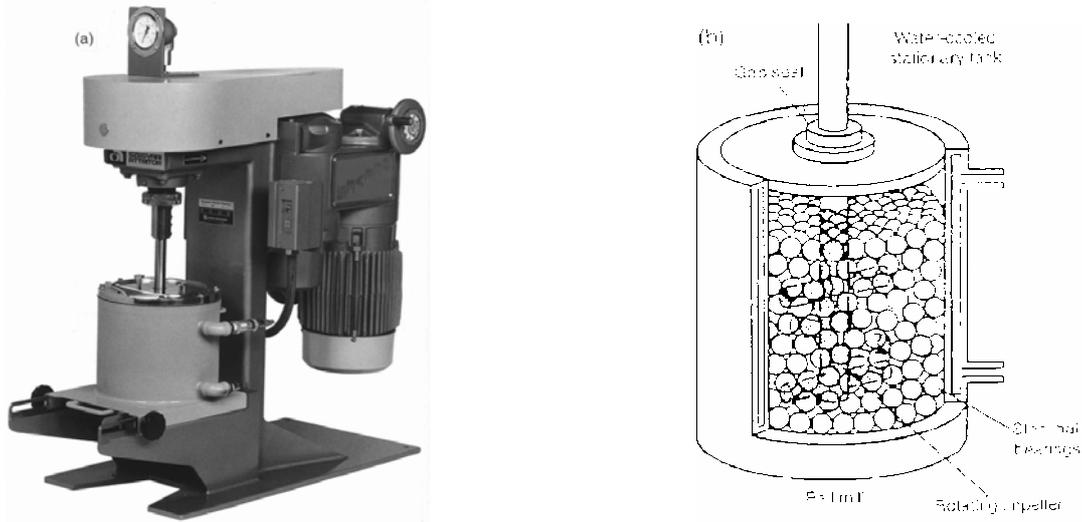
**Figure.I.3.** (a) Station de broyeur à billes de type Fritsch Pulverisette P-5 quatre. (b) Schéma montrant le mouvement des billes à l'intérieur du broyeur [7].

### I.3.2. Broyeurs à Attrition

Un broyeur à attrition appelé aussi Attriteur, est un broyeur à boules capable de produire des énergies plus élevées. Il se compose d'un tambour vertical avec une série de bras tournant à l'intérieur. Placés perpendiculairement à un axe vertical tournant, ces bras entraînent dans leur mouvement la charge composée de boules broyantes et du produit broyé. Cela provoque la réduction de la taille des particules de poudre par impact entre les boules et la paroi du récipient, et aussi entre les boules et l'axe de l'agitateur. Une certaine réduction de la taille semble avoir lieu par des collisions inter particule et par le glissement des boules. Un moteur puissant fait tourner les bras, qui agitent à leur tour les boules en acier dans le fût.

Les broyeurs à Attrition sont les broyeurs dans lesquels de grandes quantités de poudre peuvent être broyées à la fois (environ 0.5 à 40 kilogrammes). La figure.I.4 ci-dessous montre le principe du procédé. La vitesse du milieu de broyage est faible. Elle est d'environ 0.5 m/s, par conséquent l'énergie des broyeurs à attrition est basse.

L'opération d'un broyeur à attrition est simple. La poudre à broyer est placée dans un réservoir stationnaire avec les éléments de broyage. Ce mélange est alors agité par un axe avec des bras solidaires, tournant à une vitesse d'environ 250 t/mn comme le montre la figure.I.4.b. Le système exerce des forces de cisaillement et d'impact sur le matériau provoquant sa pulvérisation. Les appareils de laboratoire fonctionnent à des vitesses, parfois 10 fois plus grandes que les broyeurs conventionnels à boules.

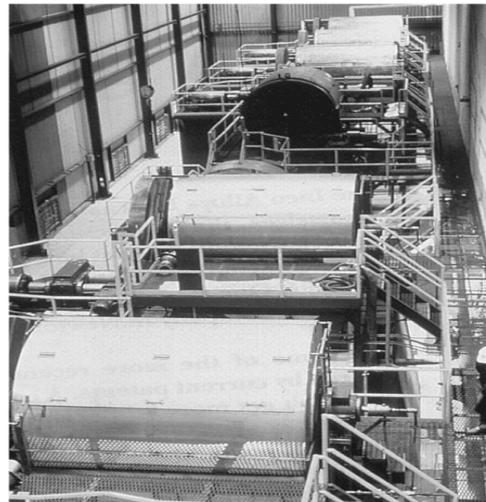


**Figure.I.4.** (a) Attriteur modèle 1-S. (b) Arrangement des bras tournants sur un axe dans le broyeur à attrition [8].

### I.3.3. Broyeurs commerciaux

Les broyeurs commerciaux pour l'alliage mécanique ou le broyage mécanique sont beaucoup plus grands que les broyeurs décrits ci-dessus et peuvent traiter plusieurs centaines de kilos à la fois. La production commerciale d'alliage mécanique est effectuée dans des broyeurs à boules pouvant atteindre une capacité d'environ 1250 kilogrammes. La figure I.5 ci-dessous montre un exemple de cette machine qui est composée de plusieurs cylindres arrangés horizontalement.

Le temps de broyage requis pour atteindre une certaine granulométrie, diminue avec l'augmentation de l'énergie du broyeur. On a signalé que 20 minutes de broyage dans un broyeur de type SPEX sont équivalentes à 20 h de broyage dans un broyeur à énergie réduite du type attriteur [9]. En général, on peut estimer qu'un processus qui dure seulement quelques minutes dans le broyeur à secousses, peut prendre des heures dans un broyeur à attrition, et peut être quelques jours dans un broyeur commercial, quoique les détails puissent être différents selon l'efficacité des différents broyeurs.



**Figure.I.5.** Broyeurs commerciaux à boules de production d'alliage mécanique [11].

## I.4. CARACTÉRISSATION DES POUDRES

Le comportement de la poudre pendant le compactage et le frittage, ainsi que les propriétés mécaniques et structurales de produit fritté dépendent des caractéristiques de la poudre qui peut être divisée en trois groupes :

- Caractérisation de la morphologie : La taille des particules, leur forme ainsi que leur distribution dans une masse donnée.
- Les informations cristallographiques de l'échantillon de poudre.
- La composition chimique de l'échantillon de poudre.

Il est donc impératif de connaître toutes ces caractéristiques afin de prévoir le comportement de la poudre durant le procédé de fabrication, ainsi que les propriétés finales du produit.

Cependant, les grandeurs suscitées, ne permettent pas, à elle seules d'avoir une approche quantitative de ce comportement, c'est pour cela qu'on a recours à d'autres tests tels que : la coulabilité, la densité apparente, la compressibilité, la résistance à vert et le retrait. Mais avant cela, il faut d'abord s'assurer que l'échantillon prélevé est représentatif de la poudre à caractériser.

### I.4.1. Caractérisation par tamisage

Généralement la poudre est placée au dessus d'une série de tamis, dont la taille des ouvertures diminue du haut en bas. Une vibration mécanique ou sonore permet la séparation de la poudre en un certain nombre de fraction appelée refus de la taille en une seule opération, de telle sorte que les particules plus petites que les ouvertures du tamis passent à travers, des tamis de calibre inférieur. Cette technique permet une mesure qualitative, et une séparation en taille rudimentaire.

La taille des particules ainsi mesurées est définie comme étant celle de l'ouverture de tamis qui retient les particules en questions, si celle-ci sont très rapprochées [10].

### 1.4.2. Caractérisation par sédimentation

Cette méthode permet de déterminer la taille des particules d'après leur vitesse de précipitation au sein d'un fluide. En pratique, la relation entre la taille des particules et la vitesse de précipitation est une relation empirique.

Si toutes les particules sont de forme sphérique avec des surfaces lisses et de densité uniforme, alors la loi de Stokes décrit la dynamique des fluides qui stipule qu'aux faibles vitesses, la force de frottement sur un corps sphérique se déplaçant à travers un fluide à vitesse constante est proportionnelle au produit de la vitesse, la viscosité du fluide et le

rayon de la sphère. La sédimentation dans les liquides permet de déterminer des tailles de particules allant jusqu'à 0,1µm. La loi de Stokes est donnée par l'équation suivante [10] :

$$v = \frac{g(\rho - \rho_f)}{18\eta} \cdot X^2$$

Où

v : Vitesse de précipitation (de sédimentation) des particules dans le fluide (m.s<sup>-1</sup>) ;

ρ : Densité des particules (gr.cm<sup>-3</sup>) ;

ρ<sub>f</sub> : Densité du fluide utilisé (gr.cm<sup>-3</sup>) ;

g : Accélération de la pesanteur (m.s<sup>-2</sup>) ;

η : Viscosité du fluide [poiseuille]. 1poiseuille = 0,1 N.m<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup> ;

χ : Diamètre de la particule recherché (m).

### **I.4.3 Autres techniques de caractérisation**

#### **a) Caractérisation par microscopie**

L'utilisation des microscopes optique et électronique à balayage couplés à l'analyse d'images permet de déterminer la distribution en tailles sur un échantillon de poudre représentatif. Cette technique peut être gênée par deux phénomènes: le phénomène de coïncidence (superposition) et le phénomène d'agglomération. Le paramètre de mesure peut être la surface projetée, le diamètre équivalent, la longueur maximale...etc

#### **b) La technique de conductivité électrique**

Ici, la poudre est suspendue dans un fluide, lequel est traversé par un courant électrique. La conductivité électrique des particules de métal est liée directement à la surface spécifique de cette poudre. Sachant les courants à l'entrée et à la sortie, on peut déterminer à l'aide d'une formule empirique la taille moyenne des particules de cette poudre.

#### **c) La technique d'adsorption**

Ici, un gaz est adsorbé par la poudre en mouvement seulement en surface. Sachant la différence de pression entre l'entrée et la sortie à travers une colonne de poudre .

#### **d) La technique optique**

Dans ce cas là, on utilise un faisceau de lumière qui traverse un nuage de poudres. La quantité de lumière à la sortie est proportionnelle à la surface projetée des particules [12].

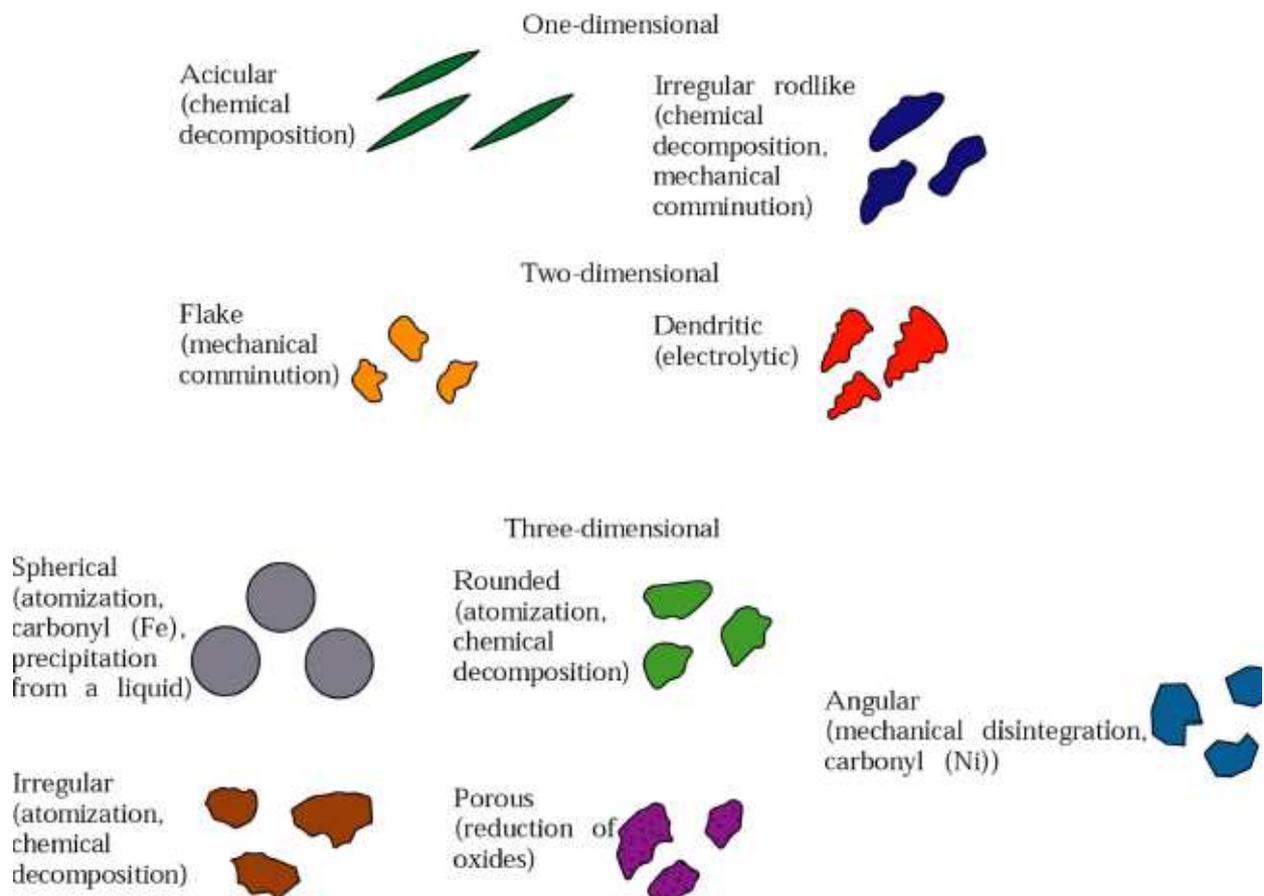
#### **e) La technique de diffraction des rayons-x**

Cette technique est basée sur la mesure de la largeur du pic de diffraction à la mi-hauteur du spectre caractéristique. Plus la taille des particules est grande plus la largeur du pic

est grande. Il est important de noter que la comparaison entre les différentes distributions obtenues par ces différentes techniques n'est valable que lorsque le paramètre de mesure est le même. Parfois, l'étendue de la mesure de ces techniques ne permet pas de couvrir toute l'étendue des tailles des particules de la poudre, ce qui nous ramène à l'utilisation de plusieurs techniques à la fois [11].

### f) Caractérisation de la forme des particules

La forme des particules est une caractérisation importante qui doit être tenue en compte pour une utilisation optimale des matériaux en poudre. Le comportement des poudres métalliques tels que la vitesse d'écoulement (coulabilité), la densité apparente, la compressibilité sont tous influencés par la forme et la taille des particules, celle-ci est en fonction du procédé de fabrication, selon la figure I.6



**Figure I.6.** Les différentes variétés de forme des particules de poudre et leur méthode d'obtention [10]

## II. Effet de broyage sur la dureté et la microstructure des matériaux

### II.1. Introduction

Les éléments de broyage dans un broyeur à boulets se déplacent à différentes vitesses. Par conséquent, les forces de collision, la direction et l'énergie cinétique entre deux ou plusieurs éléments varient considérablement à l'intérieur de la charge broyante. L'usure par friction ou les forces de frottement agissent sur les particules de même que l'énergie de collision. Ces forces sont dérivées des mouvements rotatoires des boulets et le mouvement des particules à l'intérieur du broyeur ainsi que les zones de contact des boulets en collision. Les forces de friction exercent une action d'usure entre particules en contact l'une sur l'autre, produisant des débris d'usure. Les forces d'impact dans les applications du broyage réduisent effectivement la taille des particules entraînant la fraction des particules grossières des matériaux durs et fragiles.

### II.2. Effet de broyage sur la micro-dureté

Le critère le plus utile pour évaluer le processus de Broyage et qui reflète les changements structuraux se produisant dans le métal et sensible aux différents paramètres de traitement, est la mesure de la micro dureté des différentes particules individuelles qui doivent être assez grandes pour contenir l'empreinte. Cette dureté fournit une mesure appropriée de l'effet du broyage sur les poudres métalliques, parce que la dureté est une mesure de travail à froid et des défauts internes produits par le broyage mécanique. Comme montré dans figure.II.1, la mesure de dureté est la plus significative jusqu'aux temps de broyage où se produisent l'état maximal du travail à froid.

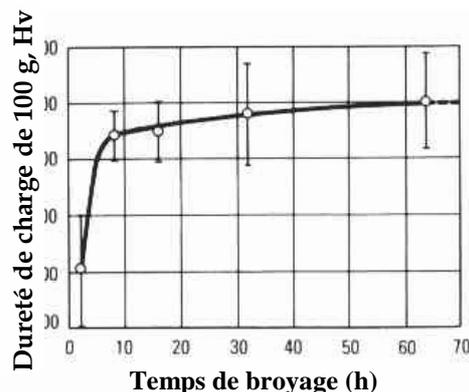
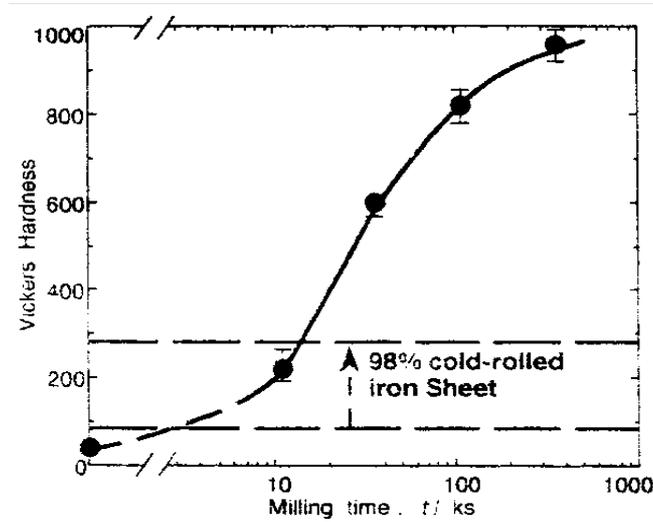


Figure II.1. Effet du temps de broyage sur la micro dureté d'une poudre de Nickel 123 [13].

Sous broyage, le taux de déformation plastique augmente énormément ce qui entraîne, d'une part, une augmentation considérable de la dureté du matériau avec le temps de broyage (Figure II.2) et, d'autre part, un stockage important d'énergie (de l'ordre de 1 à quelques dizaines de kJ/mol), qui ne pourra être libérée que lors de recuits post-broyage [15]. Lorsque la taille limite de grains est atteinte, le taux de déformations

diminue légèrement du fait des recombinaisons des dislocations lors de la phase de désorientation des sous grains les uns par rapport aux autres, puis se stabilise [16].



**Figure II.2** - Evolution, en fonction du temps de broyage (exprimé en ks), de la dureté Vickers du fer pur broyé dans un broyeur planétaire à température ambiante dans des conditions non précisées [16].

### II.3. Effet de broyage sur la taille de poudre et leur structure

Après un broyage pour une certaine durée, la poudre est dite suffisamment broyée quand il se réalise un équilibre entre le taux de soudage à froid, qui tend à augmenter la dimension des particules moyennes, et le taux de rupture, qui tend à diminuer la dimension moyenne des particules. De plus, les petites particules peuvent résister à la déformation sans rompre et tendent à être soudées en de plus grands morceaux, avec une tendance globale de conduire les particules très fines et très grosses vers une taille intermédiaire [13]. À ce stade chaque particule contient presque tous les éléments de départ dans les proportions où ils ont été mélangés ensemble, et les particules atteignent la saturation en dureté grâce à l'accumulation de l'énergie de déformation. La distribution des tailles des particules est à ce stade étroite. En effet les particules plus grandes que la moyenne sont réduites en taille à la même vitesse avec laquelle grossissent les plus petits fragments supérieurs à la taille moyenne qui se développent par l'agglomération des plus petites particules. La figure II.3 ci-dessous explique le phénomène [14].

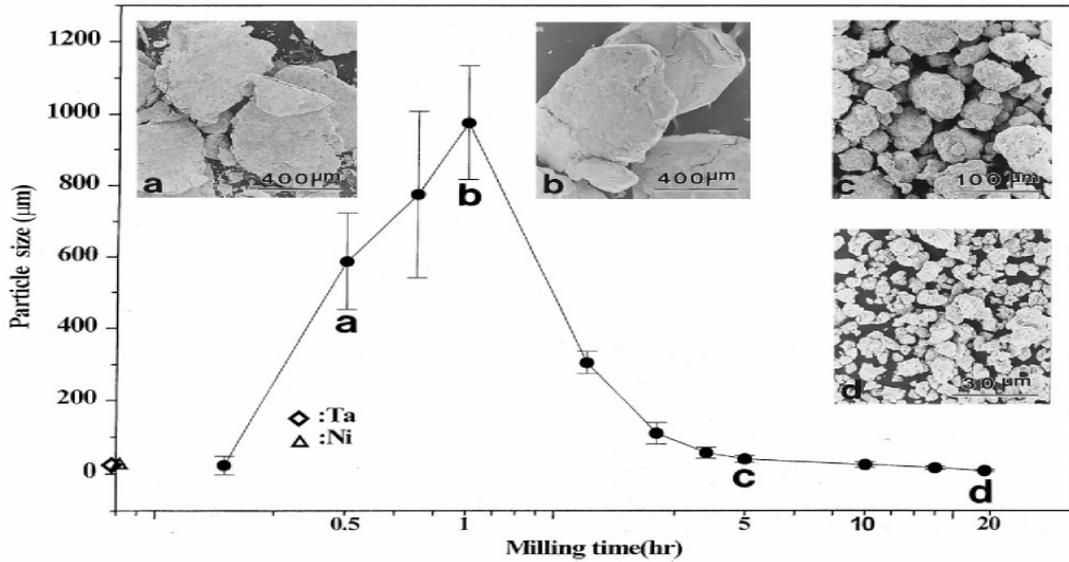


Figure.II.3. Distribution de la taille des particules et leurs morphologies[17].

La poudre subit donc, au cours du broyage, de sévères déformations plastiques qui engendrent la formation de nombreux défauts ponctuels (lacunes, interstitiels...), ainsi que des bandes de cisaillement constituées de réseaux de dislocations. Les dislocations se réorganisent en parois par annihilation et recombinaison afin de former des sous-joints, et donc des sous grains [17]. On parle alors de polygonisation des grains. Comme le montre la Figure II.4, la taille des sous grains diminue au cours du temps de broyage .la taille des sous grains atteint alors une valeur limite, comprise usuellement entre 6 et 30 nm (Figure II.4).

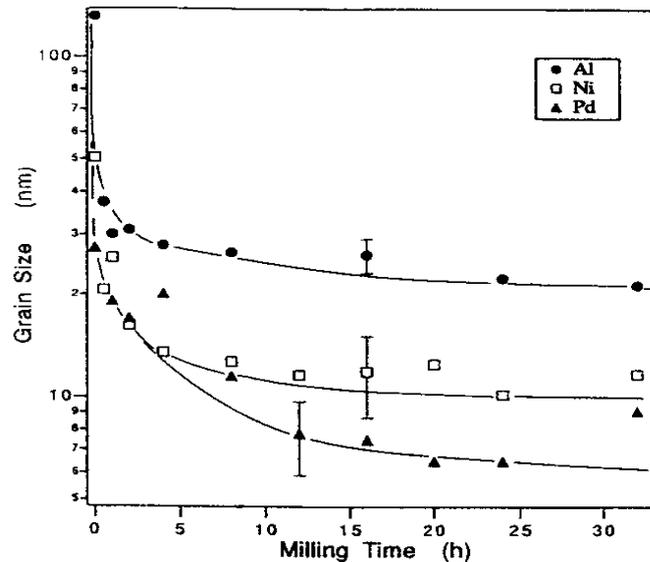
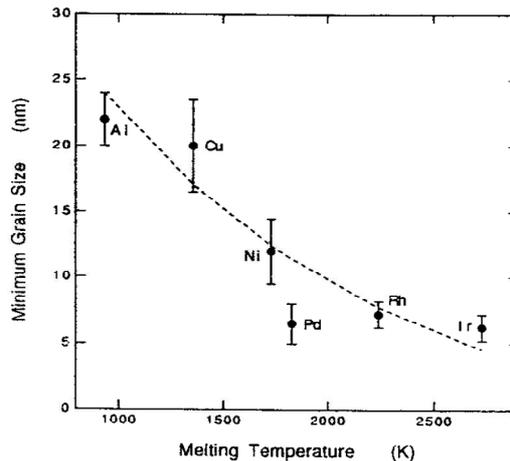


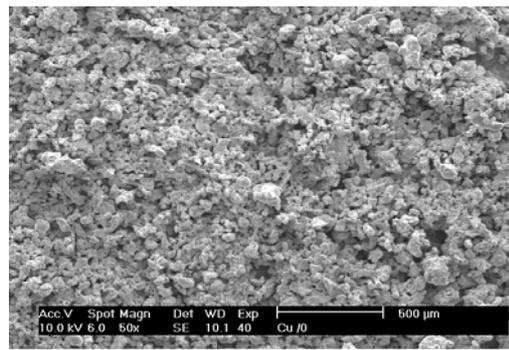
Figure II.4. Evolution, en fonction du temps de broyage, de la taille moyenne des grains de poudre [18]

Cette valeur limite dépend de la nature du matériau broyé [17] en particulier, pour un métal pur, on observe qu'elle est une fonction monotone de la température de fusion (Figure II.5) [18]. Au cours du broyage, quand la taille limite de sous grains est atteinte, de nouvelles interfaces sous joints ne peuvent plus se former. Pour les temps plus longs, le broyage entraîne alors une désorientation des sous grains les uns par rapport aux autres par flux diffusionnel d'atomes le long des interfaces cristallines.

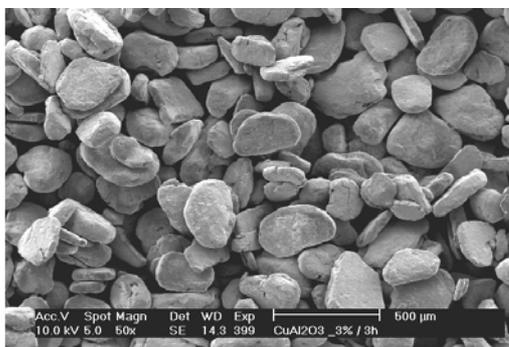


**Figure II.5.** Variation, avec la température de fusion la taille limite moyenne des grains de poudre d'éléments purs broyés [18]

le développement de la morphologie de particules de Cu-2.5wt.%Al avec l'augmentation du temps de broyage Fig.II.6 prouve que 3h de temps de broyage amène la particule à s'épaissir, tandis que 10 et 20h du broyage suivi avec la formation des particules équiaxes. Après 3h de broyage les particules de poudre sont plutôt aplaties en raison de la déformation en plastique forte qui se produisant. La dimension particulaire moyenne augmente jusqu'à ce que le procédé de soudure domine dans le processus de broyage, et à l'opposé elle diminue après que le processus de rupture devienne dominant. Dans le cas de l'équilibre des processus de rupture et de soudure des particules sont plutôt uniformes et équiaxes [19].



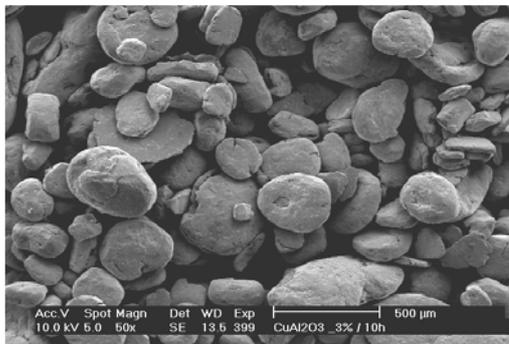
(a)



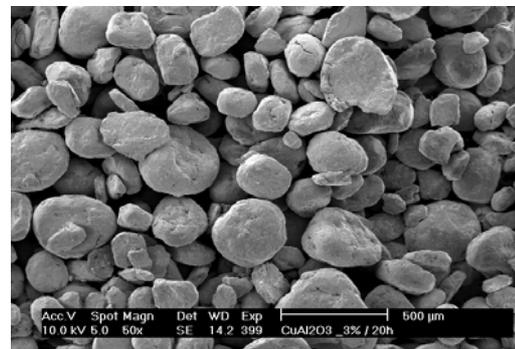
(b)



(c)



(d)



(e)

**Figure II.6.** Morphologie des particules de  $(\text{Cu}+3\text{wt}\%\text{Al}_2\text{O}_3)$  a) avant broyage et après différent temps de broyage b) 3h, c) 5h, d) 10h et e) 20h [19]

## III. Bronze et leur traitement thermique

### III.1. Introduction

Le bronze est un alliage de cuivre avec addition d'étain, bien que cette dénomination soit improprement utilisée pour désigner parfois d'autres alliages cuivreux tels que les cupro-aluminiums, les cupro-bérylliums ou les laitons au manganèse.

L'appellation bronze est par extension utilisée pour désigner les alliages ternaires cuivre-étain-zinc. L'élaboration des bronzes se fait généralement par fusion en milieu réducteur ce qui conduit à la désoxydation du métal avant coulée. Cette désoxydation étant effectuée le plus souvent au moyen de phosphure de cuivre, la plupart des bronzes renferment donc une certaine teneur résiduelle en phosphore de l'ordre de 0,03 à 0,1 % [20].

### III.2. Les différents types de bronze

#### a. Les Bronzes au Zinc

Il s'agit de cupro-étain avec addition de 4 à 10% de zinc. Dans le métal liquide, le zinc agit comme un désoxydant et facilite le dégazage du bain. L'addition de zinc a pour effet de diminuer la proportion de phase ( $\delta$ ), ce qui améliore la malléabilité de l'alliage mais diminue les qualités de frottement.

La substitution partielle de zinc à l'étain permet d'améliorer la conductivité électrique et de réduire le prix de l'alliage tout en conservant de bonnes propriétés mécaniques. Dans cette catégorie de bronzes, les nuances les plus courantes sont le Cu-Sn3-Zn9 et le Cu-Sn5-Zn4, connues sous le nom de bronzes chrysocales [20].

#### b. Les bronzes au plomb

Le plomb est insoluble dans les bronzes et s'isole sous forme de globules dont la finesse et l'homogénéité de répartition constituent un important facteur de qualité de ces alliages. Pour les usages ne nécessitant pas de caractéristiques mécaniques particulières, le plomb est ajouté aux bronzes à des teneurs inférieures à 7%, afin d'améliorer l'aptitude à l'usinage et l'étanchéité des pièces moulées.

Les bronzes renfermant de 6 à 30% de plomb, avec des teneurs en étain adaptées aux conditions de service, permettent de résoudre la majorité des problèmes de frottement doux dans un large domaine de charges et de vitesses.

Pour les teneurs élevées en plomb, la dissémination correcte de cet élément dans le bronze est réalisée soit par l'addition de 1% de nickel, soit par l'emploi de techniques spéciales de coulée, telles que la coulée continue et la coulée centrifuge, dans lesquelles la solidification rapide évite la ségrégation du plomb. Les deux nuances normalisées sont le Cu-Sn10-Pb10 et le Cu-Sn5-Pb20 qui peut chacun contenir jusqu'à 2% de zinc et de nickel.

Ces alliages sont caractérisés par d'excellentes propriétés anti-friction et sont utilisés pour la fabrication de coussinets. A noter qu'il existe des alliages binaires cupro-plomb qui possèdent des propriétés de frottement analogues [20].

### c. Les bronzes au zinc et au plomb

Dans ces alliages, le zinc agit comme désoxydant et améliore la coulabilité ainsi que les caractéristiques mécaniques, tandis que le plomb assure l'étanchéité et améliore l'usinabilité. Ces bronzes sont utilisés en robinetterie d'eau sous pression, en robinetterie de vapeur ainsi que pour les pièces qui doivent être étanches au pétrole ou à l'essence.

Les deux nuances normalisées sont le Cu-Sn5-Pb5-Zn5 et le Cu-Sn7-Pb6-Zn4.

Ils sont particulièrement adaptés à la production de pièces étanches [20].

### III.3. Propriétés physiques des bronzes

Les bronzes sont de couleur rose lorsque la teneur en étain n'excède pas 5%. Ils prennent une teinte dorée de plus en plus foncée jusqu'à 15 % d'étain. Cette teinte pâlit lorsque le taux d'étain croit au-delà de 15%. Le tableau suivant (tableau III.1) montre les propriétés physiques des principaux bronzes.

**Tableau III.1.** Propriétés physiques des bronzes de fonderie [20].

	CuSn12	CuSn5 Pb20	CuSn10 Pb10	CuSn5 Pb5Zn5	CuSn7 Pb6Zn4
Température du liquidus (°C)	1000	930	940	1010	980
Température du solidus (°C)	820	760	850	855	850
Intervalle de solidification (°C)	180	170	90	155	130
Masse volumique à 20 °C (Kg/dm <sup>3</sup> )	8,7	9,3	9,3	8,8	8,8
Conductivité thermique à 20 °C (W/(m.K))	46	46	50	71	59
Conductivité électrique à 20°C (% IACS)	10	10	11	15	12
Résistivité électrique à 20°C (10 <sup>-8</sup> Ω.m)	17,2	17,2	15,7	11,5	14,4

### III.4. Caractéristiques mécaniques des bronzes

Les bronzes monophasés peuvent acquérir par écrouissage (laminage, tréfilage, étirage à froid) des caractéristiques mécaniques relativement élevées. A l'état de recuit, les caractéristiques mécaniques sont fonction de la taille de grain obtenue. Dans les bronzes à deux phases (pièces de fonderie), les caractéristiques mécaniques sont trop fortement influencées par la teneur en composé  $\delta$ , donc par les conditions de refroidissement, pour qu'il soit possible d'indiquer des valeurs précises en fonction de la seule composition. Cependant, les progrès réalisés, tant dans les techniques d'élaboration et de fusion des alliages, que dans les méthodes de moulage, permettent d'obtenir

couramment des pièces de haute qualité et de caractéristiques désirées.  
Les caractéristiques mécaniques des principaux bronzes moulés sont données dans le tableau III.2 suivant :

**Tableau III.2.** *Caractéristiques mécaniques des bronzes de fonderie [20].*

	Mode d'obtention	Charge de rupture (MPa)	Limite élastique à 0,2 % (MPa)	Allongement (A%)
CuSn8	Y20	250	130	16
	Y30	220	130	2
CuSn12	Y20	240	130	5
CuSn12P	Y20	240	130	13
	Y30	240	150	13
	Y70-80	270	150	15
CuSn5Pb20	Y20	150	60	5
	Y70-80	180	80	7
CuSn10Pb10	Y20	180	80	7
	Y70-80	220	140	6
CuSn5Pb5Zn5	Y20	200	90	12
	Y30	250	100	12
CuSn7Pb6Zn4	Y20	220	100	12
	Y30	260	120	12

Où :

Y20: moulé au sable, sans traitement thermique.

Y30: moulé en coquille, sans traitement thermique.

Y70: moulé en coulée continue, sans traitement thermique.

Y80: moulé par centrifugation, sans traitement thermique.

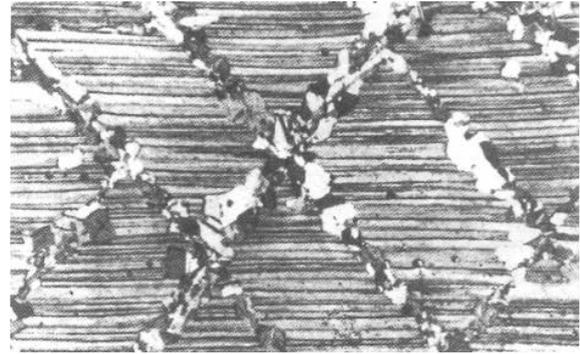
### III.5. Évolution de la recristallisation et de l'adoucissement en fonction des conditions de recuit

Lorsque la température est suffisante, de nouveaux grains apparaissent dans le métal écroui, à partir de germes situés dans des zones de perturbation importante, par exemple :

- Des anciens joints de grains (figure III.1)
- Des bandes de déformation (figure III.2)
- Des précipités.



**Figure III.1.** Recristallisation se propageant à partir des anciens joints de grains dans un laiton CuZn30 [21].



**Figure III.2.** Recristallisation à partir de bandes de cisaillement dans un bronze CuSn7P recuit 1 h à 300 °C après forte réduction [21].

Ces nouveaux grains ont des orientations différentes de celle des grains déformés. La température à laquelle ils apparaissent est dite « température de début de recrystallisation » ou simplement « température de recrystallisation ».

Dans un premier temps, les grains se développent jusqu'à ce qu'ils se rejoignent. C'est la recrystallisation primaire, laquelle correspond à un adoucissement rapide (chute de la résistance à la traction  $R_m$ , de la limite d'élasticité et de la dureté Vickers HV, et remontée de l'allongement à la rupture  $A$  %).

Si l'on poursuit le traitement (par exemple, en augmentant la température pour un temps donné), on obtient alors une croissance homogène des grains correspondant à un adoucissement encore plus important, quoique moins rapide. Le métal retrouve alors les caractéristiques qu'il possédait avant la transformation à froid. Tel est le cas des recuits intermédiaires.

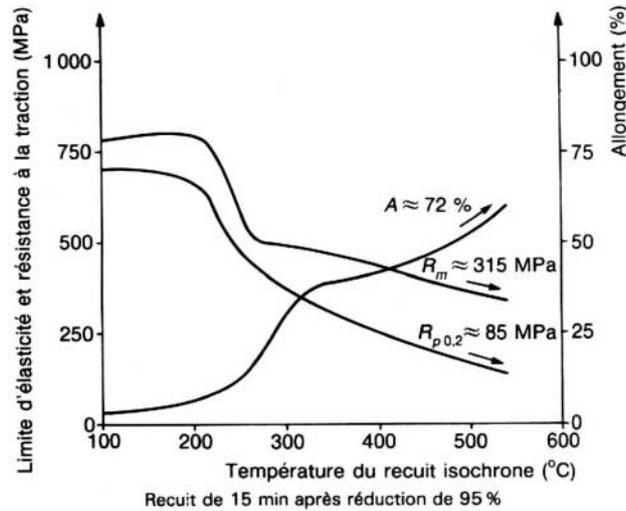
Si l'on continue encore à augmenter la température, on provoque alors la croissance géante de certains grains qui s'accompagne d'une détérioration de l'allongement à la rupture. Cela doit donc absolument être évité.

La température qui précède ce stade de détérioration de l'allongement est la température de fin de recrystallisation [21].

Les courbes de la figure III.3 traduisent l'évolution de  $R_m$ ,  $R_p 0.2$ ,  $A$  % en fonction de la température pour du laiton CuZn33 recuit 15 min après une réduction de 95 %. On observe sur ces courbes la recrystallisation primaire qui correspond à la chute rapide de  $R_m$  et à la montée rapide de  $A$  %. On observe également la chute plus lente de  $R_m$  lors de la croissance homogène du grain après la recrystallisation primaire.

Il est d'usage de définir à l'aide de ces courbes une température appelée « température d'adoucissement » où de « 1/2 adoucissement » correspondant à la température où  $R_m$  est égale à la valeur médiane entre celle de l'état écroui et celle de l'état recuit.

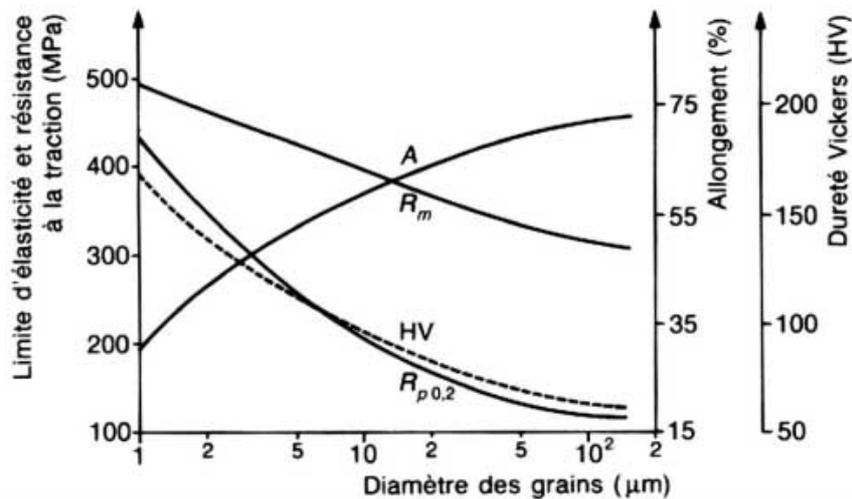
Cette température est évidemment située entre celles de début et de fin de recrystallisation.



**Figure III.3.** Evolution de  $R_m$ ,  $R_p 0.2$  et  $A\%$  en fonction de la température de recuit [21].

Il faut souligner encore qu'à l'état recuit complet les caractéristiques mécaniques sont étroitement liées au diamètre du grain moyen obtenu, si bien que pour un alliage donné, la taille du grain suffit pour définir l'ensemble des caractéristiques mécaniques.

Les courbes de la figure III.7 décrivent les variations des caractéristiques mécaniques en fonction de la taille moyenne des grains pour un laiton CuZn33 recristallisé [21].



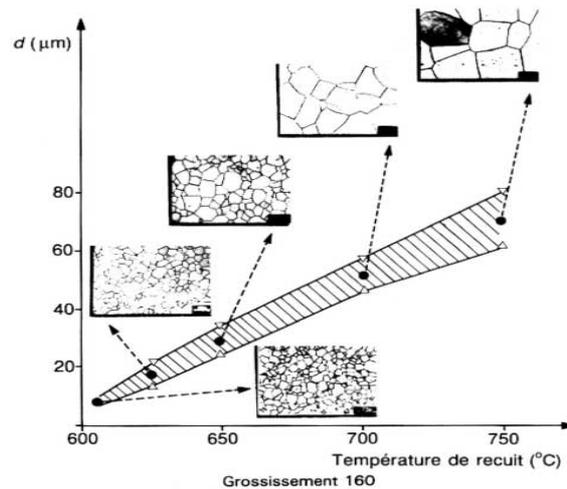
**Figure III.4.** Evolution des propriétés mécaniques en fonction du diamètre moyen des grains d'un laiton recristallisé CuZn33 [21].

### III.6. Influence des différents facteurs sur la recristallisation et l'adoucissement.

#### III.6.1. Facteurs liés au recuit

##### a. Température de recuit

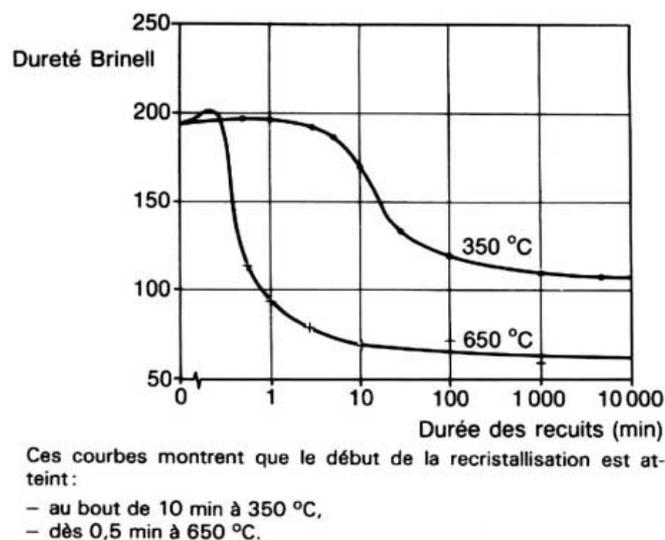
Elle joue le rôle primordial, vis-à-vis de la germination et de la croissance du grain. Plus la température est élevée, plus le grain est gros, et plus l'adoucissement est important (figure III.5).



**Figure III.5.** Exemple d'évolution de la taille des grains recristallisés en fonction de la température de recuit [21].

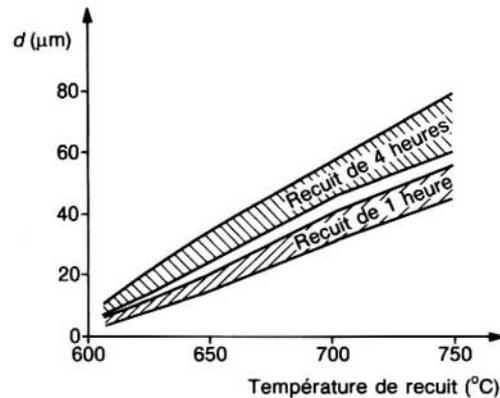
##### b. Durée du recuit

Elle a une influence sur la température de recristallisation et sur celle d'adoucissement. Plus le recuit est long, et plus ces températures sont basses (figure III.6).



**Figure III.6.** Influence de la durée de recuit à 350 et 650  $^{\circ}\text{C}$  sur la dureté Brinell d'un laiton CuZn22Al2 préalablement écroui (réduction 48 %) [21].

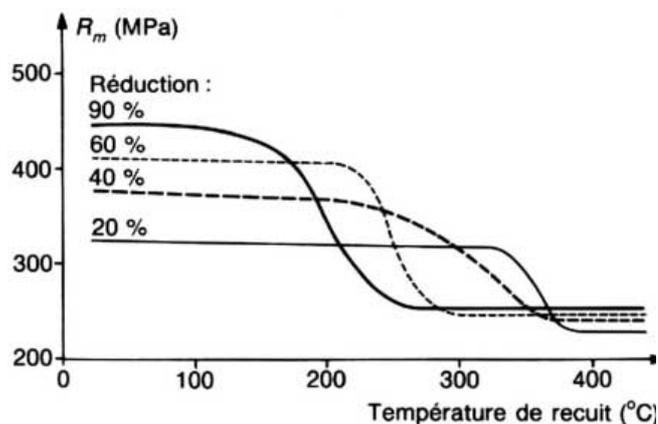
La durée du recuit a également une influence sur le diamètre du grain obtenu. Mais cette influence est bien moindre que celle de la température (figure III.7). La durée n'est donc pas un facteur très critique pour les opérations de recuit statique. Par contre, pour les opérations de recuit au passage, le facteur vitesse de passage (donc temps) devient fondamental parce que c'est la vitesse de passage qui définit indirectement la température atteinte par le produit [21].



**Figure III.7.** Exemple d'évolution du diamètre du grain en fonction de la température pour divers temps de recuit [21]

### III.6.2.Écrouissage préalable

Pour un métal donné, la température de recristallisation et la température d'adoucissement sont d'autant plus faibles que l'écrouissage préalable est plus fort. Cela est lié au fait que les germes de recristallisation sont d'autant plus efficaces que la perturbation apportée par l'écrouissage est importante (figure III.8). Si l'écrouissage préalable est trop faible, il n'y a d'ailleurs plus du tout de recristallisation, d'où la notion d'écrouissage critique [21].



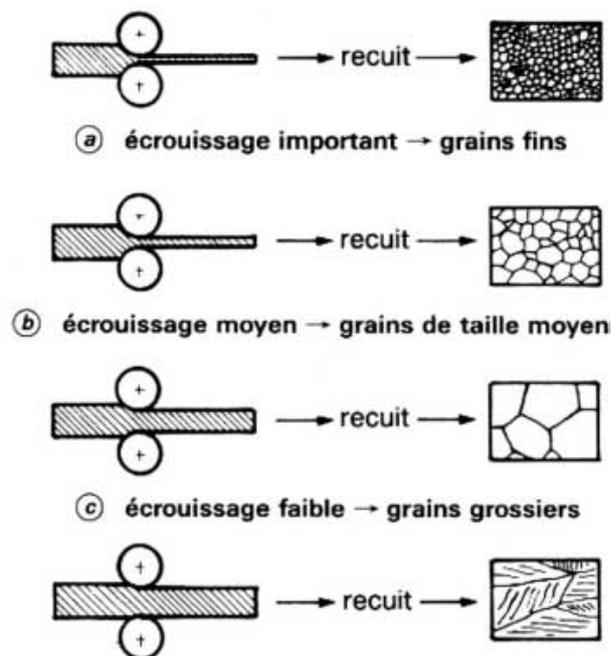
**Figure III.8.** Influence du taux de réduction (écrouissage) sur la température d'adoucissement du cuivre [21].

L'écroissage préalable a également une influence importante sur la taille du grain obtenu en fin de recristallisation primaire (figure III.9).

Cela est logique, car plus la déformation à froid augmente, plus les défauts du réseau cristallin sont importants, et plus le nombre de germes de recristallisation sera grand.

Dans ce cas, les nombreux germes ont peu d'espace pour croître avant de rencontrer leurs voisins et la fin de la recristallisation primaire sera caractérisée par de petits grains équiaxes.

En pratique, pour obtenir des grains très fins relativement homogènes, il faut d'abord effectuer une réduction élevée, de préférence sur une ébauche déjà à grains fins ( $\approx 20$  à  $25 \mu\text{m}$ ) [21].



**Figure III.9.** Schéma illustrant l'influence de l'écroissage préalable sur la recristallisation primaire [21].

## IV. Compactage et frittage.

### IV.1. Compactage

#### IV.1.1. Définition

L'agglomération qui précède le frittage s'effectue soit sans compression soit dans la majorité des applications avec compression suivant des techniques diverses. Il s'agit de mettre en contact les particules pour favoriser leur frittage ultérieur et d'obtenir un comprimé dont la forme et les dimensions sont proches de celles de la pièce finie.

Pour des propriétés mécaniques élevées, on recherche dès cette opération une forte masse volumique, autrement dit une porosité résiduelle assez faible. Cependant avant le compactage, certaines opérations de préparation de la poudre sont nécessaires.

Souvent la poudre présente des hétérogénéités granulométriques à cause du phénomène de ségrégation qui peut se produire durant le transport ou les opérations de transvasement.

Le mélange et la lubrification sont les opérations les plus importantes avant le compactage des poudres. Le mélange est nécessaire pour assurer une répartition uniforme et une meilleure lubrification des particules de poudre, il s'effectue en général dans des mélangeurs à double cône. Le frottement est diminué par la lubrification, qui facilite l'éjection du comprimé et améliore la densification. Les lubrifiants sont solides ou liquides, les plus utilisés sont l'acide stérique, les stéarates métalliques ou les résines synthétiques. Le compactage est l'étape durant laquelle la majeure partie de densification a lieu.

Le comprimé doit avoir une résistance telle qu'il puisse être éjecté et manipulé sans risque de cassure. Cette résistance dépend de la pression appliquée et du type de poudre. Le compactage est le plus souvent uni axial mais, comme cela conduit à certaines limitations de forme, d'autres moyens sont parfois employés tels que le compactage isostatique. Il existe d'ailleurs de nombreuses méthodes dont le développement industriel est souvent faible mais qui montrent bien la flexibilité du procédé.

#### IV.1.2. Distribution des contraintes et de la densité

Il faut remarquer qu'il existe une grande différence entre la transmission de la pression dans un liquide et dans une colonne de particules de poudres. Si le liquide est sujet à une pression hydrostatique dans une enceinte fermée, la pression est transmise relativement à toutes les surfaces quelque soit la forme du récipient. Par contre, lorsqu'on applique une pression sur une colonne de poudre emprisonnée dans une enceinte, celle-ci évolue principalement dans la direction de la compression.

Dans le cas des poudres métalliques, la distribution de la contrainte et de la densité dépend de la forme de comprimé et du mode de compactage. Plusieurs approches théoriques ont été faites pour trouver la relation mathématique entre la pression appliquée et la densité. Pour de basses pressions; Balshin a proposé la relation suivante [22]:

$$\ln P = A.V + B$$

Où :

$P$  est la pression appliquée (MPa).

$V$  est le volume relatif (%)

$A$  et  $B$  sont des constantes avec  $A$  dépend du module d'élasticité.

La relation la plus utilisée est proposée par Heckel, et présente la forme suivante:

$$p = \frac{1}{K} \left[ B + \ln \frac{1}{1-d} \right]$$

Où

$d$  est la densité du comprimé

$p$  est la pression appliquée

$K$  et  $B$  sont des constantes, déterminées graphiquement à partir de la courbe:

$$\ln \frac{1}{1-d} = f(P)$$

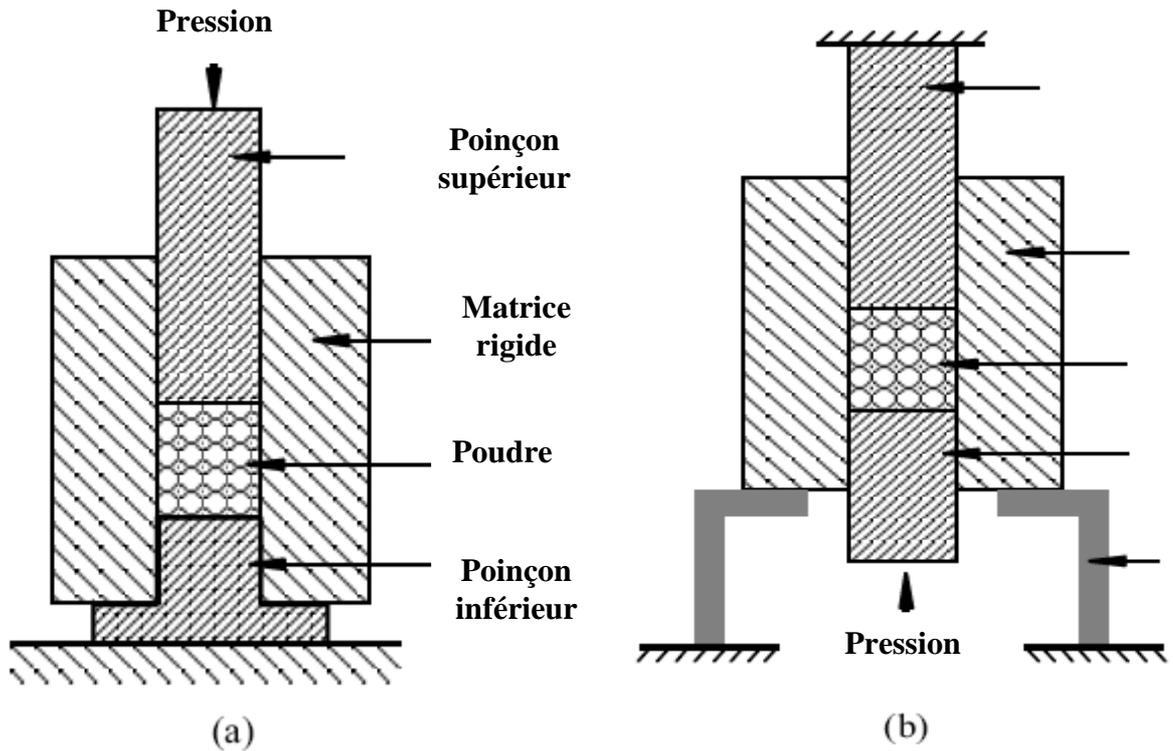
Avec  $A$  comme pente et  $B$  ordonnée à l'origine.

Des expériences pratiques menées sur différentes ont montrées que cette relation est linéaire, sauf aux basses pressions (< 100MPa).

### IV.1.3. Techniques De Compactage

#### IV.1.3.1. Compactage axial à simple et double action

Pour réaliser cette opération, on utilise des outils simples tels que : la presse, la matrice et les poinçons. Pendant le compactage aux matrices rigides, une pression verticale ou horizontale est appliquée à la poudre à travers un ensemble de poinçons qui à leurs tours mobilisent une pression latérale perpendiculaire à l'axe de la matrice. Si l'un des poinçons est fixe, l'autre est mobile, ce compactage est appelé : compactage à simple action. Si tous les poinçons sont mobiles, ce compactage est appelé : compactage à double ou multi- action, figure (IV.1).

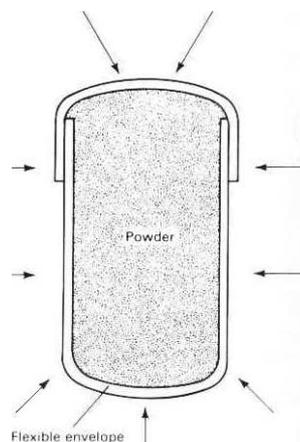


**Figure IV.1** a) compactage à simple action, b) compactage à double action [22].

Généralement les comprimés produits ont une densité entre 85% à 90%. Le plus grand avantage du compactage en matrice rigide est que des pièces de géométrie assez compliquée peuvent être produites à des tolérances assez précises avec des rythmes de production assez grands.

#### IV.1.3.2. Compactage isostatique

Dans cette méthode, la pression appliquée à la pièce est uniforme sur l'ensemble de la surface. Pour réaliser le compactage, la poudre est scellée dans une enveloppe flexible en caoutchouc immergée dans un fluide sous pression tel que montré sur la figure (IV.2). Les surfaces externes de la poudre sont soumises à une pression isotropique.



**Figure VI.2** Exemples de dispositifs de compactage isostatique [22].

Cette méthode présente l'avantage de donner une meilleure uniformité de la densité et la possibilité de réaliser des pièces de formes compliquées. Toutefois, on enregistre quelques inconvénients tels que la difficulté de contrôler les dimensions et les rythmes de production bas.

#### IV.1.3.3. Compression isostatique à chaud (ou CIC)

Contrairement aux procédés mentionnés ci-dessus, ce procédé met en jeu une source de chaleur et il nécessite pas l'étape de frittage. La pression est appliquée par un gaz généralement l'argon. L'installation comprend donc une enceinte haute pression contenant un four à résistance. Les caractéristiques classiques des installations sont une pression maximale de 200 MPa et une température maximale de 2000°C avec un four en graphite et 1600°C avec un four en molybdène. La figure IV.3 schématise les différentes étapes du processus menant de la poudre à la pièce de forme.

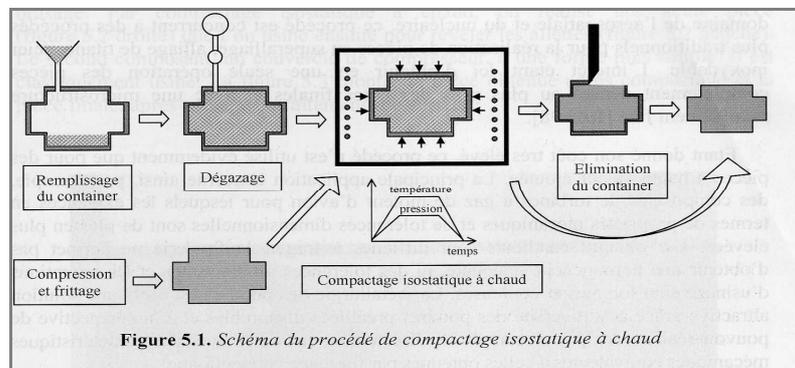


Figure IV.3. Schéma du procédé de compactage isostatique à chaud [24].

#### IV.1.3.4. Compression – laminage

Le laminage des poudres est utilisé pour la fabrication de certaines formes dans lesquelles la longueur est beaucoup plus grande que les autres dimensions.

Ce procédé est analogue au laminage : une poudre est comprimée entre deux rouleaux en rotation pour former une plaque relativement fine (figure IV.4)

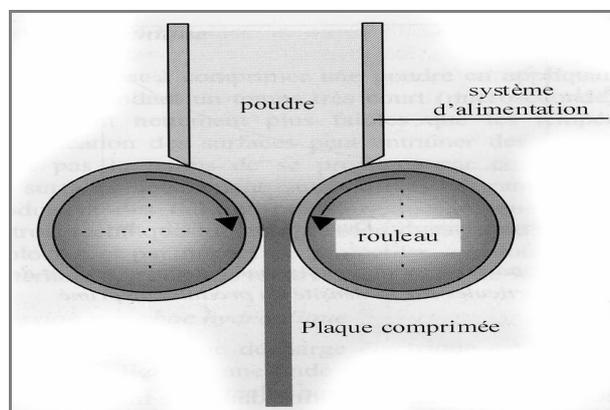


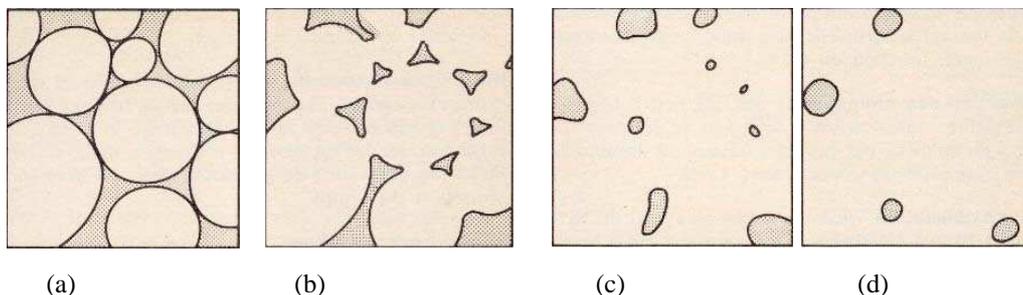
Figure IV.4. Principe de fonctionnement du procédé de compression laminage [24].

## IV.2.Frittage

Le frittage est l'opération de traitement thermique effectué sous atmosphère de protection qui permet une liaison intime physico-chimique entre les grains de poudre agglomérés au préalable ou libres dans un moule. Sous l'influence combinée de la température et du temps le produit seulement aggloméré devient un matériau cohérent plus ou moins compact. La température de frittage est inférieure au point de fusion de la phase la moins fusible de telle sorte que le produit au cours du frittage ou bien reste totalement solide, ou bien reste partiellement solide. Cette évolution entraîne une diminution importante de la porosité initiale de système, et une modification de certaines de ces propriétés dans le sens d'une réduction de l'énergie libre globale de ce système.

Durant le frittage divers phénomènes se produisent et souvent simultanément dans l'ordre général suivant, figure (IV.5) [23] :

- Liaison entre les particules, à partir des points de contact des grains agglomérés par compression ; la forme des grains et la pression de compactage favorisent les points de contacts pour le transfert des atomes par diffusion ;
- Développement des plages de contact entre grains ;
- Diminution des vides entre grains jusqu'à la fermeture de ces pores et dans un métal pur ou dans une phase unique, retrait dimensionnel en résultant ;
- Arrondissement des pores et élimination des pores les plus fins ; Grossissement des pores restant les plus importants. Il est, de fait, pratiquement impossible d'éliminer totalement tous les pores dans le frittage en solide uniquement ; pour obtenir une compacité totale il est nécessaire de faire appel à une phase liquide d'infiltration dans les pores.



**Figure IV.5:** Stades successifs du frittage de poudre sphérique : a) liaison entre grains ; b) développement des surfaces de contact ; c) fermeture et isolement des pores ; d) arrondissement et élimination des pores [23].

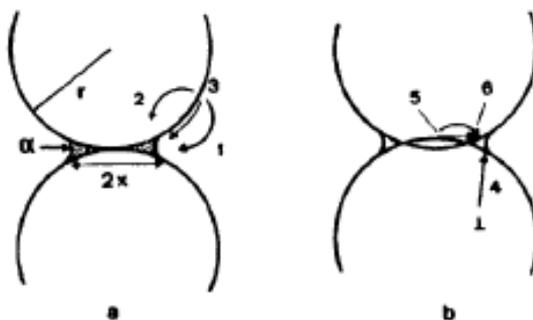
Ces changements sont gouvernés par un nombre de mécanismes de transport de matière en surface et en volume.

### IV.2.1. Les mécanismes de transport de matière

Alors que les forces motrices du frittage provoquent un écoulement de masse lors du frittage, soit depuis le joint de grain, soit depuis la surface des grains, mais pour une même source de matière, différents chemins de diffusion pourront être empruntés (figure. IV.6)[28]:

- à partir de la surface des grains, la matière peut diffuser par la voie gazeuse ; on parle alors de processus d'évaporation-condensation ou de diffusion gazeuse (chemin 1), suivant l'étape militante. La matière peut également passer par la couche superficielle du matériau, on parle alors de diffusion superficielle (chemin 3). Enfin la matière peut passer par l'intérieur des grains ; dans ce cas, on parle de diffusion en volume (chemin 2).
- à partir du centre du joint de grain, la matière peut passer par le joint de grain, cela correspond à une diffusion aux joints de grains (chemin 5), ou diffusion de type Coble [29]. La matière peut passer par l'intérieur du grain, ce qui correspond à une diffusion en volume ou diffusion de type Nabarro-Herring (chemin 6) [25];
- enfin il est possible, notamment pour les matériaux métalliques, que la matière diffuse depuis les dislocations contenues dans les grains vers la surface du pont, mettant en jeu des déformations plastiques du matériau (chemin 4).

- (1) Processus d'évaporation-condensation ou de diffusion gazeuse
- (2) Diffusion en volume
- (3) Diffusion superficielle
- (4) Déformations plastiques du matériau
- (5) Diffusion aux joints de grains
- (6) Diffusion de type Nabarro-Herring



**Figure. IV.6:** Gradients de potentiel chimique et chemin de diffusion entre la surface des grains et le pont de raccordement au cours du frittage de deux sphères [25].

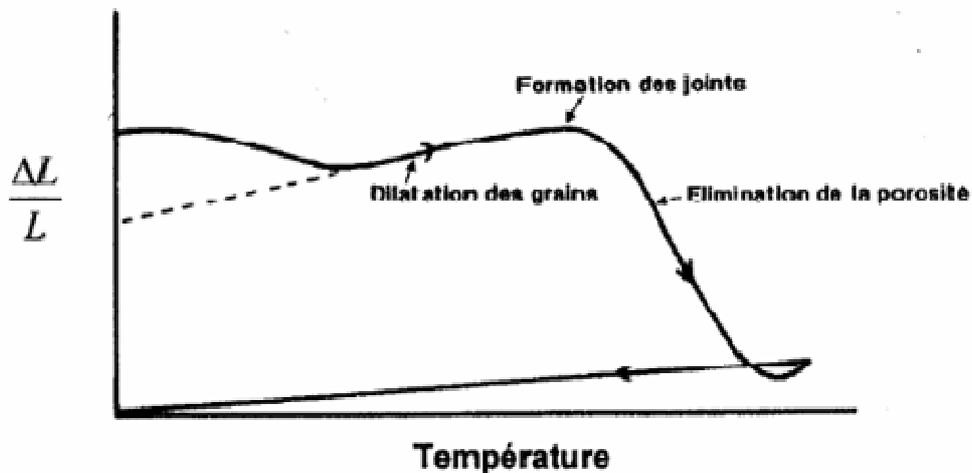
### IV.2.2. Stade de frittage

L'opération de frittage consiste à chauffer le matériau au-dessous de sa température de fusion ou de décomposition, afin de faire croître les liaisons entre les particules, ce qui se traduit par une consolidation et souvent une diminution du volume de l'échantillon.

L'analyse dilatométrique permet d'enregistrer, en continu, la variation relative de longueur d'un comprimé de poudre que l'on monte progressivement en température, et que l'on maintient à un palier isotherme. Elle fait apparaître les phénomènes suivants :

- Une augmentation de volume de l'échantillon sous l'effet de la dilatation des grains soumis à une température croissante, dans un premier domaine de température.
- Un retrait important de l'échantillon, correspondant à son frittage, dans un deuxième domaine de température.
- Enfin une légère tendance à la dilatation du produit densifié termine la courbe. La courbe de retour à la température ambiante permet d'estimer le coefficient de dilatation du matériau dense.

Ces trois phénomènes sont exprimés par la figure. IV.7.



**Figure. IV.7.** Courbe dilatométrique d'un comprimé de poudre au cours du cycle de frittage [25].

## V. Procédure expérimentale

Ce travail a pour but d'effectuer un traitement thermique d'adoucissement d'une poudre de bronze élaborée par broyage mécanique à partir de copeaux. Les copeaux sont produits par usinage au tour à partir d'un lingot cylindrique ; ils sont caractérisés par tamisage, puis introduits dans le broyeur pour être transformée en poudre, sous l'action d'une combinaison de quelques paramètres de broyage bien définis. Au cours du broyage, la micro-dureté de la poudre est relevée afin de suivre le durcissement qu'elle subit. La poudre obtenue en fin de broyage est caractérisée, à son tour, par tamisage pour en déterminer la taille moyenne des particules. Cette poudre subit alors un traitement thermique d'adoucissement à température fixe en fonction du temps au terme duquel on mesure à nouveau la micro-dureté. La poudre est enfin consolidée puis frittée à haute température.

L'organigramme de la figure V.1 qui suit retrace, en gros, notre procédure expérimentale.

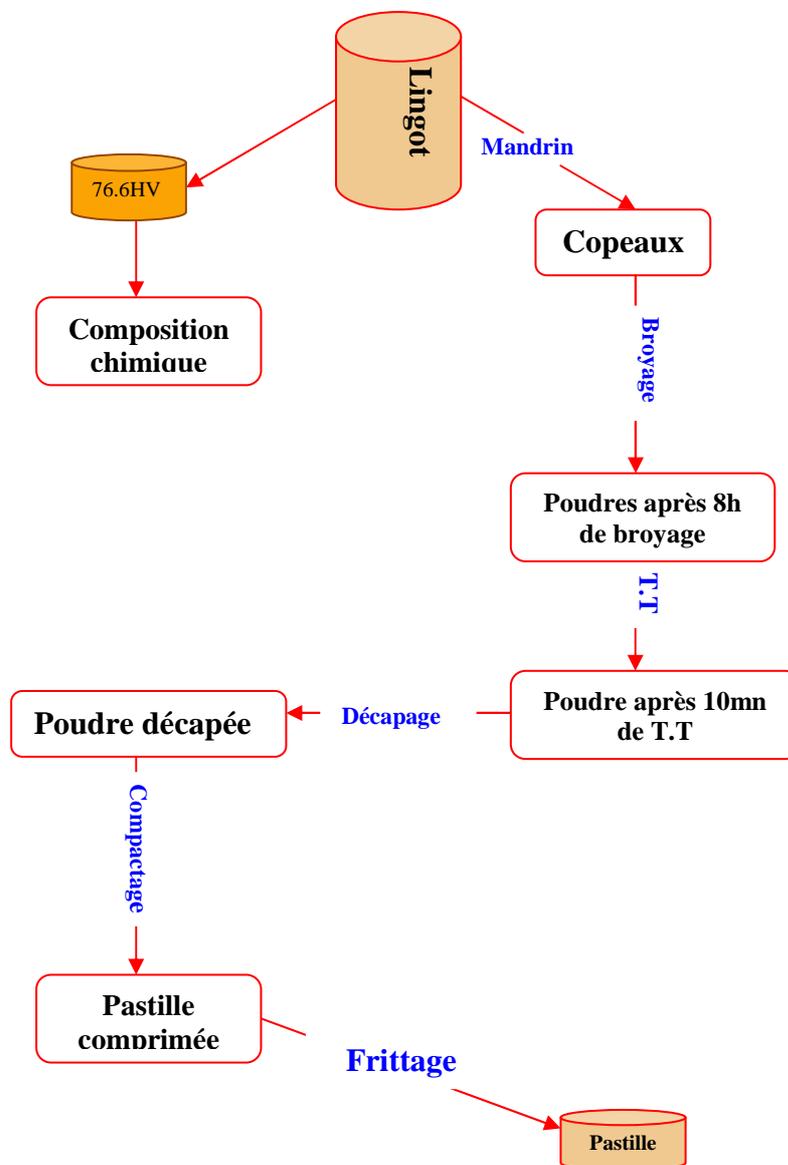


Figure V.1 Organigramme de travail.

### V.1 Composition chimique du matériau étudié.

La caractérisation chimique d'un échantillon prélevé sur le lingot en bronze, réalisée par spectromètre optique d'émission, au niveau de la base central logistique (BCL), a donné les résultats regroupés dans le tableau V1. Les valeurs, des compositions des différents éléments, reportées, sont la moyenne de trois essais en trois points différents de l'échantillon.

**Tableau V.1.** *Les résultats de la caractérisation chimique, par spectrométrie, des éléments de la poudre de bronze étudiée.*

Eléments	Cu	Sn	Zn	Pb	Fe	Al	Mg	Si	P
Teneurs%	80.30	3.43	9.28	5.82	0.50	<0.001	<0.0002	<0.0005	0.0094
Eléments	Ag	Ca	Ti	Mn	Ni	Sb	S	Cr	C
Teneurs%	0.018	0,257	0.0019	<0.0005	0,247	0,268	0,045	0.0003	0,0056

Au vu de cette composition, on constate que l'alliage contient environ 3.5% d'étain et 5.82% de plomb alors que les laitons n'en contiennent que moins de 2% d'étain et un maximum de 3% de plomb. Donc on peut affirmer sans risque de se tromper que l'alliage étudié est un bronze industriel qui a une excellente résistance à la corrosion ainsi qu'une très bonne propriété de frottement, lui permettant d'avoir une bonne résistance à l'usure [20].

Cette composition chimique, en plus de nous permettre l'identification de la matière à étudier, elle nous permet par ailleurs, de déterminer avec plus de rigueur la température de recuit d'adoucissement à laquelle nous soumettrons, ultérieurement, notre matériau une fois réduit en poudre. Pour cela nous avons recours au diagramme d'équilibre des bronzes Cu-Zn (figure V.2), qui nous renseigne sur les différentes phases présentes, ainsi que sur la température qui nous intéresse qui est à moins de 40% de la température de fusion.

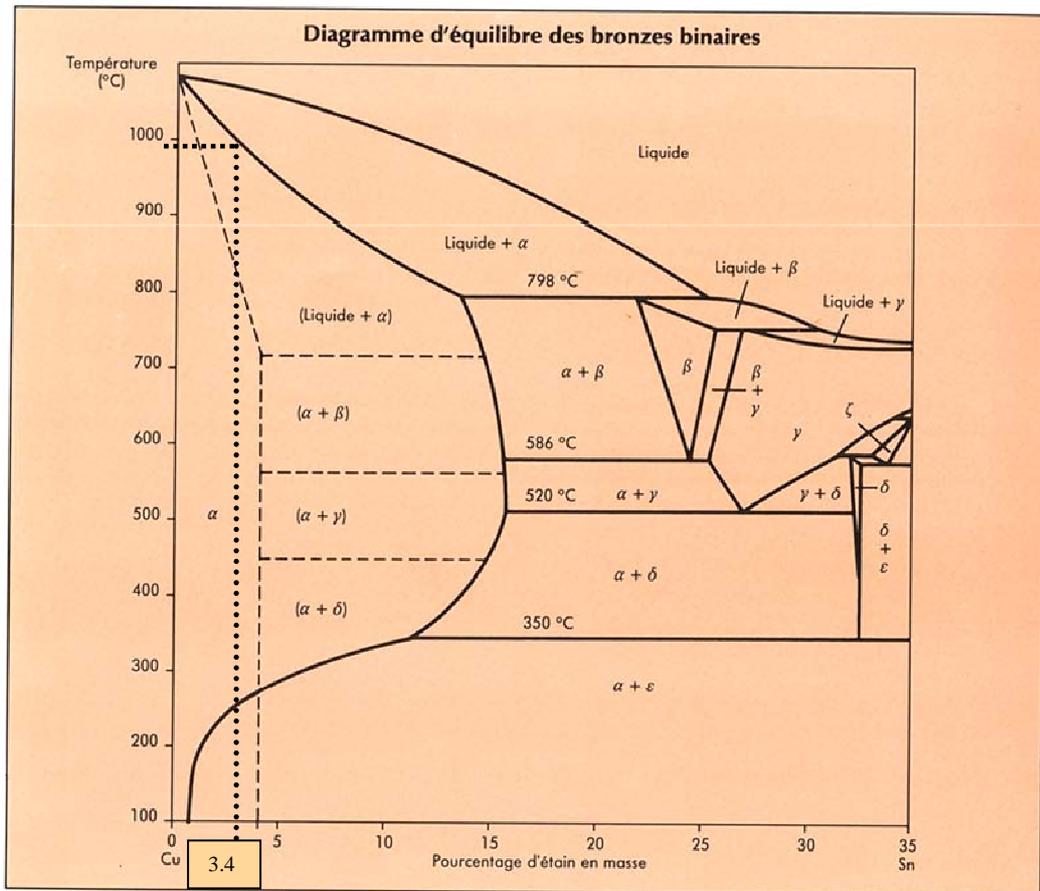


Figure V.2 Diagramme d'équilibre des bronzes binaires [20]

Notre échantillon étant un alliage de Cu à 3,43% de Sn, il est **monophasé ( $\alpha$ )**. Sa température de fusion est d'environ 990°C, au vu du diagramme binaire, et sa température de recuit est entre **395 et 415°C**, comme précisé sur la figure V.2

## V.2. Production des copeaux et de la poudre

La composition du matériau dûment établie, nous passons à la production de la poudre qui se fait par broyage mécanique de copeaux réalisés par nos soins.

### V.2.1. Fabrication des copeaux

On fabrique 80grs de copeaux à partir d'un lingot cylindrique de bronze, par usinage à l'aide d'un tour. Le choix de fabriquer les copeaux par nous-mêmes au lieu de les récupérer dans un atelier d'usinage, nous donne la possibilité de contrôler leur taille et leur forme initiale, en fixant les paramètres d'usinage, comme suit :

- La forme de l'outil utilisé : outil à chariotier
- La vitesse de rotation du mandrin : 365 tr/min

- La pénétration de l'outil : 1mm
- La vitesse d'avancée de l'outil fixée.

### V.2.2. Broyage des copeaux.

Pour la fabrication de la poudre, on utilise un broyeur à boulets à vibration (Figure V.3). Le broyeur est composé de deux chambres, de forme torique, à même de recevoir les boulets, élément broyant, et les copeaux, élément à broyer. Chacune des deux chambres est liée, au moyen d'un arbre de transmission et d'un réducteur de vitesse à roue et vis sans fin, à un moteur électrique. Ce dernier assure une rotation à vitesse constante de la chambre qui lui est liée.



**Figure V.3.** Photo d'une chambre du broyeur à boulets utilisé.

Le broyage de notre poudre a été assuré sous les conditions suivantes :

- Vitesse de rotation : 50 trs/min.
- Charge broyante : 1800grs.
- Charge broyée : 80grs.

Lesquelles conditions, pour certaines, on été optimisées par des études antérieures [26], amenant à la meilleure répartition granulométrique de la poudre obtenue.

Tout au long du broyage, qui a duré en tout 8h, on a procédé à des prélèvements d'environ 3 gr sur la masse à broyer, à des durées déterminées de broyage, 3 mn, 1h, 2h, 4h, et 8h Dégageant ainsi les cinq (05) échantillons E2, E3, E4, E5 et E6, en plus d'un échantillon de copeaux, E1, afin de suivre la micro-dureté des particules de la poudre, ainsi que leur microstructure en fonction du temps de broyage.

En fin de broyage, après 8h, nous sommes en possession de 65grs de poudre.

### V.2.3. Caractérisation des copeaux et de la poudre

Les copeaux et la poudre qui en découle par suite de broyage, sont caractérisés par tamisage. Pour ce faire, des tamis sont superposés dans l'ordre croissant de leurs ouvertures, de bas en haut. La série repose sur un bas fond également appelé assiette. La quantité de copeaux, ou de poudre, est versée dans le tamis supérieur, à plus grosse ouverture, qui est ensuite fermé par un couvercle (figure V.4).

La série de tamis ainsi que l'assiette, qui sert à retenir les particules fines, et le couvercle refermant le dernier tamis, sont coincés entre les anneaux supérieur et inférieur de la tamiseuse. L'ensemble ainsi scellé par un système de fixation reçoit les vibrations de hautes fréquences données par un moteur électrique. Cela conduit à un mouvement aléatoire des particules, donc à leur séparation. Cette opération dure en moyenne 12 minutes.

Les tamis utilisés pour la caractérisation des copeaux et de la poudre sont d'ouvertures différentes, pour certains :

- Ouvertures des tamis utilisés pour la caractérisation des copeaux : 1600 $\mu$ m, 1250 $\mu$ m, 850 $\mu$ m, 600 $\mu$ m, 425 $\mu$ m, 212 $\mu$ m.
- Ouvertures des tamis utilisés pour la caractérisation des copeaux : 600 $\mu$ m, 425 $\mu$ m, 315 $\mu$ m, 212 $\mu$ m, 160 $\mu$ m, 53 $\mu$ m.

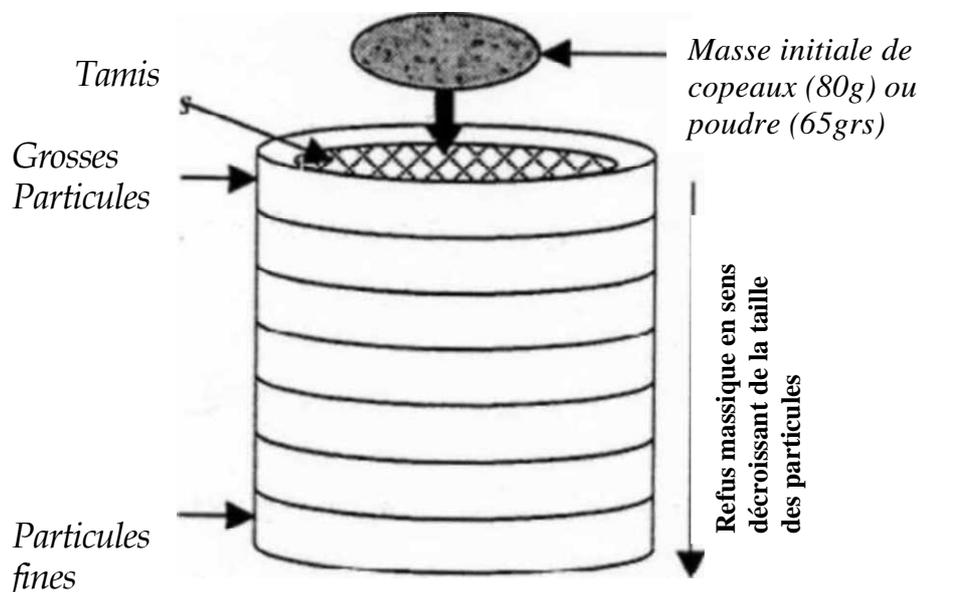


Figure V.4. Vue schématique de l'opération de tamisage

Les copeaux et les poudres retenus par chaque tamis et l'assiette sont ensuite pesés grâce à une balance électronique, dont la précision de l'ordre de  $\pm 0.1$  gr.

Enfin, la dimension moyenne des copeaux, de même que celui des grains de la poudre, est calculé par la formule suivante :

$$D_m = O_1 X_1 + \frac{O_1 + O_2}{2} X_2 + \frac{O_2 + O_3}{2} X_3 + \dots + \frac{O_n + O_{n+1}}{2} X_{n+1}$$

Où:

$D_m$ : la taille moyenne des particules en  $\mu$  m.

$O_1, O_2, \dots, O_n$ : ouvertures des tamis en  $\mu$  m

$X_1, X_2, \dots, X_{n+1}$ : les fractions des refus retenus par les tamis.

### V.3. Traitement thermique de la poudre

Après 8 heures de broyage la poudre est suffisamment broyée et écrouie, et donc dans un état de dureté qui va à l'encontre du compactage qu'elle aura à subir ultérieurement. On lui fait donc subir un recuit d'adoucissement, dans le but de diminuer la dureté de ses grains, et les rendre plus malléables à même de se déformer et se comprimer plus aisément.

En effet, lorsque les modifications de propriétés dues à l'écrouissage sont incompatibles avec les emplois envisagés, un traitement thermique ultérieur peut permettre d'y porter remède et de conférer au métal des propriétés satisfaisantes.

Dix (10) échantillons destinés au recuit, notés  $R_i$  avec  $i = 1, \dots, 10$ , de 3gr environ, chacun, sont prélevés sur la dite poudre, et chacun subit un recuit d'adoucissement, à température et durée déterminée.

Les échantillons sont placés, chacun son tour, dans un tube de verre soudé en un des deux bouts, que l'on introduit dans un four tubulaire horizontal (Figure V.5). On s'arrange de manière à faire subir au tube à un mouvement de rotation, manuellement, afin d'aider à une meilleure diffusion de la chaleur dans la poudre, et d'éviter que les grains de poudre ne coalescent les uns aux autres.

Le four est de type (carbolite furnaces) est équipé de 4 éléments chauffants en carbures de silicium. Ces derniers sont placés horizontalement dans une chambre cylindrique horizontale également. Leur chauffage par effet Joule permet d'atteindre des températures allant jusqu'à  $1500 \pm 4^\circ\text{C}$ . Cette température est contrôlée par un thermocouple disposé en toute sécurité entre le tube de travail et les éléments chauffants.

Nos conditions de traitement ont été fixées comme suit:

- Température du traitement :  $400 \pm 4^\circ\text{C}$
- Temps de traitement : 1 mn pour l'échantillon R1, 2 mn pour R2, etc ..., par pas de 1 mn, jusqu'à 10 mn pour l'échantillon R10.



Figure V.5. Vue réelle du four tubulaire utilisé.

#### V.4. Décapage chimique de la poudre

Une certaine quantité de poudre broyée mécaniquement, pendant 8h, est traitée thermiquement, pendant 10mn à  $400^\circ\text{C}$ , et est donc certainement chargée d'oxydes, qui va constituer une véritable barrière à la diffusion qui est amenée à avoir lieu au cours du frittage, étape ultime de notre travail.

Aussi, procédons-nous à un décapage chimique, au HCl puis au  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , de cette poudre, afin de la nettoyer de ses divers oxydes.

Quant au choix des solutions de décapage, leurs concentrations et le temps de la réaction, nous nous sommes référés à des études antérieures [24, 25] réalisées justement dans le but d'optimiser les meilleures conditions de décapage pour une poudre de bronze.

- Pour la solution d'acide chlorhydrique (HCl) à 18% diluée dans l'eau distillée, on fait le dosage de 82 ml de l'eau distillée avec 18 ml d'acide chlorhydrique. La poudre y est immergée pendant 30 mn

Cet acide va essentiellement débarrasser la poudre de ses oxydes de fer, qui ont eu à se déposer sur les particules de la poudre, au cours du broyage dans l'enceinte en fonte.

- Pour la préparation de la solution d'acide sulfurique ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) à 5% dilué dans l'alcool éthylique ( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ), obtenue à partir du mélange de 23.75 ml de l'alcool et de 1.25 ml de solution acide sulfurique. La poudre y est immergée pendant 32 mn.

L'acide sulfurique, pour sa part, va décaper les oxydes inhérents au bronze lui-même.

Une fois décapée la poudre est bien rincée puis séchée dans une étuveuse sous une température de  $200^\circ\text{C}$  pendant 5 mn.

## V.5. Consolidation de la poudre.

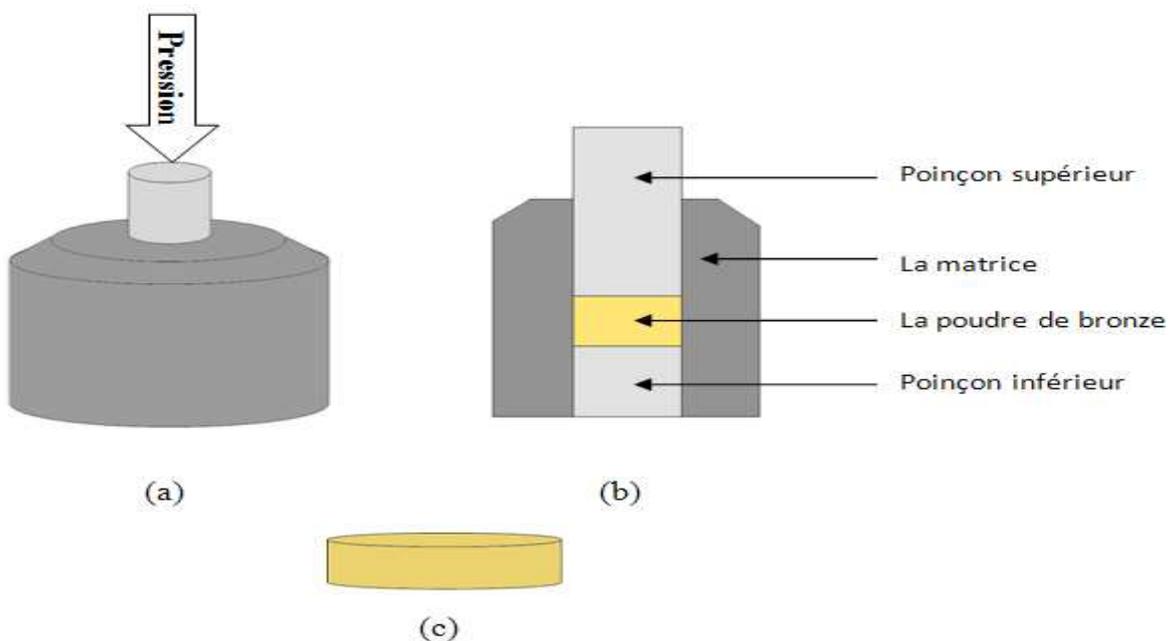
Après l'étape décapage, nous passons à l'étape consolidation de la poudre, en l'occurrence le compactage suivi du frittage à haute température.

### V.5.1. Compactage de la poudre.

Le compactage est une opération qui consiste à presser une poudre placée à l'intérieur d'une matrice rigide afin d'obtenir un comprimé, ou toute autre forme, destinée à être frittée ultérieurement.

Nous avons prélevé 3 échantillons, de 2.5 grs chacun, sur la poudre traitée thermiquement à 400°C pendant 10mn, puis décapée chimiquement. Nous avons réalisé le compactage, de ces 3 échantillons, dans une matrice (figure V.6) traversée de part en part par un canal destiné à recevoir la poudre. En utilisant deux poinçons pouvant glisser sans trop de frictions dans le canal de la matrice, nous avons procédé, pour cela, selon les étapes suivantes :

- Obstruction de l'ouverture inférieure de la matrice par un poinçon.
- Introduction des échantillons en poudre, chacun son tour, dans la matrice orientée l'ouverture vers le haut, munie d'un entonnoir.
- Obstruction de l'ouverture supérieure de la matrice par un autre poinçon.



**Figure V.6.** Matrice et compactage. (a) Vue en 3 dimensions de la matrice ; (b) Vue schématique de la matrice et des poinçons ; (c) Forme des échantillons après compactage,  $10 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$ .

L'ensemble, matrice - poinçons, ainsi monté est placé entre les mors d'un étau, l'un mobile et l'autre fixe, que nous serrons progressivement par l'intermédiaire du bras de l'étau, jusqu'à ce qu'il soit impossible de serrer d'avantage. L'ensemble est alors enlevé et replacé dans l'autre sens afin d'assurer une compression aussi uniforme que possible sur l'ensemble de la poudre, d'un côté comme de l'autre. Les poinçons compriment, à leur tour, au fur et à mesure la poudre, qui se densifie peu à peu et prend la forme d'un comprimé.

L'échantillon ainsi comprimé et alors extrait de la matrice toujours à l'aide de l'étau. Dans l'une des ouvertures de la matrice, on introduit un poinçon, de diamètre inférieur à celui de ceux utilisés pour le compactage, alors que contre l'autre ouverture nous plaçons un cylindre creux, de diamètre supérieur à celui de l'ouverture en question. L'ensemble est placé entre les mors de l'étau, que nous rapprochons peu à peu par serrage, jusqu'à ce que le comprimé glisse dans le cylindre.

Il y a lieu de remarquer, cependant, que les différents échantillons, de dimensions  $10 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$ , ont présenté des conditions différentes de compactage, en effet le serrage étant manuel il ne se fait pas à tous les coups de la même manière.

#### **V.5.2. Frittage de la poudre.**

Compactée, la poudre, alors sous forme de comprimés, est frittée à haute température.

Le frittage est l'opération de traitement thermique, effectuée idéalement sous atmosphère contrôlée, afin de minimiser au mieux l'oxydation des pièces frittées. Il permet une liaison physico-chimique intime entre les particules de poudre préalablement agglomérées ou à l'état libre. Sous l'influence combinée de la température et du temps, le produit aggloméré à froid, devient un matériau cohérent plus ou moins dense selon les conditions de frittage.

Dans cette étude, les comprimés réalisés par compactage à froid, sont frittés sous vide primaire. Pour cela, on utilise un tube à paroi épaisse en acier faiblement allié, dont le bout frontal est soudé. Pour empêcher la contamination et le soudage du comprimé avec la paroi du tube, on utilise un sable siliceux comme environnement dont lequel est enterré l'échantillon. Ainsi, une poignée de sable est d'abord injectée au fond du tube soudé, on procède par la suite à l'introduction du comprimé de poudre, d'une façon verticale pour s'assurer que l'échantillon tombe au milieu du sable loin de la paroi du tube. Une deuxième poignée de sable est ensuite ajoutée au dessus du comprimé, pour s'assurer que ce dernier est bien entouré par du sable de tous les côtés. Une fois cette opération terminée, l'autre bout ouvert du tube est relié à une pompe à vide primaire par l'intermédiaire d'un tuyau flexible. Une fois que les joints sont étanches grâce à un système de collier, la pompe est mise sous tension pendant 5 minutes environ, pour évacuer la majorité de l'oxygène de l'air et s'assurer un vide primaire minimum, et la procédure fonctionne pendant le recuit.

A l'issue de cette opération, le tube est introduit dans un four tubulaire, avec l'extrémité contenant l'échantillon placée au milieu du four, au voisinage du thermocouple, comme le montre la figure V.7. Le four étant déjà réglé à la température de frittage. La

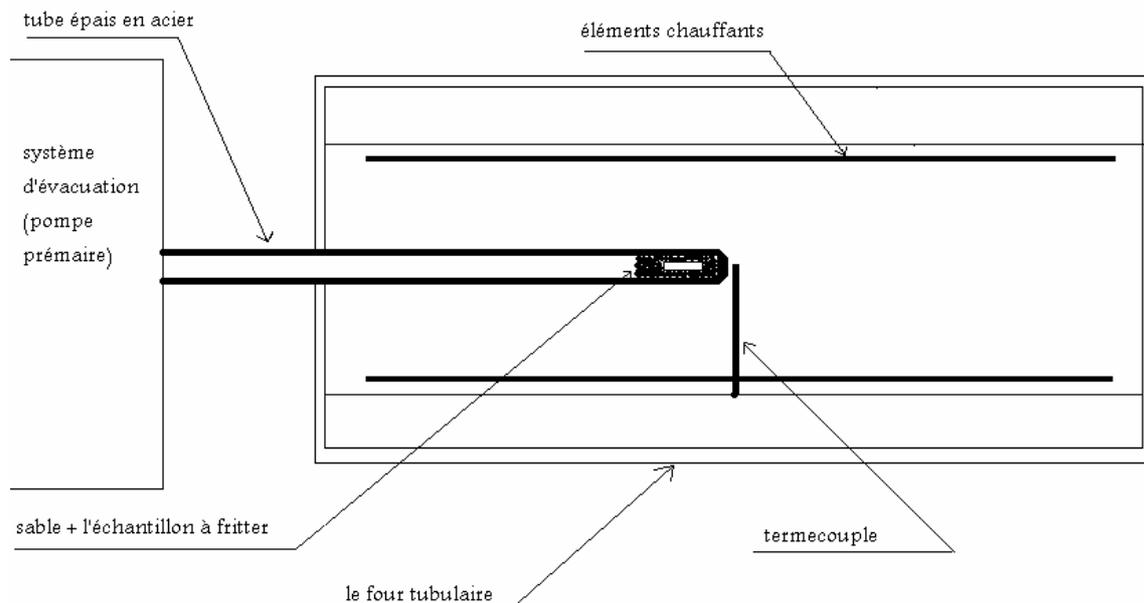
température de frittage d'un matériau dépend de sa température de fusion. En générale elle reste proche de la température de fusion du matériau.

Aussi dans le cas de notre matériau, elle est comprise entre 800 et 900°C, sa température de fusion étant environ 990 °C, et nous optons, dans le cadre de ce travail pour 850°C.

Les trois échantillons compactés et frittés sont notés F1, F2, F3.

Conditions de frittage :

- Température de frittage  $850 \pm 5^\circ\text{C}$
- F1 fritté pendant 1heure.
- F2 fritté pendant 2heures.
- F3 fritté pendant 3heures.



**Figure V.7.** Montage schématique montrant la procédure du frittage dans le four tubulaire.

A la fin de l'opération de frittage, nous sommes en possession de 3 échantillons, F1, F2, F3, qui vont nous permettre d'étudier l'effet du temps du frittage sur la microstructure et la micro-dureté des comprimés.

## V.6 Caractérisations métallographiques.

Les différents échantillons, copeaux, poudre et comprimés, ont subi chacun son tour une préparation métallographique en vue d'une observation au microscope, et de la micro dureté.

### V.6.1 Préparation métallographique des échantillons

Une préparation métallographique nécessite plusieurs étapes. Le polissage mécanique réalisé manuellement vise à rendre les surfaces uniformes. Il consiste à abraser la surface, sous une charge constante, à l'aide de papiers abrasifs de grade progressif, montés sur des tourets de polissage dont la vitesse est de 300 tr/min. La diminution de la taille des grains abrasifs d'un papier à l'autre permet d'affiner progressivement l'état de polissage et de diminuer la rugosité moyenne de la surface à observer. Compte tenu de la différence de dureté existant entre le carbure abrasif et la matrice métallique, la surface à polir se couvre de rayures de plus en plus fines, caractéristiques des sillons laissés par les grains du papier.

Copeaux et poudre, convenablement disposés, ainsi que les comprimés sont enrobés dans de la résine à froid, puis polis comme il se doit, en vue des opérations ultérieures. Les comprimés ayant, au préalable, subi une coupe transversale.

Le polissage à la main des échantillons se fait selon la séquence suivante :

120 => 400 => 600 => 800 => 1000 => 1200 => solution d'oxyde d'aluminium à 1  $\mu\text{m}$  et enfin solution d'oxyde d'aluminium à 0.3  $\mu\text{m}$  (ou pâte diamantée).

Après avoir transformé la surface à observer en un miroir, on procède à une attaque chimique comme suit :

20% d'acide nitrique ( $\text{HNO}_3$ ) et 80% de  $\text{H}_2\text{O}$ , la surface de chaque échantillon est immergée pendant une durée de 6 minute, puis rincée à l'eau et séchée à l'aide d'un séchoir

### V.6.2. Observations microscopiques

Quant aux observations microscopiques, elles se font à l'aide d'un microscope optique de type OLYMPUS (figure V.8) avec un agrandissement qui varie de 50 à 1000. Ce microscope s'accompagne d'une caméra, d'un micro-ordinateur avec utilisation d'un logiciel d'amélioration d'image. L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée.



**Figure V.8.** *Microscope optique OLYMPUS*

### V.6.3. Mesure de la micro-dureté

Cette mesure s'est faite par le biais d'un micro-duromètre HV de marque SHIMATZU HMV-M3 (figure V.9).

L'empreinte est réalisée à l'aide du pénétrateur pyramidale en diamant, sous une certaine charge et pendant un court temps. Nous mesurons les deux diagonales de l'empreinte, et en déduisons la moyenne,  $d$ , qui nous permet de lire directement la valeur HV sur les tableaux, donnant  $HV = f(d)$ , livrés avec le micro-duromètre. Laquelle, HV, est calculée à la base de la formule suivante :

$$HV = 1.8544 \cdot 10^3 \cdot \frac{F}{d^2}$$

Où :

$d$  ( $\mu\text{m}$ ) : est la moyenne des diagonales.

$F$  : est la force appliquée en Kilo Newton

Nos conditions de travail sont :

- Charge utilisée : 200gr
- Temps d'appui : 10s



**Figure .V.9.** *Micro-duromètre SHIMATZU HMV-M3*

## VI .Résultats et interprétations

Sur la poudre de bronze obtenue par broyage mécanique à partir de copeaux, nous avons effectué trois opérations, outre la caractérisation par tamisage :

1. Nous avons relevé sa micro-dureté en différents états de broyage de la poudre.
2. Nous avons effectué un traitement thermique d'adoucissement sur la poudre finale (après 8 heures de broyage), température fixe et durée de recuit croissant, au terme duquel la micro-dureté a été mesurée.
3. Décapée chimiquement, la poudre est compactée puis frittée à haute température à différents temps, nous avons par la suite étudié les caractéristiques des comprimés obtenus.

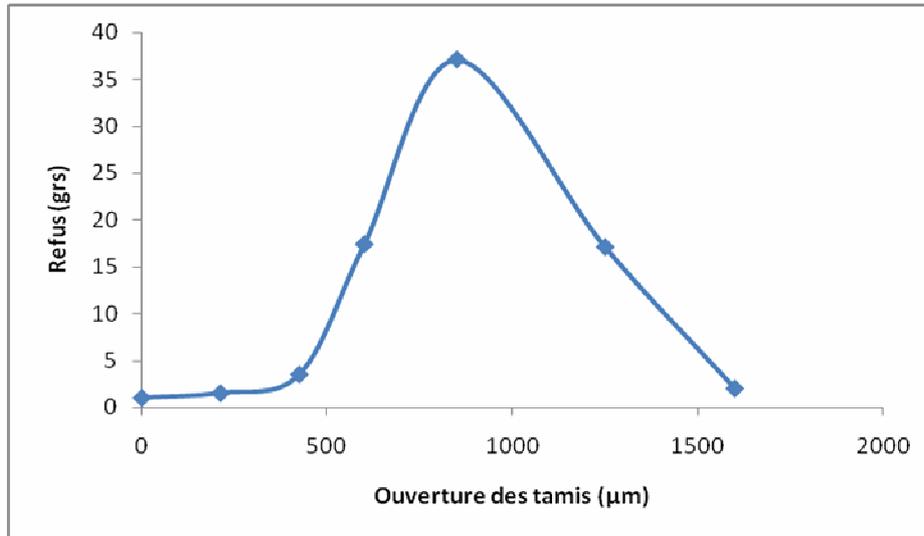
### VI.1. Caractérisation par tamisage des copeaux et de la poudre

Les copeaux de bronze fabriqués par usinage au tour, d'une masse de 80grs, sont caractérisés par tamisage et donnent les résultats regroupés dans le tableau VI.1.

**Tableau VI.1. Résultats de caractérisation des copeaux.**  
**(Dm = 1025.73 µm)**

Diamètre du tamis (µm)	Refus (g)	Fraction (%)
1600	2.0	2.63
1250	17.1	21.48
850	37.1	46.60
600	17.4	21.85
425	3.5	4.4
212	1.5	1.88
Assiette	1	1.25

Lesquels résultats nous permettent d'évaluer la dimension moyenne des copeaux et d'établir la courbe de répartition moyenne de leur taille (figure VI.1)



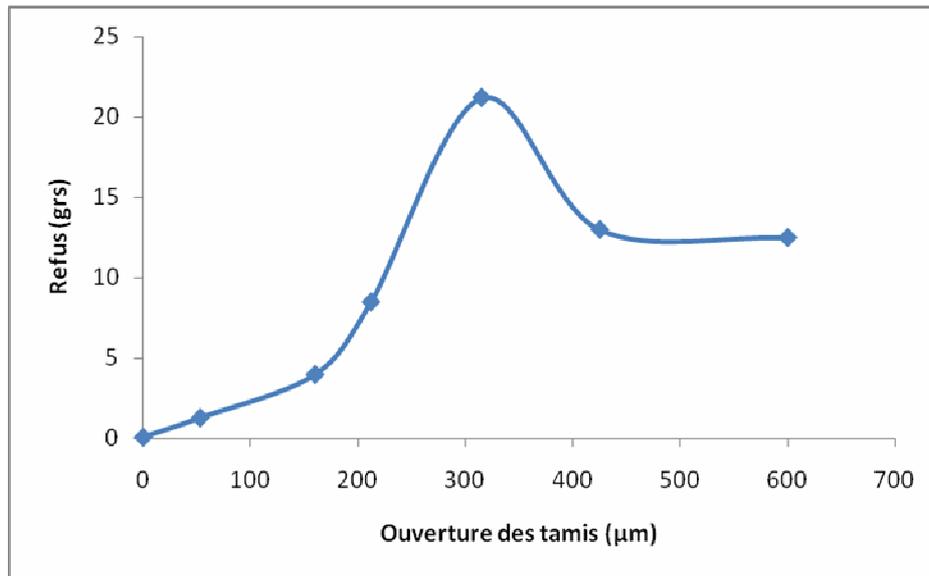
**Figure VI.1.** *Distribution de la taille des copeaux.*

Les 80 grs de copeaux sont ensuite broyés pendant une durée totale de 8 heures, sur lesquels nous prélevons des petites quantités à des temps donnés, pour suivre l'évolution de la micro-dureté de la poudre au cours du broyage.

Le tamisage des 65 grs de poudre, après 8 heures de broyage, présente les résultats regroupés dans le tableau VI.2, qui nous permettent d'avoir la dimension moyenne des grains et la courbe de la distribution de la taille de la poudre (figure VI.2).

**Tableau VI.2.** *Résultats de la caractérisation de la poudre après 8 heures de broyage.*  
(**Dm = 415.54 µm**)

Diamètre du tamis (µm)	Refus (g)	Fraction (%)
600	12.5	20.88
425	13	21.45
315	21.2	34.86
212	8.5	13.98
160	4.0	6.57
53	1.3	2.13
Assiette	0.1	0.16



**Figure VI.2.** Distribution de la taille de poudre après 8 heures de broyage.

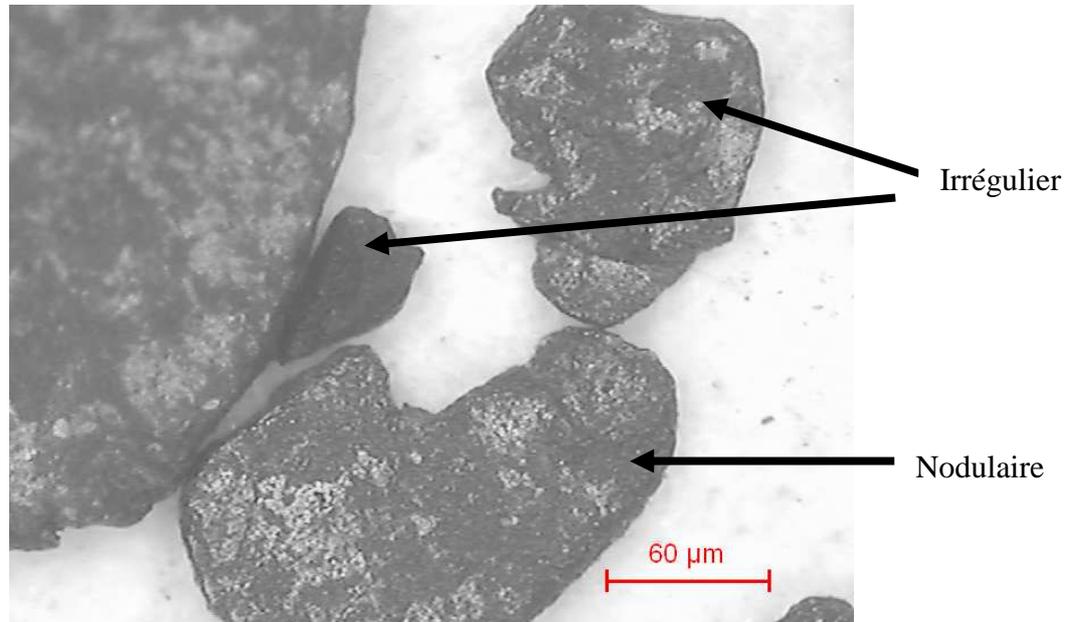
Le but de toute opération de broyage est de diminuer la taille des particules à un degré minimal mais contrôlable. Cependant, il faut savoir que durant le broyage il se produit des phénomènes indésirables et inverses au but recherché par l'action de broyage. Ces phénomènes sont principalement la fracture et l'agglomération des particules.

Il faut d'abord noter que les deux courbes montrant la distribution de taille ont la même allure : c'est-à-dire celle d'une cloche. Ces courbes en forme parabolique ou de cloche sont caractéristiques pour tous les matériaux sous forme de poudre. En effet dans un amas de poudre on trouve toujours une certaine fraction de poudre extrêmement fine et une autre relativement grossière. Ces deux fractions sont souvent de même valeur, mais la majorité des particules ont une taille moyenne comprise entre ces deux extrêmes. Ainsi, la distribution de taille pour un tel mélange ne peut être que sous forme d'une cloche. Les courbes, des figures V1.1 et V1.2, commencent par un point correspondant à la fraction fine des grains retenue dans l'assiette, puis elles augmentent vers un maximum pour des dimensions moyennes, pour redescendre vers les valeurs plus élevées. On notera que pour la poudre, figure VI.2, on assiste à une légère déformation de la cloche vers les tamis à grandes ouvertures, le dernier point étant faussés probablement à cause d'un tamis à ouverture intermédiaire, entre 425 et 600 µm, non inclus dans la série qui a servi au tamisage.

Les copeaux ont une dimension moyenne  $D_m = 1025.73 \mu\text{m}$ , alors que les grains de la poudre ont une dimension moyenne  $D_m = 415.54 \mu\text{m}$ .

## IV.2. Forme des particules de la poudre finale.

La poudre, au terme du broyage de 8 h, présente différentes formes comme on le voit sur la figure VI.3. Les particules y sont de formes irrégulière ou nodulaire. Elle a l'aspect classique de toute poudre produite par broyage mécanique.



**Figure. IV.3.** Photomicrographie de la poudre libre de bronze obtenue au terme de 8h de broyage.

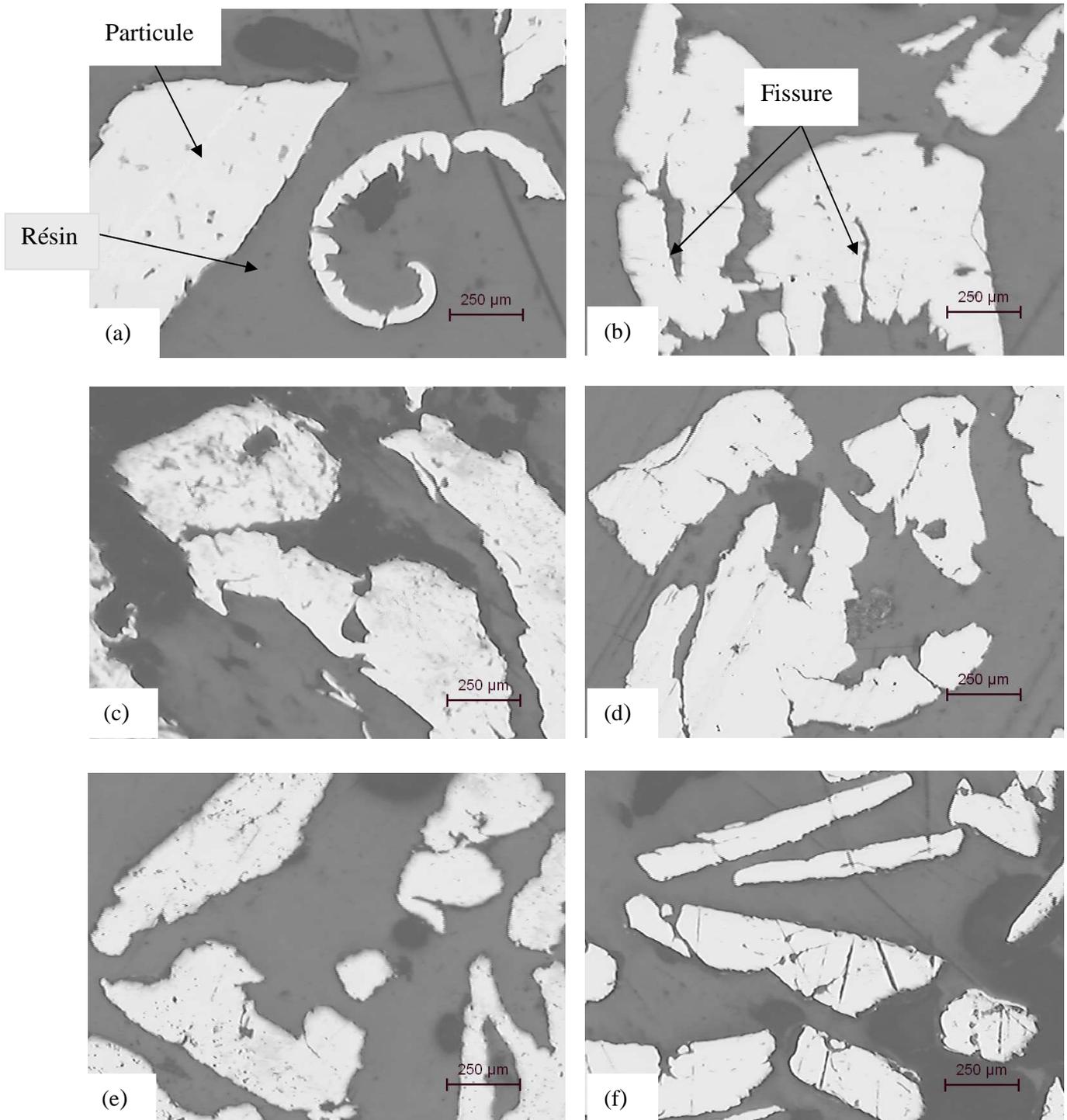
Notons, par ailleurs, la bonne couche d'oxyde [24] qui recouvre la surface de ces particules lesquelles présentent quand même un éclat métallique par endroits, pas très bien ressorti par la photo. Ceci est dû à la contamination par l'enceinte de broyage en fonte d'une part et, à l'oxydation qui a lieu au cours de ce même broyage, d'autre part.

## VI.3. Effet du temps de broyage sur la poudre de bronze

Cet effet est mis en exergue sur la microstructure et la micro-dureté de la poudre au cours du broyage.

### VI.3.1. Microstructure

Hormis la première, qui représente les copeaux d'usinage, les micrographies suivantes, montrent l'effet du temps de broyage sur la réduction de la taille des particules, pendant 30 minutes, 1 heure, 2 heures, 4 heures et 8 heures.



**Figure VI.4.** Influence du temps de broyage sur la taille de la poudre fabriquée  
(a) E1 :0 mn , (b) E2 :30mn , (c)E3 :1h , (d) E4: 2h , (e) E5: 4h , (f)E6: 8h

Le premier mécanisme de broyage qui opère dans le broyeur utilisé est la fragmentation, ce qui explique la diminution très rapide de la taille pour des temps de broyage compris entre 0 et 1 heure (figure VI.4 a, b). Au début du broyage, les copeaux sont fortement fragmentés entre les boulets et les parois du broyeur, et ce, à cause de leur grande taille qui augmente leur probabilité de subir la compression entre les boulets, le choc contre les parois et leur choc mutuel les uns contre les autres, ce qui augmente nécessairement l'efficacité du broyage.

Dans les conditions de temps prolongés, les copeaux se broient jusqu'à atteindre une certaine taille minimale qui s'affine lentement dans le temps ceci peut être expliqué par le fait que le mécanisme de fragmentation n'est plus dominant. Ici d'autres mécanismes de broyage plus dominants prennent le relais, dont la déformation plastique.

Pour qu'une particule se fragmente, elle doit subir une contrainte suffisante pour qu'une fissure s'amorce et se propage. On voit bien l'initiation des fissures dans la figure VI.4. b

### **VI.3.2. Mesure de la micro-dureté**

La micro-dureté en fonction du temps de broyage est mesurée à travers l'intervalle de temps allant de 30 mn à 8 heures, sur 6 échantillons dont celui des copeaux, l'échantillon E1. Les résultats sont regroupés dans le tableau VI.3, où :

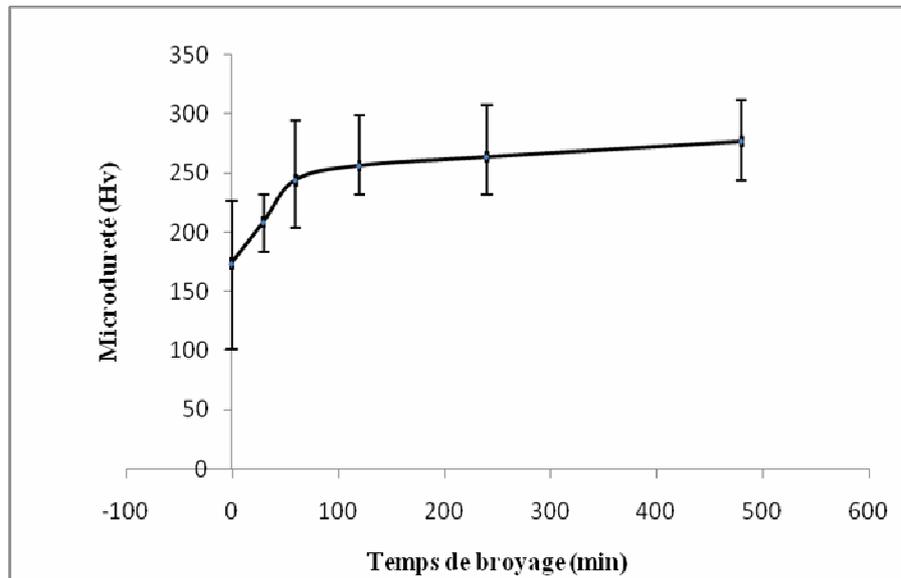
Echantillons : E1 ; E2 ; E3 ; E4 ; E5 et E6 sont broyés pendant 0 mn (copeaux) ; 30mn ; 60 mn ; 120 mn ; 240 mn, et 480 mn respectivement. Ensuite est mesurée leur micro-dureté à travers 10 essais ciblant différents grains.

**Tableau IV.3** *micro- dureté en fonction du temps de broyage*

Essai n°	Micro- dureté (HV)					
	E1	E2	E3	E4	E5	E6
1	226.1	196	243.8	231.8	256.8	243.8
2	141.5	196.9	215.3	237.7	231.8	270.9
3	179.1	213.3	294.3	299.3	270.9	283.0
4	183.2	205.3	247.6	275.4	250.2	247.6
5	187.3	226.1	205.3	278.4	289.4	243.8
6	157.7	231.8	231.8	263.7	237.7	311.6
7	134.6	215.3	270.9	250.2	283.0	308.0
8	191.6	196.0	237.7	263.7	302.0	276.9
9	110.3	205.3	294.3	263.7	250.2	281.5
10	173.8	196	256.8	243.8	268.0	283.0
11	187.3	231	254.2	292.6	254.2	306.2
12	194.2	198.7	237.7	243.8	260.9	299.3
13	164.4	183.2	278.4	275.4	243.0	255.5
14	181.5	200.6	250.2	243.8	308.0	260.9
15	210.2	210.2	256.6	250.2	278.4	250.2
16	171.5	231.8	226.1	243.8	263.7	270.9
17	157.7	220.6	231.8	231.8	241.4	317.1
18	142.6	198.7	203.4	263.7	256.8	259.6
19	187.7	210.2	221.0	237.7	247.6	268.0
20	187.7	198.7	215.3	231.8	275.4	291
<b>Moyenne</b>	<b>173.5</b>	<b>208.31</b>	<b>243.88</b>	<b>256.11</b>	<b>263.49</b>	<b>276.44</b>
$\Delta$ HV	62.4	24.45	45.45	33.75	38.1	33.9

La mesure de la micro-dureté des poudres est très utile pour comprendre les processus de broyage, car elle reflète les différents changements structuraux qui prennent place dans le métal broyé. La caractérisation par micro-dureté de la poudre du bronze fabriqué durant différents temps de broyage a pour objectif l'étude de l'effet de ce broyage sur les propriétés d'écrouissage de la poudre métallique.

Le résultat de l'évolution de la micro-dureté de ces poudres avec le temps de broyage est illustré sur la figure VI.5, où la courbe est tracée à la base des résultats du tableau VI.3. Chaque point, de cette courbe, représente la moyenne de 10 essais réalisés en différents points de l'échantillon, et la barre, qui lui est attachée, représente  $\Delta HV = (HV_{max} - HV_{min})/2$



**Figure.VI.5.** Evolution de la micro-dureté en fonction du temps de broyage.

La micro-dureté est le résultat du travail à froid et du cumul des défauts internes produits par le broyage. Comme le montre la figure VI.5, le changement dans les micro-duretés est significatif surtout durant la première heure de broyage. On remarque une franche augmentation de la micro-dureté au cours de la première heure, suivie d'une augmentation moins marquée à mesure que le temps augmente. En effet, de 173.5 HV, correspondant à celle des copeaux d'usinage, elle augmente assez rapidement pour atteindre après 1h de broyage les 243,88HV puis continue à évoluer assez lentement jusqu'à atteindre les 276,44HV après 8h de broyage.

Ceci peut être expliqué par le fait que, au départ, de par leur dimension relativement élevée, les particules de copeaux sont à tous les coups touchés par les boulets et éjectés vers les parois de l'enceinte amenant à un écrouissage et une fragmentation importants, ce qui fait augmenter rapidement la micro-dureté. L'ensemble s'affinant de plus en plus, au cours du temps, on aboutit alors à une poudre qui voit sa micro dureté augmenter plus lentement, à cause de la dimension moyenne des grains qui vont lentement vers leurs limites d'écrouissage et de fragmentation, du moins dans nos conditions de travail.

En effet, le taux d'écrouissage que subissent les particules sous l'effet de la déformation plastique est saturable c'est à dire, qu'après un certain seuil, la densité de

dislocations dans les particules déformées ne peut plus augmenter, car devenues très dures, les particules ne peuvent plus être déformées d'avantage.

Cela nous confirme ce qui a été rapporté dans le chapitre II selon lequel « la déformation plastique inculquée aux particules de poudre provoque une variété de défauts cristallins tels que : Les dislocations, les lacunes, les défauts d'empilement ainsi qu'une augmentation importante du nombre de joints de grain. Tous ces défauts font que cette structure est dure et énergiquement très instable à cause d'une grande énergie emmagasinée » [17]. Laquelle énergie, peut être mise à profit pendant le traitement d'adoucissement ou bien le frittage, car elle constitue une force motrice importante lors de la consolidation.

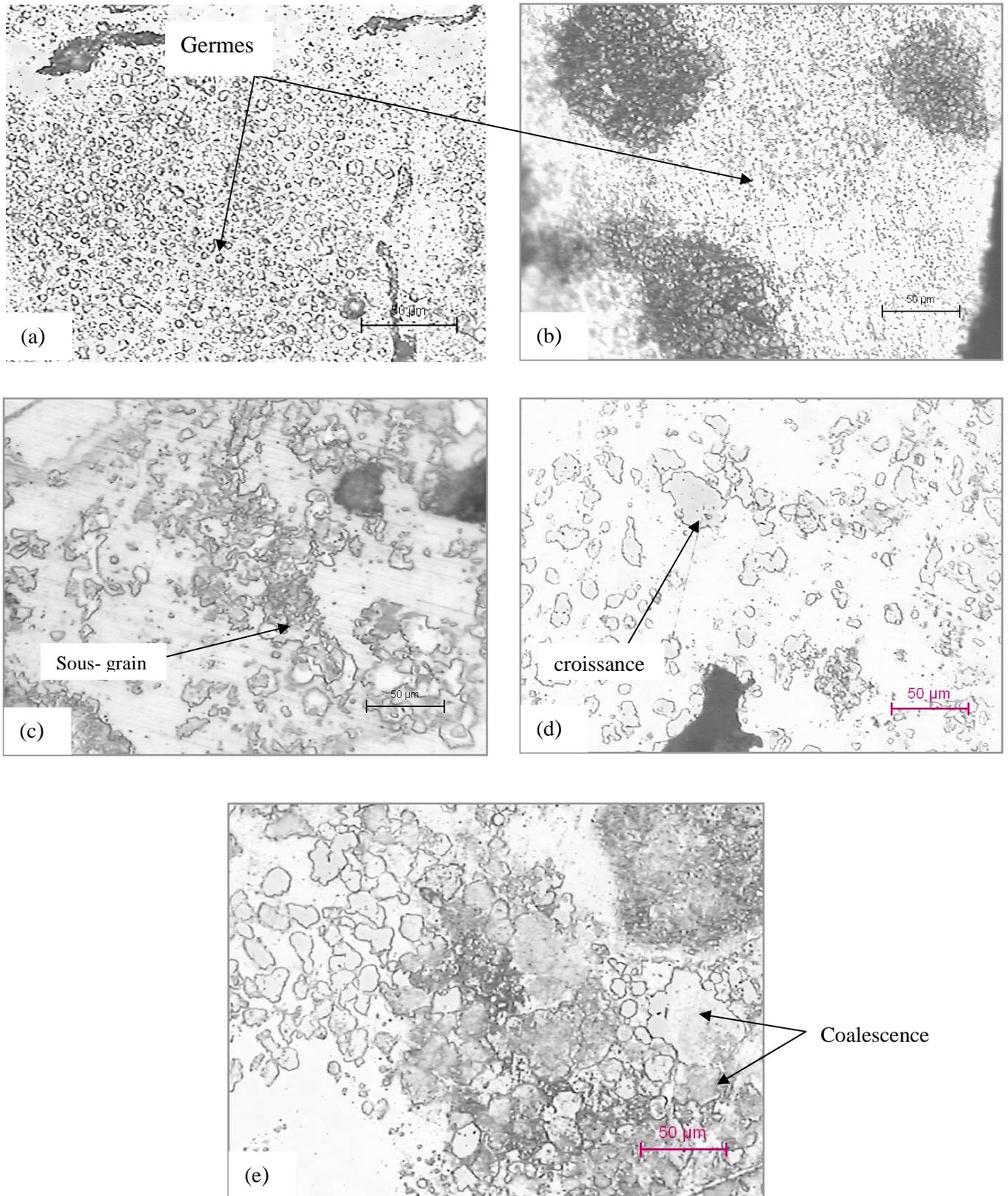
En conclusion, plus on augmente le temps de broyage plus la taille des grains diminue jusqu'à atteindre une certaine taille minimale, alors que la micro-dureté, au contraire, elle augmente avec le temps, ce qui est tout à fait rationnel.

#### **VI.4. Effet du temps de traitement d'adoucissement sur la poudre**

Nous étudions l'effet du temps d'adoucissement, à 400°C, sur la microstructure et la micro-dureté de la poudre après 8 h de broyage mécanique. Le temps d'adoucissement va de 1 mn jusqu'à 10 mn, par pas de 1 mn, soit 10 échantillons passés en revue. Par soucis de clarté, nous ne présentons que les 5 microstructures les plus remarquables, des échantillons où l'évolution se fait nettement sentir, alors que pour la mesure de la micro-dureté nous présentons les résultats de tous les échantillons.

##### **VI.4.1 Microstructure**

Les micrographies suivantes, figure VI.6, montrent l'effet du traitement thermique d'adoucissement à 400°C sur la poudre de bronze pendant, 2 mn, 4 mn, 6 mn, 8 mn et 10 mn.



**Figure VI.6.** Effet du traitement d'adoucissement à 400°C la poudre. (a) R2 :2mn, (b) R4:4mn, (c) R6 : 6mn, (d) R8 : 8mn, (e) R10 :10mn.

Ces photomicrographies présentent l'évolution de la microstructure, en fonction du temps du traitement d'adoucissement, de la dite poudre de bronze. Pour les premiers temps du traitement il y a le réarrangement des atomes des grains déformés et la formation des nouveaux germes, qui vont croître au détriment de ces grains déformés. Cette croissance se fait lorsque les germes de départ ont atteint la taille critique à partir de laquelle chaque germe peut croître sous l'action de l'énergie de déformation stockée. La taille des germes augmente avec le temps, jusqu'à la consommation totale du matériau écroui.

En allant de la photo (a) jusqu'à la photo (e) de la figure VI.6, on voit nettement l'apparition de tous petits germes, qui croissent à mesure que la température augmente, s'étalent et finissent par se toucher. S'en suit alors, la disparition des grains de faible taille par coalescence des grains les plus gros.

#### VI.4.2 Mesure de la micro-dureté

La micro-dureté en fonction du temps de traitement thermique est mesurée à travers l'intervalle de temps allant de 1mn à 10mn. Les résultats sont regroupés dans le tableau VI.4.

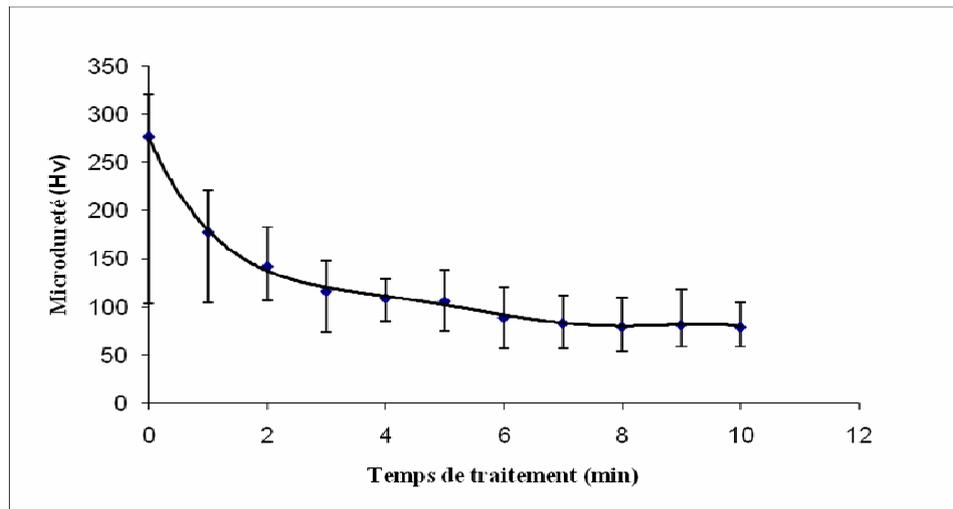
Tous les échantillons sont pris à 8 heures de broyage mais subissent des temps de recuits différents, tels que :

Echantillons : R1 ; R2 ; R3 ; R4 ; R5 ; R6 ; R7 ; R8 ; R9 et R10 sont recuits respectivement à 1 ; 2 ; 3 ; 4 ; 5 ; 6 ; 7 ; 8 ; 9 et 10 minutes.

Ainsi, l'échantillon  $R_i$ ,  $i = 1, 2, \dots, 10$ , c'est un peu un échantillon de mêmes conditions que E6 + i mn d'adoucissement à 400 °C.

Le résultat de l'évolution de la micro-dureté de ces poudres avec le temps de traitement de recuit est illustré sur la figure VI.7, où la courbe est tracée à la base des résultats du tableau VI.4 qui suivra.

Chaque point, de cette courbe, représente la moyenne de 10 essais dispatchés sur différents points de l'échantillon, et la barre, qui lui est attachée, le  $\Delta HV = (HV_{max} - HV_{min})/2$



**Figure.VI.7.** Evolution de la micro-dureté en fonction du temps de recuit d'adoucissement à 400°C

La figure VI.7 illustre l'influence du temps de traitement thermique sur la micro-dureté moyenne de la poudre, on remarque alors que la micro-dureté décroît plus rapidement durant la première minute de chauffage. Ceci s'explique par l'apparition et augmentation des germes de nouveau grains à réseau qui n'a pas subi de distorsion, la formation de nouveaux grains équiaxiaux qui remplacent la structure fibreuse du métal déformé s'appellent recristallisation primaire. Cette recristallisation supprime pratiquement la distorsion du réseau et amène à une diminution brusque de la densité des dislocations. L'augmentation de la durée du recuit fait accroître la dimension du grain et implique la diminution de la micro-dureté du poudre, la micro-dureté se stabilisé avec l'augmentation de la durée de recuit a cause de la disparition presque total de la dislocation et diminution des joints de grains par croissance des nouveaux grains. L'augmentation de la durée de recuit fait accroître la dimension des grains comme montre la figure VI.7 ce qui diminue les joints de grains et donc diminue de la micro-dureté.

**Tableau IV.4** Micro- dureté en fonction de temps de traitement d'adoucissement à 400°C

Essai n°	Micro- dureté (HV)									
	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8	R9	R10
1	193.0	142.6	100.3	128.6	111.4	99.67	61.75	87.78	58,68	69,22
2	193.0	142.6	114.2	116.2	99.02	67.73	67.36	91.4	77,9	104,8
3	215.3	145.4	148.4	104.8	119.5	110.2	98.06	52.19	91,98	99,67
4	200.6	147.2	148.4	113.4	102.3	114.2	77.9	101.3	69,22	101,3
5	198.7	110.2	122.6	122.6	127.2	57.23	90.55	77.23	87,24	62,39
6	134.6	104.8	145.4	93.44	111.4	69.60	58.68	104.8	87,24	91,98
7	187.3	145.4	147.2	97.42	99.02	95.86	101.3	73.57	62,39	65,06
8	121.6	183.2	147.2	100.7	103.6	108.4	86.45	73.57	67,73	67,73
9	179.1	157.7	121.3	97.74	89.15	73.57	81.4	57.66	103	93,44
10	187.3	179.1	93.44	88.6	110.2	110.2	96.48	103.1	83,36	77,9
11	103.0	148.4	96.48	104.8	117.4	73.37	58.68	62.39	118,3	80,21
12	110.2	106.5	142.6	85.66	74.62	119.5	112.2	57.95	72,14	58,68
13	210.2	171.5	120.4	95.65	136.1	100.7	66.82	91.98	72,55	72,55
14	151.4	179.1	139.4	107.6	138.8	57.23	76.68	53.19	72,14	72,14
15	187.3	142.6	124.9	118.3	74.62	84.63	101.3	75.26	98,06	84,63
16	220.6	119.5	104.1	103.0	72.14	61.75	104.8	79.04	103	73,57
17	183.2	121.7	107.1	126.3	101.3	120.56	102.3	110.2	80,21	89,15
18	220.6	148.4	139.8	111.7	90.55	76.56	108.4	74.62	73,57	70,56
19	231.8	129.6	74.62	118.3	110.2	89.15	58.68	99.67	84,63	77,9
20	124.9	121.7	73.57	111.4	134.6	100.7	57.23	58.68	72,14	72,14
<b>Moyenne</b>	<b>177.74</b>	<b>142.4</b>	<b>116.81</b>	<b>109.49</b>	<b>106.15</b>	<b>89.53</b>	<b>83.35</b>	<b>79.62</b>	<b>81,77</b>	<b>79.25</b>
$\Delta$ HV	33.9	58.3	37.41	21.47	31.79	31.65	27.48	28.50	29.81	23.06

## VI.5. Caractérisation des poudres consolidées.

La caractérisation a pour but de comprendre les phénomènes métallurgiques et mécaniques induits par les effets thermiques du frittage de la poudre compactée. Pour cela, une étude micrographique a été effectuée pour comprendre les différentes transformations microstructurales engendrées par l'augmentation de temps de frittage. Nous avons par ailleurs évalué le taux de porosité ainsi que la dimension moyenne des particules, sur les trois comprimés frittés, F1, F2 et F3.

Les conséquences métallurgiques du temps de frittage sont enfin évaluées par la mesure de la micro-dureté.

### VI.5.1 Evolution de la microstructure au cours du frittage.

L'évolution de la microstructure est suivie qualitativement par l'observation des micrographies des échantillons et par l'évaluation du taux de porosité.

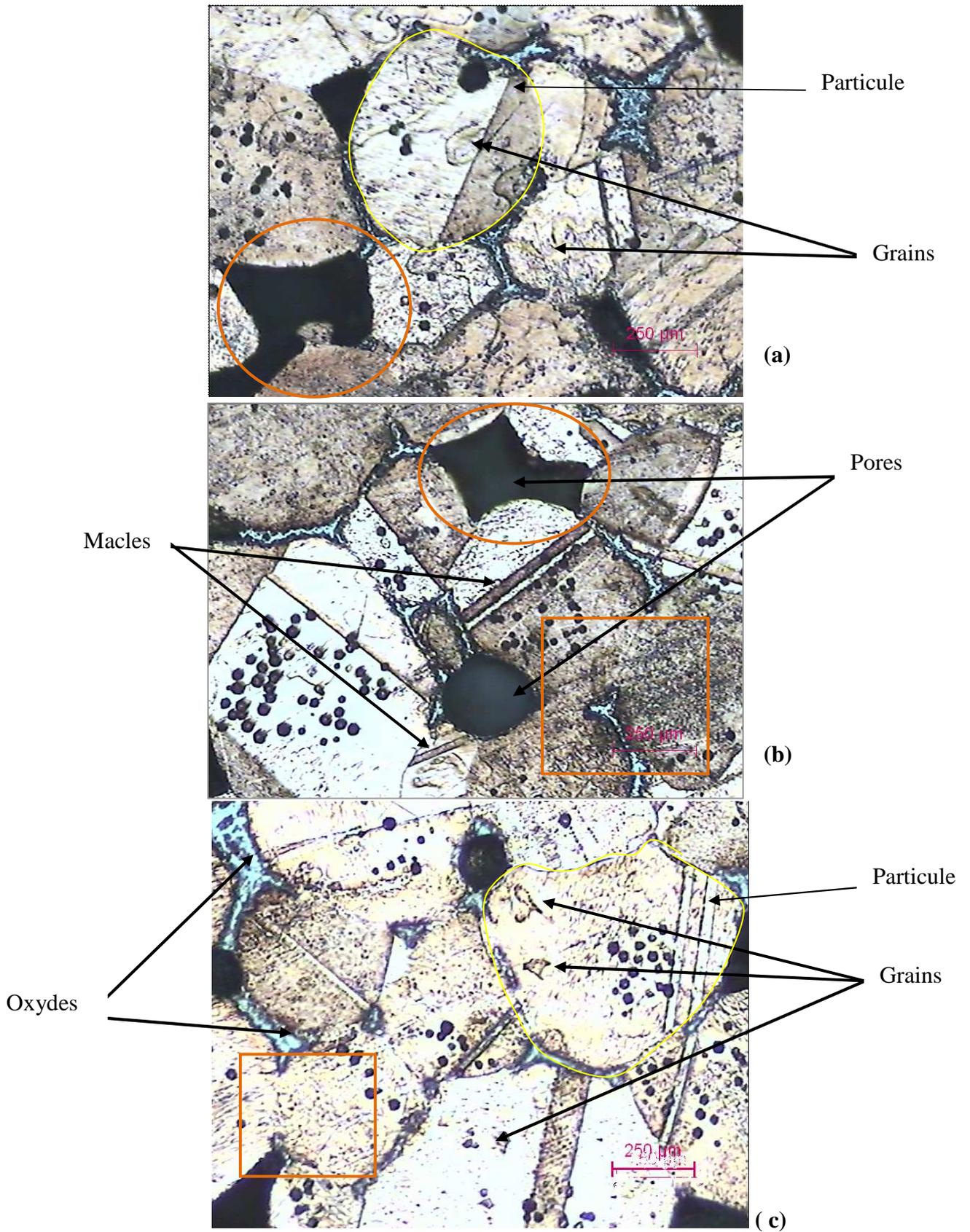
#### VI.5.1.1. Micrographies.

Les photomicrographies de la figure VI.8 représentent les microstructures observées pour les 3 échantillons compactés puis frittés à différents temps à 850°C, F1, F2, F3.

Ces micrographies présentent, toutes les trois dans l'ensemble, des particules avec des macles et quelques ébauches de grains, des pores et de l'oxyde localisé sur les jointures entre les particules.

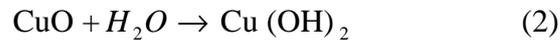
Les macles, assez typiques des matériaux recuits, on les retrouve sur la majorité des particules des échantillons. Cette forme de défauts apparaît principalement dans les métaux à faible énergie d'empilement. Le maclage se forme en raison des contraintes mécaniques qu'ont subit les comprimés de bronze depuis l'élaboration de la poudre par broyage mécanique jusqu'à la compression de la colonne de poudre.

La présence des pores, inhérente aux pièces produites par la métallurgie des poudres, sont dans notre cas nombreux et spacieux, et ce, à cause, probablement, du compactage à froid que nous avons réalisé, d'une manière assez archaïque, par l'intermédiaire d'un étai, que nous avons serré manuellement, ce qui amené à une mise en forme insuffisante. Mais, quoi qu'il en soit, la porosité reste aussi tributaire des paramètres (t, T) du frittage. Pour notre part, la courte durée de frittage (1h, 2h et 3h) peut être en cause, de sorte que le remplissage des pores par la matière est relativement lent, alors qu'avec un temps plus long ils auraient pu se combler plus et mieux.



**Figure VI.8** Effet de temps de frittage sur la taille moyenne des grain, (a)F1 :60mn, (b)F2 :120mn, (c) F3 :180mn

Enfin, les régions bleutées observées entre les particules, elles témoignent de la présence d'hydroxyde de cuivre qui a pu se produire d'après les réactions (1) et (2) :



L'oxyde de cuivre formé dans la réaction (1) est dû à l'effet de l'air ambiant sur la surface des particules. En effet, comme le compactage n'a pas eu lieu directement après le décapage chimique, l'état de surface des particules s'est légèrement altéré. La couleur bleue des inclusions est la conséquence directe de l'hydrolyse des oxydes de cuivre selon la réaction (2)

De par ces micrographies, on constate essentiellement l'effet du temps de frittage sur la porosité en particulier, l'interpénétration des particules en particulier, et la barrière que peut constituer l'oxyde quant à la diffusion :

- Les particules de la poudre, mises en contact intime les unes avec les autres par le compactage, forment entre elles des pores de formes atypiques comme encadré sur les micrographies (a) et (b). Ces pores évoluent, à mesure du frittage, vers des formes plus régulières et arrondies, tout en diminuant en taille.
- Les particules, à partir de leurs points de contact, établissent des liaisons par diffusion à l'état solide, s'interpénétrant comme encadré sur les 3 micrographies. On peut constater nettement la jonction établie entre les particules deux par deux sur les micrographies (b) et (c), formant le col de diffusion véritable pont de transit de la matière de part et d'autre.
- Dans la micrographie (b), par ailleurs, on voit nettement, dans l'encadré, l'oxyde en sandwich entre deux particules gênant la diffusion et empêchant la formation de ce fameux col de diffusion. Lequel col, s'est très bien établi, sur la même particule, par d'autres endroits avec d'autres particules en absence d'oxyde.

Même si la recristallisation et la croissance des grains au sein des particules n'apparaissent pas très bien, on voit sur les micrographies, par endroits sur les particules de la poudre, ce qui semble être des ébauches de grains émergeant. Mais il est vrai que la durée de notre frittage n'a pas été assez suffisante pour que l'on puisse être certain de ce que nous avançons. Ou alors nous n'avons pas attaqué au mieux nos échantillons, ni poussé au mieux notre grossissement d'observation pour révéler, résoudre et observer les grains dans les particules. Ces dernières, fortement écrouies par le compactage antérieur, ne peuvent qu'être siège d'une restauration-cristallisation-grossissement des grains.

La dimension moyenne des particules de la poudre, qui restent encore bien apparentes dans chacun des échantillons, nous au moins permis de conforter les résultats obtenus par tamisage

$$E1 : D_m = 488.5\mu\text{m} \quad E2 : D_m = 507.15\mu\text{m} \quad E3 : D_m = 409.05\mu\text{m}$$

Valeurs qui ne sont pas loin des  $415\mu\text{m}$  données par la technique de tamisage.

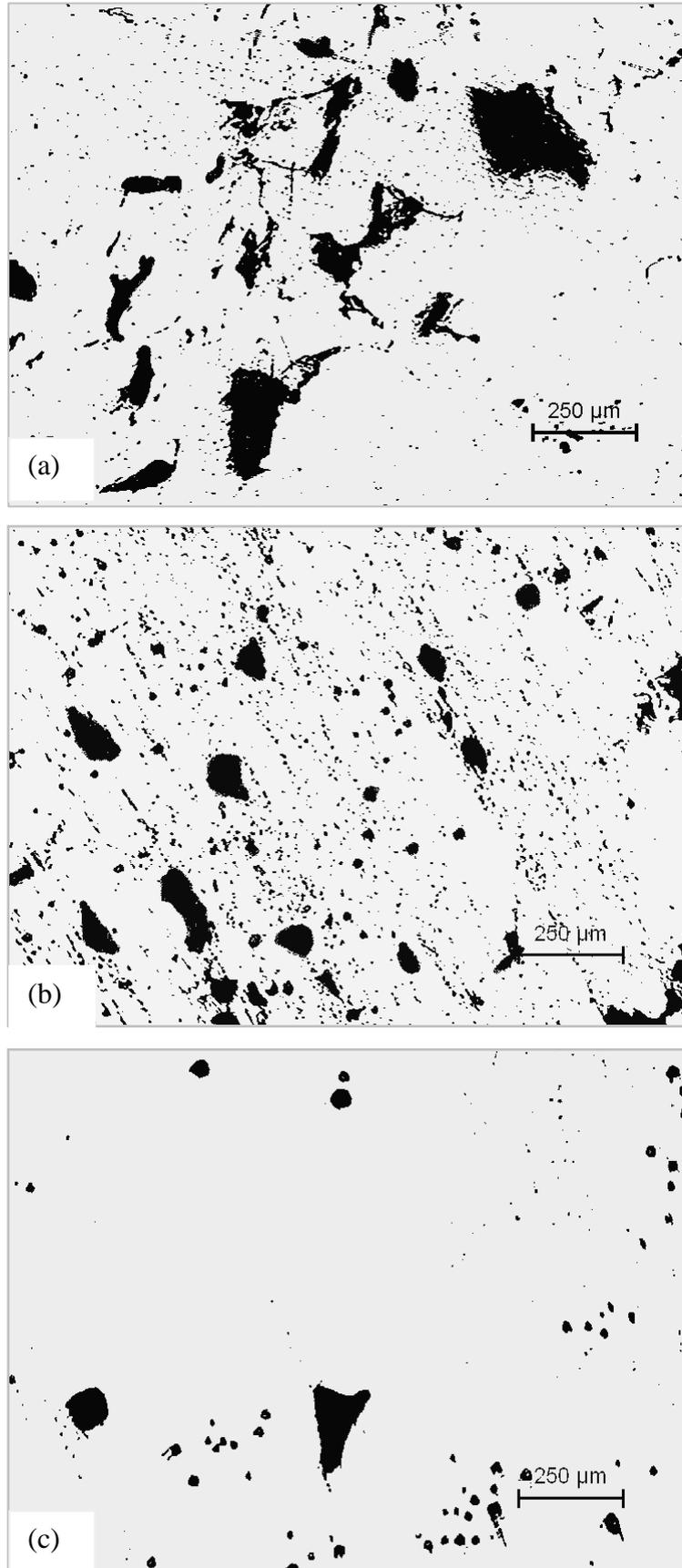
### VI.5.1.2. Taux de porosité

Les micrographies, de la figure VI.9, présentent, quant à elles, l'évolution des pores au cours du frittage. On voit bien qu'à mesure que le temps de frittage augmente, les pores se referment, s'arrondissent et décroissent, en nombre et en taille. En particulier sur la figure VI.9.c, de l'échantillon F3 frittés à 3h, où ils sont, par endroits, beaucoup moins nombreux, plus fins, et plus finement dispersés. En effet :

- Dans l'échantillon F1 (a), fritté pendant 1heure, on observe un réseau de pores interconnectés, nombreux et de formes irrégulières.
- Dans l'échantillon F2 (b), fritté pendant 2 heures, on assiste à la déconnection de ce réseau de pores, qui se referment peu à peu, et prennent alors des formes plus régulières et plus arrondies, et semblent même diminuer en nombre.
- Enfin dans l'échantillon F3 (c), fritté pendant 3 heures, ces pores s'amenuisent encore plus, par rapport à l'état de recuit de 2 heures, par endroits et disparaissent franchement en d'autres endroits.

Pour une approche plus quantitative et plus rigoureuse, nous avons estimé le taux de porosité des 3 échantillons cités ci-dessus.

Le tableau VI.6 regroupe les résultats obtenus pour le calcul du taux de porosité de chacun des échantillons. Les valeurs présentées sont les moyennes de 10 mesures obtenues, par balayage sur différentes plages, et ce, à l'aide d'un logiciel (Image-j). Ces valeurs moyennes sont ensuite présentées sous forme de courbe dans la figure VI.10, afin de mettre en exergue la forme d'évolution qu'elles arborent en fonction du temps.



**Figure VI.9.** Photomicrographies des échantillons frittées à 850°C, à différents temps de frittage : (a) F1 : 60 min, (b) F : 2 120 min, (c) F3 : 180 min.

Tableau IV.6. Evolution de la porosité en fonction de temps du frittage à 850°C

Echantillon	Temps de frittage (mn)	Taux de porosité (%)
F1	1	32.53
F2	2	22.00
F3	3	10.09

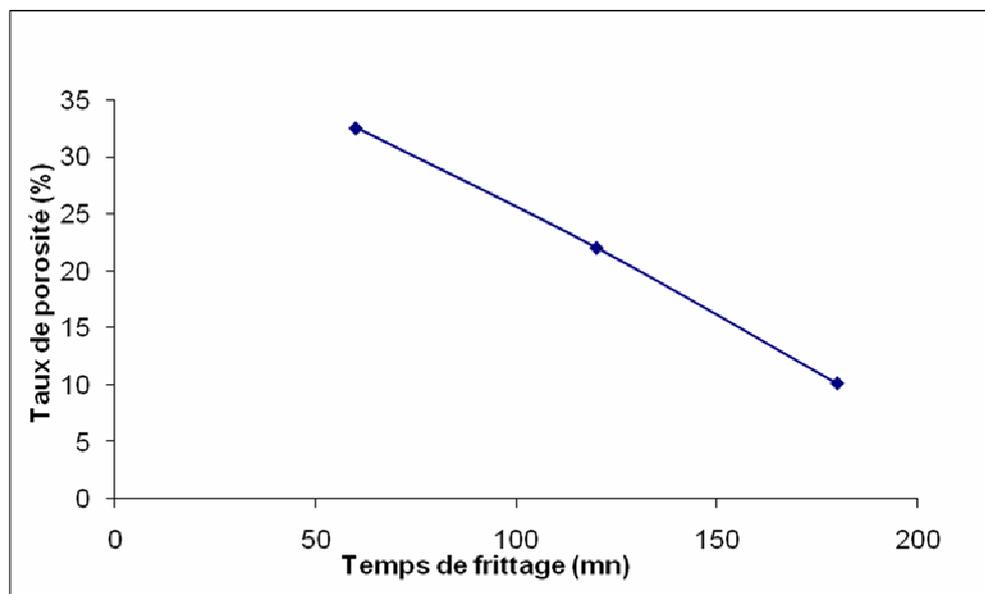


Figure VI.10. Evolution de la porosité en fonction de temps du frittage à 850 °C.

D'après la courbe, on a la porosité qui diminue au fur et mesure que le temps du frittage augmente. Pour un frittage à 850°C pendant 1heure, le taux de porosité est d'environ 32%, et donc celui de la densification est 68%. Ces valeurs, par rapport à celles de l'état à vert des pastilles, rendent compte de la baisse importante de l'énergie de surface, ainsi que des surfaces libres, et correspondent au stade initial de frittage.

Après 2 heures de temps de frittage, le taux de porosité diminue jusqu'à 22%, et donc celui de la densification augmente à 88%, cette importante densification, et, en contre partie, la diminution de la porosité, correspondent au stade intermédiaire de frittage, caractérisé par l'interconnexion des pores qui possèdent une structure cylindrique, comme montré à la figure VI.9.b de la page suivante. Ce qui est conforme à la littérature du frittage.

La porosité et la densification deviennent respectivement de l'ordre de 10% et 90% respectivement après un temps de frittage de 3 heures, cette étape correspond toujours au stade intermédiaire car les pores sont toujours connectés entre eux.

En effet, nous savons que le frittage est un phénomène thermiquement activé, qui dépend en plus du temps. Le facteur temps influe sur la quantité de matière transportée pour fermer les pores. Le frittage n'est pas un phénomène physique instantané, car les mécanismes de transport de matière se déroulent dans le temps.

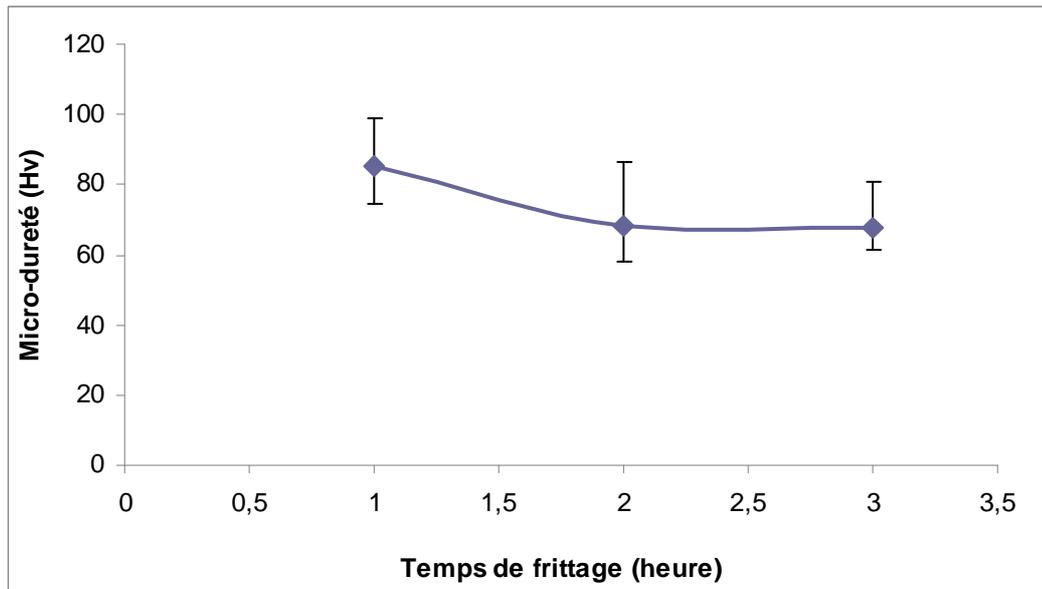
### VI.5.2 Micro-dureté.

Les résultats des micro-duretés relevées sur les échantillons, F1, F2 et F3 frittés sous 850°C pendant 1heure, 2 heures et 3 heures respectivement, sont regroupés dans le tableau VI.7 . Nous avons effectué 10 essais par échantillon, en veillant de le balayer au mieux.

**Tableau IV.7** Micro-dureté en fonction du temps de frittage à 850°C

Echant (Tps)	Micro-dureté (HV)											Moyen	$\Delta HV$
	Essai n°												
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10			
F1 (1heure)	94.95	90.55	75.58	81.40	99.02	82.13	79.04	74.62	92.05	83.87	<b>85.32</b>	<b>12.49</b>	
F2 (2heures)	69.60	58.68	59.43	86.45	83.87	72.14	73.57	57.95	57.95	62.23	<b>68.18</b>	<b>14.25</b>	
F3 (3heures)	72.14	76.78	65.93	61.43	61.75	62.55	80.92	63.37	63.37	65.93	<b>67.58</b>	<b>7.67</b>	

Dans la figure VI.11, ces mêmes résultats sont présentés sous forme de courbe, où la barre rattachée à chaque point expérimental, moyenne des dix essais, est  $\Delta HV = (HV_{max} - HV_{min})/2$ .



**Figure VI.11.** Evolution de la micro-dureté en fonction du temps de frittage à 850°C

La figure VI.11 montre que la micro-dureté diminue avec le temps de frittage. Cette diminution de la dureté est due à la recristallisation des particules après un temps de maintien suffisant d'une part et de la diminution des joints des grains laquelle est due à la diminution de la densité des pores. Il faut noter que la présence d'une porosité importante constitue une barrière contre la migration des joints de grains, cependant l'augmentation de temps de frittage fait diminuer la porosité comme le montre la figure VI.9.

### CONCLUSION GENERALE

Le principal but du présent travail, est d'étudier l'influence d'un traitement thermique d'adoucissement, sur les particules de poudre, obtenues par broyage mécanique, à partir de copeaux d'usinage d'un bronze. A l'issue de cette étude et des résultats obtenus, nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

1. La micro-dureté des particules augmente en fonction du temps de broyage, assez rapidement au début puis se stabilise peu à peu, alors qu'elles ont atteint leur dimensions et état d'écrouissage limites. Cela confirme l'état énergétique élevé acquis par le matériau lors du broyage. Cette énergie liée à la déformation plastique est emmagasinée à l'intérieur des particules de poudre, par l'action des contraintes appliquées lors des différents mécanismes de broyage
2. Le traitement d'adoucissement, tel qu'effectué aux temps et à la température choisis, a un effet certain sur les particules de la poudre. En ce sens que plus on augmente la durée du traitement, la micro-dureté des particules diminue, selon une pente assez prononcée au départ puis beaucoup plus douce par la suite. Ce qui est conforté par les diverses étapes du recuit observées : restauration, recristallisation au détriment de la matière écrouie, et croissances des nouveaux grains, au sein de chaque particule.
3. Le compactage de cette poudre, ainsi traitée, a été assez aisé, et son frittage autour de 850°C à divers temps, a porté une amélioration notable dans sa densification. Mais, nous sommes restés, probablement, en deçà des temps requis pour saisir au mieux l'émergence des nouveaux grains à la place de ceux fortement écrouis par le compactage.
4. Cependant, la micro-dureté du produit fritté diminue dans l'intervalle de temps étudié de la valeur d'environ 85 HV, qui n'est certainement pas loin de la valeur de la dureté des particules acquise par écrouissage lors du compactage, vers la valeur d'environ 67 HV. Cette diminution s'explique par les phénomènes de restauration et/ou de recristallisation qui ont pu certainement avoir lieu dans cet intervalle de temps d'étude, de 1h jusqu'à 3h.

Nous estimons que le travail, tel qu'appréhendé, nous a permis d'approcher au mieux le phénomène de recuit dans ses diverses étapes. Il nous a permis, par ailleurs, de conforter le fait qu'un recuit de la poudre produite par broyage, laquelle est souvent fortement écrouie, permet, par la suite, son meilleur compactage et aussi son frittage.

Un frittage plus poussé en temps, déjà, et dans de meilleures conditions de vide pourrait aboutir à des comprimés avec des propriétés mécaniques améliorées, ce que nous recommandons pour une éventuelle étude ultérieure.

### REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] M.Senna,H.Kuno, *polymorphic transformation of PbO by isothermal wet ball milling* ,j.Am.cerwn.soc,vol54 N°5,may 1971 .
- [2] A.A.Griffith, trans.roy.Soc.Lond.1921,vol.A221,p163.
- [3] J.J.Gilvarry and B.M.Borgstrom, *Fracture and comminution of Brittle solids*,AIME Trans,1961,vol.220,p 380.
- [4] Harris,CC, *On the Limit of comminution*,Trans.Soc.mining Eng,March 1967,pp.17-30
- [5] H.G.Domazer, *New Milling Process dor Fine Grinding of Powder Alloys in a Cas-Tight Attrition Mill*,Powder Metall.Int,1978,vol10 N°3 p150
- [6] C.Suryanarayana,In ;*Powder Metal technologies and application*,1998,ASM Handbook,vol7.Materials Park,OH :ASM International ,pp.80-90.
- [7] <http://www.ilpi.com/inorganic/glassware/ballmill.html>
- [8] Seelig.P.R, Wulff.J, *The Pressing Operation in the Fabrication of Articles by Powder Metallurgy* , Trans. Aime, Vol 166, pp 492-500, 1946
- [9] K.Yamada, C.C.Koch,J.Mater.Res,1993,vol.8,P.1317 .
- [10] F.Thummler,R.Obercker,In *Introduction to powder metallurgy* .London,UK :the institute of Materials ,1993.p.12
- [11] R.Ourahmoune. *Caractérisation et consolidation d'une poudre de bronze élaboré par broyage mécanique des copeaux d'usinage*. Mémoire de Magistère. ENP (2006).
- [12] R.M.Germain, *Powder Metallurgy Sciences*, Ed. 1994
- [13] J.S.benjamin Sci .Amer, *Effect of Cu Concentration on Morphology of Sn-Ag-Cu Solders by Mechanical Alloying* 1976,vol 234(5),pp.40-48
- [14] J.s.Benjamin,In :Arzt E,Schultz L,editors. *New Materials by mechanical alloying technique* 1989,Germany :DGM information gesellschaft,pp.3-18
- [15] H.J. Fecht, E. Hellstern, Z. Fu and W.L. Johnson, *Nanocrystalline metals prepared by ball milling* Metal. Trans. 21A (1990), pp.2333-2337
- [16] D.M. Goodrich and M. Atzmon, *Mecrostructural evolution ball-milled iron powder* , Mat. Sci. For. pp.225-227 (1996),
- [17] S.Galdeano, *Influence des conditions de broyage sur la distribution de nano-particules magnétiques (Fe, Co) dans une matrice de cuivre*, thèse doctorat université de

## Bibliographie

---

Paris 7, 2001.

[18] E. Gaffet and G. le caer *Mechanical Milling* 2003 p.30

[19] V. Rajković, O. Erić, D. Božić *Characterization of Dispersion Strengthened Copper with 3wt%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> by Mechanical Alloying Science of Sintering*, 36 (2004) pp205-211

[20] P. Ansart, *Les Propriétés du Cuivre et de ces Alliages*, Ed Variences, 1992, pp36–43.

[21] Jean BARBERY *Traitements thermiques du cuivre et de ses alliages* Techniques de l'Ingénieur M1295 pp 6-9. 2003

[22] F. V. LENEL, *Powder metallurgy, principal and application*, pp40-75. 1980

[23] R. Cazaud. *Métallurgie Mise en forme et traitements*. Aide-mémoire Dunod (1974).

[24] K. Aouaa. *Décapage électrochimique d'une poudre de bronze*. Mémoire de P.F.E, ENP (2008)

[25] H. Nasri. *Décapage chimique d'une poudre de bronze*. Mémoire P.F.E, ENP (2006)

[26] A. CHAOUICHE, *élaboration d'une poudre de laiton par broyage mécanique des copeaux d'usinage* mémoire de fin d'étude ENP (2000)