

12/98

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Projet de fin d'études

*En vue d'obtention du diplôme d'ingénieur d'état
en Génie Métallurgique*

THEME :

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

**ETUDE DE LA CONSOLIDATION DES
COMPRIMES DE POUDRE D'ACIER A OUTIL
SOUS PRESSION ATMOSPHERIQUE
A HAUTE TEMPERATURE**

Proposé par : M. Abdel-madjid KASSER

Réalisé par : M. Abdellah BOULIL

Promotion. 1998

DEDICACES

- A la mémoire de mon père.
- A ma chère mère.
 - A mes deux frères.
 - A mes sœurs.
 - A toute ma famille.
 - A tous mes amis.



Je dédie ce modeste travail.

B. DJAMEL

REMERCIEMENTS

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Je remercie M. A. KASSER qui a été à l'origine de ce travail, qu'il trouve ici mes vifs remerciements pour m'avoir orienté et dirigé tout au long de la réalisation de ce modeste travail.

Je remercie mes enseignants pour m'avoir aidé et dirigé tout au long de mes années d'études

Je remercie tous ceux qui ont de près ou de loin contribué à l'élaboration de ce modeste travail.

B. DJAMEL

SOMMAIR

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

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

CHAPITRE I: PRODUCTION DES POUDRES

I.1. Introduction	2
I.2. L'atomisation	2
I.2.1. L'atomisation par gaz	3
I.2.2. L'atomisation par l'eau	4
I.2.3. L'atomisation centrifugeuse	4
I.2.4. L'atomisation sous vide	5
I.3. Procédé électrolytique	5
I.4. Procédé chimique	6
I.4.1. Réduction des oxydes	6
I.4.2. La précipitation	6
I.4.3. Décomposition des carbonyles	7
I.5. Procédé mécanique	8
I.6. Conclusion	9

CHAPITRE II: CARACTERISATION DES POUDRES

II.1. Introduction	10
II.2. Echantillonnage	11
II.3. Caractérisation de la morphologie	11
II.3.1. Caractérisation de la taille des particules	11
II.3.1.1. La microscopie	11
II.3.1.2. Le tamisage	11
II.3.1.3. Sédimentation	11
II.3.2. Caractérisation de la forme des particules	12
II.4. Structure cristalline des particules	14
II.5. Caractérisation chimique	14

CHAPITRE III : COMPACTAGE DES POUDRES

III.1. Introduction	15
III.2. Phénoménologie	15
III.2.1. Le compactage axiale	16
III.2.2. Le compactage isostatique	17
III.2.3. Le moulage par injection	17
III.2.4. Le compactage par laminage de la poudre	18

CHAPITRE IV: CONSOLIDATION DES POUDRES

IV.1. Introduction	19
IV.2. L'effet de la densité	19
IV.2.1. La compression à chaud	20
IV.2.2. L'extrusion à chaud	21
IV.2.3. La compression isostatique à chaud	22
IV.2.4. Le forgeage à chaud	23

CHAPITRE V : FRITTAGE DES POUDRES

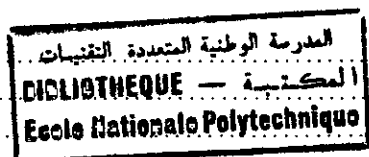
V.1. Introduction	24
V.2. Définition	24
V.3. Frittage sans pression extérieur (frittage libre)	24
V.3.1. Première étape	24
V.3.2. Seconde étape	25
V.3.3. Troisième étape	25
V.4. Forces motrices pendant le frittage	26
V.4.1. Energie de surface	26
V.4.2. Energie de défaut	26
V.4.3. Energie de contrainte	28
V.5. Mécanisme de formation des ponts	28
V.5.1. Premier groupe de mécanisme (model des sphères tangentes).....	29
V.5.2. Deuxième groupe de mécanisme (modèle des sphères sécantes).....	32

CHAPITRE VI : CARACTERISATION DES ACIERS A OUTILS

VI.1. Introduction	35
VI.2. Caractéristique d'utilisation	36
VI.3. Elément d'addition	37

CHAPITRE VII : PARTIE EXPERIMENTALE

VII.1. Introduction	39
VII.2. Objectif du travail	39
VII.3. Compactage de la poudre	40
VII.4. Encapsulation des échantillons	40
VII.5. Le frittage	41
VII.6. Préparation métallographique	41
VII.6.1. Prélèvement d'échantillons	41
VII.6.2. L'enrobage	41
VII.6.3. Polissage	42
VII.6.4. Attaque chimique	42
VII.6.5. Observation métallographique	42
VII.6.6. Mesure de la porosité	42
VII.6.7. Mesure de la dureté	43
VII.6.8. Mesure de la taille du grain	43



CHAPITRE VIII : RESULTATS ET DISCUSSIONS

VIII.1. Introduction	44
VIII.2. Résultats préliminaires	44
VIII.3. Effet de la pression de compactage sur les comprimés	45
VIII.4. Influence du temps sur la densification	47
VIII.5. Influence de la température sur la densification	51
VIII.6. Influence du temps sur la microstructure	54
VIII.7. Influence de la température sur la microstructure	55
VIII.8. Mécanisme de densification pendant le frittage	56
VIII.9. Influence de la porosité sur la microstructure	58
VIII.10. La dureté	59
VIII.11. Influence de la température et du temps sur la précipitation des carbures	62
Conclusion générale	63

INTRODUCTION

GENERALE

Dans un examen scientifique du développement historique de la métallurgie des poudres, SCHULZ [1] et plus tard GREENWOOD [2], indépendamment l'un de l'autre, employèrent l'expression très heureuse "Dans bien des cas les premiers âges de la métallurgie furent plus ou moins les premiers âges de la métallurgie des poudres" [3].

La M.D.P concerne la fabrication d'articles à partir des poudres métalliques. Ce procédé de fabrication comprend trois opérations essentielles :

- 1- La production des poudres.
- 2- La mise en forme de ces particules par compaction.
- 3- Le chauffage du comprimé à haute température inférieure à la température de fusion, sous atmosphère contrôlée.

Pour cerner les différentes facettes de la M.D.P, nous avons introduit dans la partie bibliographique les chapitres :

- Après l'introduction, le chapitre I présente les différentes méthodes de fabrication des poudres.
- Le chapitre II enchaîne avec la caractérisation des poudres.
- La compaction fait l'objet du chapitre **III**.
- Le chapitre **IV** concerne la consolidation des poudres.
- Les mécanismes de densification sont cités dans le chapitre V
- Le chapitre VI est un aperçu sur les caractéristiques d'aciers à outils.
- Notre partie expérimentale est évoquée dans le chapitre VII.
- Les résultats sont présentés et discutés dans le chapitre **VIII**

Nous terminons ce travail par une conclusion générale inspirée des expériences réalisées

CHAPITRE I

PRODUCTION DES POUDRES

I.1. INTRODUCTION

La production des poudres métalliques constitue le premier stade du procédé de fabrication des pièces dans la M.D.P. Dans ce chapitre, les différentes méthodes de production des poudres seront évoquées.

Elles sont généralement divisées en quatre catégories.

1. Méthodes physiques (atomisations).
2. Méthodes électrolytiques.
3. Méthodes mécaniques.
4. Méthodes chimiques.

I.2. L'ATOMISATION

Dans ce procédé, un jet du métal liquide est désintégré en fines gouttelettes (en général inférieur à 150 microns), par un fluide atomiseur qui peut être soit : l'eau, l'air, de la vapeur d'eau ou un gaz inerte [4]. La figure (II-2) montre le procédé.

Les propriétés les plus importantes d'une poudre obtenue par atomisation sont [5] :

1. la taille moyenne des particules.
2. la distribution des tailles.
3. la forme des particules.
4. la composition chimique.
5. la microstructure.

Les techniques d'atomisation sont classées en quatre principales classes [6]:

- 1- L'atomisation par gaz.
- 2- L'atomisation par eau.
- 3- L'atomisation centrifuge.
- 4- L'atomisation sous vide.

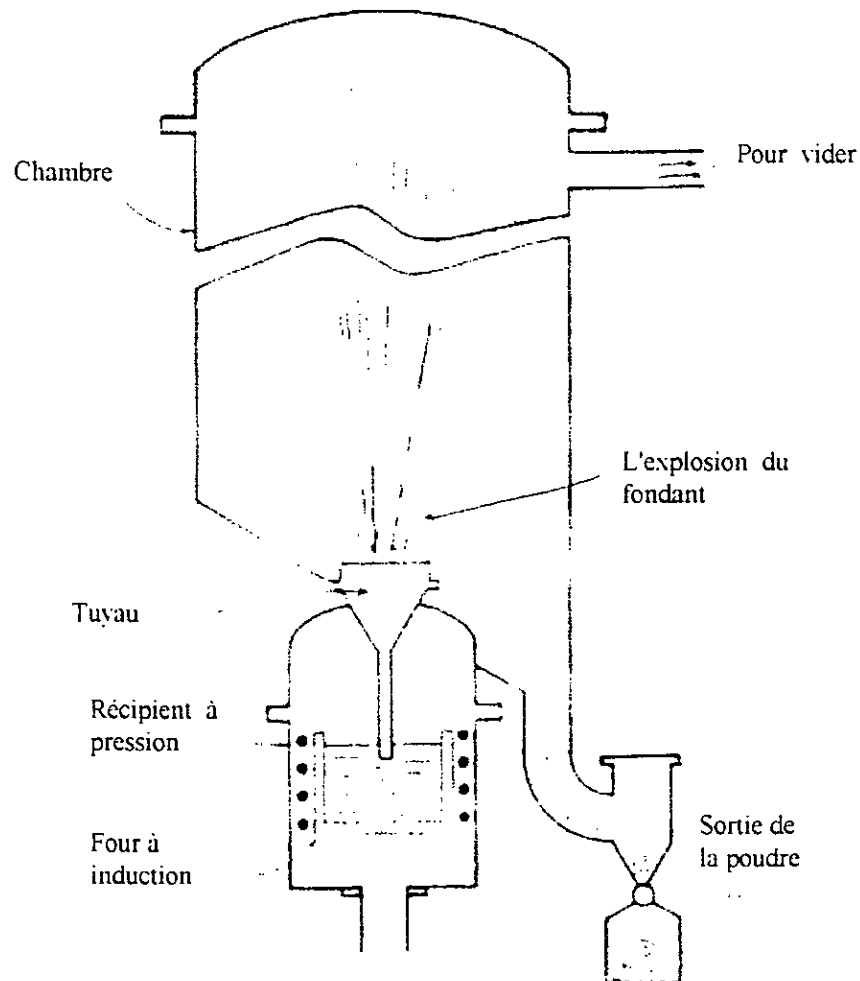


Fig. I.2. [10].

La technique de l'explosion du fondant pour former les poudres sphériques. Le métal fondu est pressé avec l'hydrogène et s'échappe vers une chambre qui a une faible pression à travers un tube qui a une forme d'un siphon.

I.2.1. L'ATOMISATION PAR GAZ

Elle consiste en la désintégration d'un jet de métal liquide en fines gouttelettes par un jet de gaz (azote, argon,...). Une grande vitesse du jet favorise la désintégration du liquide en fines gouttelettes. La forme des particules obtenues est sphéroïdale ou arrondie et la surface ne contient pas beaucoup d'oxyde à cause de la nature inerte des gaz utilisés.

I.2.2. L'ATOMISATION PAR L'EAU

C'est le même principe, sauf que par rapport au premier cas ; c'est l'eau qui est utilisé comme fluide atomiseur. Les caractéristiques des particules de cette poudres sont :

- la forme irrégulière.
- Un taux d'oxygène plus élevé.

I.2.3. L'ATOMISATION CENTRIFUGEUSE

Cette méthode est restreinte aux matériaux ayons un bas point de fusion. Les poudres métalliques telles le PLOMB, L'ETAIN et L'ALUMINIUM sont facilement produite par cette méthode. Le principe est que le métal est projeté sur un disque tournant ou un creuset rotatif qui le désintègre puis le refroidit. la vitesse de rotation varie de 400 à 600t/s.

La forme finale des particules est généralement aciculaire et très lisse, tandis que leur taille moyennes est de l'ordre de 100 microns. Figure I.2.3.

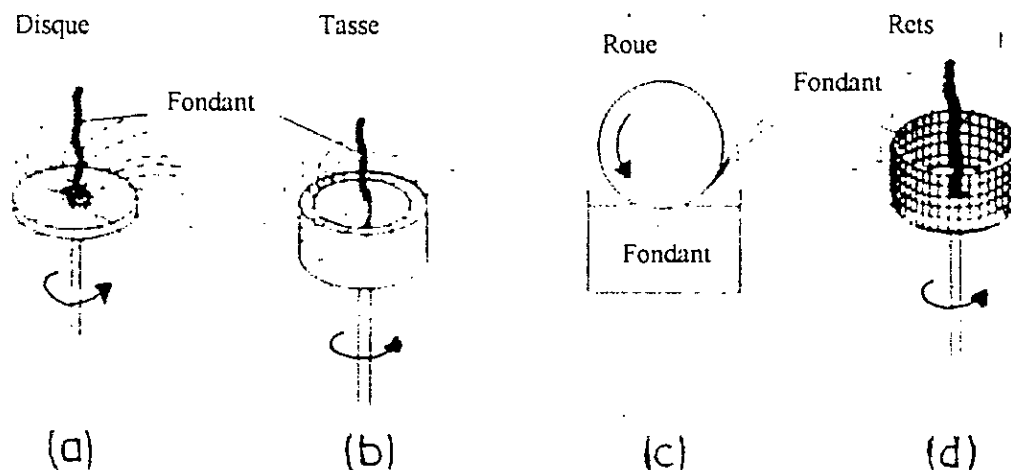


Figure I.2.3. [6].

Exemples de l'atomisation centrifugeuse : a/ le disque tournant b/ la tasse tournante c/ la roue tournante d/ le tamis tournant.

I.2.4. L'ATOMISATION SOUS VIDE

Ce procédé est basé sur le fait que, lorsqu'on expose secondairement un liquide métallique sursaturé en hydrogène sous pression dans une chambre sous vide, le gaz se dilate et entraîne avec lui des gouttelettes de métal liquide à travers un orifice. Les gouttelettes se solidifient à l'intérieur de l'enceinte lors de leur projection.

Les poudres obtenues sont sphériques, lisses et d'une très grande pureté.

Ce procédé est utilisé pour l'obtention des poudres de métaux tels que le (cobalt, fer, nickel) ainsi que pour les superalliages[5].

I.3. PROCEDE ELECTROLYTIQUE

L'électrodéposition des métaux à partir des solutions aqueuses permet la production d'une variété de poudre métallique. Il existe deux méthodes pratiques pour l'électrodéposition [5] :

1. Déposition directe d'un dépôt en poudre de faibles adhérences par broyage. La décomposition d'un tel produit sur une cathode est contrôlée par un certain nombre de facteurs principaux qui sont :
 - La concentration du métal et le Ph dans l'électrolyte.
 - La température.
 - La vitesse de circulation de l'électrolyte.
 - La densité du courant.
 - Dimensions et type de l'anode et de la cathode.
 - La distance anode cathode.
 - La quantité et le type des agents ajoutés ...etc.

La forme des particules peut être dendritique (cas du CUIVRE déposé à partir de l'acide sulfurique) soit grossière et régulière (cas de L'ARGENT déposé à partir des nitrates d'argent).

2. Déposition d'un dépôt dense, lisse sous forme d'aire ou sous forme d'une couche fragile de métal raffiné (pur) qui peut être broyé en poudre. Les métaux caractérisés par leur grande polarisation électrolytique produisent un dépôt cohérent qui peut être fragile lorsqu'on joue sur les conditions opératoires. La classe des métaux produits par cette manière comporte : le fer, le manganèse, le cobalt.

Le choix de la méthode dépend en premier lieu de l'utilisation du métal. Par exemple, le cuivre et l'argent sont produits en dépôt cathodique dense. Quoique les poudres obtenues par ces procédés, soient de grande pureté avec des meilleures propriétés par rapport aux autres procédés de la MDP, l'utilisation de ce procédé est limitée, car il exige le contrôle de plusieurs paramètres et que parfois le coût est plus élevé que les autres procédés.

Généralement, seules les poudres de fer, de cuivre et d'argent sont produites par l'électrodéposition.

I.4. PROCEDE CHIMIQUE

Les méthodes chimiques de productions des poudres, peuvent inclure tous les procédés qui entraînent la dissociation des complexes (composés) chimiques métalliques pour donner des particules de poudres.

I.4.1. REDUCTION DES OXYDES

Les oxydes sont facilement mis en poudre fine par broyage. En réduisant les poudres d'oxydes à une température inférieure à la température de fusion du métal correspondant. On obtient une poudre métallique dont la finesse dépend, en grande partie, de la finesse de l'oxyde utilisé, ce qui permet le contrôle aisé de la finesse de la poudre produite. On utilise comme agent réducteur le coke pulvérisé ou l'antracite pulvérisé, soit un gaz réducteur comme l'hydrogène, l'ammoniac craqué, l'oxyde de carbone, hydrocarbure ... etc.

La densité apparente des poudres réduites est faible car les grains sont souvent spongieux. La compressibilité est très bonne et le comprimé a une résistance élevée.

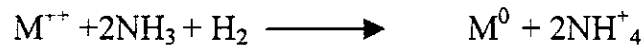
I.4.2. LA PRECIPITATION

La production de la poudre de métal par le procédé hydrométallurgie est basée sur la filtration des minerais, suivi par la précipitation du métal à partir de la solution filtrée. Cette méthode est connue depuis plus de 100 ans. Mais elle n'a été commercialisée qu'après 1950.

Ce procédé consiste en une précipitation à partir d'une solution aqueuse en utilisant l'hydrogène. Le concept est simple. Les ions métalliques tels que le nickel, le cobalt ...etc. Réagissent dans la solution avec l'hydrogène suivant les deux (02) réactions suivantes :



Dans le cas où la solution est ammoniacale, nous avons :

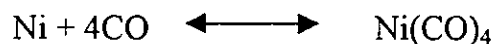
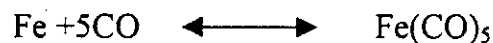


La poudre obtenue a une résistance à vert très élevée et une pureté de l'ordre de 98.8%, et une densité apparente basse.

I.4.3. DECOMPOSITION DES CARBONYLES

La décomposition thermique des composés comme les carbonyles de métaux de composition ; $M(CO)_x$ ($M = Fe ; Ni ; Co ; \dots$ etc.) a été appliquée industriellement au NICKEL et au FER. Le carbonyle est obtenu par le passage du carbone monoxyle sur un métal spongieux à une température et sous une pression bien déterminée.

Le fer pentacarbonyl, $Fe(CO)_5$, est un liquide à la température ambiante, il bouillonne à $130^\circ C$. Le nickel tétracarbonyl, $Ni(CO)_4$ quant à lui bouillonne à $43^\circ C$. Quant à la pression est réduite à 1 atm, la température est maintenue convenablement ces carbonyles se décomposent pour reformer le métal et le carbone monoxyle. Ce dernier est recyclé pour former d'autre carbonyle, ces réactions sont désignées ci dessous :



La poudre est produite par le bouillonnement de ces carbonyles à la température la quelle sus- citée et à la pression atmosphérique. La poudre obtenue est extrêmement pure, sphériques et très fines (inférieur à 10 microns de diamètre) par contre pour le nickel, les particules sont de forme irrégulière, poreuses et fines [7].

I.5. PROCEDE MECANIQUE

Le broyage permet la production des poudres à partir des matériaux durs et fragiles. Des métaux comme le manganèse et le chrome, peuvent être réduits directement en poudres dans les broyeurs usuels, à billes ou à marteaux.

Le rendement des broyeurs est toujours très faible. Les procédés de broyage n'ont été ainsi utilisés que comme moyens complémentaires. Soit pour la pulvérisation finale des dépôts électrolytiques ou pour broyer certains composés comme les hydrures par réduction d'oxydes. Ils servent aussi à fabriquer des poudres à partir des déchets tels que les copeaux d'usinage.

Pendant le broyage quatre forces peuvent intervenir [5] :

- 1 /Forces de collision : Elles interviennent lors de la collision entre les particules
- 2 /Forces de cisaillement : Elles interviennent lors de l'arrachement des particules par cisaillement, généralement, elles contribuent à la rupture des particules en morceaux de tailles plus faibles.
- 3 /Forces de frottement : Elles interviennent lorsque les débris d'usures ou de frottement sont produits entre deux corps.
- 4 /Forces de compression : Elles interviennent lors de l'application lente des forces de compression sur les corps (écrasement).

I.6. CONCLUSION

Les alliages ont été produits à partir de ces techniques puis testés et comparés. Il a été constaté qu'il offrent des propriétés relativement hautes comparés aux métaux et alliages produit par les méthodes conventionnelles (fusion – coulée – lingot).

Ces techniques permettent de produire des poudres de compactage assez variées et elles paraissent être des proportions économiques raisonnables. Ces poudres varient en taille de $1\mu\text{m}$ à plusieurs millimètres, et elles offrent des degrés différents en terme de pureté. En général, elles sont compatibles avec la pureté commerciale du marché.

CHAPITRE II

CARACTERISATION DES
POUDRES

II .1. INTRODUCTION

La transformation d'une poudre en une pièce compacte ainsi que les propriétés qui en résultent, sont affectées par les propriétés physiques de cette poudre ; telles que, la taille des particules, la distribution des tailles, la forme des particules, la structure et leur état de surface. Donc il est nécessaire d'avoir des données quantitatives sur la poudre que l'on veut utiliser. Dans ce chapitre, nous citerons les principales techniques de caractérisation, ainsi que la méthodologie à suivre dans les études de caractérisation. Il existe trois groupes de caractérisation qui définissent la poudre.

Le premier groupe caractérise la morphologie des particules inclue leur forme, leur taille, ainsi que leur distribution dans une masse de poudre donnée. Le deuxième groupe établit les informations cristallographiques sur l'échantillon de poudre prélevé. Le troisième groupe détermine la composition chimique de l'échantillon.

II .2. ECHANTILLONNAGE

Pour faire une étude de caractérisation, il faut s'assurer que l'échantillon prélevé est représentatif de la poudre à caractériser. Généralement, l'échantillon est prélevé au hasard à travers la masse de poudre. C'est à dire que les échantillons doivent être prélevés à des intervalles de temps réguliers, si la poudre en question est collectée à travers une chute d'une machine de production, ou alors que, ces échantillons doivent être prélevés à des distances régulières si la poudre est au repos. Les petits échantillons ainsi prélevés sont alors mélangés ensemble pour former l'échantillon représentatif de la population de poudre.

II.3. CARACTERISATION DE LA MORPHOLOGIE

II.3.1. CARACTERISATION DE LA TAILLE DES PARTICULES

Plusieurs techniques peuvent être utilisées pour déterminer la taille des particules ainsi que leurs distributions de tailles [6].

II.3.1.1. LA MICROSCOPIE

La microscopie est la méthode la plus définitive car les particules individuelles sont observées et mesurées. On utilise des systèmes automatiques d'analyse d'image pour mesurer des quantités statistiquement significatives. L'image est générée par microscopie optique ou par MEB ou MET. L'obtention d'un échantillon dispersé pour l'analyse est un problème majeur des techniques microscopiques. Souvent il y a agglomération des particules ce qui rend difficile la distinction de la taille réelle et de la forme de ces particules.

II.3.1.2. LE TAMISAGE

C'est la technique la plus utilisée pour déterminer rapidement la taille des particules. La méthode est convenable surtout pour des particules dont la taille est supérieure à 40 microns.

Généralement la poudre est placée au-dessus d'une série de tamis dont la taille des ouvertures diminue de haut en bas. Une vibration mécanique ou sonore permet la séparation de la poudre en un certain nombre de fractions de taille.

Le tamisage est une technique simple. L'inconvénient majeur réside dans la surcharge, surtout avec les tamis fins. Cette surcharge empêche les particules ayant à peu près la même taille que l'ouverture de passer.

II.3.1.3. SEDIMENTATION

Cette méthode permet de déterminer la taille des particules d'après leurs vitesses de précipitation dans un fluide. La taille des particules mesurable varie de 0.05 à 60 microns. Si toutes les particules sont sphériques, avec des surfaces lisses et de densité uniforme,

alors la loi de STOKES décrit d'une façon exacte la relation entre la vitesse de précipitation et la taille des particules figure II.3.1.

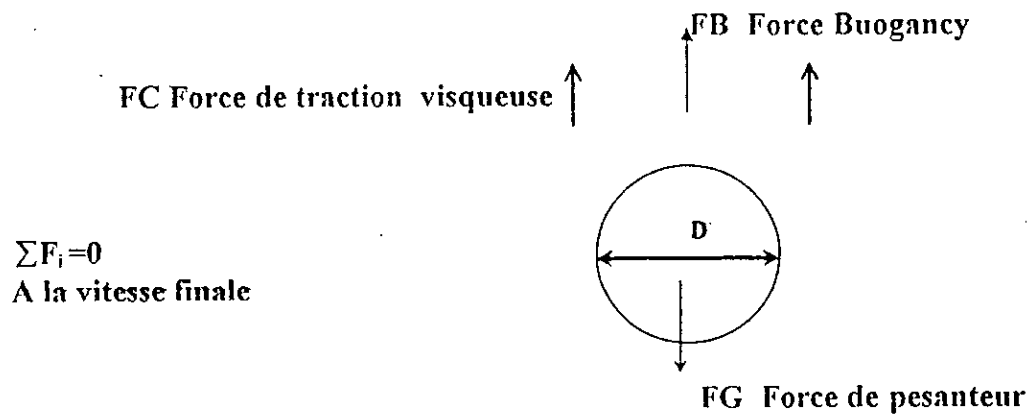


Fig. II.3.1. L'égalité des forces conduit à une vitesse constante de déposition des particules sphériques dans un fluide visqueux.

II .3.2. CARACTERISATION DE LA FORME DES PARTICULES

La forme des particules a une influence sur la densité apparente, la coulabilité et la compressibilité d'une poudre. La forme des particules permet de connaître la méthode de fabrication à adopter pendant le compactage. On utilise le rapport des dimensions qui est définie comme le rapport de la dimension maximale de la particule sur sa dimension minimale. Pour une sphère il est égal à 1. Pour un ligament il est compris entre 3 et 5. En général la microscopie est la technique la plus appropriée pour quantifier la forme de la particule [7]. La figure II.3.2 montre un certain nombre de particules obtenues par différentes méthodes.

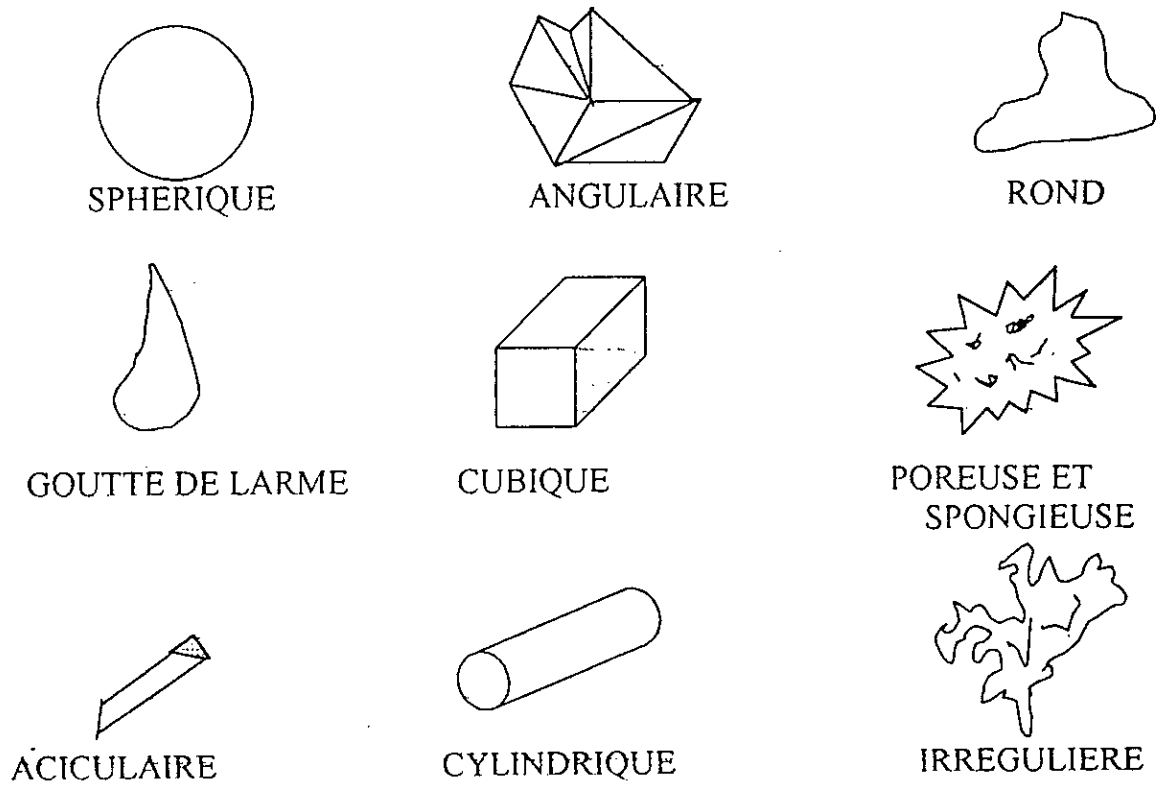


fig. II 3.2. Description qualitative de certaines forme de particule de poudre. [6]

II.4. STRUCTURES CRISTALLINE DES PARTICULES

Les particules de poudres métalliques peuvent être des monocristaux ou des polycristaux. La différence entre un grain, une particule ou un aggloméré est illustrée dans la figure III.4.

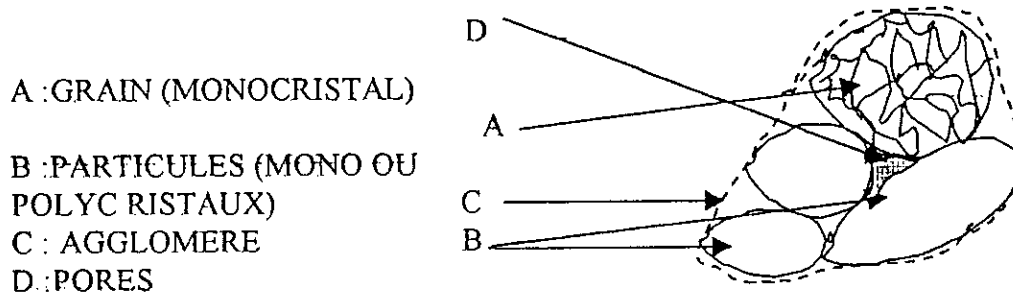


Fig. II.4. [6].

II.5. CARACTERISATION CHIMIQUE

Les poudres peuvent être classées en deux (02) groupes : Les poudres élémentaires et les poudres préallées. Les poudres élémentaires sont des matériaux de haute pureté ou l'analyse chimique est concernée par la concentration d'impuretés. Pour les poudres préallées, l'attention est portée sur la composition de l'alliage ainsi que sur la concentration des impuretés. En plus de la composition chimique, l'état de surface de la poudre doit être analysé. Ici on est concerné par les oxydes, les films organiques adsorbés ...etc.

La métallographie permet de détecter la présence d'inclusions dans les particules. Elle permet aussi de détecter des poches gazeuses pour les poudres atomisées à gaz.

CHAPITRE III

COMPACTAGE DES POUDRES

III.1. INTRODUCTION

Dans la plus part des applications de la MDP, des densités élevées doivent être obtenues durant l'opération de compactage pour atteindre les propriétés désirées. La compression a pour but l'obtention d'un objet de forme et de dimensions déterminées appelées généralement comprimé [6].

On sait qu'il est possible d'améliorer la compressibilité des poudres qui se comportent mal à la compression, en leurs ajoutant des liants organiques comme la résine artificielle ; l'acétone ; solutions de camphre ou de paraffine dans l'éther. Ces additions se vaporisent la plus part du temps pendant le frittage [9].

III.2. PHENOMENOLOGIE

Une pression externe est utilisée pour donner une certaine forme à la poudre et pour arriver à des densités élevées figure III.2.

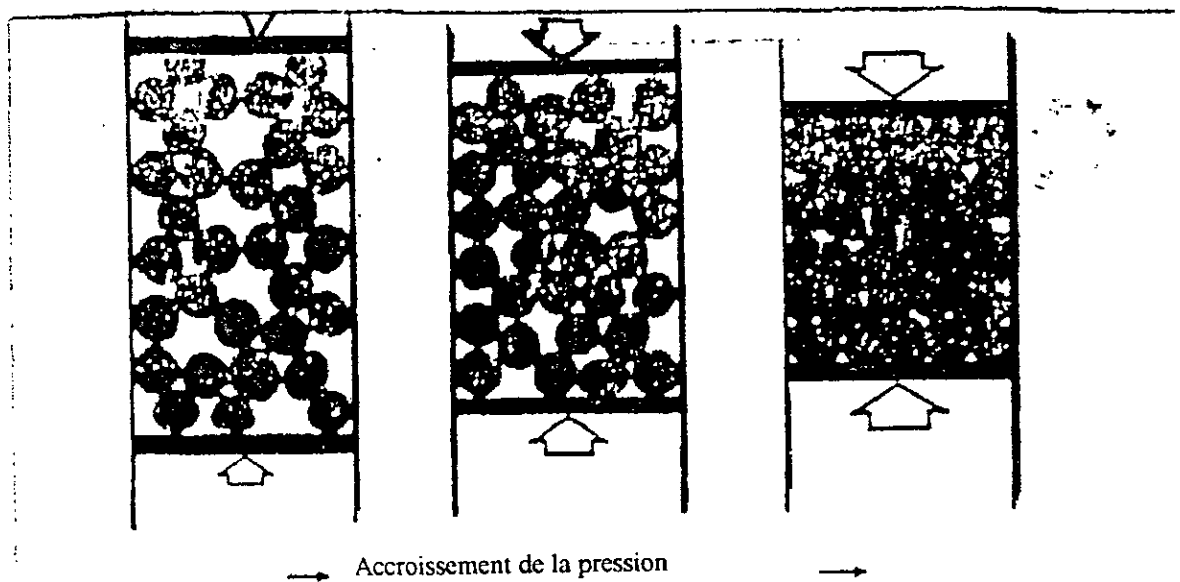


Figure III.2.[6].

Un schémas simplifié des différentes étapes du compactage de la poudre métalliques.

Le stade initial est un stade où l'on observe un réarrangement des particules. Les points de contact se déforment au fur et à mesure que la pression augmente. Finalement les particules subissent une très grande déformation plastique. Les zones de contact entre les particules deviennent aplaties. Durant la déformation à froid le soudage entre particules contribue à la cohésion du comprimé [6].

Il existe plusieurs méthodes de compactage des poudres. Les plus importantes sont :

1. Le compactage axiale.
2. Le compactage isostatique.
3. Le moulage par injection.
4. Le compactage par laminage.

Le choix de la technique, obéit à plusieurs facteurs tel que : le nombre de pièce à fabriquer, la forme des pièces ainsi que les avantages et limitations des équipements de compactage.

III.2.1. LE COMPACTAGE AXIALE

Pendant le compactage en matrice, une pression verticale ou horizontale est transmise à la poudre par un poinçon supérieur et un poinçon inférieur ou par l'un des deux seulement. Généralement les comprimés obtenus par cette technique sont de 85 à 90% dense (densité à vert). Le procédé de compactage axiale est montré dans la figure III.1.

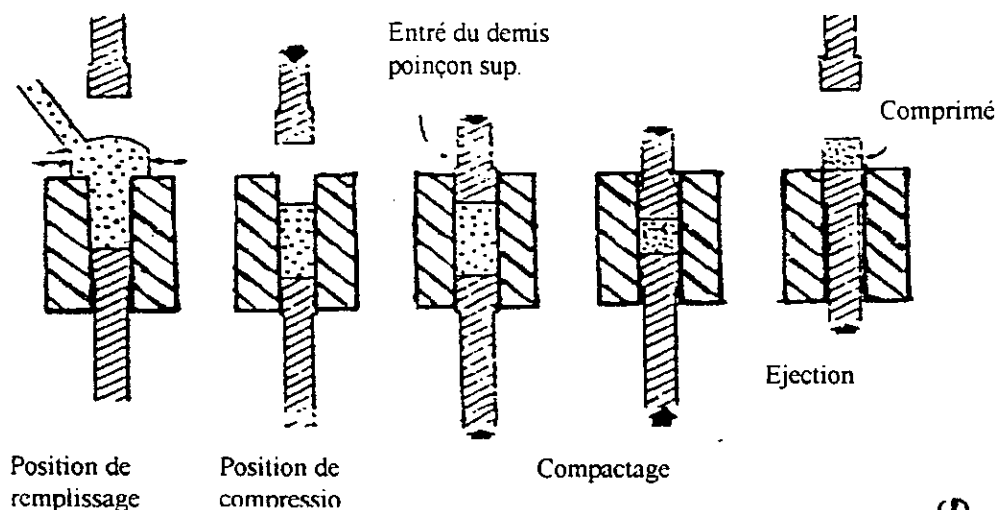


Figure III.2.1.[6].

Le mouvement des outils pendant le compactage de la poudre, montre l'étape du remplissage de la poudre, sa compression puis l'éjection.

Cependant des problèmes existent pendant l'utilisation de ces techniques. Ils sont généralement causés par le frottement engendré entre la poudre et la surface latérale des matrices, ce qui provoque dans le comprimé des régions de haute et de basse densité d'après le mouvement relatif des poinçons les uns par rapport aux autres.

III.2.2. LE COMPACTAGE ISOSTATIQUE

Dans le compactage isostatique, une pression uniforme est appliquée simultanément à toutes les surfaces externes du corps à comprimer. Pour cela, la poudre est chargée dans des enveloppes flexibles. L'ensemble est immergé dans un fluide qui est ensuite pressé. Le processus est représenté dans la figure III.2.2.

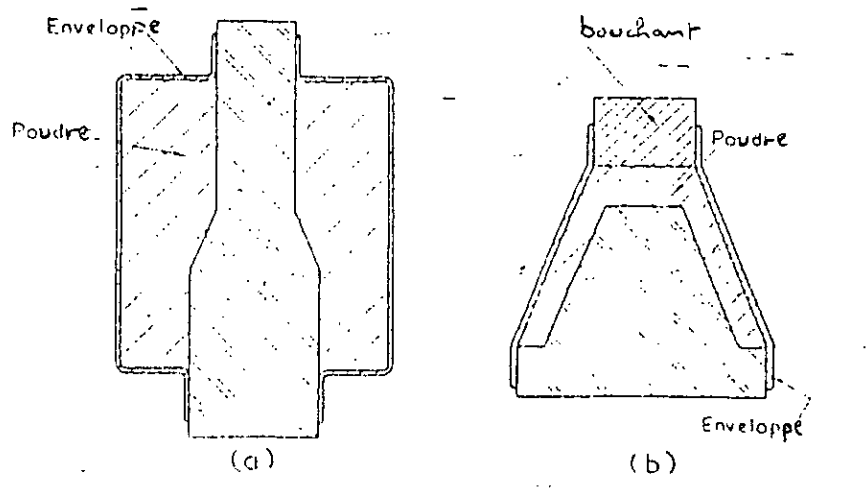


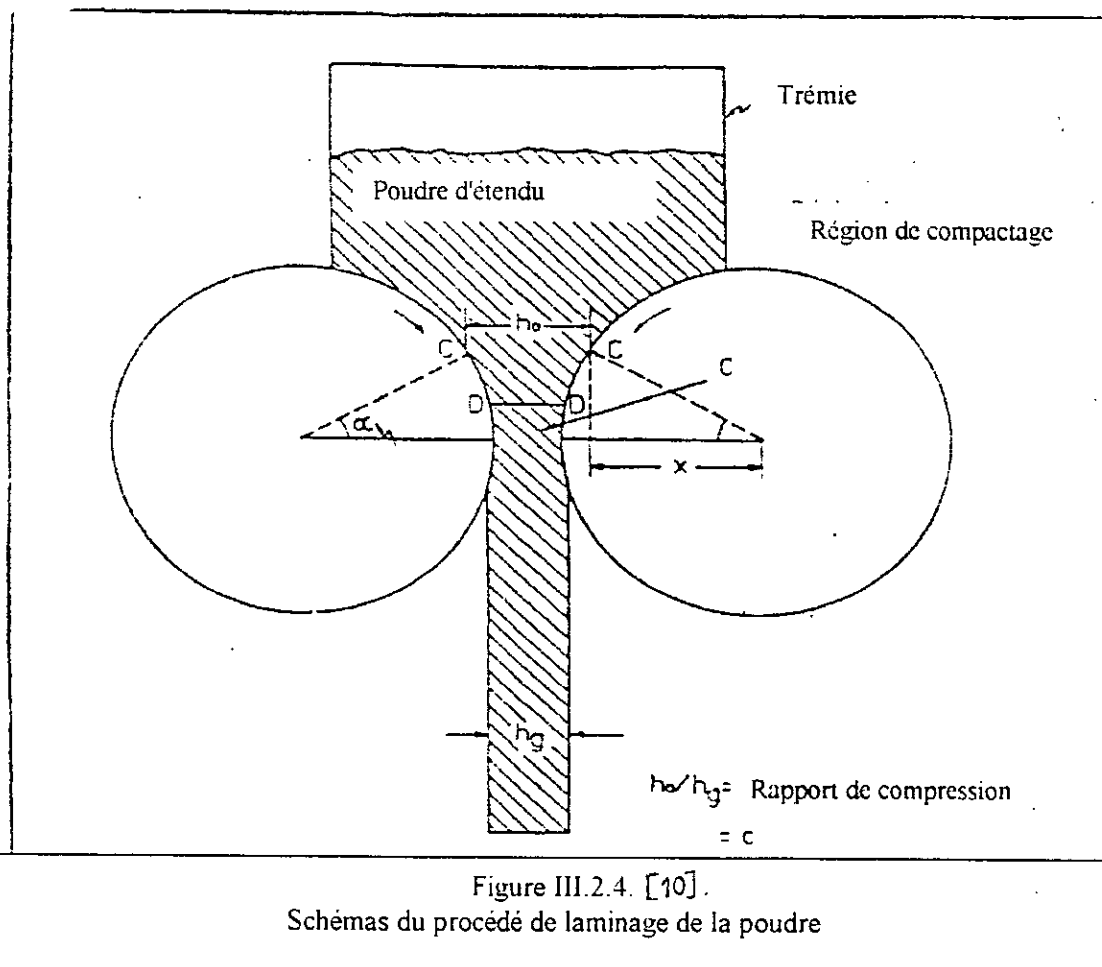
Figure III.2.2 Exemples de dispositifs de compression isostatique. [10]

III.2.3. LE MOULAGE PAR INJECTION

La poudre métallique fine est mélangée avec un liant organique. Le mélange est injecté dans un moule à une température de 135 à 250°C et sous une pression de 140 Mpa. La viscosité du mélange plastique est assez basse pour permettre un remplissage complet du moule. Les cycles de moulage dans la machine de moulage par injection dépendent de la taille des pièces. Ils varient entre 10 à 90 secondes. Pendant le refroidissement du moule, le liant se solidifie et la pièce peut être éjectée facilement du moule. Le liant doit être éliminé pendant l'opération du frittage. A cause de la grande quantité du liant qui doit être mélangé avec la poudre, les pièces finies obtenues subissent un retrait de 20 à 25%, lorsque la densité finale est de 94 à 98% de la densité théorique [5]. Cependant le retrait est totalement isotrope ce qui n'influe pas sur la forme générale de la pièce.

III.2.4. COMPACTAGE PAR LAMINAGE DE LA POUDRE

Ce procédé a été développé pour produire directement une bande continue de métal. Il est possible d'assimiler le laminage de la poudre à celui d'une barre de métal, comme il est montré dans la figure III.2.4.



Après compression, on continue de passer la poudre (sous forme de bandes) entre les rouleaux d'un laminoir. La bande agglomérée d'épaisseur de 2 à 6 mm passe dans un four pour le frittage. Après le frittage, la bande est suffisamment résistante pour être travaillée par laminage et recuits successifs pour donner un produit compact et homogène.

CHAPITRE IV

**LA CONSOLIDATION DE LA
POUDRE**

IV.1. INTRODUCTION

La consolidation dans la métallurgie des poudres, sous-entend la production d'une structure métallique cohérente en utilisant uniquement la poudre métallique comme matériau brut.

Lorsqu'une poudre appropriée est produite, la consolidation devient la seconde et inévitable étape dans le développement du contrôle de la microstructure des matériaux obtenus.

IV.2. L'EFFET DE LA DENSITE

Le pore est défini comme étant le vide qui se trouve à l'intérieur du comprimé. Il est nécessaire de contrôler la poudre pour augmenter la densité théorique du compact.

L'effet de la densité sur la résistance à la traction ainsi que l'allongement est schématisé sur la figure IV.1. Tandis que l'effet de la densité sur la résilience et la résistance à la fatigue est montrée sur la figure IV.2.

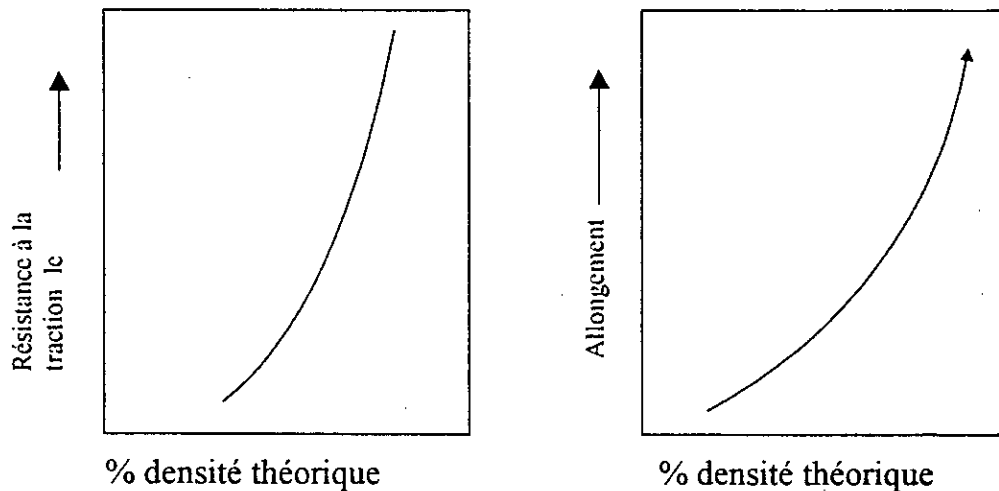


Figure IV.1. [7].

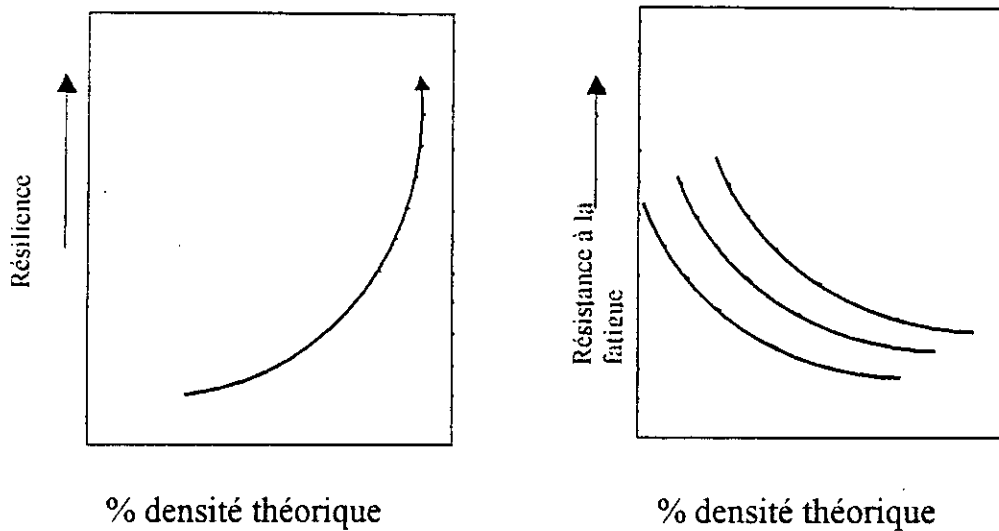


Figure IV.2 [7].

La haute consolidation de la poudre métallique est réservée pour les matériaux chers qui possèdent des propriétés spéciales. Les méthodes de la consolidation sont [10] :

- La compression à chaud (mécanique ou hydraulique).
- L'extrusion à chaud.
- La compression isostatique à chaud.
- Le forgeage à chaud de la poudre métallique.

IV.2.1. LA COMPRESSION A CHAUD

Durant la compression à chaud, la quantité totale de la déformation du compact est limitée sur la contraction due à l'extrusion à chaud et au forgeage, mais la densification complète est atteinte généralement.

Le problème dans ce type de pression est de trouver un matériau convenable pour le moule de la presse. Le matériau en question doit résister à la haute température, et ne doit pas se déformer plastiquement lors de l'application de la pression. De plus, il ne doit pas réagir avec la poudre. On utilise généralement du graphite ou du béryllium.

Il existe une autre méthode qui a une relation directe avec la haute pression, c'est le frittage par résistance électrique pendant la compression appelée SPARK SINTERING [11].

La poudre est placée entre deux poinçons qui jouent le rôle d'électrodes. Elles sont soumises à une quantité contrôlée de basse tension, mais elles transmettent une intensité élevée de courant à travers la poudre. Ce courant chauffe la poudre jusqu'à la température de frittage et grâce à la haute pression, qui est simultanément appliquée, la poudre se consolide jusqu'à sa densité théorique totale.

Cette procédure est utilisée principalement dans la compression de la poudre de béryllium et de titane dans un moule à graphite, dans le but d'obtenir un compact dense très rapidement [12].

IV.2.2. L'EXTRUSION A CHAUD

L'extrusion à chaud combine entre la compression à chaud et la déformation mécanique à chaud pour donner un produit dense [13]. Les trois méthodes de base sont représentées dans la figure IV.2.2.

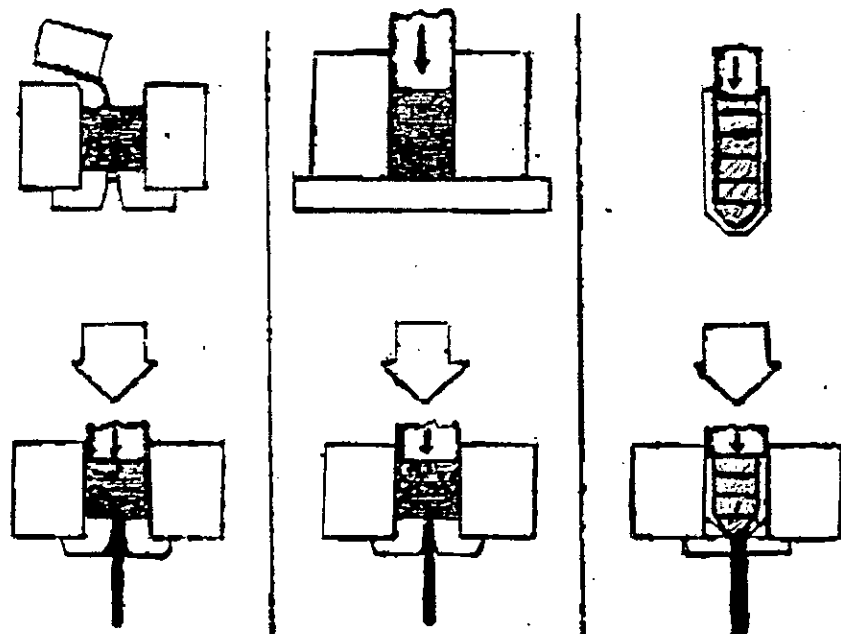


Figure IV.2.2. [7]

Les trois méthodes de l'extrusion à chaud

- Dans la première méthode, la poudre est placée dans un container de la presse à extrusion puis chauffée, ensuite pressée directement à travers une matrice. Cette méthode a été développée pour l'extrusion de certaines poudres telles que, le manganèse [14].
- Dans la seconde méthode, qui est utilisée pour l'extrusion d'aluminium, la poudre est préalablement compactée à froid puis frittée et extrudée [15].
- Dans la troisième méthode, qui a été conçue pour mieux appliquer la haute extrusion, la poudre est placée dans une capsule métallique. L'ensemble est dégazé chauffé puis extrudé. Cette méthode est aussi appelée la forte pression isostatique. Cette méthode est utilisée pour la consolidation des poudres telles que :
Le béryllium, le cuivre, le nickel ... etc.

IV.2.3. LA COMPRESSION ISOSTATIQUE A CHAUD

Cette méthode a été développée vers la fin des années cinquante pour la consolidation des poudres telles que : la poudre des métaux réfractaires, céramiques et les cermets [16]. Dans les années récentes, cette méthode est utilisée pour consolider les poudres d'acier à outils [17].

Le principe consiste en une enceinte sous pression refroidie à l'eau dans laquelle se trouve un four chauffé par résistance thermiquement isolé de l'enceinte compressée. Le four chauffe les matériaux pour être hautement compressé. Un gaz, souvent l'argon, applique une pression supérieure à 100Mpa pour la compression isostatique. Une des méthodes d'encapsulation de la poudre métallique est similaire à l'extrusion à chaud. Des canettes en tôle métallique soigneusement soudées pour éviter les fuites ; sont utilisées.

Un autre type d'encapsulation consiste à utiliser un container en verre. Le choix du verre est basé sur son écoulement visqueux à la température et pression voulue. Ce dernier type d'encapsulation est souvent utilisé lors de la consolidation par pression atmosphérique.

IV.2.4. LE FORGEAGE A CHAUD

Cette méthode utilise de la poudre sphérique qui a une grande densité. La poudre est directement forgée après encapsulation dans des capsules en aciers. GESSINGER et COOPER [18] ont utilisé une matrice fermée de forgeage. Des poudres faiblement ou fortement alliées sont chargées dans des canettes en tôle puis dégazées et chauffées ensuite forgées et mises en forme dans des matrices spéciales par forgeage.

Cependant cette technique n'est pas très utilisée à grande échelle industrielle, car elle n'est pas très compétitive par rapport aux méthodes conventionnelles.

CHAPITRE V

LE FRITTAGE DE LA POUDRE

V.1. INTRODUCTION

Le produit dans la M D P passe par les étapes suivantes :

- Poudre.
- mise en forme.
- traitement thermique.
- Finition.

Au cours de la cuisson, la pièce se consolide en gardant sa forme, sa porosité peut diminuer jusqu'à son élimination, ce traitement thermique s'appelle le frittage. Dans ce chapitre, nous citons un aperçu sur le frittage ainsi que les différents mécanismes qui contribuent au transport de matières.

V.2. DEFINITION

Le frittage peut être défini comme étant la consolidation et la densification d'une poudre sous l'action de la chaleur. Du point de vue physique, le frittage est le développement des liaisons entre les particules d'un pulvérulent ou d'un aggloméré, par la diffusion d'atomes ou de molécules, sous l'action de contraintes superficielles et de la température. Cette définition suppose qu'il n'y ait jamais fusion de l'échantillon.

Explicitement, on peut dire que le frittage est un mouvement de lacunes à partir des pores vers les particules, suivis d'un mouvement inverse d'atomes, des particules vers les pores jusqu'à leur fermeture [4].

V.3. FRITTAGE SANS PRESSION EXTERIEURE (FRITTAGE LIBRE)

Au début des investigations sur la théorie du frittage, l'effort principal de la recherche a été concentré sur des expériences modèles tel que le frittage d'une sphère à une autre, une sphère à une plaque, un certain nombre de fils les un aux autres . . . etc.

En étudiant le phénomène de frittage, THUMBER [10] a proposé trois étapes lors du frittage.

VI.3.1. PREMIERE ETAPE.

Durant cette étape, la structure des pores est ouverte et ils sont totalement interconnectés, quoique la forme des pores ne soit pas assez régulière. La force motrice durant ce stade est le gradient de courbure au cou qui guide le transport de matière.

V.3.2. SECONDE ETAPE

La structure des pores durant cette étape devient plus régulière. Les pores sont interconnectés et ont une structure cylindrique. La force motrice dans cette étape est l'énergie d'interface incluant l'énergie de surface et celle des joints de grains.

Avec le rétrécissement de la structure poreuse, les cylindres deviennent instables à environ 8% de porosité. A ce point, les pores cylindriques se transforment en pores sphériques, la microstructure montre des pores isolés à l'intérieur des grains.

V.3.3. TROISIEME ETAPE

Dans ce stade, la cinétique de densification est très lente. La force motrice est représentée par l'élimination de l'interface pore – solide.

Dans cette étape, les joints de grains jouent un rôle important dans l'élimination des pores, qui deviennent des siphons ou puits à lacunes.

Les différentes étapes de frittage sont schématisées dans la figure V.3.

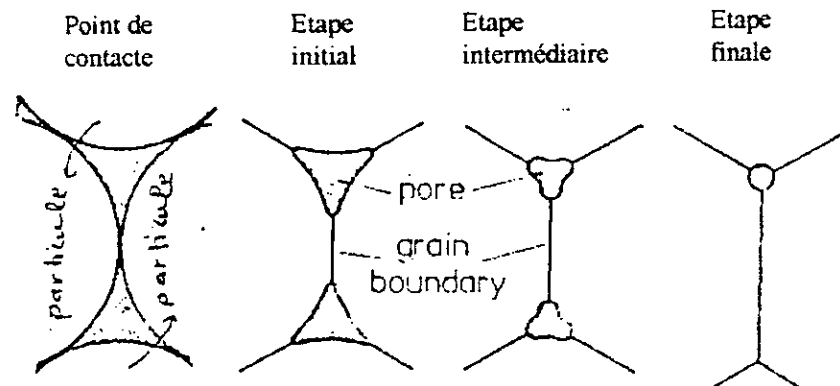


Figure V.3.[6].

Le développement de la jonction d'interface pendant le frittage

V.4. FORCES MOTRICES PENDANT LE FRITTAGE

Pour qu'un système évolue, il est nécessaire qu'il existe une énergie motrice. Dans un agrégat de poudre, cette énergie est assimilée à l'énergie de surface qui est proportionnelle à la surface totale des particules de poudre. Ainsi, ces particules de poudre mises en contact ne peuvent évoluer sous l'action thermique que vers un état plus stable où l'énergie libre du système est minimale. Trois types principaux d'énergie motrice peuvent exister :

V.4.1. ENERGIE DE SURFACE

L'énergie de surface correspond seulement à la somme des énergies interfaciales, soit celles des grains adjacents, soit celles des phases de natures différentes ou alors celles des pores résiduels qui forment les matériaux frittés [17].

Le processus de frittage conduit à une augmentation de la cohésion entre les particules de la poudre du fait qu'elles se soudent entre elles, ce qui réduit la surface totale des particules. De ce fait, l'énergie de surface diminue.

L'énergie de surface est donnée par la relation suivante :

$$W = \Phi \int ds \quad \dots\dots\dots(V.4.1) \quad \text{où :}$$

Φ : énergie superficielle spécifique.

s : surface de la particule.

VI.4.b. ENERGIE DE DEFANTS

L'énergie de défauts est caractérisée par l'excès de lacunes au voisinage des surfaces courbées. L'excès de lacune ne pourra qu'orienter l'évolution du système grâce à leurs migrations.

D'après la relation de KELVIN [20], la concentration en lacunes au voisinage immédiat du col de raccordement s'écrit :

$$\text{Log } \frac{C}{C_0} = -\frac{\Phi \Omega_M}{RT} \left(\frac{1}{X} - \frac{1}{\rho} \right) \dots\dots\dots (\text{VI} - 4 - 2) \text{ où :}$$

C_0 : la concentration d'équilibre.

R : la constante des gaz parfait.

T : la température en kelvin.

X, ρ : sont les rayons de courbures principaux.

Ω_M : volume molaire des particules frittées tel que

$$\Omega_M = N\Omega \quad \left\{ \begin{array}{l} N : \text{ le nombre d'avogadro } = 6.02 * 10^{23} \text{ atome /mole.} \\ \Omega : \text{ le volume atomique.} \end{array} \right.$$

Les rayons de courbures sont précédés d'un signe (+) s'ils sont dirigés vers le centre de courbures de la phase condensée, et d'un signe (-) dans le cas contraire.

Sachant que $C = C_0 + \Delta C$, l'expression (VI - 4 - 2) devient :

$$\log \frac{C}{C_0} = \log \left(\frac{\Delta C}{C_0} + 1 \right) \approx \frac{\Delta C}{C_0}$$

Car $\Delta C \ll C_0$.

On rappelle que C_0 est la concentration en lacunes du réseau cristallin à l'équilibre, et qui peut être évaluée par :

$$C_0 = \frac{n}{N} \cong \exp \left(-\frac{E_F}{KT} \right) \quad \text{où}$$

n : nombre de lacune présentes dans le réseau.

N : nombre de sites du réseau.

E_F : l'énergie de formation d'une lacune $\approx 1 \text{ eV} \approx 23 \text{ Kcal/at}$.

T : température du système en kelvin.

K : la constante de BOLTZMAN.

$$\text{D'où } \frac{\Delta C}{C_0} \approx \frac{\Phi \Omega}{KT\rho}$$

V.4.3. ENERGIE DE CONTRAINTE

Le système considéré comprend deux (02) phases ; une solide et l'autre vapeur. Si l'interface solide - vapeur est plane, on peut définir la pression P_0 de la vapeur en équilibre avec le solide à une température donnée. Si l'interface est courbée, cette pression de vapeur change en fonction de la courbure de la surface et prend une valeur P qui peut être calculée à partir de l'équation de THOMSON :

$$\text{LOG} \frac{P}{P_0} = \frac{\Phi \Omega_M}{RT} \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right)$$

Si on suppose $P = P_0 + \Delta P$, $r_1 = X$, $r_2 = \rho$

On obtient :
$$\frac{\Delta P}{P_0} = \frac{\Phi \Omega_M}{RT} \left(\frac{1}{X} - \frac{1}{\rho} \right) \approx -\frac{\Phi \Omega_M}{RT \rho} \dots\dots\dots (\text{VI} - 4 - 3)$$

D'autre part
$$\Delta P = -\frac{\Phi}{\rho} \left(\frac{P_0 \Omega_M}{RT} \right) \approx -\frac{\Phi}{\rho}$$

Cette pression est équivalente à une contrainte superficielle de tension.

V.5. MECANISME DE FORMATION DES PONTS

On doit distinguer entre mécanismes susceptibles d'entraîner ou non un rapprochement des centres des sphères. En d'autres termes, on parlera des sphères tangentes ou de sphères sécantes.

V.5.1. PREMIER GROUPE DE MECANISME (MODELE DES SPHERES TANGENTES)

Ce modèle est représenté sur la fig. V.5.1.

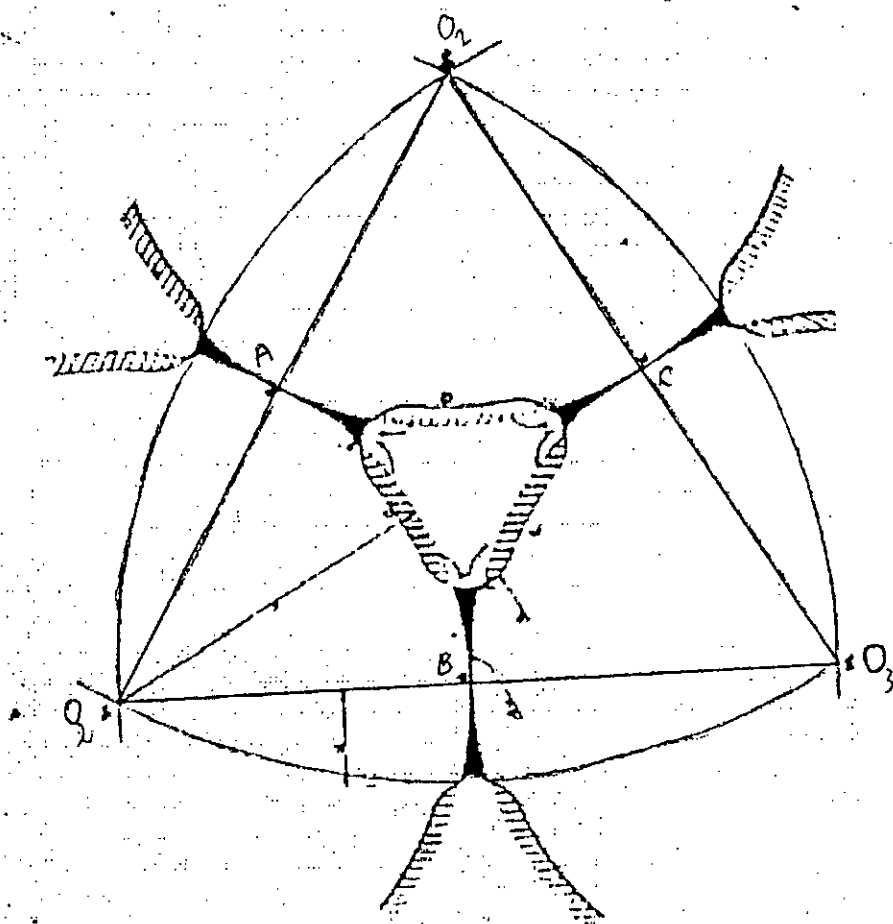


fig. V.5.1 [20]

Modèle des sphères tangentes
(section passant par les centres).

Initialement, ces trois sphères sont tangentes respectivement au points A, B, C. Elles enserrant un pore de section hypocycloïdale. Par l'un des processus qui seront évoqués ci-dessous, des ponts s'édifient au détriment de la surface interne du pore central. Pour autant, les trois centres O_1 , O_2 , O_3 demeurent fixes dans le temps. Il est bon de signaler que les calculs qui vont suivre sont inspirés d'hypothèses formulées initialement par KUCZYNSKI [21].

A. MECANISME D'EVAPORATION – CONDENSATION

En se référant à l'équation (V - 4 - 3) on constate que :

- Au voisinage de la surface des sphères assez loin de la zone de raccordement.

Il existe un excès de pression :

$$\Delta P = \frac{2\Phi \Omega_M}{RT r} P_0 \quad , \text{ où :}$$

ΔP : l'excès de pression.

P_0 : la pression d'équilibre

r : le rayon de la particule.

Tandis qu'au voisinage de la surface du pont, il existe un défaut (manque) de pression :

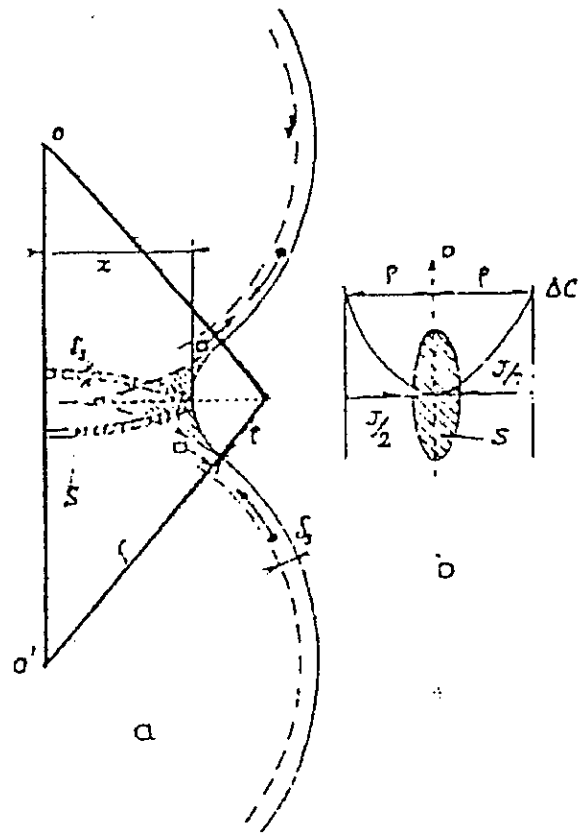
$$\Delta P_2 = -\frac{\Phi \Omega_M}{RT \rho} P_0$$

On en déduit qu'il va s'établir un transfert d'atomes, par la phase gazeuse depuis la surface de la sphère vers la surface latérale du pont, qui contribuera à faire croître ce dernier.

B. MECANISME DE DIFFUSION SUPERFICIELLE

L'équation (V. - 4 - 2) montre qu'au voisinage de la surface du pont, il existe un excès de lacunes ; par contre à proximité de la surface des sphères (loin du pont) il existe un défaut de lacune. On peut donc supposer que les lacunes excédentaires vont diffuser superficiellement depuis le pont vers la surface voisine des sphères. S'il s'établit un flux de lacunes, il existera un flux atomique équivalent en sens inverses. Qui contribuera donc à édifier le pont. Figure V .5.1 / B

fig. V .5.1 / B [20]
Mécanisme de diffusion
superficielle

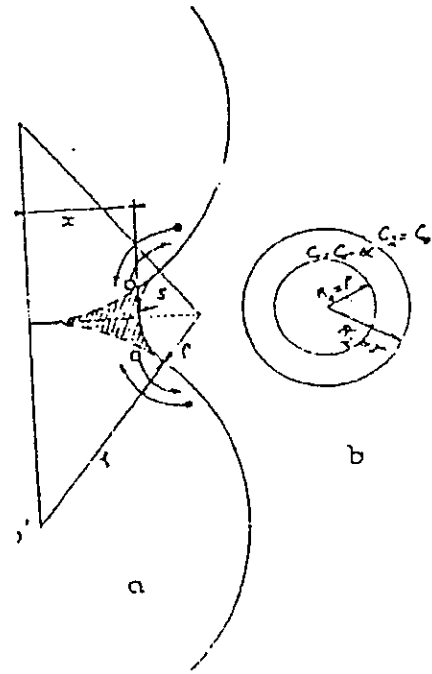


Cependant cet échange de lacunes et d'atomes sera limité uniquement à une couche superficielle d'épaisseur δ (de l'ordre du diamètre atomique).

C. MECANISME DE DIFFUSION EN VOLUME

Ce mécanisme suppose aussi l'existence de lacunes en excès au voisinage du col. La migration des lacunes vers les régions éloignées et des atomes vers le col peut s'effectuer en volume figure V -5 -1 / c. Il existe donc un gradient de lacune entre ces deux types de zones, ce qui provoque un flux de lacunes depuis le pont vers les surfaces libres des sphères et donc un flux antagoniste d'atomes vers le pont en construction.

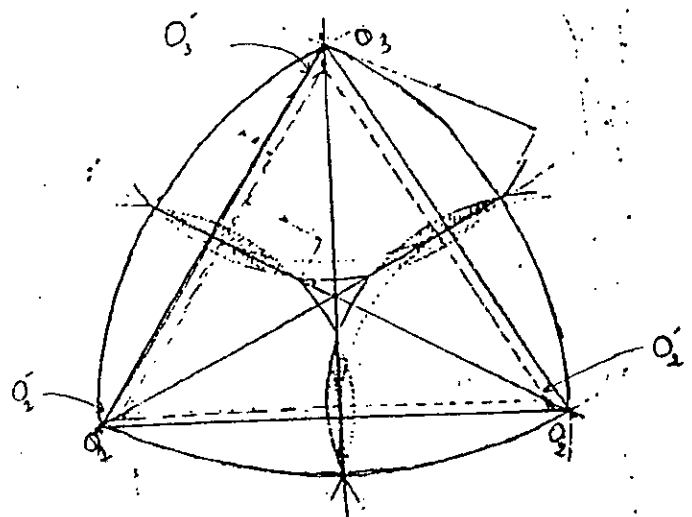
fig. -5 -1 /C. [20]
 Mécanisme de diffusion
 en volume.



**V .5.2. DEUXIEME GROUPE DE MECANISME
 (MODELE DES SPHERES SECANTES)**

Ce modèle est représenté schématiquement dans la figure V .5.2. A l'état initial, les trois sphères considérées sont tangentes ; Mais cette fois, au fur et à mesure que les ponts s'édifient entre elles, il y a recouvrement mutuel et les centres O_1, O_2, O_3 viennent respectivement occuper les positions O'_1, O'_2, O'_3 . Il est évident que la morphologie du pore change et que son volume change aussi.

fig. V .5.2. [20]
 Modèle des sphères
 sécantes



Examinons les différents mécanismes susceptibles de rendre compte de ces deux évolutions simultanées.

A. MECANISME D'ÉCOULEMENT VISQUEUX

Ce mécanisme a été proposé par FRENKEL. Il suppose que les contraintes de tension qui existent sur la surface courbée sont à l'origine d'un cisaillement d'atomes. Ainsi, la zone de raccordement se forme par écoulement visqueux de matière. On assiste donc à une interpénétration des deux sphères, et la matière refoulée latéralement contribue à l'édification du pont de raccordement. La cinétique du système qui

caractérise ce mécanisme est décrite par l'équation : $\frac{x^2}{r} = 3 \frac{\Phi}{\eta} t$, où :

t : le temps

η : viscosité du matériau

B. MECANISME DE DIFFUSION EN VOLUME

Le mécanisme de formation du pont de raccordement dans ce cas doit tenir compte du rapprochement des centres des sphères. La cinétique du système qui caractérise ce mécanisme est décrite par l'équation :

$$\frac{x^3}{r^2} = 20\pi \frac{D_v \Phi \Omega_M}{RT} t, \text{ où:}$$

D_v : coefficient d'autodiffusion en volume.

C. MECANISME DE DIFFUSION INTERGRANULAIRE

Il a été prouvé expérimentalement que dans la majorité des cas, il se forme un joint de grain dans la zone de raccordement. En conséquences, on peut assimiler ce joint à une surface plane où les lacunes se trouvent en excès, pourront diffuser vers ce joint de grain. Figure V.5.2.C.

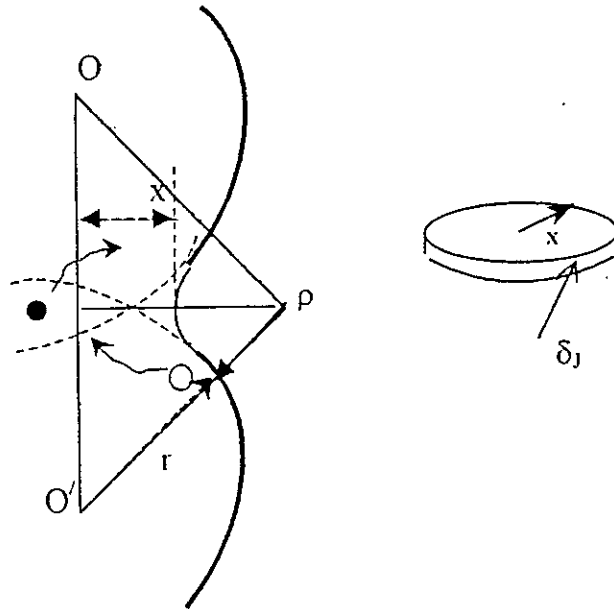
Le joint peut en effet être assimilé à une surface au voisinage de laquelle, l'écart à la concentration C_0 est petit ; Par suite, des gradients de lacunes peuvent s'établir entre la surface du pont et le joint de grain qui se trouve localisé dans ce pont [25].

L'équation de la cinétique du système est donnée par :

$$\frac{x^6}{r^2} = 96 \frac{D_J \delta_J \Phi \Omega_{M,J}}{RT} \quad \text{où}$$

D_J : coefficient d'autodiffusion intergranulaire.

fig.V.5.2.C. [20]
Mécanisme de diffusion
Intergranulaire



CHAPITRE VI

CARACTERISATION DES
ACIERS A OUTILS

VI.1. INTRODUCTION

Pour toutes les étapes de la fabrication, quel que soit le procédé employé, on a besoin d'outils dont les conditions de travail peuvent être très variées.

Le tableau VI.1, présente quelques nuances d'aciers à outils ainsi que des exemples de leurs utilisations. [27].

Type d'aciers	Composition (%)								Exemples d'utilisations
	C	Mn	Cr	V	W	Mo	Co	Divers	
W Aciers trempant à l'eau									Outils pour le travail du bois et la frappe à froid Outils à main
W1	0.6 à 1.40	-	-	-	-	-	-	-	
W2	0.6 à 1.40	-	-	0.25	-	-	-	-	
S Aciers résistant aux chocs									Lames de cisailles, outils pneumatiques, poinçons
S1	0.50	-	1.5	2.5	-	-	-	-	
S5	0.55	0.8	-	-	-	0.4	-	2.0 Si	
Aciers pour travail à froid (O, A, D)									Outils de coupe, poinçons, matrices pour le travail à froid
O Aciers trempant à l'huile									
O1	0.90	1.0	0.5	-	0.5	-	-	-	
O2	0.90	1.6	-	-	-	-	-	-	
A Aciers trempant à l'air									Filières d'étréage, petits cylindres de laminoirs à vis
A2	1.0	-	5.0	-	-	1.0	-	-	
A4	1.0	2.0	1.0	-	-	1.0	-	-	
D Aciers au carbone et au Chrome									Cylindres de laminoirs, matrices d'estampage, calibres
D2	1.5	-	12.0	-	1.0	1.0	-	-	
D3	2.25	-	12.0	-	-	1.0	-	-	
H Aciers pour travail à Chaud									Filières d'extrusion (AL et Mg), coquilles de coulées, matrices de forgeage et d'estampage
H10	0.40	-	3.25	0.4	-	2.5	-	-	
H21	0.35	-	3.5	-	9.0	-	-	-	
H42	0.60	-	4.0	2.0	-	8.0	-	-	
T Aciers à coupe rapide au W									Outillages de tours et de fraiseuses, forets, broches, alésoirs
T1	0.75	-	4.0	1.0	1.5	-	-	-	
T6	0.80	-	4.5	1.5	20.0	-	12.0	-	
M Aciers à coupe rapide au Mb									Outils de coupe rapide dont la résistance à l'usure est très élevée
M1	0.80	-	4.1	1.0	1.5	-	-	-	
M2	0.90	-	4.0	2.0	6.0	5.0	-	-	
M30	0.80	-	2.0	1.25	2.0	8.0	5.0	-	
P Aciers pour moule à Plastiques									Moules d'injection pour matières plastiques
P2	0.07	-	2.0	-	-	0.20	-	0.5 Ni	
P3	0.10	-	2.6	-	-	-	-	1.25 Ni	

Tableau VI 1. Principaux types d'aciers à outils (nomenclature SAE / AISI). [27]

VI.2. CARACTERISTIQUES D'UTILISATIONS

Les caractéristiques d'utilisation des aciers à outils exigent l'amélioration d'un certain nombre de propriétés : la dureté, la trempabilité, la tenue à chaud la ténacité, la résistance aux chocs thermiques.

VI.3. ELEMENTS D'ADDITION

Les éléments dont l'affinité pour le carbone est très forte (molybdène, vanadium, tungstène) jouent un rôle de premier plan, car ils forment des carbures très stables qui s'opposent à la croissance des grains au cours de l'austénitisation. Ces carbures sont par ailleurs très durs, et ils augmentent considérablement la résistance à l'usure et au fluage. Ils sont en outre complexes (de type MC , M_7C_3 , M_6C , $M_{23}C_6$ ou M représente un ou plusieurs éléments métalliques). Avec des additions massives de tels éléments, la teneur en carbone peut dépasser 2%.

Les aciers de coupe rapide, qui doivent conserver leur capacité de coupe à des températures d'environ 600°C, contiennent souvent du cobalt. Cet élément, contrairement aux autres, diminue la trempabilité, en outre, il ne forme pas de carbures. C'est aussi un élément qui augmente considérablement la dureté à chaud.

Les aciers à outils obtenus par forgeage, présentent une grande tendance à la ségrégation durant la solidification dans le moule. Ceci conduit à une microstructure non uniforme avec des variations dans la composition chimique.

L'utilisation de la MDP permet de régler ces problèmes. Les avantages que présente la MDP pour la fabrication des aciers à outils sont [27] :

- Une meilleure résistance et une meilleure résilience .
- Une finesse des grains .
- Une microstructure uniforme comparée aux aciers obtenus par les procédés conventionnels .
- Une meilleure uniformité de la composition chimique .
- Une distribution uniforme des carbures ce qui conduit à des propriétés isotropiques .

Les poudres d'aciers à outils sont produites par fusion des matières premières , et/ ou de ferraille dans un four à induction .On utilise l'atomisation par le gaz ou par l'eau pour pulvériser le jet de métal .

- les poudres atomisées par gaz ont des particules de forme sphérique avec de grandes densités apparentes (6g/cm^3) ; Ces poudres sont frittées par le procédé HIP ou CAP en produit semis – finis de densité complète .

- Les poudres atomisées par l'eau peuvent être pulvérisées en très fines particules ce qui accélère le mécanisme de frittage. Elles possèdent des formes irrégulières et sont alors favorisées pour le procédé de compactage conventionnel dans une matrice puis frittée jusqu'à la densification complète.

CHAPITRE VII

PARTIE EXPERIMENTALE

VII.1. INTRODUCTION

Généralement la poudre métallique peut être frittée à l'état libre ou à l'état compacté suivant l'utilisation ultérieure. Dans les deux cas ; Pour éviter l'oxydation, la poudre doit être frittée sous une atmosphère contrôlée.

Dans notre étude, nous avons entrepris de consolider une poudre d'acier à outil en utilisant la technique de consolidation par pression atmosphérique connue sous le terme de (CAPING).

Dans notre cas, nous avons utilisés le procédé C A P avec encapsulation d'un comprimé de poudre au lieu d'utiliser une capsule qui contient de la poudre libre. Car une étude déjà faite a montré que ce procédé ne permet pas d'obtenir des densités complètes : puisqu'il y a une forte pénétration du verre dans la masse de la poudre, dans le cas des poudres irrégulière. Ceci, est dû au fait que la vitesse de pénétration du verre pendant le ramollissement de celui ci emporte sur la vitesse de densification (et donc l'emporte sur la vitesse de fermeture des pores qui empêche la pénétration). Par contre, ce procédé est efficace pour les poudres sphériques (atomisée à gaz).

VII .2. OBJECTIF DU TRAVAIL

Nous disposons d'une poudre d'acier à outil et a particules de forme irrégulière, qui a été élaborée par la méthode d'atomisation à l'eau. L'analyse chimique de la poudre utilisée a montrée que l'acier est un T15, qui a la composition suivante :

C	S	Cr	V	W	Mn	Si	Mo	Co	Cu	Ni
1.6	0.018	5.12	5.25	13.1	0.35	0.47	0.59	4.92	0.10	0.18

Notre travail consiste à optimiser les paramètres de frittage et quantifier la microstructure qui en résulte.

VII.3. COMPACTAGE DE LA POUDRE.

Nous avons effectué des pesés pour avoir des échantillons de même masse. Une fois fait, les échantillons passent à la presse pour être compactés.

Le comprimé est obtenu en utilisant la technique de compaction uniaxiale en matrice rigide.

Les échantillons ont une masse de 5g, ceci pour avoir des comprimés de même hauteur h , et qui n'est pas vérifié, sauf si les forces axiales appliquées pendant le compactage sont égales. Dans notre travail cette force $F= 5000\text{Kgf}$. Cette valeur est choisie, pour avoir un comprimé plus ou moins dense, et facilement maniable après éjection.

Nous avons enroulé du papier sur la surface interne de la matrice, qui est recouvert d'une couche de savon pour réduire les forces de frottement avec la matrice lors du compactage. Une fois l'opération de compactage terminée les comprimés sont éjectés, puis de nouveaux pesés et mesurés.

VII.4. ENCAPSULATION DES ECHANTILLONS

L'échantillon est introduit dans un tube de verre en Pyrex. Ce dernier est traité avec la flamme d'un bec bunsen. Nous avons ainsi préparé des capsules de longueur de 4 à 5 cm, qui se termine par un cou d'un côté. Tandis que, l'autre côté est soigneusement soudé. l'ensemble est relié à une pompe à vide, pour permettre à l'air qui se trouve d'être évacué, fig. VII.4.

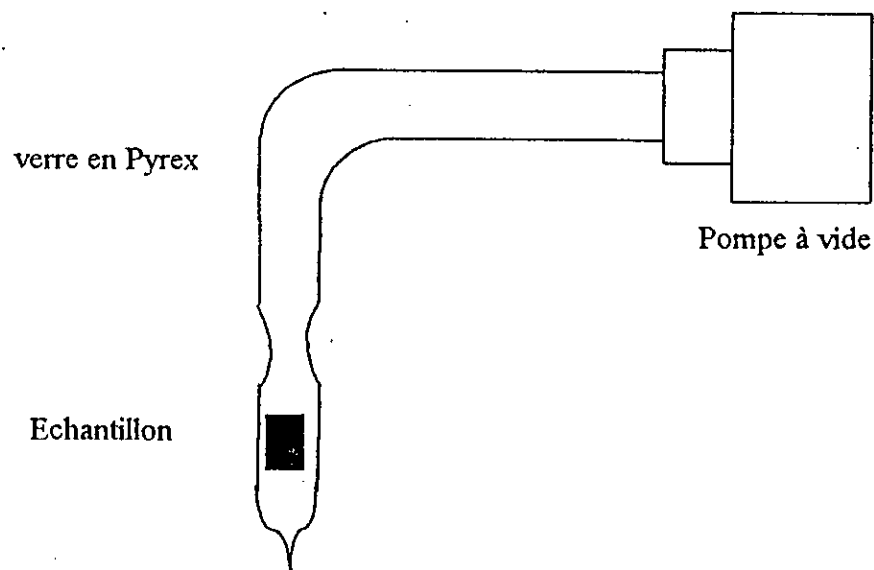


Figure VII.4. SYSTEME D'EVACUATION

La pompe peut aller jusqu'à un vide de 10^{-3} Torr. La machine est mise en marche pour une durée de 30 mn minimum. Pendant ce temps nous avons chauffé la capsule à la flamme du bec pour éliminer toute trace d'humidité dans la capsule. Enfin la capsule est soudée au niveau du cou en chauffant intensivement à la flamme bleue du bec bunsen.

VII.5. LE FRITTAGE

Le frittage a été réalisé dans un four tubulaire. Les capsules sont placées dans des creusets en argile réfractaire dans lesquels, nous avons étalé au préalable une couche de sable siliceux. Le creuset est mis dans le four au même moment que celui-ci est allumé. Nous avons réalisé ainsi des essais à des températures de 1200 et 1250° C pendant un temps variant de 2^h30mn à 8^h du temps effectif. Une fois que la durée de frittage s'est écoulée, le four est éteint et l'échantillon est laissé refroidir dans le four. L'expérience a montré qu'il fallait 2^h pour que la température du four atteigne 1200°C. Ceci est dû au fait que nous avons choisi une faible vitesse de chauffage pour éviter les chocs thermiques aussi bien pour le four que pour les capsules.

VII.6. PREPARATION METALLOGRAPHIQUE

VII.6.1. PRELEVEMENT D'ECHANTILLONS

Les échantillons sont d'abord nettoyés de la couche de verre qui s'est collée pendant le frittage, puis nous avons mesuré ces dimensions. A cause du manque d'équipement de coupe des aciers durs, l'échantillon est meulé jusqu'à son axe central où les observations métallographiques ont lieu.

VII.6.2. L'ENROBAGE

Les échantillons sont enrobés à chaud ou à froid à l'aide d'une presse hydraulique en utilisant la Bakélite respectivement.

VII .6.3. POLISSAGE

Afin de rendre la surface plane, brillante et ne présentent aucune rayure susceptible de gêner l'observation microscopique, un polissage a été effectué avec du papier abrasif dans l'ordre suivant :

- 1 – polissage grossier avec papier émeri : 120-320-400.
- 2 – polissage fin avec papier émeri : 1000 – 1200.
- 3 – la finition sur un feutre à l'aide de la pâte diamantée.

VII .6.4. ATTAQUE CHIMIQUE

Après polissage, l'échantillon est attaqué chimiquement comme suit :

Dans un bac contenant une solution de Nital à 4%, la surface de l'échantillon est immergée pendant une durée d'une dizaine de secondes, puis rincée à l'eau et séchée à l'aide d'un séchoir.

VII .6.5. OBSERVATION METALLOGRAPHIQUE

Les observations ont été faites dans un premier temps au microscope optique.

➤ Avant l'attaque, la microscopie avait révélé des plages sombres sur un fond de matrice blanche. Les pores apparaissent en noir très contrasté. Les carbures apparaissent en noir aussi mais moins contrasté que les pores.

➤ Après l'attaque, des photographies au microscope optique ont été prises pour montrer les différentes phases qui se trouvent.

VII.6.6. MESURE DE LA POROSITE

Pour la mesure de la porosité, on place un écran sur le microscope optique sur lequel est projetée la surface qu'on doit mesurer sa porosité. Une grille est placée sur l'écran. La procédure c'est qu'on doit calculer le nombre de points noirs (pores) qui coïncident avec un point de la grille.

Puis on fait varier la plage à balayer, on fait plusieurs essais, cette méthode permet de savoir le pourcentage de la porosité pour calculer la densité du comprimé fritté.

VII.6.7. MESURE DE LA DURETE

La dureté caractérise la résistance à la déformation et les valeurs obtenues permettent certains classements des métaux. L'essai de dureté est simple et peu destructif.

L'essai consiste à enfoncer un pénétrateur dans le métal à essai. La charge est constante et nous mesurons la dimension de l'empreinte. Cette dernière est d'autant plus grande que le métal est mou. Dans notre étude, nous avons prélevé plusieurs essais à différentes places, puis nous avons pris leurs moyennes.

VII.6.8. MESURE DE LA TAILLE DES GRAINS

Pour la mesure de la taille moyenne des grains, on va utiliser le principe de l'interception linéaire en moyen d'un microscope optique. Cette méthode consiste à déplacer un échantillon sur la table du microscope dans une direction quelconque par un micromètre et mesurer le nombre N de grains interceptés par une croix fixée sur l'objectif du microscope. La taille mesurée sera alors :

$$D_g = (L * 1000) / N \quad (\mu\text{m}) \quad , \text{où:}$$

D_g : la taille du grain en μm .

N : le nombre de points interceptés.

L : longueur du segment (mm).

Le résultat final est calculé comme la moyenne arithmétique de plusieurs mesures effectuées sur différentes plages.

CHAPITRE VIII

RESULTATS ET DISCUSSIONS

VIII.1. INTRODUCTION

Dans cette étude, nous avons comme variables : le temps, la température de frittage, et la pression de compactage.

Nous avons ainsi effectué deux essais :

1. Dans le premier essai, nous avons maintenu la température à 1250⁰C et nous avons fait varier le temps de frittage de 4, 6, puis 8 heures de temps effectif.
2. Dans le deuxième essai, on a fritté à 1200⁰C et varier le temps de 2^h.30 mn puis 3 heures.

Nous avons essayé à travers le travail qui a été fait, de mettre en évidence l'influence de ces paramètres sur le processus de densification et la microstructure.

VIII.2. RESULTATS PRELIMINAIRES

La consolidation par pression atmosphérique de l'alliage de poudre utilisée présenté certaines difficultés qui ont bloqué le processus de frittage.

Lors du procédé de frittage nous avons constaté que quelques échantillons se sont détériorés. Ce si est dû au fait que le verre s'est brisé lors du chauffage. Nous pensons que cela est dû à un mauvais dégazage. Ainsi, la vapeur d'eau contenue dans la capsule (ainsi que dans la pastille) s'est dilatée lors du chauffage ce qui a conduit à l'explosion de la capsule. Donc la pastille devient exposée directement à l'air ce qui provoque l'oxydation de la surface exposée.

On signale que la pompe à vide utilisée ne dispose pas d'indicateur de pression. Ce qui rend la tâche difficile. Donc la seule solution c'est d'augmenter la durée de pompage de l'air.

VIII.3.EFFET DE LA PRESSION DE COMPACTAGE SUR LES COMPRIMES (CHOVIII DE LA PRESSION DE COMPACTAGE)

Il est nécessaire de préciser que la pression appliquée doit être calculée théoriquement en connaissant la valeur du diamètre de la matrice. HECKEL [19] a proposé une relation pour le calcul de la pression, et qui se présente sous la forme :

$$P = \frac{I}{K} \left[\ln \frac{I}{(I-D)} + B \right] \quad \text{Tel que}$$

- D : la densité du comprimé.
- P : la pression appliquée.
- K, B sont des constantes qui dépendent du lubrifiant.

Dans notre travail les valeurs de k et b ne sont pas connues par absence du lubrifiant. Donc pour résoudre cette problématique on a manipulé à plusieurs pression, et on a opté pour la pression de 5000 Kgf qui donne des pastilles manipulables et sans fissures.

Nous avons remarqué la présence de fissures à la pression de 9000 Kgf. La question qui se pose c'est : pourquoi il y a présence de fissures à 9000 Kgf et leurs absences à 5000 Kgf ?

Durant le compactage à froid, nous avons réalisé des échantillons en utilisant des masses de 7, 6 et 5 grammes. Ces expériences ont été conduites pour déterminer le meilleur rapport de $\frac{h}{d}$ qui ne doit pas dépasser 1.1.

Ainsi nous avons monté expérimentalement que les échantillons de masse 6 et 7 grammes présentent des fissures sur leur partie latérales après éjection malgré une pression de compactage de 9000 Kgf. Le rapport $\frac{h}{d}$ pour ces échantillons est égal à 1.4.

Pour avoir un rapport $\frac{h}{d}$ plus conforme à la théorie nous avons dû baisser la masse des échantillons jusqu'à 5 grammes et naturellement la pression de compactage. Les échantillons obtenus ont des rapports $\frac{h}{d}$ voisins de 1.2, Sans lubrification préalable de

la poudre ce résultat est acceptable. Après éjection, nous avons constaté que l'état de la surface est libre de toutes fissurations.

Ainsi nous avons adopté cette masse de poudre ainsi que la pression de 5000 Kgf pour la production de tous les échantillons utilisés.

Par ailleurs il faut signaler que :

1. L'utilisation d'une haute pression provoque des contraintes résiduelles importantes dans le comprimé de poudre lequel après éjection se dilate élastiquement ce qui provoque la fissuration de la surface latérale. La diminution de cette pression entraîne logiquement une baisse de cette contrainte interne donc l'élimination des fissures.
2. Après frittage de ces pastilles fissurées à une température de 1200°C . On a constaté que les fissures au lieu de se refermer, elles se sont élargies. De plus les pastilles se sont brisées au niveau de ces fissures, après un simple effort manuel.

VIII.4. INFLUENCE DU TEMPS SUR LA DENSIFICATION

Le frittage est un phénomène diffusionnel qui est thermiquement activé et qui se produit dans un temps donné.

Pour illustrer cette influence, nous avons réalisé un certain nombre d'expériences à des temps différents et à des températures constantes. Les résultats expérimentaux sont montrés sur le tableau VIII.4.

T(°C)	1200		1250		
t (heures)	2.5	3	4	6	8
P (%)	12.5	8.25	6.625	5.166	4.375
d (%)	87.5	91.75	93.375	95.625	94.834

Tableau VIII.4 Influence du temps et la température sur la densification

La figure VIII.4.1. montre l'influence du temps sur la porosité des comprimés à 1200°C et 1250°C. L'augmentation du temps de frittage entraîne une diminution de la porosité. Ce comportement est tout à fait normal, car lors des transformations TTT dont le frittage est une partie intégrante, la diffusion est strictement dépendante du temps. Dans notre cas, la cinétique de frittage implique une diffusion d'atomes entre toutes les particules voisines qui se touchent. En frittant à 1250 °C, le volume de la porosité s'élève à 6,4 % après 4 heures de densification. En doublant le temps de frittage, le volume de la porosité décroît jusqu'à 4,3 %.

C'est dire que le frittage de ce type de poudre à particules irrégulières n'est pas facilement réalisable comparativement au même matériaux en poudres à particules sphériques. En effet cette dernière poudre est facilement consolidée jusqu'à une densité théorique totale de 100 % après seulement 1,5 heures de frittage à 1250 °C [25].

Les figures VIII.4.3 montrent les micrographies des comprimés frittés pendant 6 et 8 heures à 1250 °C. Il est clair d'après ces photos que les pores sont complètement déconnectés les uns des autres et le processus de sphéroïdisation des pores a déjà commencé après 6 heures de frittage. (Figure VIII.4.3.a).

Après 8 heures de frittage les pores ont complètement perdu leurs identités et les joints de grains sont parfaitement visible à travers la micrographie (figure VIII.4.3.b).

Cependant, les pores deviennent de plus en plus isolés mais avec des tailles plus grandes. Ceci dénote un mouvement des pores le long des joints de grains et leur détachement de ceux ci lorsqu'ils se rencontrent (i.e. les pores) au niveau des triples points. Ce phénomène est caractéristique du dernier stage de frittage.

L'élimination de ces pores est cinétiquement lente. elle est tributaire d'une diffusion volumique et Intergranulaire. Une déformation plastique par forgeage ou extrusion est souvent préconisée pour éliminer ces pores. En frittant à une température inférieure, la cinétique de consolidation décrois comme l'indique la même figure. L'objet de cette influence est discuté dans la section ci-dessous.

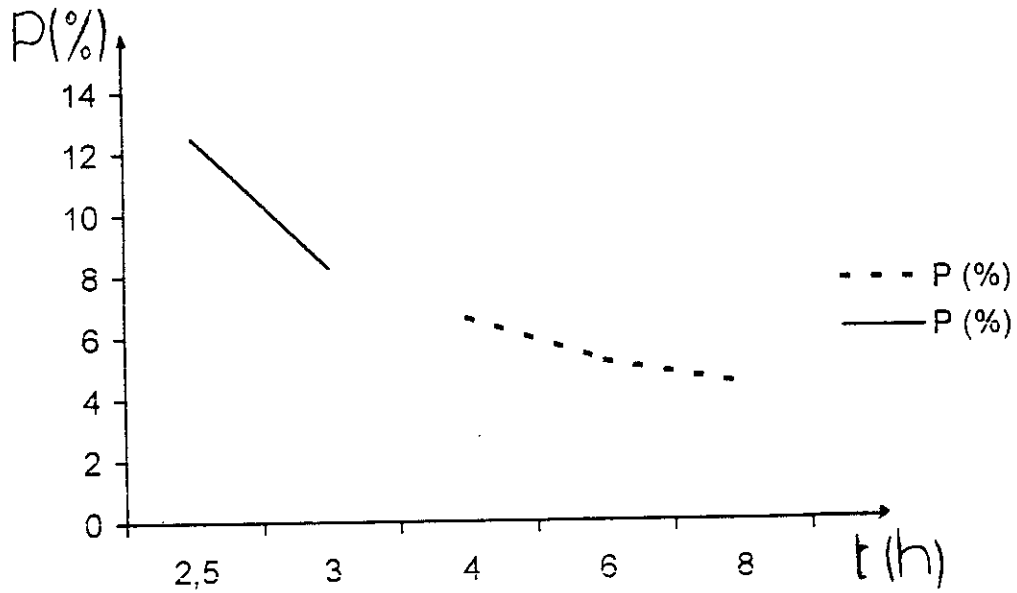


Figure VIII.4.1 Influence du temps et de la température sur la porosité

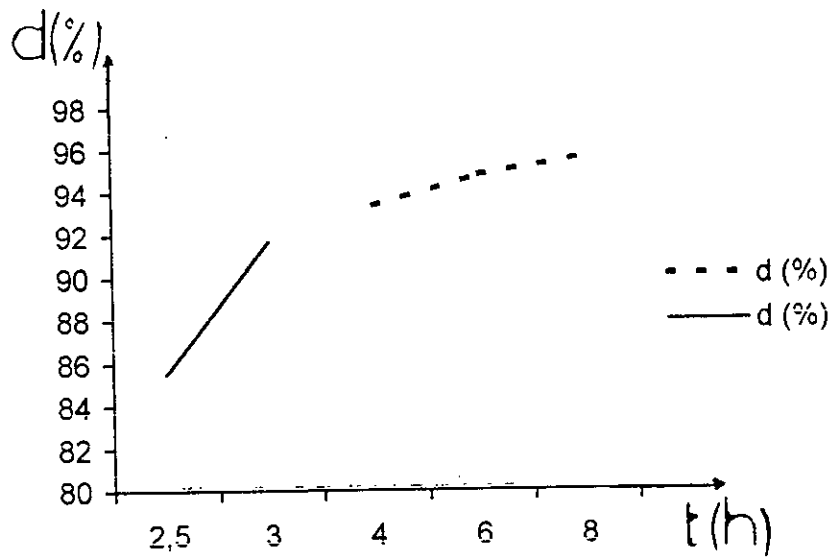


Figure VIII.4.2 : Influence du temps et la température sur la densité

Température: 1250°C

Agrandissement : x 100



Figure VIII.4.3.a

Température : 1200°C

Agrandissement : x 200



Figure VIII.4.3.b

VIII.5. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA DENSIFICATION

La température influe sur la mobilité des atomes et active ainsi le mouvement des lacunes, des dislocations et des joints de grains.

La figure VIII.4.2 montre l'influence de la température sur la densification. A 1200°C, la densification évolue lentement, car pour ce type de matériau (acier à outil) cette température n'est pas assez élevée pour déclencher les phénomènes de diffusion. En effet, un frittage pendant 2,5 heures ne produit qu'une densité d'environ 87 %, qui est proche de la densité à vert qui est de l'ordre de 82 %. En augmentant le temps de frittage jusqu'à 3 heures à une température constante, la densité atteint le niveau de 91,75 %. Les micrographies relatives à ces conditions de frittage sont montrées dans les figures (VIII.5.a) et (VIII.5.b) respectivement. D'après ces figures, on constate que les particules de poudres sont parfaitement identifiables, surtout au temps faible de frittage. Il apparaît d'après la figure (VIII.5.a) que les pores sont toujours interconnectés et de forme irrégulière. On peut aussi constater que les joints interparticules sont clairement visibles ce qui dénote un manque de diffusion entre les particules adjacentes. Une augmentation du temps de frittage n'améliore pas assez la densification, comme l'indique la microstructure à la figure VIII.5.b après 3 heures de frittage. Ce phénomène peut être dû à l'existence d'un film d'oxyde sur la surface des particules et qui empêche la diffusion entre celles-ci.

Une augmentation de la température jusqu'à 1250 °C provoque une nette amélioration de la densification. Ainsi pour un maintien de 8 heures à 1250 °C, le niveau de la densité est de l'ordre de 96 %. Cette densité est celle du troisième et dernier stade de frittage où les derniers pores ne peuvent être éliminés qu'après un maintien très long. Cependant, il est toujours conseillé de terminer le frittage des comprimés de poudres par une mise en forme où une déformation plastique où le cisaillement interparticules provoque un large mouvement d'atomes entre les particules voisines d'où l'accélération de la diffusion, donc de la densification.

L'augmentation de la cinétique de densification avec l'augmentation de la température est aisément compréhensible du fait que le coefficient de diffusion des atomes dépend de la température selon l'équation suivante [24]:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad \text{où :}$$

D : coefficient de diffusion.

Q : l'énergie d'activation de la diffusion (cal /mol).

D_0 : est une constante indépendante de la première
(facteur de fréquence cm^2 / S).

D'après cette équation on voit bien que lorsque la température augmente, le coefficient de diffusion augmente et les différents mécanismes de transport de matières deviennent plus actifs (mouvement de lacunes, de dislocation). Donc comme résultat de ce qui précède :

Le frittage est un phénomène thermiquement activé c'est à dire que l'effet de la température emporte sur l'effet du temps de frittage.

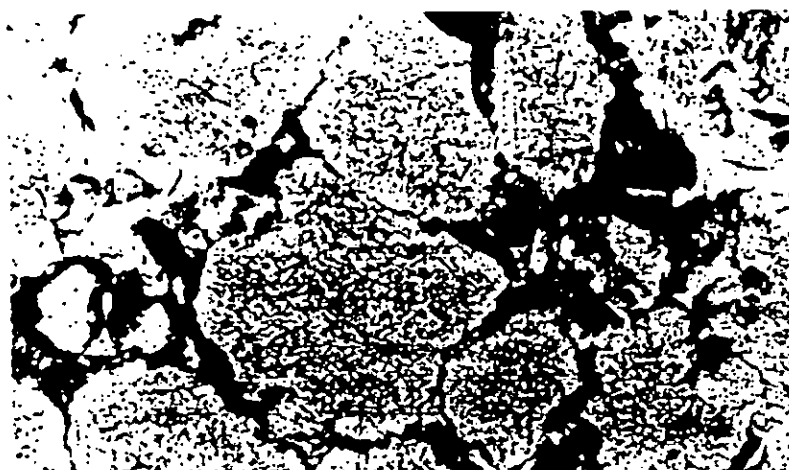


Température : 1200°C

Temps: 2.5 heures

Agrandissement: x 500

Figure VIII.5.a



Température : 1200°C

Temps: 3 heures

Agrandissement: x 500

Figure VIII.5.b

VIII.6. INFLUENCE DU TEMPS SUR LA MICROSTRUCTURE

Les résultats montrent qu'à une température donnée, la taille des grains augmente au fur et à mesure que l'on augmente le temps de frittage. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant :

T(°C)	1200		1250		
t (heures)	2.5	3	4	6	8
$D_g(\mu\text{m})$	5	6	11.462	15.475	18.950

Tableau VIII.6 Influence du temps et la température sur la microstructure.

En comparant l'état des comprimés frittés respectivement pendant 4 h, 6h, 8h, à une température de 1250 °C. On peut constater le développement de la microstructure lors du frittage. Ceci est illustré sur la figure VIII.6.

A 1200 °C, on peut nettement distinguer entre les joints de grains et les joints de particules (la taille des grains est insensible au temps de frittage même après 3 heures).

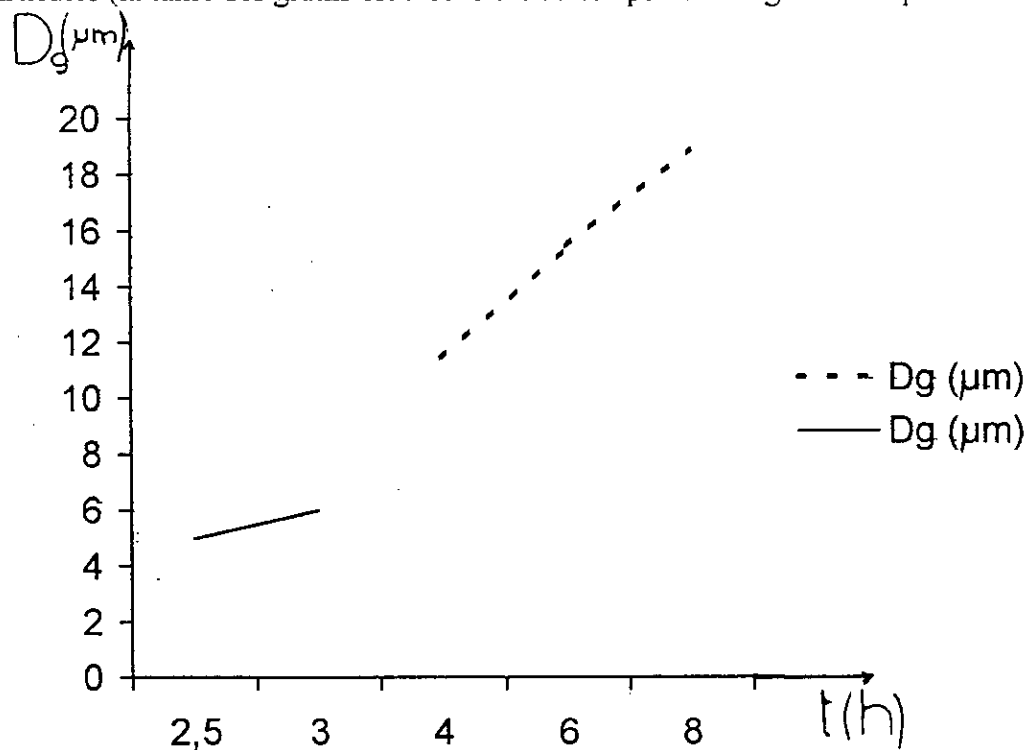


Figure VIII.6 : Influence du temps et la température sur la taille des grains.

Avec l'avancement de la densification, le mouvement des joints de grains va favoriser la coalescence des grains. Les gros grains coalescent au détriment des plus petits et ceci pour diminuer l'énergie totale d'interface.

D'après les résultats obtenus on voit que les grains grossissent d'autant plus vite que la porosité diminue, ce qui montre que les pores constituent des obstacles à l'avancée des joints de grains. Les carbures sont aussi connus comme une barrière au grossissement des grains. La taille des grains augmente pendant que les fractions volumiques des carbures diminuent.

L'augmentation de la taille des grains avec l'augmentation du temps de maintien est aisément compréhensible du fait que le grossissement des grains dépend du temps pour une température donnée selon l'équation :

$$G^c = G_0^c + K't \exp\left(-\frac{Q_g}{K'T}\right) \quad \dots\dots\dots \text{VIII.6. ou:}$$

c : dépend du mécanisme de transport pour le mouvement des pores ($3 < c < 5$).

K' : constante de matériau.

t : temps.

T : température [°C].

G_0 : taille des grains initiaux.

Q_g : énergie d'activation du grossissement des grains (Kj / mol).

De cette équation on voit bien l'évolution du grossissement des grains par rapport au temps, pour une température fixe. Mais, un temps de maintien prolongé provoque la coalescence des grains qui a un effet néfaste sur les propriétés mécaniques.

VIII.7. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA MICROSTRUCTURE

La température a une influence majeure sur le grossissement des grains.

- à 1200 °C le grossissement de grains est peu notable même après 3 heures de frittage (pas de séparation de grains dans les particules).
- A 1250 °C par contre un fort grossissement de grain est observé.

La température accroît la mobilité des atomes et accélère ainsi le mouvement des joints de grains ce qui explique l'important grossissement du grain à 1250 °C par rapport à 1200 °C avec l'élévation de la température la vitesse du mouvement du joint de grains augmente.

La vitesse du grossissement du grain dépend de la mobilité du joint de grains et de la force qui s'exerce sur ce joint. Le grossissement du grain a lieu par diffusion d'atomes et de lacunes.

Le loi du grossissement du grain est donnée dans l'équation (VIII.6). De cette équation : on voit bien que, pour un temps de frittage donné l'augmentation de la température fait augmenter la taille du grain.

VIII.8. MECANISME DE DENSIFICATION PENDANT LE FRITTAGE

D'après les conditions de frittage, plusieurs mécanismes du transport de matière peuvent intervenir dans un ordre chronologique, où simultanément mais, il y a toujours un qui l'emporte.

D'après certains travaux [25], dont les conditions du travail sont proches de celles utilisées dans le présent travail, il a été établi l'existence de trois mécanismes :

1. La densification par déformation plastique intervient au début du frittage dans le stade initial. Au début du frittage, l'apport thermique libère l'énergie déposée après déformation plastique provoquant la réinstallation d'où la création du mouvement de joints de grains.

2. Le réarrangement des grains déformés en un ensemble de grains entièrement nouveaux, s'accompagne d'une diminution considérable de nombre de dislocations. Les dislocations sont alors absorbées pour les joints des nouveaux grains. Le mouvement des dislocations provoque ainsi l'écoulement plastique. Dans ce stade l'écoulement plastique est donc le mécanisme prédominant.

3. Une fois les joints de grains établis, leur présence constitue un nouveau piège pour éliminer les lacunes car, celles-ci peuvent migrer vers la portion du joint qui se trouve plus proche du col. Ceci provoque donc l'élargissement des corps et la tendance progressive des pores vers des formes plus arrondies vers un stade avancé du frittage, les pores situés sur les joints de grains disparaissent plus rapidement que les pores isolés et la diffusion par les joints de grains devient moins importante pour laisser la place à la diffusion en volume. Le stade final commence quand les pores deviennent sphériques et isolés à l'intérieur du grain. Ce dernier est un processus lent où les pores rétrécissent par un mécanisme de transport de matières à travers les mailles. A ce stade, la porosité est éliminée par diffusion des lacunes vers les joints de grains qui constituent des puits à lacunes pour continuer à rétrécir, celui-ci reçoit des atomes venant dans le sens inverse pour remplir les pores de plus en plus jusqu'à fermeture totale de ceux-ci [26], ce qui est un processus lent et avec un temps prolongé, tous les pores disparaissent.

VIII.9. INFLUENCE DE LA POROSITE SUR LA MICROSTRUCTURE

Les résultats sur le tableau VIII.9 montrent que la taille des grains augmente avec la diminution du volume de la porosité ceci est illustré sur la figure VIII.9.

T(h)	Température = 1200 °C		Température = 1250 °C		
	2.5	3	4	6	8
P (%)	12.5	8.25	6.625	5.166	4.375
Dg (µm)	5	6	11.462	15.475	18.950

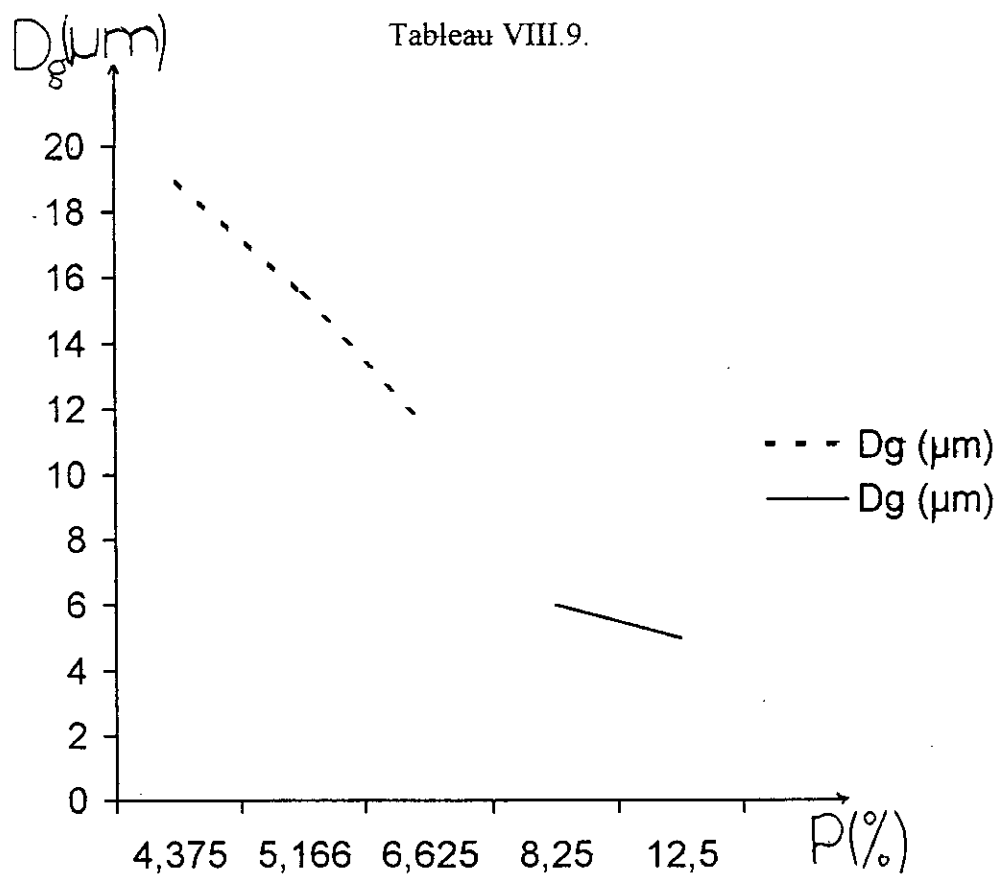


Figure VIII.9: Influence de la porosité sur la taille des grains

Dans le stade initial de frittage, la porosité est très élevée. Les pores sont localisés à l'intersection des joints de grains, ce qui bloque le grossissement des grains.

Pour un stade plus avancé de frittage, l'élimination d'un grand nombre de pores fait que ces derniers deviennent plus mobiles, ce qui provoque une diminution de la force de liaison, donc une rupture aura lieu. Ainsi le mouvement des joints de grains va favoriser la croissance des grains.

VIII.10. LA DURETE

Pour mesurer la dureté, nous avons utilisé un duromètre du type LUCO. Pour cela nous avons pris plusieurs mesures pour minimiser l'erreur et évaluer aux mieux la dureté du comprimé fritté objet de notre étude. Nous avons utilisé un pénétrateur en diamant avec une charge de 150 Kgf.

Les résultats sont donnés dans le tableau ci dessous :

		T(h)	2.5	3	4	6	8
Dureté	Près la surface	HRC	52.775	56.100	56.425	57.075	59.625
		HV	560	615	620	640	690
	Cœur de la pastille	HRC	43.800	49.475	48.300	51.500	56.150
		HV	430	510	490	540	615

Comme première constatation de ces valeurs, on voit, bien que la dureté près de la surface soit supérieure que celle du cœur de la pièce. Donc comme premier résultat, on dit que la dureté décroît de la surface vers le centre de la pastille.

Au cours du frittage, la consolidation de la poudre qui se trouve proche de la surface, se produit plus rapidement que celle qui se trouve au cœur. Parce que la chaleur atteint la surface en premier lieu, alors les pores ont tendance à se regrouper (à se diriger) vers l'intérieur de la pastille, ce qui rend le cœur plus poreux que la région avoisinante à la surface.

Comme deuxième résultat, qu'il faut noter, que pendant le compactage à froid, les particules se trouvant sur la surface sont cisailées au cours de leurs frottements avec la surface latérale de la matrice, donc après frittage cette région devient très dure et très dense. La figure VIII.10 montre la distribution de la densité dans un comprimé sachant que la densité évolue avec la dureté[10].

Ce qu'il y a à retenir de l'étude de la dureté dans notre travail, que :

1. La dureté d'une surface qui contient une microstructure poreuse n'a pas une grande signification sauf si on est sûr que l'empreinte du pénétrateur est beaucoup plus grande que la taille des pores.

2. Nous ne pouvons pas comparer entre les duretés des échantillons élaborés dans des conditions différentes (t , T) lorsqu'on s'intéresse à la caractérisation de la porosité car la microstructure n'est pas la même (taux des carbures, la nature des carbures différentes d'une condition à une autre).

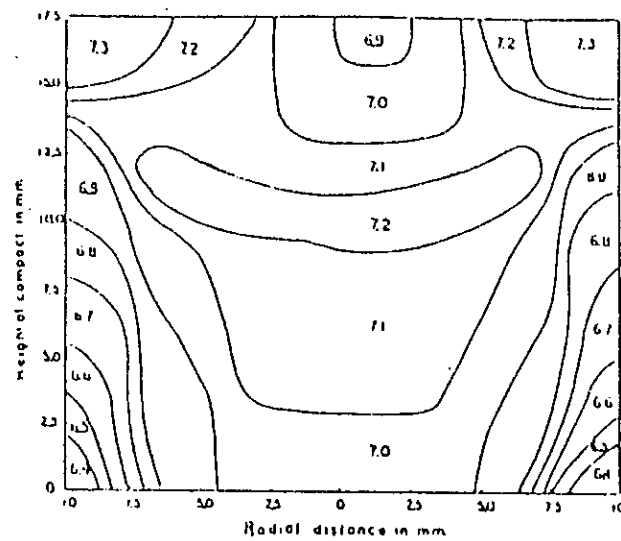


Fig. (VIII-10) : Distribution de la densité à travers un comprimé cylindrique pendant le compactage uniaxial. [7].

VIII.11. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE ET DU TEMPS SUR LA PRECIPITATION DES CARBURES

La précipitation des carbures est une caractéristique principale des aciers à outils. Généralement, la microstructure d'un acier à outil est constituée de grains austénitiques dont la phase est complètement martensitique à la température ambiante avec une fraction faible d'austérite résiduelle. Les carbures quant à eux, sont principalement situés sur les joints de grains et plus particulièrement sur les triples points.

Cependant, d'autres carbures plus petits et de formes assez régulières se trouvent parsemés à l'intérieur des grains austénitiques.

La figure (VIII.11.) montre l'évolution de la fraction volumique des carbures diminue avec l'augmentation du temps de frittage pour les deux températures 1200 et 1250 °C. A 1250 °C, ce comportement s'explique par le fait que plus l'échantillon reste à haute température pendant longtemps, plus les carbures partent en solution (ils se dissolvent), d'où la fraction faible des carbures aux temps élevés de frittage.

A une température inférieure à 1200 °C, la fraction volumique précipitée est nettement inférieure par rapport à la précédente, bien qu'on attendit à une fraction plus faible donc la dissolution des carbures est moins rapide.

Cependant ce phénomène peut être expliqué par le fait qu'à basse température le taux de frittage est plus faible, donc la longueur des joints de grains est faible. Sachant que la majeure partie des carbures se précipitent sur les joints de grains, on peut donc facilement conclure qu'à cette température, la fraction volumique des carbures serait faible.

En ce qui concerne la nature des carbures en présence, on présume qu'ils s'agit de carbure du vanadium V.C [25]. Cette présomption doit être confirmée par des travaux ultérieurs.

t(heures)	2.5	3	4	6	8
$X_v(\%)$	10.	8.	30.	25	15
$\pm(5\%)$					

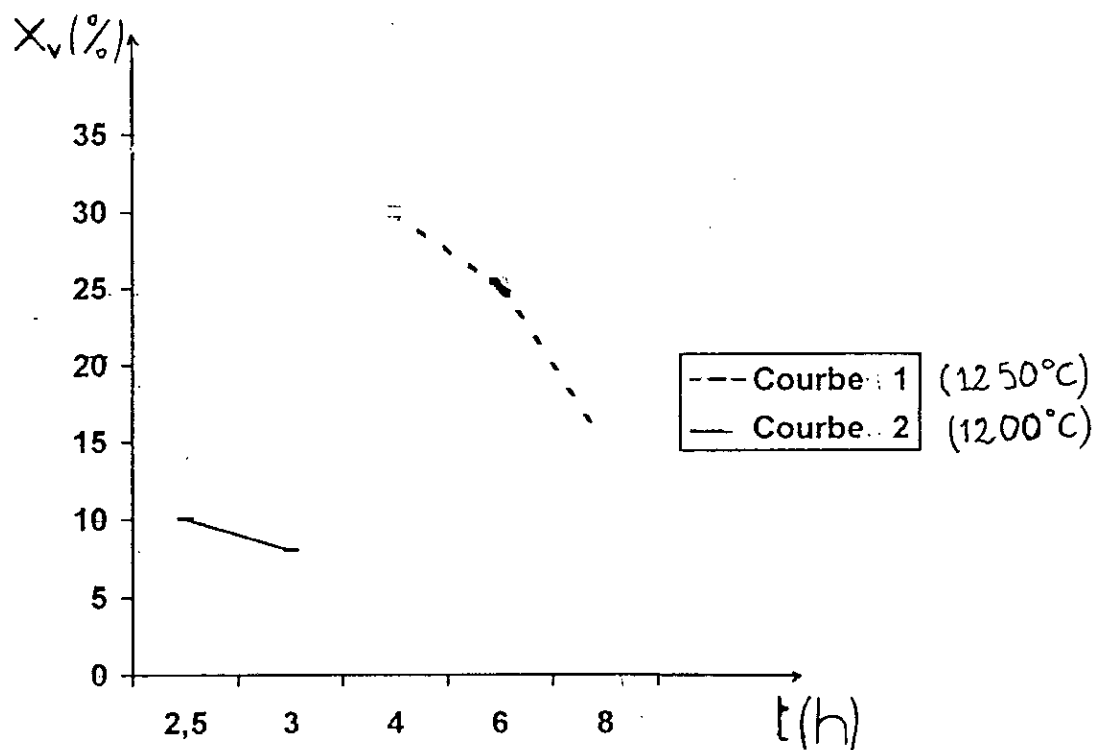


Fig.VIII.11 : influence du temps de frittage sur la fraction précipitée des carbures.

CONCLUSIONS GENERALES

Conclusion générale

A la lumière des résultats obtenus et la discussion précédente, on peut conclure que :

- La technique de consolidation par pression atmosphérique semble convenir à ce type d'acier à outil.

- A 1200 °C le frittage est très lent par ce que la densité théorique n'a jamais été atteinte aux temps expérimentaux utilisés.

- A 1250 °C la cinétique de densification est très rapide par ce que des densités de l'ordre de 96 % ont pu être obtenues dans l'intervalle de temps utilisé.

- L'intervalle de température utile pour le frittage de cette poudre est de 50 °C (1200 - 1250 °C).

- L'utilisation d'un lubrifiant durant le compactage serait utile pour cette poudre car cela permettrait d'améliorer la compressibilité ce qui donnerait de meilleures propriétés physiques et mécaniques des comprimés.

- Ne pas utiliser un lubrifiant nécessite l'utilisation de hautes pressions de compactage, ce qui a provoqué des fissures sur les comprimés lors de leur éjection. nous pensons que ces fissures sont dues aux contraintes internes cas du compactage à haute pression.

REFERENCES

BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] SCHULZ(E.H). – communication personnelle-, 1941.
- [2] GREENWOOD (H.W.). –Met.Ind. London, 60, (1942), 77-79 et 112-114.
- [3] R.KIEFFER, <<fer et aciers frittés >>, p.2.
- [4] A.KASSER, <<polycopie de cours de MDP >>, ENP (1997).
- [5] Metals hand book, ed.9, vol.7, p25.
- [6] A.DAIMEILLAH , <<polycopie de cours de MDP>>, ENP, (1997) .
- [7] Metals hand book , ed.9, vol.7, pp.54,55.
- [8] GILBERTY. CHIN ,<<advences in powdres tecnology>>.
- [9] EISENKOLB.(F). metallwirtsch , 23,(1944) 40-43.
- [10] F.V.LENEL , <<P.M .principals and applications >>.
- [11] F.V.LENEL, <<resistance sintering under pressure >>, trans. AIME, vol.203, pp.158-167, (1955).
- [12] R.W.BOESEL ,M.I.JACKSON, I.S.YOSHIKA, spark sintering tames exotic P/M materials , materialsengineering, vol.70, n.4,pp.32-35,(1955).
- [13] P.LOEWENSTEIN , L.R.ARONIN AND A.L. GEARY , hot extrusion of metal powders in <<powder metallurgy>>, ed. by W.LESZENSKI , N.Y (1961), pp.563-583.
- [14] R.S.BUSK, the pellet metallurgy of magnesium,light metals, vol.23, pp. 197-200, (1960).
- [15] J.P.LYLE , JR and W.C. cebulak fabrication of high strenght Aluminium products from powder ,<<powder Metallurgy for high performance application>>, ed. by. J. J.BURKE and V. WEISS, syracuse , (1972). PP.231-254.
- [16] H.D. HARRES, Hot isostatic pressing of high performance materials ,in <<powder metallurgy for high performance application>>ed . J. J.BURKE and V. WEISS, syracuse , (1972). PP.211-230.
- [17] H.FISCHMEISTER , isostatic hot compaction a review. Powder Metallurgy Int, vol.10, PP.119-123,(1978).
- [18] G.H.GESSINAGER and P.D.COOPER , direct forging of high temperature steel powder, powder metallurgy int ,vol .6,n°.2,PP 87-89, (1974).
- [19] H. SAGHI, PFE, <<élaboration d'un alliage d' Ag à 5% de cuivre par la métallurgie des poudres, pp.19-21. ENP.

- [20] G. CIZERON , le frittage sous son aspect physico-chimique « institut de céramique française », (1968).
- [21] G.C KUCZYUNSKI. trans. AIME 185 (1949), 169.
- [22] R.W.HECKEL. « analysis of powder compaction phenomena » ; trans , aime , vol .221, PP.1001-1008. (1961).
- [23]. metals hand book , vol.7, p.315, (1987).
- [24] A .KASSER ,PHD. THESIS UNIVERSITY OF SHEFFIELD , (1992).
- [25]. B.H.ALEXANDER et R.W BALUFFI , the sintering.mecanisme of copper , acta, met, vol.5,p.666-667, (1957).
- [26]. F.B.SWIWKELS , D.S. WILKINSON , E.AUZT and M.F. ASHBY, acta. Met, vol.31,p1829, (1983).
- [27] J. DORLOT, << DES MATERIAUX >>.