

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات
Ecole Nationale Polytechnique

Département de métallurgie

Mémoire de projet de fin d'études
pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en génie des matériaux

Elaboration d'une poudre d'acier inoxydable austénitique 310 par broyage mécanique

Réalisé par : - BOUKARIOUA Kahina
- YOUSFI Imene

Sous la direction de M A. Kasser et M M.W. Mechikel

Présenté et soutenu publiquement le : 18/06/2018

Composition du jury :

Président	M K. ABADLI	Docteur à l'ENP
Promoteur	M A. KASSER	Maitre-conférence à l'ENP
Examineurs	M M. LARIBI	Professeur à l'ENP
	M M.E. DJEGHLAL	Professeur à L'ENP
Co promoteur	M M.W MECHIKEL	Doctorant à l'ENP

ENP 2018

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de métallurgie

Mémoire de projet de fin d'études
pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en génie des matériaux

Elaboration d'une poudre d'acier inoxydable austénitique 310 par broyage mécanique

Réalisé par : - BOUKARIOUA Kahina
- YOUSFI Imene

Sous la direction de M A. Kasser et M M.W. Mechikel

Présenté et soutenu publiquement le : 18/06/2018

Composition du jury :

Président	M K. ABADLI	Docteur à l'ENP
Promoteur	M A. KASSER	Maitre-conférence à l'ENP
Examineurs	M M. LARIBI	Professeur à l'ENP
	M M.E. DJEGHLAL	Professeur à L'ENP
Co promoteur	M M.W MECHIKEL	Doctorant à l'ENP

ENP 2018

Dédicaces

Je dédie ce travail :

A la mémoire de ma grand-mère, en souvenir de son amour, sa générosité
et sa tendresse.

A mes chers parents, mes modèles dans la vie, qui m'ont tant donné, et qui
se sacrifient chaque jour pour mon bien, aucun hommage ne pourrait être à
la hauteur de ce qu'ils représentent pour moi.

A mes chères petites sœurs Manel et Asma, et mon frère Walid, qui ont
partagé avec moi tous les moments d'émotions tout au long de mon
parcours. Ils m'ont chaleureusement supporté et aidé.

Au seul grand parent qui me reste ma chère et tendre grand-mère, et à
qui je souhaite une bonne santé.

A ma deuxième famille, mes chers amis, les meilleurs qu'on puisse avoir. Ils
sont toujours présents pour moi, et à qui je souhaite plus de succès.

Imene

Dédicaces

À la mémoire de mes grands-parents qui ont tant voulu être présents pour
vivre le jour de ma réussite.

A mes très chers parents, qui m'ont donné la vie, la tendresse et le
courage pour réussir, qui ont sacrifié pour m'aider à avancer dans la vie.

Je vous dois ce que je suis aujourd'hui et ce que je serai demain et je
ferai de mon mieux pour rester votre fierté et ne jamais vous décevoir.

Que dieu, le tout puissant, vous préserve et vous protège de tout mal.

A ma chère petite sœur, ma princesse chahda.

A mes oncles et tantes qui n'ont jamais cessé de m'encourager, à toute ma
famille que j'aime énormément

A mes aimables amies Yasmine, Linda, Ibtissem, Farah, Imane, Sara,
Rabea, Noussaiba et mon soutien moral Lamia, Qui m'ont toujours aimée et
encouragée qui ont été toujours à mes côtés. Vous êtes un vrai trésor.

A la personne qui réussit mieux que personne à me rendre si heureuse.

A tous ceux qui compte pour moi

Je dédie ce modeste travail

Kahina

Remerciements

Qu'il nous soit permis de remercier et d'exprimer notre profonde gratitude en premier lieu à Dieu le Tout Puissant pour nous avoir donné la volonté, le courage, et la patience nécessaire afin de mener à bien ce modeste travail.

Nous tenons à remercier tout particulièrement notre promoteur monsieur A. KASSER, pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail, pour sa disponibilité, ses conseils, son aide précieuse, ainsi que pour toutes les suggestions et remarques qu'il a formulé tout au long de ce travail.

Nous remercions également, monsieur M.W.MECHIKEL, pour son aide, son temps et sa contribution précieuse pour ce projet.

Que monsieur K.ABADLI trouve ici nos remerciements pour nous avoir fait l'honneur de présider notre jury. Que les membres du jury monsieur M.LARIBI et monsieur M.L DJEGHLAL, trouvent ici également l'expression de notre profonde gratitude pour avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous sommes sincèrement reconnaissant à tous les enseignants de L'ENP particulièrement ceux du département de Génie des matériaux pour la formation précieuse qu'ils nous ont prodigués.

Nos chaleureux remerciements à toutes les personnes qui ont contribué directement ou indirectement à la réalisation de ce mémoire.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو تطوير مسحوق الفولاذ المقاوم للصدأ 310، عن طريق الطحن الميكانيكي لرقائق التصنيع باستخدام مطحنة كروية كوكبية. ركزت الدراسة التجريبية على فهم تأثير متغيرات الطحن على جودة وخصائص المسحوق الناتج. المتغيرات التي تمت دراستها هي: وقت الطحن، سرعة الطحن، وحجم الشريحة الأولى والنتيجة مرضية لأن هذه الطريقة لا تسمح فقط بإعادة تدوير رقائق الصلب، ولكن أيضاً الحصول على مسحوق بأحجام الجسيمات التي يمكن التحكم فيها بسهولة بواسطة معلمات العملية، بالإضافة إلى شكل جسيمات دقيق جداً مطمعا لأغراض تلبد

الكلمات المفتاحية: ميتالورجيا المساحيق، الطحن الميكانيكي، المسحوق، الطاحونة، الفولاذ المقاوم للصدأ، رقاقة المعالجة، التوصيف

Abstract:

The aim of this work, is to develop a 310 stainless steel powder, by mechanical grinding of machining chips using a planetary ball mill. The experimental study focused on understanding the effect of milling variables on the quality and properties of the resulting powder. The variables studied are: milling time, milling speed, and initial chip size. The result is satisfactory because this method not only allows the recycling of steel chips, but also the production of a powder with particle sizes easily controllable by the process parameters, in addition to a very fine particle size and shapes such as flakes and // . These properties are very well convenient for cold shaping and sintering purposes.

Key words: powder metallurgy; mechanical grinding; stainless steel, machining chip, characterization.

Résumé :

Le but de ce travail, consiste à élaborer une poudre d'acier inoxydable 310, par broyage mécanique des copeaux d'usinage à l'aide d'un broyeur planétaire à billes. L'étude expérimentale a porté sur la compréhension de l'effet des variables de broyage sur les propriétés de la poudre obtenue. Les variables étudiées sont : le temps de broyage, la vitesse de broyage et la taille du copeau initial. Le résultat est satisfaisant, car cette méthode permet non seulement le recyclage des copeaux d'acier, mais aussi l'obtention d'une poudre avec des tailles de particules facilement contrôlables par les paramètres du procédé. En plus d'un mélange de forme de particules en écailles et en flocon très convoitée pour les besoins de mise en forme par compactage à froid et frittage

Mots clés : Métallurgie des poudres, Broyage mécanique, poudre, broyeur, acier inoxydable, copeau d'usinage, caractérisation.

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction générale..... 17

Partie bibliographique

Chapitre 1 : Méthodes d'élaboration des poudres métalliques 20

1.1 Introduction 20

1.2 Les procédés physiques 20

1.2.1 L'atomisation 20

1.2.2 L'électrode tournante 21

1.2.3 Le procédé d'hydrogène dissous 22

1.3 Les procédés chimiques 22

1.3.1 Le procédé de réduction des oxydes 22

1.3.2 Décomposition thermique, Procédé carbonyle..... 23

1.4 Les procédés mécaniques 23

1.4.1 Le procédé Marco-Mesh 23

1.4.2 Le procédé Cold Stream 23

1.5 Procédé électrolytique 24

Chapitre 2 : Le broyage mécanique..... 25

2.1 Introduction 25

2.2 Les principes du broyage 27

2.2.1 Fracture fragile 27

2.2.2 Le broyage des matériaux durs et fragiles..... 28

2.2.3 Le broyage des particules individuelles 30

2.3 Les paramètres de broyage et caractéristiques des poudres 31

2.3.1 La relation de l'énergie 34

2.3.2 Les processus de broyage 35

2.3.3 Mécanisme de broyage 36

2.3.4 L'environnement de broyage 37

2.4	Les différents types de broyeurs	37
2.4.1	Broyeurs planétaires à billes	38
2.4.2	Le broyeur à boulet TUMBLER	39
2.4.3	Broyeurs à Attrition.....	40
2.5	Variables du processus de broyage.....	41
Chapitre 3 : Les aciers inoxydables.....		46
3.1	Introduction	46
3.2	Historique	46
3.3	Les systèmes d'alliage	48
3.4	Influence des éléments d'alliage.....	50
3.4.1	Les éléments alphagènes	51
3.4.2	Les éléments gammagènes.	52
3.5	Principaux constituants des aciers inoxydables.....	53
3.5.1	La matrice.....	53
3.5.2	Les phases interstitielles.....	53
3.5.3	Les phases intermétalliques.....	54
3.6	Classification des aciers inoxydables	54
3.6.1	Les aciers inoxydables ferritiques : (21 nuances)	54
3.6.2	Les aciers inoxydables austénitiques.....	55
3.6.3	Les aciers inoxydables martensitiques : (24 nuances).	55
3.6.4	Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (DUPLEX).....	56
3.6.5	Les aciers inoxydables à durcissement par précipitation	56
3.7	Propriétés des aciers inoxydables austénitiques	56
Chapitre 4 : Transformation martensitique		59
4.1	Introduction	59
4.2	Cristallographie de la transformation martensitique.....	59
4.2.1	Transformation displacive.....	59
4.2.2	Déformation du réseau cristallin (Déformation de Bain).....	60
4.3	Structure du produit martensitique	61
4.4	Morphologie de la martensite	63
4.4.1	La martensite en lattes ("lath martensite" ou "schiebung martensite")	63
4.4.2	Martensite en plaquettes ("plate martensite" ou "umklapp martensite"	64
4.5	Mécanisme de transformation	64

Partie expérimentale

Chapitre 5 : Procédure expérimentale	69
5.1 Introduction	69
5.2 Déroulement des expériences	69
5.3 Présentation du matériau utilisé.....	70
5.4 Préparation métallographique des échantillons	71
5.5 Fabrication des copeaux	73
5.6 Description de l'opération de broyage.....	73
5.7 Techniques de caractérisations	74
5.7.1 Caractérisation structurale.....	74
5.7.2 Caractérisation mécanique	76
5.7.3 Caractérisation de la taille	77
Chapitre 6 : Présentation des résultats	78
6.1 Introduction	78
6.2 Influence du temps de broyage sur la distribution de taille.....	79
6.3 Influence du temps de broyage sur le diamètre moyen des particules	96
6.4 Influence de la vitesse de broyage sur le diamètre moyen des particules	99
6.5 Influence de la taille initiale des copeaux sur la taille moyenne des particules	102
6.6 Influence du temps de broyage sur la fraction fine	105
6.7 Influence de la vitesse de broyage sur la fraction fine	108
6.8 Influence de la taille des copeaux initiaux sur la fraction fine	111
6.9 Evolution de la microdureté	113
6.10 Evolution de la masse en fonction de la vitesse de broyage.....	114
Chapitre 7 : Interprétation et discussions des résultats	116
7.1 Introduction	116
7.2 Influence du temps de broyage sur la distribution de taille.....	116
7.3 Influence des paramètres de broyage sur la taille moyenne des particules de poudre	117
7.4 Evolution de la fraction fine	120
7.5 Influence des variables de broyage sur la morphologie des particules de poudre..	122
7.6 Agglomération pendant le broyage.....	125
7.7 Evolution de la microdureté	126

7.8	La contamination	126
7.9	Transformation des phases durant le broyage	127
	Conclusion générale	131
	Références bibliographiques	134
	Annexe : Influence du temps de broyage sur la distribution de taille, pour les copeaux initiaux de taille moyenne.....	137

Liste des tableaux

Tableau 3-1 Variétés allotropiques du fer et structures correspondantes.....	48
Tableau 4-1 Relation d'orientation	61
Tableau 5-1 : Composition chimique de l'acier 310.....	70
Tableau 5-2 caractéristiques mécanique de l'acier inoxydable austénitique 310 (fiche technique).....	70
Tableau 6-1 : résultats de la caractérisation après un broyage de 30 minutes.....	79
Tableau 6-2: résultats de la caractérisation après un broyage de 1 heure	80
Tableau 6-3 : résultats de la caractérisation après un broyage de 2 heures.....	80
Tableau 6-4 : résultats de la caractérisation après un broyage de 4 heures.....	81
Tableau 6-5 : résultats de la caractérisation après un broyage de 8 heures.....	81
Tableau 6-6 résultats de la caractérisation après un broyage de 30 min.	82
Tableau 6-7 résultats de la caractérisation après un broyage de 1 heure.	83
Tableau 6-8 : résultats de la caractérisation après un broyage de 2 heures.....	83
Tableau 6-9 : résultats de la caractérisation après un broyage de 4 heures.....	84
Tableau 6-10 : résultats de la caractérisation après un broyage de 8 heures.....	84
Tableau 6-11 : résultats de la caractérisation après un broyage de 30 minutes.....	85
Tableau 6-12 : résultats de la caractérisation après un broyage de 1 heure.	86
Tableau 6-13 : résultats de la caractérisation après un broyage de 2 heures.....	86
Tableau 6-14 : résultats de la caractérisation après un broyage de 4 heures.....	87
Tableau 6-15 : résultats de la caractérisation après un broyage de 8 heures.....	87
Tableau 6-16 : résultats de la caractérisation après un broyage de 30 minutes.....	88
Tableau 6-17 : résultats de la caractérisation après un broyage de 1 heure.	89
Tableau 6-18 : résultats de la caractérisation après un broyage de 2 heures.....	89
Tableau 6-19 : résultats de la caractérisation après un broyage de 4 heures.....	89
Tableau 6-20 : résultats de la caractérisation après un broyage de 8 heures.....	90
Tableau 6-21 : résultats de la caractérisation après un broyage de 30 minutes.....	91
Tableau 6-22 : résultats de la caractérisation après un broyage de 1 heure.	91
Tableau 6-23 : résultats de la caractérisation après un broyage de 2 heures.....	91
Tableau 6-24 : résultats de la caractérisation après un broyage de 4 heures.....	92
Tableau 6-25 : résultats de la caractérisation après un broyage de 8 heures.....	92

Tableau 6-26 : résultats de la caractérisation après un broyage de 30 minutes.....	93
Tableau 6-27 : résultats de la caractérisation après un broyage de 1 heures.....	94
Tableau 6-28 : résultats de la caractérisation après un broyage de 2 heures.....	94
Tableau 6-29 : résultats de la caractérisation après un broyage de 4 heures.....	94
Tableau 6-30 : résultats de la caractérisation après un broyage de 8 heures.....	95
Tableau 6-31 : Influence du temps de broyage sur le diamètre moyen des particules de poudre obtenues par broyage des copeaux fins, moyens et grossiers (V=250 trs/min)	96
Tableau 6-32 : Influence du temps de broyage sur le diamètre moyen des particules de poudre obtenues par broyage des copeaux fins, moyens et grossiers (V=270 trs/min)	97
Tableau 6-33 : Influence du temps de broyage sur le diamètre moyen des particules de poudre obtenues par broyage des copeaux fins, moyens et grossiers (V=290 trs/min)	98
Tableau 6-34 : Influence de la vitesse de broyage sur le diamètre moyen des particules de poudre obtenues par broyage des copeaux fins ($\Phi=315$)	99
Tableau 6-35 : Influence de la vitesse de broyage sur le diamètre moyen des particules de poudre obtenues par broyage des copeaux moyens ($\Phi=630$).....	100
Tableau 6-36 : Influence de la vitesse de broyage sur le diamètre moyen des particules de poudre obtenues par broyage des copeaux grossiers ($\Phi=1600\mu\text{m}$).....	101
Tableau 6-37 : Influence de la taille initiale des copeaux sur la taille moyenne des particules (V=250 trs/min).....	102
Tableau 6-38 : Influence de la taille initiale des copeaux sur la taille moyenne des particules (V=270 trs/min).....	103
Tableau 6-39 : Influence de la taille initiale des copeaux sur la taille moyenne des particules (V= 290trs/min).....	104
Tableau 6-40 : influence du temps de broyage sur la fraction fine (V =250 trs/min)	105
Tableau 6-41 : influence du temps de broyage sur la fraction fine (V =270 trs/min)	106
Tableau 6-42 : influence du temps de broyage sur la fraction fine (V =290 trs/min)	107
Tableau 6-43 : influence de la vitesse sur la fraction fine des copeaux fins	108
Tableau 6-44 : influence de la vitesse sur la fraction fine des copeaux moyens.....	109
Tableau 6-45 : influence de la vitesse sur la fraction fine des copeaux grossiers	110
Tableau 6-46 : influence de la taille initiale des copeaux sur la fraction fine pour V=250trs/min.	111
Tableau 6-47 : influence de la taille initiale des copeaux sur la fraction fine pour V=270trs/min	112

Tableau 6-48: influence de la taille initiale des copeaux sur la fraction fine pour V=290trs/min	113
Tableau 6-49 influence du temps de broyage sur la microdureté pour les copeaux grossiers avec V= 250trs/min	114
Tableau 6-50 évolution de la masse des poudres broyés pour les tailles de copeaux initiale ; 315, 630, 1600 µm, pour les vitesses de broyages ; 250, 270, 290 trs/min après 8h de broyage.	114

Liste des figures

<i>Figure 1-1 Vue schématique d'un atomiseur [2].....</i>	<i>21</i>
<i>Figure 1-2 Le procédé de l'électrode tournante. [4]</i>	<i>21</i>
<i>Figure 1-3 Pulvérisateur sous vide. [2]</i>	<i>22</i>
<i>Figure 2-1 Effets de l'impact sur les matériaux fragiles (a) et ductiles (b).</i>	<i>30</i>
<i>Figure 2-2 Effet du temps de broyage sur le changement de forme des particules sphériques d'un alliage de Ti-6Al-4V [8].....</i>	<i>31</i>
<i>Figure 2-3 Evolution, en fonction du temps de broyage, de la taille des domaines diffractant (déterminée par diffraction de rayons X), assimilée à la taille moyenne des grains de poudre d'aluminium, de nickel ou de palladium purs, broyés dans un agitateur SPEX à l'ambiante [9]</i>	<i>32</i>
<i>Figure 2-4 Evolution, en fonction du temps de broyage (exprimé en S.103), de la dureté Vickers du fer pur broyé dans un broyeur planétaire à température ambiante dans des conditions non précisées. Le point correspondant à la dureté la plus élevée a été mesuré après 100 h de broyage. Les lignes tirets permettent de comparer avec la dureté Vickers d'une feuille de fer pur non laminée (ligne tirée la plus basse) ou laminée à froid à 98% (ligne tirée la plus haute) [9]......</i>	<i>34</i>
<i>Figure 2-5 courbe de distribution de tailles étroite, à cause de la tendance des petites particules à se souder et des grosses à se fracturer [19].....</i>	<i>37</i>
<i>Figure 2-6 (a) Station de broyeur à billes de type Fritsch Pulverisette P-5/4. (b) Schéma montrant le mouvement des billes à l'intérieur du broyeur.....</i>	<i>39</i>
<i>Figure 2-7 Le broyeur Tumbler utilisé pour la production des poudres de métaux [19]</i>	<i>39</i>
<i>Figure 2-8 (a) Attriteur modèle I-S. (b) Arrangement des bras tournants sur un axe dans le broyeur à attrition.</i>	<i>41</i>
<i>Figure 3-1 Diagramme d'équilibre binaire Fer-Chrome d'après Bain et Abora.....</i>	<i>49</i>
<i>Figure 3-2 (a) Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-C à trois dimensions (schématiques) ; (b) Projection sur le plan température/teneur en Chrome des coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en Carbone [26].</i>	<i>49</i>

<i>Figure 3-3 Influence du nickel sur l'extension de la boucle γ des alliages ternaires Fe-Cr-Ni [22]</i>	50
<i>Figure 3-4 Diagramme Fer-Chrome – Influence de l'addition d'éléments gammagènes. [20]</i>	50
<i>Figure 4-1 Les trois étapes de la déformation de transformation</i>	60
<i>Figure 4-2 Influence de la teneur en carbone sur les paramètres de la maille quadratique....</i>	62
<i>Figure 4-3 mailles CFC de l'austénite et QC de la martensite α'</i>	62
<i>Figure 4-4 Illustration schématique de la variation de la contrainte critique avec la température. Reproduction du schéma d'Olson et Cohen [OC72]</i>	66
<i>Figure 5-1 micrographie de l'acier inoxydable austénitique 310 à l'état de réception</i> G = $\times 500$	71
<i>Figure 5-2 Dispositif d'attaque électrolytique</i>	73
<i>Figure 5-3 PULVERISETTE 5/4</i>	74
<i>Figure 5-4 (a) Dispositif pratique. (b) Diffraction d'une onde incidente par une famille de plans atomiques d'un cristal.</i>	76
<i>Figure 6-1 distribution de la taille de poudre après le broyage des copeaux fins</i>	82
<i>Figure 6-2 : distribution de la taille de poudre après le broyage des copeaux fins. $\Phi_c=315 \mu\text{m}, V=270 \text{ trs/min}$</i>	85
<i>Figure 6-3 la distribution de la taille de poudre après le broyage des copeaux fins. ($\Phi_c=315 \mu\text{m}, V=290 \text{ trs/min}$)</i>	88
<i>Figure 6-4: distribution de la taille de poudre après le broyage des copeaux grossière. ($\Phi_c=1600 \mu\text{m}, V=250 \text{ trs/min}$)</i>	90
<i>Figure 6-5 : distribution de la taille de poudre après le broyage des copeaux grossiers. ($\Phi_c=1600 \mu\text{m}, V=270 \text{ trs/min}$)</i>	93
<i>Figure 6-6: distribution de la taille de poudre après le broyage des copeaux grossiers. ($\Phi_c=1600 \mu\text{m}, V=290 \text{ trs/min}$)</i>	95
<i>Figure 6-7: Influence du temps de broyage sur le diamètre moyen des particules ($V=250 \text{ trs/min}$)</i>	96
<i>Figure 6-8 : Influence du temps de broyage sur le diamètre moyen des particules ($V=270 \text{ trs/min}$)</i>	97
<i>Figure 6-9 : Influence du temps de broyage sur le diamètre moyen des particules ($V=290 \text{ trs/min}$)</i>	98
<i>Figure 6-10 : influence de la vitesse de broyage sur le diamètre moyen des particules ($\Phi=315 \mu\text{m}$)</i>	99

<i>Figure 6-11: influence de la vitesse de broyage sur le diamètre moyen des particules ($\Phi=630\mu\text{m}$).....</i>	100
<i>Figure 6-12 : influence de la vitesse de broyage sur le diamètre moyen des particules ($\Phi=1600\mu\text{m}$).....</i>	101
<i>Figure 6-13: Influence de la taille initiale des copeaux sur la taille moyenne des particules (V=250 trs/min).....</i>	102
<i>Figure 6-14 : Influence de la taille initiale des copeaux sur la taille moyenne des particules (V=270 trs/min).....</i>	103
<i>Figure 6-15 : Influence de la taille initiale des copeaux sur la taille moyenne des particules (V=290 trs/min).....</i>	104
<i>Figure 6-16 : influence du temps de broyage sur la fraction fine (V =250 trs/min)</i>	105
<i>Figure 6-17 : influence du temps de broyage sur la fraction fine (V =270 trs/min)</i>	106
<i>Figure 6-18 : influence du temps de broyage sur la fraction fine (V =290 trs/min)</i>	107
<i>Figure 6-19 : influence de la vitesse sur la fraction fine ($\Phi=315\mu\text{m}$)</i>	108
<i>Figure 6-20 : influence de la vitesse sur la fraction fine ($\Phi=630\mu\text{m}$)</i>	109
<i>Figure 6-21 : influence de la vitesse sur la fraction fine ($\Phi=1600\mu\text{m}$)</i>	110
<i>Figure 6-22 influence de la taille initiale des copeaux sur la fraction fine (V=250 trs/min)</i>	111
<i>Figure 6-23 : influence de la taille initiale des copeaux sur la fraction fine (V=270 trs/min)</i>	112
<i>Figure 6-24 : influence de la taille initiale des copeaux sur la fraction fine (V=290 trs/min)</i>	113
<i>Figure 6-25 : évolution de la microdureté en fonction du temps de broyage pour les copeaux grossiers, et une vitesse de 250trs/min.....</i>	114
<i>Figure 6-26 : évolution de la masse de poudre en fonction de la vitesse après 8h de broyage.</i>	115
<i>Figure 7-1 Micrographies montrant la forme et la taille des particules obtenues à partir des différentes gammes des copeaux après 8 heures de broyage, (a) copeau grossier, (b) copeau moyen, (c) copeau fin.....</i>	120
<i>Figure 7-2 les copeaux initiaux dans la jarre du broyeur avant le broyage.</i>	122
<i>Figure 7-3 Photomicrographie optique, montrant l'évolution morphologique des particules de poudre vers une forme prismatique $G=\times 7$</i>	123
<i>Figure 7-4 Photomicrographie optique montrant une forme sphérique évoluée des particules de poudre. $G= \times 7$.....</i>	124

<i>Figure 7-5 Photomicrographie optique montrant la forme d'écaille ou de flocon des particules fines obtenues dans la dernière étape de broyage $G = \times 13$</i>	125
<i>Figure 7-6 photomicrographie optique montrant l'agglomération et le détachement de matière.</i>	125
<i>Figure 7-7 diffractogramme d'un échantillon de poudre broyée de taille initiale $\Phi = 1600\mu\text{m}$, $V = 250$ trs/min, 30min de temps.</i>	129
<i>Figure 7-8 diffractogramme d'un échantillon de poudre broyée, de taille initiale $\Phi = 1600\mu\text{m}$, $V = 250$ trs/min, 4h de broyage.</i>	129
<i>Figure 7-9 diffractogramme d'un échantillon de poudre broyée de taille initiale $\Phi = 1600\mu\text{m}$, $V = 250$ trs/min, 8h de temps.</i>	129
<i>Figure 7-10 diffractogramme d'un échantillon de poudre broyée de taille initiale $\Phi = 1600\mu\text{m}$, $V = 270$ trs/min, 8h de temps.</i>	130
<i>Figure 7-11 diffractogramme d'un échantillon de poudre broyée de taille initiale $\Phi = 1600\mu\text{m}$, $V = 290$ trs/min, 8h de temps.</i>	130

Introduction générale

La métallurgie des poudres est un ensemble de techniques de mise en forme des pièces métalliques en utilisant une matière première sous forme pulvérulente. Ces procédés diffèrent de la plupart des techniques métallurgiques classiques, en ce qu'elle n'implique jamais la fusion totale du matériau mis en œuvre. C'est une discipline importante qui entre en concurrence avec les procédés usuels de mise en forme tels que la fonderie, le forgeage et l'usinage en remplaçant un cycle complexe d'élaboration par une gamme simple comportant peu d'étapes et sans perte notable de matière.

Les procédés de fabrication des pièces à partir des poudres sont aussi anciens que l'art des potiers et des céramistes. Cependant, ce qui n'était que techniques ancestrales purement empiriques s'est transformé en une discipline scientifique dans les années 1930, dès qu'on a commencé à comprendre les phénomènes observés. Cette compréhension est d'autant plus nécessaire que les techniques relevant de la métallurgie des poudres présentent un grand intérêt pour certaines fabrications industrielles. Ils permettent d'obtenir, avec un minimum d'étapes, des produits finis avec un coût de production réduit ou des propriétés spécifiques ne pouvant pas être obtenues par d'autres procédés.

L'élaboration de produits par métallurgie des poudres comprend trois opérations essentielles: la fabrication des poudres, la compression et le frittage. La poudre est produite par l'un des procédés de fabrication des poudres métalliques. Ensuite elle est mise en forme à froid dans un moule ayant la forme de la pièce finale. Finalement, le comprimé obtenu est rendu mécaniquement résistant par frittage. 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 et sous atmosphère adaptée afin d'éviter les réactions d'oxydation ou de décarburation. Il est important que la poudre utilisée, doit satisfaire certaines exigences comme la granulométrie (taille, forme) la pureté, la compressibilité et la coulabilité notamment. La qualité et les propriétés du produit final dépendent de ces exigences.

Parmi les domaines d'application de la métallurgie des poudres, on cite ; l'automobile, la mécanique, l'horlogerie, l'aérospatiale et l'industrie électrique.

Cette technologie est appropriée soit pour la fabrication relativement économique et en grande série de pièces à la forme voulue qui nécessitent peu ou pas de finition ; ou bien pour élaborer des matériaux métalliques à haut point de fusion (tungstène, molybdène...) très difficiles à obtenir par les procédés traditionnels.

L'élaboration des poudres métalliques occupe une place importante dans la métallurgie des poudres. L'objectif est d'améliorer les caractéristiques de ces poudres comme la forme, la taille, la distribution de taille, la composition chimique, ...etc. Pour cela, On s'intéresse dans notre projet à l'étude des caractéristiques physiques, mécaniques, et chimiques d'une poudre d'acier inoxydable 310, élaborée par broyage mécanique à l'aide d'un broyeur planétaire à billes. Le programme de fabrication de cette poudre est basé sur l'utilisation des copeaux d'usinage comme matière première, récupérés suite à des opérations de tournage sur un lingot cylindrique. Durant ce travail, les principales variables de broyage étudiées sont : le temps de broyage, la vitesse de broyage, et la taille du copeau initial.

Ce mémoire est une partie d'un travail de doctorat de monsieur M.W. Mechikel qui, à l'aide des résultats et interprétations faites dans notre projet dans le but de trouver les paramètres optimaux pour produire le plus de poudre fines possibles, va ensuite dopées ces particules fines et re-broyées, puis mettre en forme par compactage puis frittage dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques de cet acier.

Ce mémoire est structuré en deux grandes parties principales :

- La partie bibliographique de ce travail présente au chapitre I, un aperçu théorique sur les différentes techniques d'élaboration des poudres métalliques. Ensuite il traite au chapitre II la théorie de broyage et les équipements utilisé pour cette opération. Au chapitre III, on parlera de l'acier inoxydable, et pour finir le chapitre IV est consacré à la transformation martensitique.
- La partie expérimentale est constituée de trois chapitres. Le premier traite du déroulement des expériences menées. Dans le deuxième, on présentera les résultats obtenus, pour les interpréter au troisième chapitre.

Le mémoire se termine par une conclusion générale ainsi qu'une liste des références bibliographiques utilisées.

Partie bibliographique

Chapitre 1 : Méthodes d'élaboration des poudres métalliques

1.1 Introduction

La production des poudres métalliques constitue la première étape des processus de la métallurgie des poudres. Ils existent différents procédés de fabrication des poudres métalliques, ces derniers doivent permettre d'obtenir, à des prix acceptables, des quantités importantes de poudres, des métaux et alliages exigés par les utilisateurs. Leurs caractéristiques physiques et chimiques doivent répondre à des spécifications précises. [1]

Les méthodes de fabrication des poudres peuvent se classer en quatre groupes essentiels:

- Procédé physique
- Procédé chimique
- Procédé mécanique
- Procédé électrolytique

1.2 Les procédés physiques

1.2.1 L'atomisation

C'est l'une des méthodes les plus récentes dans l'histoire de la MDP. Elle consiste à pulvériser un jet vertical de métal liquide par un courant violent d'eau ou de gaz sous pression, et peut être appliqué à la plupart des métaux et alliages de point de fusion inférieur à 1600°C [1]. La poudre métallique ainsi produite est récoltée au fond de la chambre d'atomisation. La taille et la forme des particules de poudre ainsi que leur structure, dépendent de la nature du fluide atomiseur utilisé, des paramètres d'atomisation et du métal atomisé. L'atomiseur avec ses principaux détails, est présenté dans la figure 1.1 ci-dessous :

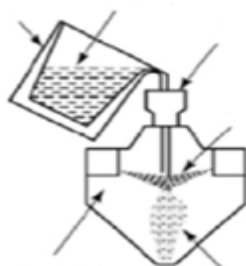


Figure 1-1 Vue schématique d'un atomiseur [2]

1.2.2 L'électrode tournante

C'est un procédé qui consiste principalement, à faire tourner une barre cylindrique de nuance connue à une vitesse de l'ordre de 2000 tr/s, comme le montre la figure 1.2 ci-dessous. La barre est chauffée par un arc électrique, plasma ou par bombardements électroniques. Le métal fondu est projeté en l'air sous forme de fines gouttelettes, par l'action des forces centrifuges. Des vitesses de refroidissement de l'ordre de 10^3 °C/s, sont atteintes, lorsque les particules de poudre sont refroidies dans l'espace. Après solidification, les particules de poudre sont collectées au fond d'une chambre dont l'atmosphère est contrôlée. Les poudres produites ont une forme sphérique avec une surface lisse. Elles ne présentent aucun défaut de surface ni porosité. [4]

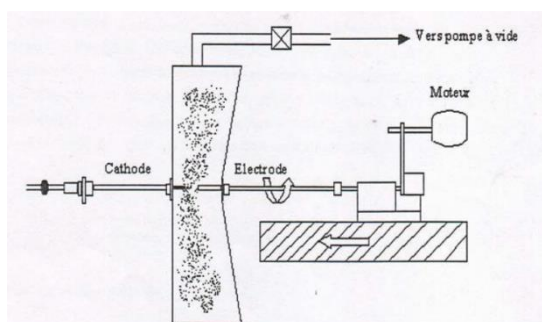


Figure 1-2 Le procédé de l'électrode tournante. [4]

1.2.3 Le procédé d'hydrogène dissous

Ce procédé consiste, à dissoudre une quantité d'hydrogène dans le métal liquide, puis verser ce métal liquide dans une chambre sous vide (figure 1.3). Grâce au vide ambiant dans la chambre d'atomisation, le métal liquide explose par précipitation de l'hydrogène dissous. L'explosion du métal désintègre le métal liquide en fines gouttelettes, qui se solidifient rapidement dans l'atmosphère neutre de la chambre. La taille des particules ne peut être contrôlée par ce procédé. Par contre, la forme des particules est, soit sphérique ou sous forme de flocons, ces caractéristiques dépendent de la taille de la chambre sous vide. [2]

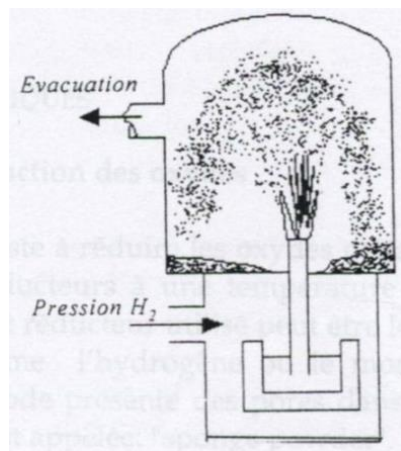


Figure 1-3 Pulvérisateur sous vide. [2]

1.3 Les procédés chimiques

1.3.1 Le procédé de réduction des oxydes

Ce procédé consiste, à réduire les oxydes métalliques (à l'état de minerai enrichi) en utilisant des agents réducteurs à une température légèrement inférieure à celle de fusion du métal. L'agent réducteur utilisé peut être le coke sous forme de poudre, ou un gaz réducteur comme l'hydrogène ou le monoxyde de carbone. La poudre obtenue par cette méthode est de forme irrégulière avec des pores dans les particules. [2]

1.3.2 Décomposition thermique, Procédé carbonyle

La décomposition thermique de composés comme les carbonyles de métaux de transition (Fe, Ni, Co, W, Mo, etc.), a été appliquée industriellement au fer et au nickel. Ces carbonyles, liquides à bas point d'ébullition [43 °C pour Ni(CO)₄ et 107 °C pour Fe(CO)₅], se forment en faisant passer de l'oxyde de carbone sous pression (200 bar) entre 150 et 250 °C sur le métal, même impur. La décomposition du carbonyle, à la pression atmosphérique entre 200 et 300°C, fournit une poudre sphéroïdale extrêmement pure dont la taille varie entre 1 et 50µm. [1]

1.4 Les procédés mécaniques

Ces procédés sont essentiellement basés sur le choc dont font partie les nombreux procédés de broyage [3]. Parmi les techniques de broyage, on peut citer :

1.4.1 Le procédé Marco-Mesh

General Motors a développé aux États-Unis un procédé de broyage de copeaux d'usinage d'acier ou de fonte malléable. L'utilisation de broyeurs à marteaux permet d'obtenir des poudres assez grossières (0,2 à 0,7 mm). Elles peuvent servir à faire des pièces de grandes dimensions, soit par compactage à froid et frittage, soit par mise en forme et frittage simultanés (forgeage à chaud des poudres). [1]

1.4.2 Le procédé Cold Stream

Dans ce procédé, le matériau à pulvériser est entraîné par un jet de gaz et projeté à grande vitesse sur une cible fixe. La poudre obtenue est tamisée et les particules grossières sont réintroduites dans l'enceinte pour subir un nouvel impact sur la cible. La détente adiabatique des gaz à la sortie de la buse créant un effet de refroidissement très important participe à la fragilisation des particules. Le procédé opère à une température nettement inférieure à celle ambiante [3]. Ce procédé, est utilisé pour pulvériser des matériaux durs, abrasifs et coûteux comme le carbure de tungstène, les alliages de tungstène, le molybdène, le Béryllium...etc. [3]

1.5 Procédé électrolytique

L'électrolyse de solutions aqueuses des sels métalliques avec anode soluble ou non soluble est utilisée pour la production de plusieurs poudres métalliques de très haute pureté. Telles que : Fe, Cu, Sn, Cr, Mn...etc. Il existe deux méthodes pour l'électrodéposition.

1. La déposition directe, soit en poudre de faible adhérence inter-particules, donnant un dépôt spongieux qui est facile à broyer en particules fines. Les poudres de cuivre, d'or, d'argent et de zinc sont facilement produites par ce procédé.

2. La déposition d'un amas dense en couche fragile de métal qui peut être réduit en poudre par broyage mécanique. Les poudres de fer et de manganèse sont produites de cette façon.

La qualité et la quantité du dépôt électrolytique obtenu dépendent des conditions d'électrolyse comme : la composition chimique et la concentration de l'électrolyte, la température du bain, l'agitation de l'électrolyse et la densité du courant électrique appliquée. Des substances colloïdales qui servent de germes, pour une précipitation plus rapide des cristallites, sont fréquemment ajoutées au bain liquide. [5]

Les poudres électrolytiques se présentent souvent sous forme de grains à structure dendritique. Leur densité apparente est faible, et leur coulabilité est médiocre. Elles s'agglomèrent facilement par imbrication de leurs rameaux dendritiques.

Le plus souvent, ces poudres sont broyées, recuites à moyennes températures puis tamisées pour donner la granulométrie désirée, et en même temps pour les rendre plus dense, plus plastique et par conséquent plus compressible si elles sont destinées pour le compactage. [2]

Chapitre 2 : Le broyage mécanique

2.1 Introduction

Le broyage mécanique a une importance primordiale que ce soit industrielle et économique dans l'industrie de la métallurgie des poudres. C'est aussi la méthode la plus employée dans la production des poudres à partir des métaux durs et des oxydes.

La pulvérisation mécanique est limitée aux métaux relativement durs et fragiles, comme le tungstène et ses alliages. Quelques métaux réactifs, comme le béryllium et les hydrures des métaux sont employés pour la production des flocons de métaux et les matériaux chimiquement fragilisés.

Le broyage des gâteaux spongieux obtenus, par la réduction des oxydes, ainsi que les agglomérés d'origine électrolytique, est le processus le plus commun du broyage. Dans ce but, des broyeurs divers sont employés pour transformer des particules grossières en particules fines.

Les objectifs du broyage incluent :

- La réduction de taille des particules.
- Le changement de forme par la déformation et l'écaillage.
- L'agglomération à l'état solide (alliage mécanique).
- L'élaboration d'alliages métalliques après le mélange d'éléments divers.
- La modification de certaines propriétés physiques et mécaniques, telles que la densité, la coulabilité, la dureté... etc.
- Le mélange de deux ou plusieurs matériaux en phases mixées.
- Le mélange à l'état solide (alliage incomplet).

Dans la plus part des cas, l'objectif du broyage est la réduction de la taille des particules.

L'opération de broyage implique souvent le déroulement simultané des opérations suivantes : la déformation plastique, la fracture et l'agglomération par soudage à froid des particules. Cette méthode peut aussi produire des transformations polymorphes impliquant la

Chapitre 2 Le broyage mécanique

formation de plusieurs formes de particules en même temps, comme c'est le cas pour les oxydes de plomb, et les aciers inoxydables.

L'effet spécifique qu'a le broyage sur les poudres dépend de leurs propriétés physiques et chimiques, de l'environnement (liquide, gazeux ou vide) dans lequel les opérations sont effectuées et les conditions 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 (si elles sont connues), les caractéristiques de la poudre et les propriétés physiques et mécaniques du matériau

Durant le broyage, quatre types d'effort agissent sur le matériau : la percussion, l'attrition, le cisaillement et la compression.

1. La percussion est l'écrasement instantané d'un objet par un autre. Les deux objets peuvent être en mouvements opposés, ou que l'un soit mobile et l'autre fixe.
2. L'attrition est la production des débris d'usure ou de particules par l'action de frottement de deux corps l'un sur l'autre. Ce type d'effort de broyage est préférentiel dans le cas du broyage des matériaux friables qui montrent une abrasivité minimale.
3. Le cisaillement contribue, à fracturer par cassure, les grosses particules en de petits morceaux individuels avec un minimum de finesse.
4. Finalement, la compression qui est l'application lente des forces de compression sur un corps, est souvent associée à l'action des mâchoires du broyeur sur la matière et, au concassage de grands agglomérés de matériaux non ductiles

La conception et l'amélioration des processus de broyage 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. La fracture se produit dans des matériaux durs et fragiles. Cela s'accompagne souvent avec une agglomération par soudage à froid et une déformation plastique minimale des particules. La déformation, la fracture et le soudage à froid, résultent de l'action de pulvérisation ou de mélange des matériaux hétérogènes, et se produisent à des degrés différents sur les matériaux durs ou ductiles.

2.2 Les principes du broyage

2.2.1 Fracture fragile

La théorie énoncée par GRIFFITH [6] assume que, tous matériau fragile contient des fissures bien dispersées, qui engendrent sa fracture. La contrainte σ_c à laquelle la fissure se propage dépend de sa taille. La forme générale de l'équation de la fracture, pour les modes de chargement qui mènent à des fissures catastrophiques est : [6]

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

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 (exemple : pour une fissure en fente sur une feuille infinie $A = \sqrt{2/\pi}$)
- c : Taille de la fissure.
- E : Module d'élasticité.
- μ : Coefficient de Poisson.
- γ : 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, γ est prise entre 103 et 104 erg/cm². La contrainte σ pour la fracture d'une particule peut être représentée par :

$$\sigma = \sqrt{2Er/L}$$

Où :

- L : Longueur de la fissure.
- r : Rayon de la fissure à la pointe de la propagation.

Chapitre 2 Le broyage mécanique

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 de défauts (faciaux, en volume ou en arête) ont été découverts par Gilvarry [7], en respectant la position dans la surface ou à l'intérieur des particules individuelles. La fracture initiale en surface des particules, commence généralement par un écoulement en surface sur la particule originale. Cependant, l'insuffisance de défauts en surface explique le grand nombre de fragments formés dans les fractures fragiles. Lorsque les défauts internes sont activés, 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. De même, les arêtes formées par l'intersection des fractures en surface contiennent des défauts linéairement distribués le long de cette arête, lesquelles en activation, génèrent de nouvelles fractures.

D'après Gilvarry [7], 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 défauts activés sont distribués aléatoirement, indépendamment d'une quelconque contrainte produisant des fractures. Plus spécifiquement, la position d'un défaut à l'intérieur d'un domaine est indépendante de la position des autres défauts. Les fractures sont initiées par un système de contraintes extérieures qui sont dégagées avec la propagation des premiers défauts faciaux. Après la fracture initiale, les défauts sont activés par les ondes de contraintes qui sont générées par l'application et le retrait des contraintes externes. Selon Gilvarry, l'exposition des défauts 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 requise 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 [7]. En ce point, la fracture s'arrête.

2.2.2 Le broyage 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

Chapitre 2 Le broyage mécanique

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 individuelle soit sous état de 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 approchent leur limite de finesse pendant que le broyage continue et l'énergie maximale est dépensée.

Les facteurs majeurs qui contribuent à un broyage limite sont [7] :

- 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.
- Le dégagement excessif 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.
- Le pontage de grosses particules pour la protection des plus petites dans le micro-lit.
- 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, quand 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 [8].

2.2.3 Le broyage des particules individuelles

Les poudres sont caractérisées selon les tailles des particules, la distribution de tailles, la forme de, ainsi que l'état de surface de ces particules. Ces caractéristiques déterminent la coulabilité, la densité apparente, la friabilité, la compressibilité, et les propriétés des produits frittés. La figure 2.1 montre certaine de ces propriétés.

Les caractéristiques des particules déterminent la manière dont elles 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 2.1 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 métaux ductiles poudres des métaux ductiles atomisés. Dans ces conditions, beaucoup d'impacts de particules individuelles peuvent avoir lieu. Le principe de ce broyage est montré dans la figure 2.1 ci-dessous. Avec les céramiques et les métaux durs, de grosses particules fragiles sont rapidement réduites en une poudre fine et ultra-fine (figure 2.1.a).

Durant le broyage des métaux ductiles (figure.1.1.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.



Figure 2-1 Effets de l'impact sur les matériaux fragiles (a) et ductiles (b).

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 comme le montre la figure 2.2.

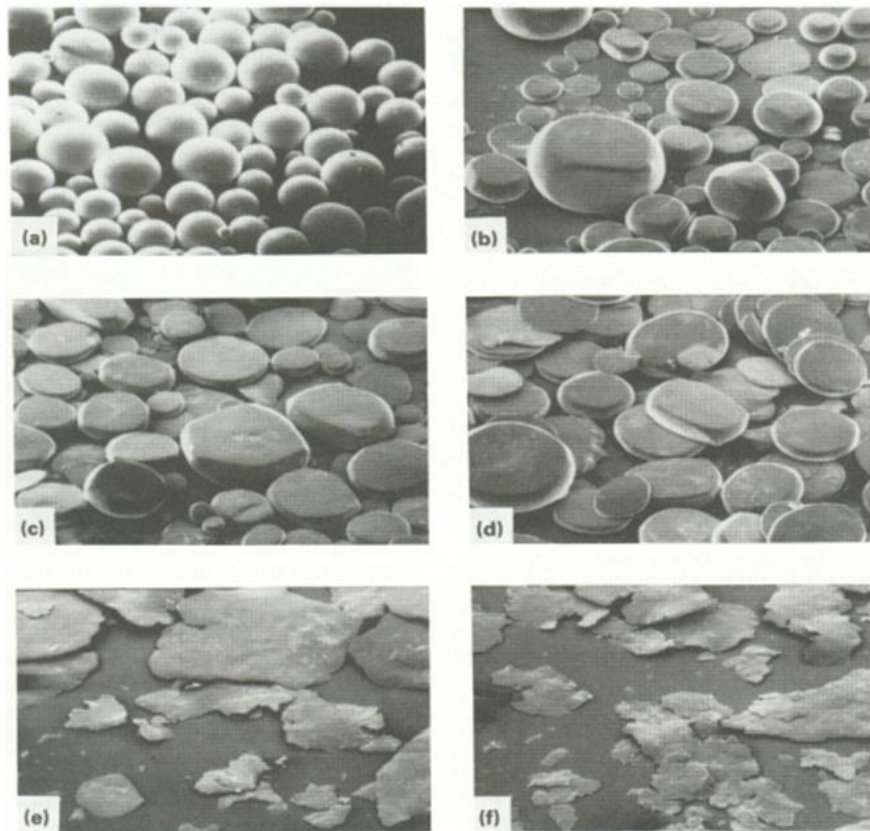


Figure 2-2 Effet du temps de broyage sur le changement de forme des particules sphériques d'un alliage de Ti-6Al-4V [8]

2.3 Les paramètres de broyage et caractéristiques des poudres

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.

Les forces d'impact sont désirables pour les processus de déformation des poudres métalliques. La figure 2.3 montre le changement de largeur du flocon de poudre d'aluminium,

Chapitre 2 Le broyage mécanique

de nickel et de palladium purs, broyés dans un agitateur SPEX à l'ambiante, en fonction du temps de broyage. L'attrition est la plus effective des forces, lors du broyage fin des matériaux, à la fois durs et ductiles, et des alliages mécaniques. Pour la plupart des broyeurs à boulets, les particules sont soumises à la fois à l'attrition et à l'impact. Lorsque les forces sont hautement énergétiques, on peut avoir des soudures froides entre les particules de poudre et les parois de la chambre du broyeur. La force d'impact est directement proportionnelle à la masse du milieu broyant. Par conséquent, le nombre de processus et de forces qui agissent sur les particules est une fonction directe du diamètre effectif et de la masse des corps broyants.

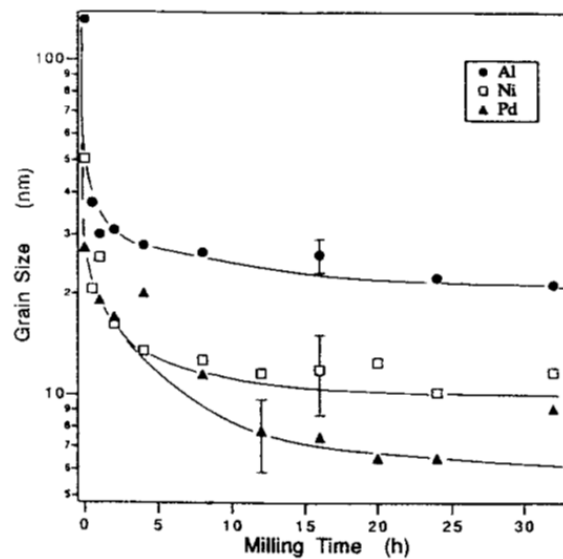


Figure 2-3 Evolution, en fonction du temps de broyage, de la taille des domaines diffractant (déterminée par diffraction de rayons X), assimilée à la taille moyenne des grains de poudre d'aluminium, de nickel ou de palladium purs, broyés dans un agitateur SPEX à l'ambiante [9]

Les valeurs réelles des forces de collision, diffèrent largement des valeurs théoriques à cause du mouvement complexe du milieu et la variation de vitesse, de la longueur du chemin et des trajectoires des corps individuels de broyage. La viscosité du fluide influe aussi sur le taux de collision, dans le cas d'un broyage humide.

Généralement, la taille et la densité du milieu broyant sont déterminées par la déformation, et la résistance à la fracture est uniquement un critère de sélection. Les milieux broyant, gros et dense, sont utilisés pour des particules plus grosses et plus robustes, alors que les milieux de diamètres plus petits sont utilisés pour le broyage fin. Par exemple, les baguettes de céramique ayant un diamètre de 16mm et une densité de 3.9g/cm³, peuvent être utilisées

Chapitre 2 Le broyage mécanique

pour réduire la grosseur des flocons minces des métaux vers des flocons très fins. Les éléments de broyage, de petite taille ne peuvent effectivement être utilisés dans le broyage conventionnel à boulets à cause de la faiblesse de leur force d'impact. Pour le broyage fin des matériaux durs, des milieux broyants en carbures de tungstène sont recommandés.

Souvent, un compromis doit être pris pour la sélection de la taille des boulets et le matériau broyé. Bien que les boulets en carbures de tungstène soient économiques, pour un broyage expérimental à petite échelle, ou pour broyer des matériaux chers, le coût peut être prohibitif pour quelques opérations de broyage à grande échelle. Certains milieux, comme les boulets en acier inoxydable, ne peuvent pas être disponibles en grande quantité pour certaines tailles. Alors, les conditions optimales du broyage ne peuvent pas être satisfaites dans tous les cas.

La surface et la taille des particules des matériaux non métalliques broyés, changent continuellement. La surface spécifique du produit broyé augmente lorsque la taille des particules diminue. Cependant, avec les métaux, deux facteurs additionnels doivent être pris en considération en addition à la pulvérisation. Les particules du métal peuvent s'agglomérer par soudure à froid durant l'impact. Ainsi, il y aura une réduction de la surface spécifique de la poudre métallique et un changement de forme, à cause de la ductilité et l'aptitude à la déformation et à la soudure à froid. Ainsi, selon le processus dominant durant l'opération de broyage (fracture, soudure, ou micro forgeage) la particule peut :

- Devenir plus petite durant la fracture,
- Augmenter de taille grâce à l'agglomération par soudure,
- Changer d'une forme équiaxiale sphérique, à une forme de disque ou de flocon, par un micro forgeage.

Pour les métaux, le changement dans les mesures de la surface et de la taille des particules ne fournit pas un critère significatif, pour comparer les effets du changement dans les paramètres du processus, la dominance des processus et les équipements de broyage. Un critère plus utilisé pour déterminer le processus de broyage est celui qui reflète les changements structuraux et physiques qui se produisent dans le métal et qui est sensible aux changements des paramètres des processus. La mesure de la micro dureté des particules individuelles, assez larges pour contenir l'empreinte de la plus petite pyramide de dureté à tête en diamant, donne une mesure convenable de l'effet du broyage sur les poudres métalliques. Parce que la dureté

Chapitre 2 Le broyage mécanique

est la mesure d'un travail à froid et des défauts internes produits par la déformation, elle renseigne mieux, sur les efforts subis par les particules durant le broyage. Comme le montre la figure 2.4, la mesure de la dureté est significative jusqu'à un temps de broyage approprié à un maximum de travail à froid produit.

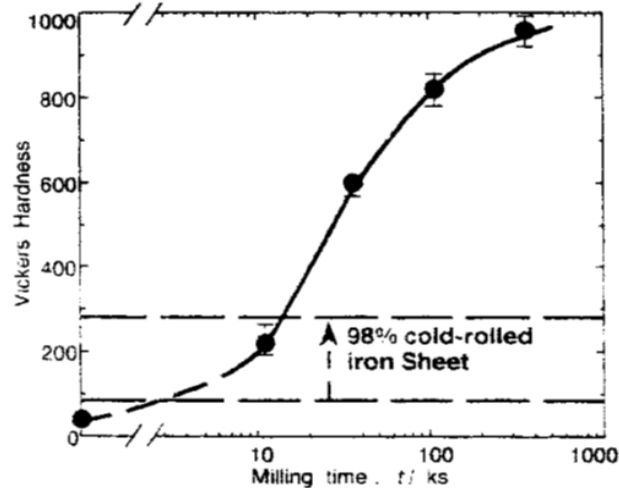


Figure 2-4 Evolution, en fonction du temps de broyage (exprimé en S.103), de la dureté Vickers du fer pur broyé dans un broyeur planétaire à température ambiante dans des conditions non précisées. Le point correspondant à la dureté la plus élevée a été mesuré après 100 h de broyage. Les lignes tirets permettent de comparer avec la dureté Vickers d'une feuille de fer pur non laminée (ligne tirée la plus basse) ou laminée à froid à 98% (ligne tirée la plus haute) [9].

Par ailleurs, l'espacement des raies de diffraction X est sensible à l'importance du travail à froid et à raffinement de la structure cristalline qui résulte d'un travail à froid poursuivi au-delà du niveau de saturation. La variation des taux de déformation des poudres produites par un ensemble de paramètres de broyage donné, est illustrée au moyen de la relation entre l'écartement des raies de diffraction et les temps de broyage.

2.3.1 La relation de l'énergie

Lorsque le métal est déformé plastiquement par un travail à froid, la majeure partie de l'énergie mécanique du processus de déformation est convertie en chaleur. Cependant, une petite quantité (5 % environ) est emmagasinée dans le métal, ce qui hausse son énergie interne. L'énergie associée à la tension du réseau ou au travail à froid, est minimale pour les particules dures et fragiles, mais peut être grande pour les matériaux ductiles. L'énergie dépensée pour

Chapitre 2 Le broyage mécanique

surmonter la friction entre particules est convertie en chaleur et accomplit un travail inutile dans le broyage.

Si la température de la poudre monte au-delà d'un certain point, les particules du métal ayant subi un travail à froid peuvent subir une recristallisation. La chaleur est générée par la déformation plastique des particules, la déformation élastique des boulets de broyage et des parois de la chambre de broyage.

Généralement, la température qui augmente durant un travail à froid rigoureux, chute brusquement avant que le travail à froid n'atteigne son niveau de saturation, après quoi, elle décroît lentement après l'extension du temps de broyage. Les chambres de broyage dites "Water-Jacketed" sont normalement recommandées pour les gros broyeurs à haute attrition et à haute énergie de vibration, qui atteignent des températures supérieures à 200°C.

2.3.2 Les processus de broyage

Les changements morphologiques des particules de poudres, survenant durant le broyage sont obtenus par les processus suivant :

2.3.2.1 Microforgeage :

Le processus initial prédominant durant le broyage, est la compression des particules des métaux ductiles au moyen de l'impact par le milieu broyant. Les particules individuelles ou en groupe, sont percutées à plusieurs reprises par le milieu broyant, de telle sorte qu'elles se déforment avec un petit changement de masse ou nul.

2.3.2.2 Fracture :

Après une période de broyage, les particules individuelles se déforment à un point, où commencent à s'initier des fissures qui se propagent, pour finalement fracturer les particules. La présence des fissures, des imperfections et des inclusions dans les particules, facilite la fracture. Les particules de formes irrégulières ou spongieuses, contiennent des fissures et des pores, qui facilitent la compression, la rupture par la fatigue et la fragmentation. Par comparaison, ces défauts ne sont pas présents en quantités suffisantes dans les particules sphéroïdales lisses, et relativement non poreuses, produites par atomisation à gaz. Par conséquent, ces dernières seront difficilement broyables mécaniquement. Quelques métaux friables comme l'antimoine, le bismuth, le manganèse, le chrome et certains alliages intermétalliques fragiles, tels que les systèmes Cu-Al, Al-Mg, Cu-Sn, Ni-Fe, Ni-Zr, et P-Cu peuvent être facilement broyés en poudre.

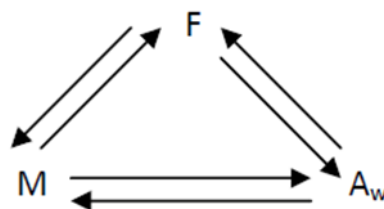
2.3.2.3 Agglomération :

L'agglomération des particules peut se faire par soudure à froid, par imbrication mécanique des surfaces spongieuses ou rugueuses, ou par auto cohésion. L'auto cohésion, est l'interaction moléculaire des particules entre elles ; elle est caractérisée par les forces de van-Deer-Waals. La désagglomération est le processus qui casse les agglomérés formés par auto cohésion, sans désintégrer les particules individuelles de poudre.

2.3.3 Mécanisme de broyage

Un mécanisme de broyage consiste, en un stade initial de Micro forgeage, durant lequel les particules sont déformées en l'absence de l'agglomération par soudure et de la fracture. Eventuellement, les particules deviennent tellement déformées et écrouies puis fragilisées par le travail à froid, qu'elles entrent en second stade, durant lequel elles se fracturent par le mécanisme de rupture par fatigue et/ou par la fragmentation de flocons fragiles. Les fragments, générés par ce mécanisme, peuvent continuer à diminuer en taille en l'absence des grandes forces d'agglomération, par alternance du micro forgeage et de la fracture. Lorsque la fracture domine, et le rôle du micro forgeage est négligeable en l'absence de l'agglomération par soudure, les flocons continuent à devenir plus petit tant que l'interaction moléculaire agit. Comme les particules (particulièrement les flocons) deviennent encore plus fines, le couplage des forces tend à être plus important, et les agglomérés deviennent plus gros

Eventuellement, les forces de broyage qui désagglomèrent les particules, s'équilibrent avec les forces couplées présentes, ce qui donne un aggloméré de taille équilibrée. Lorsque la soudure à froid agit entre les particules, le processus de fracture (F) de micro forgeage (M) et d'agglomération par soudure (A_w), agit en boucle fermée, comme le montre le schéma ci-dessous :



Après une période de temps, la soudure à froid et la fracture, atteignent un état d'équilibre stable. La taille moyenne des particules obtenue dans ce stade, dépend de la facilité relative avec laquelle l'aggloméré peut être formé par soudure, par la fatigue et la force de

Chapitre 2 Le broyage mécanique

rupture des particules composites, et par la résistance des particules à la déformation. La distribution de taille des particules est étroite, parce que les particules de taille plus grosses que la moyenne sont réduites en taille avec un même rapport que les fragments plus petits que la moyenne. Les agglomérés se forment et s'agrandissent dans un tas de petites particules et de débris produits par attrition. Cette distribution est montrée dans la figure 2.5 ci-dessous.

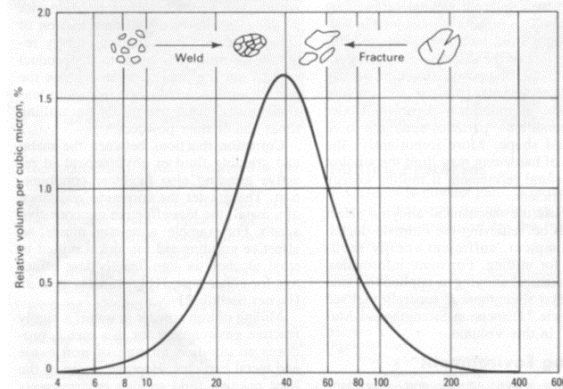


Figure 2-5 courbe de distribution de tailles étroite, à cause de la tendance des petites particules à se souder et des grosses à se fracturer [19]

2.3.4 L'environnement de broyage

Des agents actifs à la surface et des lubrifiants sont utilisés pour neutraliser les forces de soudure et inhiber l'agglomération. Ces agents actifs, qui sont absorbés par la surface des particules, empêchent le soudage et diminuent la tension de surface du matériau solide. Du fait que l'énergie requise pour le broyage, soit égale au produit des nouvelles surfaces générées que multiplie la tension de surface, une réduction de la tension de surface résulte de l'utilisation d'un temps de broyage plus court et/ou d'une poudre plus fine. L'utilisation d'un liquide prohibitif à l'agglomération comme l'alcool, est souvent recommandé. Cependant, le lubrifiant utilisé doit être non réactif pour éviter toute oxydation de la poudre produite. L'heptane est le moins réactif des environnements fluides de broyage pour les métaux [10].

2.4 Les différents types de broyeurs

Différents types d'équipement de broyage à grande énergie sont employés pour produire les poudres métalliques. Durant la pulvérisation à froid des matériaux, la machine de broyage est mise sous état de contrainte. Un nombre maximum de particules individuelles de la masse de poudre, est ainsi sollicité pour initier la fracture avec un minimum d'énergie. Les mouvements relatifs des charges broyantes et broyées, varient selon le type du broyeur. En

Chapitre 2 Le broyage mécanique

effet, les particules de poudre sont soumises à plusieurs sollicitations. Celles-ci sont dues au mouvement des boulets individuels, et au mouvement de l'ensemble de la masse des boulets. Le degré d'énergie requis pour les forces d'impact, de cisaillement, d'attrition et de compression dépend de ces sollicitations et donc de la charge broyante. Ces phénomènes agissent, individuellement ou collectivement sur les particules de la poudre.

2.4.1 Broyeurs planétaires à billes

L'un des broyeurs célèbre pour entreprendre des expériences d'AM ou de broyage mécanique, est le broyeur planétaire à billes (désigné sous le nom de Fritsch Pulverisette), dans lequel quelques centaines de grammes de poudre peuvent être broyées à la fois comme le montre la figure 2.6. Le broyeur planétaire à billes 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 2.6.b.

La vitesse linéaire des billes dans ce type de broyeur est 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.

Chapitre 2 Le broyage mécanique

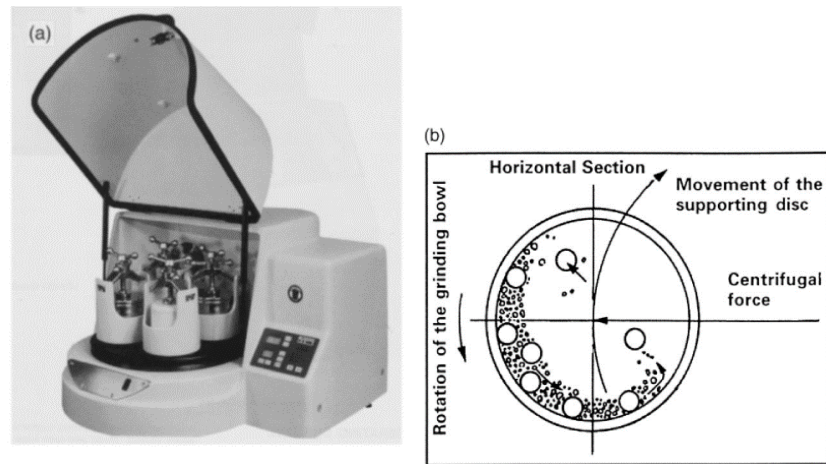


Figure 2-6 (a) Station de broyeur à billes de type Fritsch Pulverisette P-5/4. (b) Schéma montrant le mouvement des billes à l'intérieur du broyeur.

2.4.2 Le broyeur à boulet TUMBLER

Dans le broyeur Tumbler montré dans la figure 2.7, le mouvement des boulets ou des tiges, dépend de la vitesse de rotation des parois de la chambre. Les boulets peuvent rouler, tomber en cascade sur la surface de la charge dans des séries de couches parallèles, ou peuvent être projetés dans l'espace. Dans ce type de broyeur, il y'a une vitesse de rotation maximale de la chambre, à ne pas dépasser, pour éviter aux boulets de coller sur la paroi de la chambre par les forces centrifuges. Cette vitesse est une caractéristique essentielle du broyeur. [11]

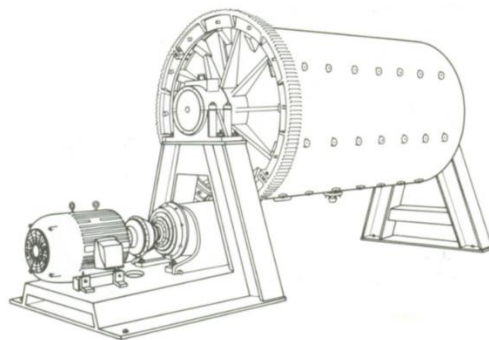


Figure 2-7 Le broyeur Tumbler utilisé pour la production des poudres de métaux [19]

Le taux de broyage d'une poudre est une fonction de la quantité de poudre dans le volume total entre boulets. Il atteint sa valeur maximale, quand le remplissage de la poudre est à 100% ; c'est à dire que l'espace entre boulets est complètement rempli de poudre. La vitesse de broyage doit être réglable pour assurer l'opération avec les proportions requises des boulets, pour la cascade ou pour la cataracte. Cette proportion, est largement dépendante de la vitesse

Chapitre 2 Le broyage mécanique

de rotation et du coefficient de friction du matériau constituant la charge broyée. Avec la taille croissante du boulet, la proportion de broyage augmente, atteignant son maximum lorsque les boulets atteignent une taille leur permettant d'écraser toutes les particules de la poudre remplie [11]. Si le glissement de la charge contre les parois de la chambre de broyage est considéré négligeable, la vitesse de rotation critique du broyage peut être calculée par la relation suivante [11]:

$$N_c = 76.6 \sqrt{1/D}$$

Où :

- D : le diamètre interne du broyeur.
- N_c : la vitesse critique de rotation du broyage (en tr/min)

Ces paramètres sont approximatifs, et peuvent ne pas être valides pour les particules de métaux qui tendent à s'agglomérer par soudure à froid. Le mélange à l'état solide peut être mené dans le broyeur à boulets Tumbler, utilisant un diamètre de boulet variant de 16 à 25 mm, et un broyeur de diamètre variant de 1,5 à 1,8 m, et dans le cas où les autres conditions encourageant l'agglomération par soudure à froid est satisfaite. Pour les grands plateaux de production de superalliages alliés mécaniquement, le broyeur Tumbler remplace le broyeur à attrition. Les temps de broyage pour le broyeur Tumbler sont plus longs, pour atteindre le même niveau de mélange mené dans le broyeur à attrition où a vibration, mais la productivité est en générale substantiellement plus grande. Généralement, les broyeurs Tumbler sont utilisés pour pulvériser ou écailler (mettre sous forme de flocons) les métaux en utilisant un aide broyage ou lubrifiant, pour prévenir l'agglomération par soudure à froid et pour minimiser l'oxydation. [12]

2.4.3 Broyeurs à Attrition

Un broyeur à attrition, nommé 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.

Chapitre 2 Le broyage mécanique

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 2.8 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 agité par un axe avec des bras solidaires, tournant à une vitesse d'environ 250 t/mn comme le montre la figure 1.8.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.

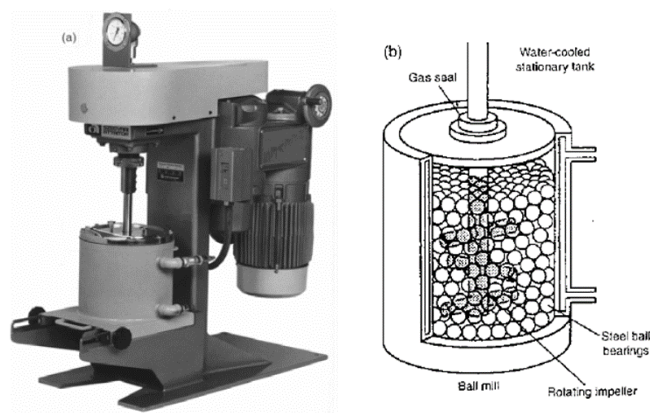


Figure 2-8 (a) Attriteur modèle I-S. (b) Arrangement des bras tournants sur un axe dans le broyeur à attrition.

2.5 Variables du processus de broyage

Le broyage des poudres métalliques produit des formes extérieures, des changements de texture et des changements structuraux internes. L'importance de ces changements est largement déterminée par les paramètres de broyage, qui affectent les propriétés physiques du métal et la consolidation des produits qui en résultent.

Certains des paramètres importants qui ont un effet sur la constitution finale de la poudre sont:

- type de broyeur,
- récipient de broyage,
- vitesse de broyage,

Chapitre 2 Le broyage mécanique

- temps de broyage,
- type, taille, et distribution de grandeurs du milieu broyant,
- rapport de poids de boule à poudre,
- ampleur de remplissage de la fiole,
- l'atmosphère de broyage,
- agent de contrôle du processus de cycle,
- la température du broyage.

Toutes ces variables ne sont pas complètement indépendantes. Par exemple, le temps de broyage optimum dépend du type du broyeur, de la taille du milieu broyant, de la température du broyage...etc.

2.5.1 Influence du type de broyeur

Comme décrit ci-dessus il y a un certain nombre de broyeurs pour réaliser l'alliage mécanique ou le broyage mécanique. Ces broyeurs diffèrent dans leur capacité, vitesse d'opération et leur aptitude à contrôler l'opération du broyage, grâce notamment à leur capacité à contrôler la température du broyage et l'ampleur de diminuer au minimum la contamination des poudres. Selon le type de poudre, la quantité de la poudre et la constitution finale exigée, des broyeurs appropriés peuvent être choisis.

2.5.2 Influence de la chambre de broyage

Le matériau constituant le récipient de broyage est important en raison de l'impact du milieu broyant sur les parois intérieures de ce dernier. Le matériau de la paroi peut en effet se détacher et se mélanger à la poudre. Ceci peut contaminer la poudre ou changer sa composition chimique, à moins que des précautions appropriées soient prises en compte pour compenser la quantité additionnelle de l'élément infiltré involontairement à la poudre.

2.5.3 Influence de la vitesse de broyage

Il est facile de se rendre compte que plus le broyeur tourne vite plus l'absorption d'énergie par la poudre se fait rapidement. Mais, selon la conception du broyeur il y a certaines limitations à la vitesse maximale qui pourrait être utilisée. Par exemple, dans un broyeur à billes conventionnel, en augmentant la vitesse de rotation, la vitesse avec laquelle les billes se déplacent, augmente aussi. Au-dessus d'une vitesse critique, les billes seront collées aux parois intérieures de la fiole par les forces centrifuges, et ne tombent pas vers le bas pour exercer

Chapitre 2 Le broyage mécanique

n'importe quelle force d'impact. Par conséquent, la vitesse maximale de rotation des fioles devrait être juste au-dessous de cette valeur critique de sorte que les boules chutent vers le bas de la hauteur maximum pour produire l'énergie maximum de collision. Une autre limitation à la vitesse maximale, est celle liée aux vitesses élevées, où la température de la fiole peut atteindre une valeur élevée. Ceci peut être avantageux dans certains cas où la diffusion est exigée pour favoriser l'homogénéisation et/ou l'alliage des poudres. Mais, pour d'autres cas cette augmentation de la température peut être un inconvénient. Car, la température accélère les processus et il en résulte des transformations dans la décomposition des solutions sursaturées ou d'autres phases métastables formées pendant le broyage [13].

2.5.4 Influence du temps de broyage

La période de broyage est le paramètre le plus important. Normalement le temps est ainsi choisi pour réaliser un état d'équilibre entre la rupture et le soudage à froid des particules de poudre. Les temps requis changent selon le type du broyeur utilisé, de l'intensité du broyage, du rapport massique entre broyeur et poudre, et de la température de broyage. Ces temps doivent être décidés pour chaque combinaison des paramètres ci-dessus et pour un système particulier de poudre. Mais, il faut savoir que la contamination et la formation indésirables de certaines phases, peuvent être élevées, si la poudre est broyée inutilement pendant des périodes plus longues qu'exigé [14]. Par conséquent, il est recommandée que la poudre soit broyée juste pour la durée exigée, et pas plus longtemps.

2.5.5 Influence du milieu broyant

Les matières les plus employées pour la fabrication des billes constituant le milieu broyant sont l'acier durci, l'acier à outils, l'acier au chrome, l'acier gâché, l'acier inoxydable, les alliages WC - Co, et l'acier de roulement. La densité du milieu de broyage doit être assez haute de sorte que les boules en mouvement créent assez de force d'impact sur la poudre. Cependant, d'autres matériaux spéciaux comme : le cuivre [14], le titane [15] et le niobium, sont utilisés comme milieu broyant ainsi que pour la fabrication des chambres de broyage qui sont considérées parfois comme un milieu broyant. Aussi, est-il toujours souhaitable, autant que possible, d'avoir la fiole de broyage et le broyeur, fabriqués à partir du même matériau que la poudre broyée, pour éviter la contamination.

La taille du milieu de broyage a également une influence sur l'efficacité du broyage. D'une manière générale, une grande taille (et une forte densité) du milieu broyant, est très utile,

Chapitre 2 Le broyage mécanique

puisque'une chute à partir de hautes distances des boulets lourds, transférera plus d'énergie potentielle d'impact aux particules de poudre, facilitant ainsi leur désintégration. On a également signalé que la constitution finale de la poudre dépend de la taille du milieu de broyage utilisé. Par exemple, quand des boules de diamètre 15 millimètres ont été employées pour broyer un mélange de Ti - Al, une solution solide homogène est formée, avec des particules d'aluminium uniformément distribuées dans la matrice de titane. D'autre part, l'utilisation de boulets de diamètre 20 et 25 millimètres, a eu comme conséquence une ségrégation des phases, donnant un mélange de phases titaniques et d'aluminium strictement distinctes, même après une période prolongée de broyage. [16]

2.5.6 Influence du rapport « poids de Boules à la poudre »

Le rapport du poids de boules à la poudre, parfois désigné sous le nom du rapport de charge (RC), est une variable importante dans le processus de broyage. Ceci a été étudié par les différents investigateurs, d'une valeur aussi basse que 1:1 [17] jusqu'à une valeur aussi haute que 220:1. D'une manière générale, un rapport de charge autour de 10:1 est souvent employé, si la poudre est placée dans un petit broyeur de capacité similaire à celle d'un broyeur de type SPEX. Mais, quand le broyage est conduit dans un broyeur de grande capacité, (comme un attriteur), un plus haut RC, allant jusqu'à 50:1 ou même 100:1, est employé.

2.5.7 Influence de l'ampleur de remplissage de la fiole

Le broyage des particules de poudre se produit en raison des forces d'impacts exercées sur elles. Pour cela, il est nécessaire qu'il y ait assez d'espace pour que les boulets et les particules de poudre se déplacent relativement, librement dans le récipient de broyage. Par conséquent l'ampleur, de remplissage de la fiole en poudre et en boulets, est importante. Si la quantité de boulets et de poudre, est très petite, alors le taux de production est très petit. D'autre part, si la quantité est grande, alors il n'y a pas assez d'espace pour que les boulets se déplacent autour, et dans ce cas l'énergie d'impact est moindre. Autrement dit il y'a un niveau de remplissage de la fiole à ne pas dépasser. Généralement, toute proportion gardée, environ 50% de l'espace de la fiole est laissé vide.

2.5.8 Influence de l'atmosphère de broyage

L'effet principal de l'atmosphère de broyage est sur la contamination de la poudre. Par conséquent, les poudres sont broyées dans des récipients qui ont été évacuées, ou remplis de gaz inerte tel que l'argon ou l'hélium. L'azote s'est avéré un gaz qui réagit avec les poudres

Chapitre 2 Le broyage mécanique

métalliques en diffusant notamment à l'intérieur des mailles. Par conséquent, il n'est pas très employé pour empêcher la contamination pendant le broyage, à moins qu'on soit intéressé par la production des nitrures. En revanche, l'argon de grande pureté, est l'ambient le plus employé pour empêcher l'oxydation et/ou la contamination des poudres. On a également noté que, l'oxydation peut être généralement empêchée, ou réduite au minimum en présence d'un azote ambient. Mais, ceci ne semble pas être vrai, quand des poudres réactives, telles que le titane ou ses alliages de poudre, sont broyés.

2.5.9 Influence de la température de broyage

La température de broyage est un autre paramètre important, lors de la pulvérisation des matériaux en poudre. Puisque des procédés de diffusion sont impliqués dans la formation des phases d'alliage, indépendamment du fait que la phase finale produite, est une solution pleine, intermétallique, nanostructure, ou une phase amorphe, on s'attend logiquement à ce que la température du broyage, ait un effet significatif sur n'importe quel système d'alliage.

Quelques investigations ont été rapportées, où la température de broyage a été volontairement changée. Ceci a été fait en versant l'azote liquide sur le récipient de broyage pour abaisser sa température, ou en chauffant électriquement la fiole de broyage pour augmenter la température du broyage. Ces investigations ont été entreprises pour étudier l'effet de la température de broyage sur la variation des niveaux de solubilité, ou pour déterminer si une phase amorphe ou une structure de nanocristalline est formée aux différentes températures. Pendant la formation des nanocristaux, on a signalé que la racine carré de la déformation moyenne dans le matériau est basse et la taille du grain est grande pour des matériaux broyés aux températures élevées. [18]

Chapitre 3 : Les aciers inoxydables

3.1 Introduction

Les aciers ont en général une mauvaise résistance à la corrosion. De nombreux essais ont été faits pour les protéger. Ils sont de deux types : ajout d'éléments à l'acier lors de la fusion ou dépôt d'une couche protectrice sur le produit fini.

Il a fallu trois millénaires après la découverte du fer pour apprendre à le rendre inaltérable, c'est la découverte des aciers inoxydables.

Ces aciers sont rendus résistants à la corrosion par la création naturelle d'une couche dite de passivation. Les matériaux les plus oxydables sont les plus corrodables, et les matériaux les plus corrodables sont les plus passivables. Ainsi le chrome, plus oxydable que le fer est l'additif majeur des aciers inoxydables. Allié au fer et au nickel, il provoque la formation sur leur surface un film d'oxyde ultrafin et inerte, riche en chrome qui est capable de ralentir ou même d'arrêter totalement la corrosion. [20]

En plus de la résistance à la corrosion qui caractérise les matériaux énumérés plus haut, les aciers inoxydables possèdent une qualité déterminante qui est la résistance mécanique. [21]

Leur cout d'élaboration reste relativement modéré, du fait de l'abondance naturelle du minerai de fer. Enfin, ces aciers sont pratiquement entièrement recyclables.

Toutes ces caractéristiques font de l'acier inoxydable un matériau de prédilection pour de multiples applications, aussi bien pour l'usage courant que pour les technologies de pointe, particulièrement dans les équipements ménagers, la coutellerie, l'horlogerie, les industries automobiles, papetières, chimiques, pharmaceutiques, pétrolières, agro-alimentaires, équipements maritimes, nucléaires, aéronautiques, ... etc. [20]

3.2 Historique

L'histoire des aciers inoxydables est fortement liée à celle du chrome et aux travaux du chimiste français Nicolas-Louis Vauquelin (1763-1889) qui a découvert ce métal en 1797. Puis, Berthier, un autre français fait en 1821 les premières observations des propriétés «inoxydables» du fer allié au chrome. [22]

Chapitre 3 Les aciers inoxydables

En 1904, Léon Guillet puis Albert Portevin publièrent une série d'études relatives à la structure et aux propriétés des alliages fer-chrome couvrant les nuances martensitiques à 13 % de chrome et les nuances ferritiques à 17 % de chrome. En 1909, L. Guillet publia une étude sur les aciers inoxydables au chrome-nickel complétant ainsi ses études précédentes sur les alliages fer-chrome. À la même époque le métallurgiste allemand W. Giessen fit des recherches comparables. Les études de L. Guillet, A. Portevin et W. Giessen permirent ainsi, dès 1909, de classer les aciers inoxydables en fonction de leur structure et de définir les trois familles principales : martensitique, ferritique et austénitique [22].

Le passage au stade industriel est attribué à Harry Brearley pour les aciers inoxydables martensitiques. Il serait à l'origine de la première élaboration réalisée à Sheffield en 1913. [20]

Il expérimenta un acier contenant du chrome et remarqua que celui-ci était plus résistant. Il contenait 0.24% de carbone et 12.8% de chrome. Pour vérifier sa résistance, il le testa en utilisant des agents attaquants tels que les acides nitriques et conclut que ce nouvel acier résistait à l'attaque chimique. [23]

La même année, KRUPP (Allemagne), fit expérimenter ce même mélange auquel fut ajouté du nickel. Cet acier était encore plus résistant aux acides, plus souple et plus facile à travailler. A partir de ces deux aciers, furent développées les séries martensitique et austénitique. C'est le successeur de BREARLEY, le Dr W.H HATFIELD qui inventa en 1924 l'acier inoxydable 18/8 (18% de chrome, 8% de Nickel), qui est le mélange le plus connu des inox. [24]

Un mérite analogue reviendrait aux allemands Benno Strauss et Eduard Maurer pour la production des aciers inoxydables austénitiques et aux américains Frederick Becket et Christian Dantsizen pour celle des aciers inoxydables ferritiques [20].

La première description de la passivité des aciers inoxydables est attribuée à l'allemand Philip Monnartz. Les recherches ultérieures ont porté sur le rôle des éléments d'alliage. Elles ont conduit à la mise au point des nuances à durcissement structural dont les propriétés aux températures élevées ont été mises en évidence par Pierre Chevenard. Au début des années 1930 J. Hochmann a découvert les nuances biphasées austénoferritiques appelées de nos jours duplex. [22]

3.3 Les systèmes d'alliage

Avant d'examiner les différents diagrammes d'équilibre, il est utile de rappeler les variétés allotropiques du fer. Le fer, présente deux variétés allotropiques de structures cristallines en fonction de la température :

- Aux basses températures et jusqu'à 910 °C, le fer a une structure cubique centrée.
- A partir de 910 °C, il se transforme en fer γ dont la structure est cubique à faces centrées.
- Une nouvelle transformation intervient à 1400 °C pour donner le fer δ dont la structure est cubique centrée. [25]

Ces transformations qui sont réversibles peuvent se résumer suivant le tableau :

Tableau 3-1 Variétés allotropiques du fer et structures correspondantes.

Fer δ (forme haute température) ($\theta > 1400^\circ\text{C}$)	Fer γ (austénite) ($910^\circ\text{C} < \theta < 1400^\circ\text{C}$)	Fer α (ferrite) ($\theta < 910^\circ\text{C}$)
Structure cubique centrée	Structure cubique à faces centrées	Structure cubique centrée

3.3.1 Système fer-carbone

Le carbone est l'élément non métallique indispensable à tous les aciers. Le diagramme Fe-C est bien connu (figure) et présente, à l'état solide, le polymorphisme du fer. Il s'agit d'un élément gammagène puissant qui favorise très fortement le domaine de la solution solide d'insertion du carbone dans la structure austénitique du fer. Pour des raisons de résistance à la corrosion, la teneur en carbone des aciers inoxydables est dans la plupart des cas maintenue très basse.

Le carbone est majoritairement en solution. La solubilité maximale du carbone dans l'austénite est de l'ordre de 2% à la température du palier eutectique alors qu'elle est moindre à 0,1% dans la ferrite α (palier eutectoïde) et dans la ferrite δ (palier péritectique).

3.3.2 Système fer-chrome

Le diagramme binaire complet à l'équilibre fer-chrome (figure) montre que l'existence de la phase γ est limitée à l'intérieur d'un domaine appelé « boucle γ » ; cette situation étant due au chrome qui, compte tenu de sa structure cristallographique (cubique centré), favorise le développement du domaine α .

Chapitre 3 Les aciers inoxydables

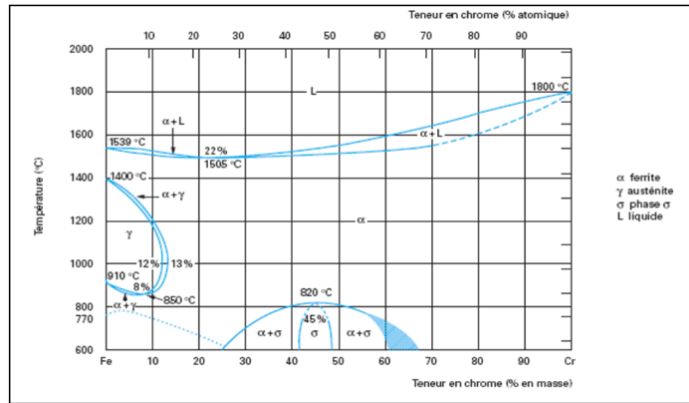


Figure 3-1 Diagramme d'équilibre binaire Fer-Chrome d'après Bain et Abora

3.3.3 Système Fe-Cr-C

La Figure 3-2 (a) représente schématiquement le domaine austénitique des alliages Fe-Cr-C. Le fait d'ajouter du Carbone à l'alliage Fe-Cr élargit en température et en concentration le domaine d'existence de la phase γ . Par projection du diagramme ternaire sur le plan (T-%Cr) (Figure 3.2(b)), on constate que plus la teneur en carbone est élevée, plus la boucle γ s'élargit.

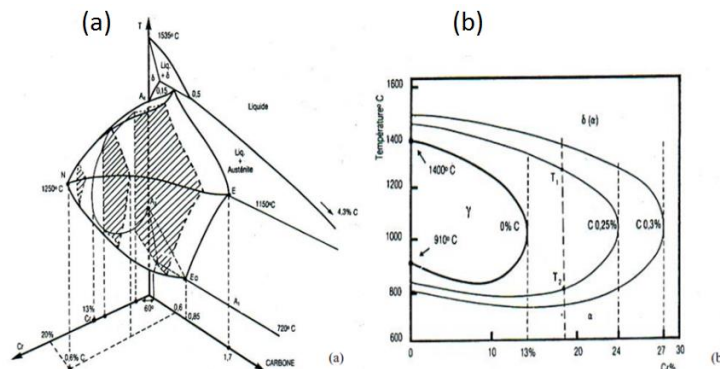


Figure 3-2 (a) Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-C à trois dimensions (schématisés) ; (b) Projection sur le plan température/teneur en Chrome des coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en Carbone [26].

3.3.4 Système Fe-Cr-Ni

Le nickel, élément gammagène, élargit le domaine d'existence de la phase austénitique. La figure (3.3) qui est une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montre le déplacement de la boucle γ vers les teneurs élevées en chrome lorsqu'on augmente la teneur en nickel. L'effet gammagène du nickel est cependant beaucoup plus faible que celui du carbone. Si, par

Chapitre 3 Les aciers inoxydables

convention, l'effet gammagène du nickel est affecté d'un coefficient égal à l'unité, celui du carbone est généralement affecté d'un coefficient égal à 30.

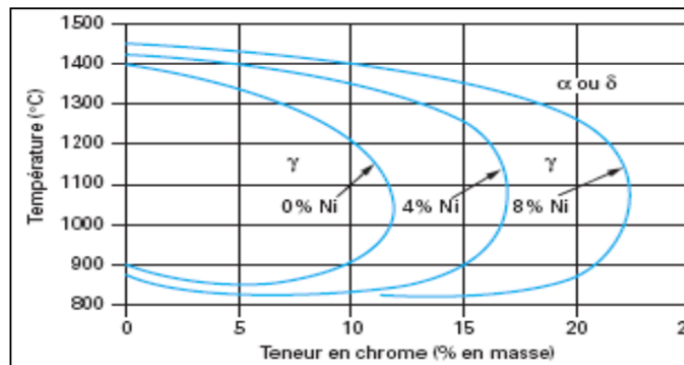


Figure 3-3 Influence du nickel sur l'extension de la boucle γ des alliages ternaires Fe-Cr-Ni [22]

3.4 Influence des éléments d'alliage

Les éléments additionnels sont divisés en deux familles : les éléments alphagènes (silicium, aluminium, chrome, molybdène, tungstène, titane, niobium) et les éléments gammagènes (nickel, manganèse, azote, carbone, cuivre, cobalt). Certains éléments ont des effets plus importants que d'autres, notamment l'azote et le carbone dont l'effet gammagène est environ trente fois plus puissant que celui du nickel. [22]

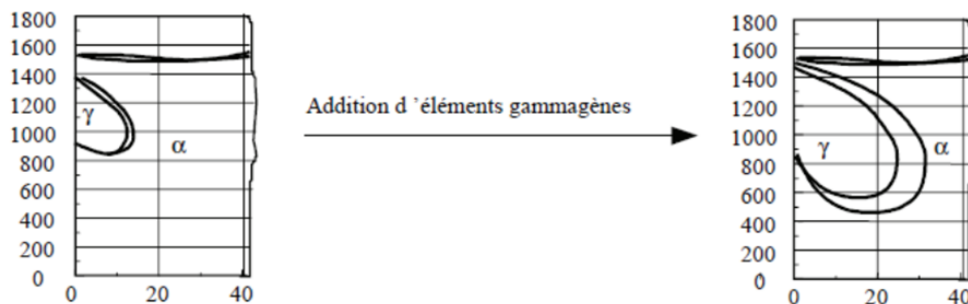


Figure 3-4 Diagramme Fer-Chrome – Influence de l'addition d'éléments gammagènes. [20]

3.4.1 Les éléments alphagènes

3.4.1.1 Le chrome (Cr)

Élément de base de tous les aciers inoxydables qui offre la résistance à la corrosion par la formation d'un film passif en se combinant avec l'oxygène et augmente la résistance à la corrosion (sauf en milieu sulfurique) et la résistance à l'oxydation à chaud. Lorsqu'il est associé avec le molybdène et le nickel, il confère de bonnes propriétés mécaniques à des températures allant jusqu'à 500°C.

3.4.1.2 Le molybdène (Mo)

C'est un élément alphagène qui, ajouté à raison de quelques pourcents, améliore la qualité du film passif, en particulier en milieux chlorurés et acides, à l'exception des solutions nitriques bouillantes.

Le molybdène augmente la résistance au fluage des aciers au chrome. Il diminue la fragilité au revenu. Il améliore sensiblement la résistance à la corrosion intercrystalline et par piqure. Il confère une plus grande sensibilité à la décarburation et au phénomène d'oxydation pour des maintiens entre 1000 et 1100°C. De plus, il augmente la résistance mécanique à chaud.

3.4.1.3 Le silicium (Si)

C'est un élément également alphagène, il augmente la résistance à la corrosion et améliore les propriétés d'emploi à haute température ce qui lui confère une bonne résistance à l'oxydation à chaud dans le cas de l'acide nitrique mais diminue la résistance à la fissuration lors du soudage.

3.4.1.4 Le vanadium (Va)

Il est un fort stabilisateur de ferrite. Avec la présence du nickel, il augmente la résistance mécanique [28].

3.4.1.5 Le titane (Ti)

Doit être utilisé à une teneur qui dépasse le quadruple de la teneur en carbone. Il évite l'altération des structures métallurgiques lors du travail à chaud, en particulier lors des travaux de soudure.

3.4.1.6 Le niobium (Nb)

C'est un élément alphasène, il se combine avec le carbone dans les aciers inoxydables et forme les carbures pour s'opposer à la corrosion intergranulaire.

3.4.2 Les éléments gammagènes.

3.4.2.1 Le nickel (Ni)

Au-delà de 6 % à 8 %, sa présence se traduit par un effet gammagène et l'acier devient austénitique à toutes températures [28]. Il élargit ainsi le domaine d'existence de l'austénite. Il favorise la mise en œuvre par déformation plastique, améliore la résistance à la corrosion, en particulier la résistance à la corrosion sous tension, il affine le grain et améliore la ductilité. Le nickel a une influence favorable sur la trempabilité, la résistance au choc et la ténacité des calamines.

3.4.2.2 Le manganèse (Mn)

Bien que classé comme élément gammagène, a un rôle alphasène pour des teneurs supérieures à 7 %, rend ainsi difficile la transformation de l'austénite en martensite dans les aciers Cr-Ni et lors des sollicitations mécaniques aux basses températures.

3.4.2.3 Le carbone (C)

Il stabilise la structure austénitique introduit pour accroître les propriétés mécaniques de l'acier (dureté, charge à la rupture, fluage...), particulièrement sous l'effet des traitements thermiques, le carbone joue cependant un rôle néfaste vis-à-vis de la résistance à la corrosion (précipitation de carbures de chrome lorsque la teneur en carbone dépasse 0,030 % conduisant à la corrosion intergranulaire) [29]. Ceci a encouragé le développement de nuances d'aciers inoxydables à très faible teneur en carbone (inférieur à 0,03%). [28]

3.4.2.4 L'azote (N)

Stabilisateur d'austénite, associé à une basse teneur de carbone, l'azote permet d'atteindre des limites d'élasticité élevées sans diminuer la résistance à la corrosion intergranulaire. Il a une influence bénéfique sur la résistance à la corrosion par piqûres et la résistance à la corrosion par crevasse par précipitation du nitrure de chrome Cr₂N moins riche en chrome que Cr₂₃C₆ provoquant un moindre appauvrissement en chrome au voisinage des

Chapitre 3 Les aciers inoxydables

jointes de grains [30, 31, 32]. L'azote augmente aussi la résistance à la traction et diminue la ductilité des aciers inoxydables austénitiques [33].

3.4.2.5 Le soufre (S)

À des teneurs de l'ordre de 0,2 %, il améliore considérablement l'usinabilité (tournage, fraisage, perçage, etc.) mais cela se fait au détriment de la résistance à la corrosion par piqûres. [34]

3.4.2.6 Le cuivre (Cu)

Il est additionné aux aciers austénitiques dans des cas particuliers pour améliorer la résistance à la corrosion ou pour accroître l'aptitude à la frappe à froid, le cuivre aide aussi à la lutte contre la corrosion bactérienne [35]. En outre le cuivre améliore l'usinabilité des aciers inoxydables austénitiques. [34]

3.5 Principaux constituants des aciers inoxydables

Les éléments constituant les aciers inoxydables se divisent en deux parties : la matrice et les constituants mineurs, qui eux sont divisés en deux : phases interstitielles et phases intermétalliques. [30, 31]

3.5.1 La Matrice

Elle peut être ferritique ou austénitique. Les transformations allotropiques du fer entraînent la structure finale des aciers inoxydables, en tenant compte des effets stabilisateurs des éléments d'additions des phases α ou γ (alpha-gène ou gamma-gène).

3.5.2 Les phases interstitielles

Sont à base de chrome et d'un élément interstitiel. Le chrome est un élément carburigène. De ce fait il se joint au Carbone formant ainsi des carbures de type $Cr_{23}C_6$. D'autres éléments interstitiels peuvent se substituer au carbone, comme le bore qui forme avec le chrome un carbo-borure de type $Cr_{23}(B, C)_6$. Ces carbures peuvent favoriser la corrosion inter-granulaire et par piqure.

D'autres carbures de chrome peuvent se former comme celui de formule générale M_7C_6 (hexagonal ou orthorhombique) ou/et de formule M_6C (CFC) ainsi que des nitrures du type CrN et Cr_2N .

3.5.3 Les phases intermétalliques

Les plus fréquentes sont :

- La phase sigma (σ) de formule (FeCr).
- La phase de Laves (R) de formule (Fe₂Mo)
- La phase Chi (χ) de formule (Fe₃₆Cr₁₂Mo₁₀)

On peut aussi rencontrer d'autres phases intermétalliques comme (Ni₃Nb), (Ni₃Ti). La précipitation des phases intermétallique est un phénomène indésirable qui peut causer l'appauvrissement de la matrice en éléments d'alliages, aussi elles peuvent réduire la ténacité, la ductilité et la résistance à la corrosion.

3.6 Classification des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables peuvent être classés de diverses manières selon les critères de classification que l'on considère (la composition chimique, les méthodes d'élaboration, la structure du demi-produit final avant utilisation), mais la classification qui de loin est la plus utilisée est celle tenant compte de la structure qui, associée à la composition chimique, permet de définir le plus complètement les grandes familles d'aciers inoxydables. Ces familles apparaissent dans le diagramme de Schaeffeler qui se base sur le calcul de l'équivalent en Nickel (respectivement en Chrome) qui est la somme des teneurs pondérales γ -gènes (respectivement α -gènes) qui diffère d'un élément à un autre [26]. Nous avons donc :

$$C_{req} = \%Cr + 2\%Mo + 1.5\%Si + 0.5\%Nb$$

$$N_{ieq} = 30\%C + 0.5\%Mn + 30\%N$$

3.6.1 Les aciers inoxydables ferritiques : (21 nuances)

Les aciers inoxydables ferritiques possèdent une structure cubique centrée (notée α) et ils sont caractérisés par une remontée de la température de transition α - δ du diagramme de phase, qui fait qu'en pratique leur structure reste ferritique dans tout l'intervalle de température donc il y a l'absence de transformation structurale (ils sont à l'état d'équilibre [22]). Les aciers ferritiques contiennent de 10 à 30 % de chrome, avec une teneur en carbone et azote réduite. Ces nuances peuvent contenir des additions de molybdène, du titane, niobium ou de l'aluminium selon les propriétés recherchées [32].

Chapitre 3 Les aciers inoxydables

Contrairement aux austénitiques ils sont ferromagnétiques jusqu'à leur point de Curie (environ 750°C), ils ont une bonne ductilité et une résistance à haute température relativement faible comparées à celle des austénitiques.

3.6.2 Les aciers inoxydables austénitiques

Ils ont une structure cubique à faces centrées, c'est la structure de l'acier à haute température (entre 910 et 1410°C).

Les aciers austénitiques forment une famille très vaste Ils contiennent généralement de 15 à 26 % de chrome et jusqu'à 35 % de nickel ce qui améliore leur ductilité et facilite leur formage et leur usinabilité. [22]. En effet Ce sont les plus connus et les plus utilisés, ils sont amagnétiques, ductiles et résistants au choc, Ils ne se trempent pas, mais peuvent acquérir une certaine dureté par déformation à froid. Ces aciers possèdent une meilleure soudabilité et Ils sont moins fragiles que les INOX ferritiques, Ils ont une bonne résistance à la corrosion et à la chaleur. Leurs propriétés mécaniques sont relativement faibles, mais elles peuvent être améliorées par écrouissage et / ou addition d'azote. [32] Ils constituent donc des matériaux de structure particulièrement intéressants et sont très largement employés dans les domaines de l'agro-alimentaire, du nucléaire, du bâtiment, des transports, de l'industrie chimique, de l'électroménager et Ils conviennent bien pour les emplois cryogéniques. [20, 33]

3.6.3 Les aciers inoxydables martensitiques : (24 nuances).

Ce sont des alliages à base de fer et de chrome dont la structure quadratique hybride est obtenue par un refroidissement rapide de l'austénite stable (situé à l'intérieur de la boucle γ). Ils contiennent un taux de chrome allant de 10.5% à 18% et un taux de carbone pouvant dépasser les 1.2%, ils sont ferromagnétiques et durcissent par traitement thermique. L'ajout du nickel (jusqu'à 6%) à ces alliages permet l'amélioration de la résistance à la corrosion et la dureté, tandis que l'usinage est amélioré par l'ajout de sulfure ou de silicium. [34]

Ils présentent des propriétés intéressantes en termes de limite d'élasticité, de résistance à la corrosion et de dureté. Ils possèdent une structure martensitique (quadratique, notée α') obtenue après trempe de la phase austénitique. Cette transformation homogène se produit avec une augmentation de volume, responsable de fortes contraintes de compression et qui tend à stabiliser de l'austénite résiduelle. Ces aciers sont utilisés pour leur résistance mécanique élevée. Ils sont utilisés comme matériaux de construction, outillage à main, coutellerie. [35]

3.6.4 Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (DUPLEX)

Alliant les bonnes propriétés de résistance à la corrosion des aciers ferritiques et les hautes résistances mécaniques des aciers austénitiques, ces aciers sont utilisés dans des conditions relativement agressives : industries chimique, pétrolière et maritime. [35] Les principales nuances contiennent 22 à 25 % de chrome et 4 à 7 % de nickel, Ils présentent une structure biphasée ($\alpha+\gamma$) obtenue par refroidissement à l'ambiante par hypertrempe de l'alliage situé dans le domaine ($\alpha+\gamma$), où l'austénite et la ferrite sont de proportion proche (équilibre des éléments alpha-gènes et gamma-gènes). Ces aciers ont des propriétés de résistance à la corrosion comparables à celles des aciers austénitiques de composition similaire. Cependant ils ont une meilleure résistance à la traction et à la corrosion sous tension. Ils sont intéressants dans la mesure où ils combinent les propriétés des deux phases, de plus, ils représentent la meilleure solution lorsqu'un compromis entre la résistance à la corrosion (particulièrement sous tension) et la dureté est nécessaire.

On s'y intéresse aussi dans le cas de la superplasticité, s'agissant d'une déformation plastique à haute température qui se caractérise par un allongement pouvant dépasser les 1000% au cours d'un essai de traction. [34]

3.6.5 Les aciers inoxydables à durcissement par précipitation

Ils sont une famille d'aciers inoxydables, souvent de matrice martensitique (parfois austénitique), contenant en plus d'un taux de chrome compris entre 15 et 17%, des éléments qui ont la particularité de durcir par précipitation tel que le cuivre, aluminium ou le titane et dont les propriétés mécaniques sont obtenues par un traitement de durcissement à partir de précipité (Ni_3Al , Ni_3Ti , Ni_3Cu).

3.7 Propriétés des aciers inoxydables austénitiques

3.7.1 Propriétés physique

Les propriétés physiques des aciers inoxydables dépendent fortement de leurs structures. Les nuances austénitiques sont caractérisés par une phase austénitique amagnétique, alors que les phases ferritiques et martensitiques sont ferromagnétiques. Il est donc possible de mesurer par voie magnétique la ferrite éventuelle des austénitiques ou la martensite formée par écrouissage dans l'austénite [36, 37].

3.7.1.1 Coefficient de dilatation thermique

Les aciers inoxydables austénitiques ont un coefficient linéaire moyen de dilatation élevé, de l'ordre de $18.10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$, ce qui les rend sensibles à tout problème lié à des variations de température, comme la fatigue thermique. [36]

3.7.1.2 Énergie de fautes d'empilements

C'est en fonction de l'énergie de faute d'empilement que les aciers inoxydables austénitiques seront plus ou moins sensibles à la transformation martensitique : une énergie de fautes d'empilements faible facilite la dissociation des dislocations, repoussant le glissement dévié vers les plus hautes déformations, les plus hautes températures et les plus basses vitesses de déformation, et facilite donc la transformation martensitique locale au sein des bandes de glissement.

L'énergie de fautes d'empilements des aciers inoxydables austénitiques peut être reliée à la composition par une relation empirique [38]

$$EDE(mJ.m^{-2}) = 25.7 + 2(\%Ni) + 410(\%C) - 0,9(\%Cr) - 77(\%N) - 13(\%Si) - 1,2(\%Mn).$$

3.7.2 Propriétés mécaniques

Par rapport aux aciers ferritiques ou martensitiques ou martensitiques au nickel, la structure cubique à faces centrées pure des austénitiques explique leurs propriétés mécaniques. Ils sont caractérisés par : [34, 36, 37]

- Des valeurs de résistance sensiblement inférieures à celles des autres nuances inoxydables, les valeurs de la résistance à la traction se situent vers 600 N/mm^2 .
- Des valeurs de limite d'élasticité à 0.2 % de l'ordre de $200 \text{ à } 250 \text{ N/mm}^2$ à la température ambiante ($20 \text{ }^{\circ}\text{C}$). Limite d'élasticité (MPa) : $180 < R_{p0.2}$.
- Elles sont très ductiles et très peu fragiles. Ductilité (%) : $33 < A\% < 45$. Il n'y a pas de rupture fragile à basse température. Charge de rupture (MPa) : $440 < R_m < 950$.
- Les hautes valeurs de ténacité sont particulièrement évidentes.

Les aciers austénitiques offrent ainsi une très basse limite d'élasticité et une grande sécurité quant à la rupture sous contrainte.

3.7.3 Durcissement de la solution solide.

Il s'agit d'un durcissement de solution solide par les interstitiels, azote, carbone ou bore. Le durcissement dû à l'azote est le plus efficace : il permet d'accroître $Rp_{0,2}$ de 50 MPa environ par 0,1% d'azote [38].

Des formules prédictives permettent d'évaluer les caractéristiques de traction des aciers inoxydables austénitiques en fonction de la composition (en % massique), du taux de ferrite et du diamètre moyen du grain d'austénite. Ainsi, on a :

$$Rp_{0,2}(MPa) = 15,4 [4,4 + 23(\%C) + 32(\%N) + 1,3(\%Si) + 0,24 (\%Cr) + 0,94(\%Mo) + 1,2(\%V) + 0,29(\%W) + 2,6(\%Nb) + 1,7(\%Ti) + 0,82(\%Al) + 0,16(\%f) + 0,46 d^{-1/2}]$$

$$R_m(MPa) = 15,4 [29 + 35(\%C) + 55(\%N) + 2,4(\%Si) + 0,11(\%Ni) + 1,2(\%Mo) + 5(\%Nb) + 3(\%Ti) + 1,2(\%Al) + 0,14(\%f) + 0,82 t^{-1/2}]$$

Avec %f : le pourcentage de ferrite résiduelle, d (mm) le diamètre moyen du grain et t (mm), l'espacement des macles.

Les macles de refroidissement n'existent toutefois que pour les aciers inoxydables austénitiques à faible énergie de faute d'empilement. [39]

3.7.3.1 Durcissement par écrouissage

Les aciers inoxydables austénitiques durcissent fortement par écrouissage. Des opérations de laminage à froid ou de tréfilage peuvent faire passer la résistance à la rupture R_m d'un acier X1 CrNi18-10 de 600 à plus de 1500 MPa, Ceci se fait au dépend de la ductilité A%. [39]

3.7.3.2 Durcissement par précipitation

La précipitation intragranulaire de précipités à base de C, N, B, V, Nb et Ti, durcit les aciers inoxydables austénitiques à haute température, d'autant plus que ces précipités sont petits, nombreux et bien répartis. Les éléments en solution solide interstitielle ont une influence très sensible sur la limite d'élasticité, ce qui explique l'intérêt porté à des aciers de type AISI 316 LN enrichis en azote vis à vis de leur résistance au fluage en particulier et le fait que les nuances à bas carbone aient les caractéristiques les plus basses à l'état hyperefflué. Les fins précipités répartis uniformément dans la matrice servent d'obstacles au mouvement des dislocations. [39]

Chapitre 4 : La transformation martensitique

4.1 Introduction

La « martensite désigne à l'origine le produit résultant de la transformation, au cours du refroidissement rapide, de l'austénite des alliages fer-carbone : la martensite est le constituant des aciers trempés, et ce nom a été créé à la mémoire du métallurgiste allemand Adolph MARTENS.

Par la suite les termes de martensite et de transformation martensitique ont été étendus à d'autres alliages, ainsi qu'à des matériaux non métalliques. Il n'est pas étonnant que les critères requis pour identifier comme martensitique une transformation de phase aient passablement varié. Nous présentons ici la définition proposée par M. CHOEN, G.B O'LSON et P.C. CLAPP à ICOMAT 79 (international conférences on martensitic transformations 1979) qui semble maintenant assez généralement adoptée. [40]

4.2 Cristallographie de la transformation martensitique

4.2.1 Transformation displacive

La transformation martensitique est la transformation de l'austénite (phase mère) en martensite (phase fille), c'est un changement de phase à l'état solide qui s'accompagne d'une variation de volume due à un changement de structure obtenu principalement par un cisaillement, virtuellement sans diffusion, caractérisé par une déformation homogène du réseau et un changement de forme associé tel que l'énergie de déformation mis en jeu gouverne la cinétique et la morphologie de la transformation. Les faibles déplacements des atomes (inférieurs aux paramètres de la maille) s'effectuent dans la direction de cisaillement, parallèlement à ce plan fixe. La vitesse de cette transformation est quant à elle uniquement limitée par la vitesse des ondes élastiques dans un solide. L'absence de diffusion implique non seulement que les phases austénitique et martensitique aient la même composition chimique, mais aussi que la martensite hérite de l'ordre et des défauts de la phase mère. [40] [41]

Chapitre 4 La transformation martensitique

La transformation martensitique est dite « displacive » et du premier ordre puisqu'il y a coexistence de deux phases (haute et basse températures) séparées par une interface nette. [41]

4.2.2 Déformation du réseau cristallin (Déformation de Bain)

Lors de la transformation de l'austénite en martensite, le changement local de structure cristallographique s'accompagne d'une déformation homogène du réseau cristallin par cisaillement (déformation de Bain [41]) et d'une déformation à réseau invariant (glissement plastique, maclage, fautes d'empilement) qui conservent un plan invariant, appelé plan d'habitat. Sous forme matricielle, en transformations finies, le gradient de transformation T_{se} se décompose en trois parties : $T = BPR$

Où B est la transformation de Bain, P la transformation à réseau invariant et R la rotation de corps rigide nécessaire pour ramener le plan invariant à sa position initiale après glissement plastique ou maclage.

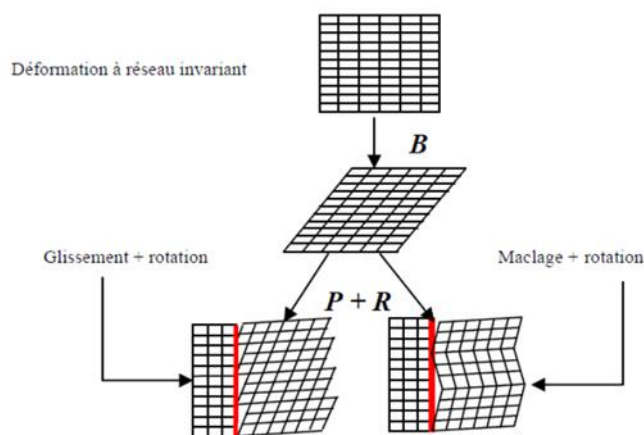


Figure 4-1 Les trois étapes de la déformation de transformation

La transformation martensitique correspond donc à une transformation à réseau invariant par cisaillement homogène. La martensite ainsi formée croît dans l'austénite sous forme de plaquettes (ou aiguilles, lattes) appelées variantes. Celles-ci sont caractérisées par un plan d'habitat et une orientation cristallographique spécifiques. Dans un monocristal d'austénite, il y a vingt-quatre possibilités d'orientation des variantes.

Chapitre 4 La transformation martensitique

Les relations d'orientations entre le réseau cristallin de la martensite formée et le réseau de l'austénite ont été déterminées par plusieurs auteurs. Voici différentes relations présentes dans la littérature (tableau 4.1).

Tableau 4-1 Relation d'orientation

Nom	Relation d'orientation
Bain	$(100) \gamma // (100) \alpha'$ $[011] \gamma // [001] \alpha'$
Kurdjumov-sachs	$(111) \gamma // (110) \alpha'$ $[0\bar{1}1] \gamma // [0\bar{1}1] \alpha'$
Sachs, Nishiyama	$(101) \gamma // (111) \alpha'$ $[12\bar{1}] \gamma // [01\bar{1}] \alpha'$

Expérimentalement, ces relations d'orientation peuvent être établies avec précision à l'aide des techniques de diffraction des rayons X ou de diffraction électronique.

4.3 Structure du produit martensitique

La structure du produit martensitique dépend essentiellement de la nature de l'alliage. Les structures cristallographiques sont donc très variées.

Dans le cas des alliages ferreux, on peut envisager trois classes principales de martensite :

- La martensite quadratique centrée : obtenue par trempe dans les alliages fer-carbone. Le rapport c/a est indépendant de la température d'austénisation, de la vitesse de refroidissement. il ne dépend que de la teneur en carbone de l'alliage.

Chapitre 4 La transformation martensitique

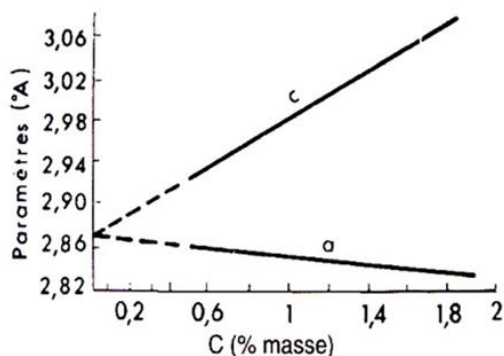


Figure 4-2 Influence de la teneur en carbone sur les paramètres de la maille quadratique

- La martensite cubique centrée α' : Indiscernable par sa structure de la ferrite α (phase d'équilibre) de même composition, que l'on observe après trempe dans les alliages Fe-Ni, Fe-Mn, Fe-Cr et divers alliages binaires ou ternaires (martensite en lattes et martensite aciculaire).

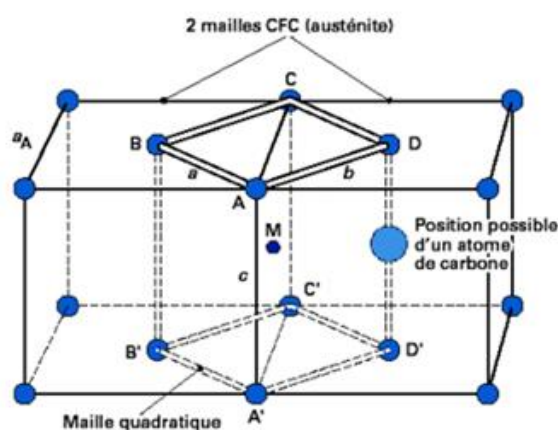


Figure 4-3 mailles CFC de l'austénite et QC de la martensite α'

- La martensite de structure hexagonale, appelée martensite ϵ : que l'on rencontre dans les aciers alliés Fe-Cr-C, les aciers de type inoxydable Fe-Cr-Ni, certains alliages Fe-Mn avec addition de Ni, Cr, Co ou C. Cette martensite ϵ présente un aspect micrographique différent de celui de la martensite lenticulaire des alliages Fe-C. Elle adopte la forme de bandes parallèles à certains plans cristallographiques alliés de l'austénite (plans (111)). La formation de la martensite ϵ dans les alliages ferreux semble être en relation directe avec la formation de fautes d'empilement au sein du réseau cubique à faces centrées de l'austénite. L'énergie de faute d'empilement est abaissée par les éléments tels que le manganèse, le chrome, le silicium, augmentée par contre par le nickel. La décomposition de l'austénite

Chapitre 4 La transformation martensitique

dans les aciers inoxydables ou les alliages Fe-Cr-Ni, ou les alliages à base de fer-manganèse est en fait complexe, car la phase ϵ hexagonale est généralement intimement associée à la phase α' , cubique centrée. Ces deux phases sont formées par un processus martensitique. Leur formation est liée : il semble bien d'après les études les plus récentes que les germes de phase α' prennent naissance au sein des bandes de phase ϵ et croissent sous forme de lattes de trois orientations possibles, l'axe de latte étant parallèle à $[110] \gamma$. [40]

4.4 Morphologie de la martensite

Dans les alliages à base de fer, on distingue habituellement deux types principaux de morphologies :

- Type I : "martensite en lattes" ou "martensite massive"
- Type 2 : "martensite en plaquettes" ou "martensite lenticulaire" ou "martensite aciculaire".

Ces deux types de martensite correspondent non seulement à des caractéristiques morphologiques distinctes, mais également à des caractéristiques cristallographique (relation d'orientation, plans d'habitat) différentes ainsi qu'à des mécanismes de formation différents.

4.4.1 La martensite en lattes ("lath martensite" ou "schiebung martensite")

Elle correspond à une structure morcelée en blocs, à contours déchiquetés. Sa structure est constituée de plaquettes de dimension $a \gg b \gg c$, ou lattes, éléments constitutifs de base, alignées parallèlement les unes aux autres et groupées au sein d'ensembles appelés "paquets" ou "blocs".

Plusieurs de ces paquets sont contenus et reconnaissables au sein de chaque cristal de l'austénite d'origine. Les lattes individuelles de martensite sont séparées les unes des autres par des interfaces à faible ou forte désorientation ou peuvent être éventuellement en relation de macles. Leur épaisseur généralement très faible (0,1 à 0,2 μm) est de l'ordre de grandeur du pouvoir séparateur du microscope optique, ce qui rend difficile une analyse précise de leur morphologie par cette technique. En revanche leur taille est trop élevée pour qu'il soit possible de déterminer leur forme par microscopie électronique en transmission. Celle-ci révèle

Chapitre 4 La transformation martensitique

néanmoins la structure fine de ces lattes, caractérisée principalement par une forte densité de dislocations enchevêtrées et l'empilement des lattes en paquets.

Pour la martensite en lattes les plans d'habitat sont du type (111). Etant donné la faible multiplicité de ce type de plans (quatre familles de plans (111)) les lattes constitutives des paquets sont alignées selon un nombre restreint d'orientations (quatre) au sein de chaque grain austénitique.

Ce type de morphologie en lattes, est habituellement observé dans le cas alliages à faibles ou moyennes concentrations en éléments d'addition. Il s'observe notamment dans les systèmes Fe-C, Fe-Ni, Fe-Mn, Fe-W, Fe-V, Fe-Mo.

4.4.2 Martensite en plaquettes ("plate martensite" ou "umklapp martensite")

Elle correspond à un enchevêtrement de plaquettes ou lentilles individualisées et orientées selon des angles définis au sein de chaque grain de L'austénite (Rig. 31.9b). Cette morphologie se distingue de celle de la martensite en lattes, en ce sens qu'il ne se forme pas de plaquettes adjacentes parallèles les unes aux autres. Les premières plaquettes, qui se forment au tout début de la transformation, tendent à traverser le grain austénitique ou le scinder en régions de plus faibles dimensions au sein desquelles se développent les plaquettes formées ultérieurement. Ceci conduit donc à une diminution progressive de la taille des plaquettes formées, en fonction du degré d'avancement de la transformation.

4.5 Mécanisme de transformation

Le mécanisme de germination est essentiellement contrôlé par l'énergie de faute d'empilement. Cette énergie est fortement dépendante de la composition chimique mais aussi de la température. Deux mécanismes peuvent être proposés suivant la valeur de l'EFE de l'acier austénitique :

- Une forte énergie de faute d'empilement conduit à un mécanisme CFC→QC. La phase martensitique (QC) se forme à partir de la phase austénitique (CFC) par deux cisaillements consécutifs ou simultanés laissant deux plans invariants. Les sites de germination de la martensite dans ce cas, sont les macles et / ou les fautes d'empilement induits par la déformation.

Chapitre 4 La transformation martensitique

- Une faible énergie de faute d'empilement conduit à un mécanisme supplémentaire : $CFC \rightarrow HC \rightarrow QC$

En premier lieu la martensite ϵ (HC) se forme sur les plans (111) de l'austénite par superposition de défauts d'empilement. Puis la martensite α' (QC) se forme :

- à l'intersection de deux plaquettes de martensite ϵ .
- à l'intersection d'une plaquette ϵ et d'une bande de glissement.
- à l'intersection d'une plaquette ϵ et d'une macle mécanique.

4.6 Thermodynamique et activation de la transformation

4.6.1 Refroidissement rapide

La transformation s'effectuant par voie thermique est quasi-instantanée et est caractérisée par la température M_s à laquelle l'austénite commence à se transformer en martensite. M_s est étroitement dépendante de plusieurs paramètres comme la taille de grains, la limite élastique ou encore la composition chimique. Ce dernier paramètre a fait l'objet de plusieurs études aboutissant à des formules empiriques reliant la température M_s à la composition chimique.

$$M_s(^{\circ}C) = 1302 - (42Cr) - (61Ni) - (33Mn) - (28Si) - 1667(C + N) \text{ Lacombe et Béranger}$$

4.6.2 Application d'une contrainte ou d'une déformation plastique

L'application d'une contrainte ou d'une pré-déformation plastique peut activer la transformation martensitique à des températures supérieures à la température M_s .

L'apport d'énergie mécanique supplémentaire U dû au chargement s'ajoute à la variation d'énergie libre chimique $\Delta G_c^{A \rightarrow M}(T)$ à la température T . La somme de ces deux termes est égale à la force critique qui permet d'activer la transformation martensitique.

Cette transformation peut s'effectuer de deux façons suivant la température. Elle est : soit assistée par la contrainte, soit induite par la déformation plastique.

Le pseudo-diagramme d'état (σ, T) décrit trois domaines de mécanismes différents

Chapitre 4 La transformation martensitique

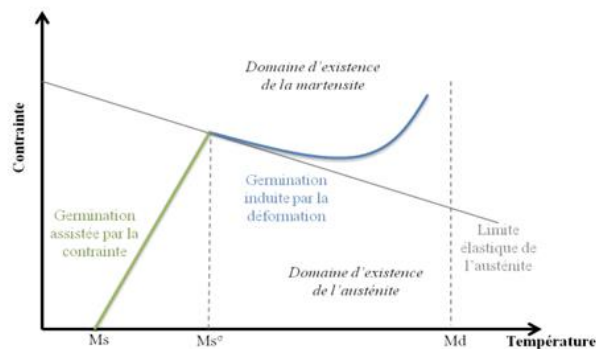


Figure 4-4 Illustration schématique de la variation de la contrainte critique avec la température. Reproduction du schéma d'Olson et Cohen [OC72]

- $M_s < T < M_s^{\sigma}$: la contrainte critique varie linéairement avec la température et est inférieure à la limite d'élasticité de l'austénite. La transformation débute avant la déformation plastique de l'austénite. Dans ce domaine c'est donc l'énergie élastique qui déclenche prématurément la transformation qui est dite assistée par une contrainte.
- $M_s^{\sigma} < T < M_d$: A partir de la température M_s^{σ} , la contrainte critique devient supérieure à la limite d'élasticité de l'austénite. L'écoulement plastique de l'austénite précède la transformation martensitique qui est elle-même favorisée par cette déformation. La transformation est dite assistée par la déformation.
- $T > M_d$: la transformation martensitique ne peut plus avoir lieu quel que soit le niveau de contrainte. La déformation plastique consolide la phase austénitique.

La transformation martensitique a été largement étudiée pour les aciers inoxydables austénitiques et son étude a été étendue depuis quelques années aux aciers inoxydables. Les différentes études réalisées ont mis en évidence un paramètre empirique utilisé pour caractériser la capacité de l'austénite à se transformer en martensite lors d'une déformation.

La température $M_{d_{30}}$ est le paramètre déterminé pour la première fois par Angel pour les aciers austénitiques, il dépend principalement de la composition chimique. $M_{d_{30}}$ est la température pour laquelle 50% de martensite a été formée après une déformation vraie de 30%. A ce jour plusieurs formules empiriques ont été proposées.

- $M_{d_{30}} (\text{°C}) = 413 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 9,5(\%Ni) - 18,5(\%Mo)$ Equation d'Angel.

Chapitre 4 La transformation martensitique

- $M_{d_{30}} (^{\circ}\text{C}) = 551 - 462(\%C + \%N) - 9, 2(\%Si) - 8, 1(\%Mn) - 13, 7(\%Cr) - 29(\%Ni + \%Cu) - 18, 5(\%Mo) - 68(\%Nb)$ Equation de Nohara.
- $M_{d_{30}} (^{\circ}\text{C}) = 580 - 520(\%C) - 2(\%Si) - 16(\%Mn) - 16(\%Cr) - 23(\%Ni) - 26(\%Cu) - 300(\%N) - 10(\%Mo)$ Equation de Zhang.

Dans ces différentes formules, les éléments d'alliages de l'acier sont exprimés en pourcentage massique.

Partie expérimentale

Chapitre 5 : Procédure expérimentale

5.1 Introduction

Les copeaux d'usinage sont recyclés et réduits à l'état de poudre, puis mis en forme par compactage suivi d'une consolidation par frittage, dans le but d'optimiser et de minimiser le coût de production.

Ce procédé de recyclage des déchets provenant de l'usinage des pièces métalliques, est d'une grande importance pour les industries mécaniques et métallurgiques. Grâce à la réduction des étapes de fabrication et donc des coûts de production assurés par la MDP, ce procédé est en passe de devenir la meilleure méthode de fabrication des pièces mécaniques notamment dans le domaine de l'industrie automobile.

Plusieurs paramètres de broyage influent sur la qualité, la forme, et la taille moyenne des particules de poudre obtenue. Parmi ces variables on distingue :

- La charge broyée.
- Le temps de broyage.
- La taille initiale des copeaux.
- La vitesse de broyage.

5.2 Déroulement des expériences

Le déroulement de ce travail suit des étapes précises décrites en ce qui suit :

- La fabrication de copeaux par tournage.
- Le pré broyage des copeaux puis le tamisage du produit et la répartition en trois gammes ; copeaux grossiers, moyens, et fins (1600 μ m, 630 μ m et 315 μ m).
- Le broyage des échantillons en variant les paramètres de broyage.
- La caractérisation des échantillons obtenus.
- L'étude de l'influence des paramètres de broyage sur la poudre obtenue.

Chapitre 5 Procédure expérimentale

Au final, les résultats de ce projet permettront la compréhension du procédé ce qui nous permet une optimisation du procédé.

5.3 Présentation du matériau utilisé

Dans notre étude, nous avons utilisé l'acier inoxydable austénitique de type 310. Initialement notre acier est sous forme de lingot fabriqué par laminage. Cet alliage a une structure cubique à faces centrées. Il est essentiellement non magnétique sous condition de recuit et ne peut être durci que par un travail à froid. Le taux de chrome et de nickel lui confère une bonne résistance à la chaleur.

5.3.1 Analyse chimique

Nous avons procédé à l'analyse chimique du matériau à l'état de réception et les constituants chimiques présents dans l'acier utilisé ainsi que leurs proportions sont résumées dans le tableau (Tableau 5.1) suivant :

Tableau 5-1 : Composition chimique de l'acier 310.

Elément	Fe	Cr	Ni	Si	Mn	Cu	Mo	Co	S	V
pourcentage	49	21.8	16.4	1.97	1.51	0.239	0.151	0.144	0.061	0.059

Nb	C	W	Ti	Al	P	Pb
0.045	0.033	0.028	0.007	0.007	<0.12	<0.01

5.3.2 Caractéristiques mécaniques

Les caractéristiques mécaniques de l'acier à l'état brut sont résumées dans le tableau (Tableau 5.2) suivant :

Tableau 5-2 caractéristiques mécanique de l'acier inoxydable austénitique 310 (fiche technique)

Dureté –Brinell	A (%)	E (GPa)	Rm (Mpa)
170	<50	190 - 210	530 – 1200

5.3.3 Caractéristiques physiques

Les caractéristiques physiques de l'acier inoxydable austénitique 310 à l'état brut sont résumées les suivants : (fiche technique)

- Densité (g/cm^3) : 7,9 [41]
- Point de fusion (C) : 1400-1455

5.3.4 Caractéristiques thermiques

- Coefficient d'expansion thermique à 20-100C ($\times 10^{-6}K^{-1}$) : 16-18 (fiche technique)
- Conductivité thermique à 23C ($Wm^{-1}K^{-1}$) : 16,3 (fiche technique)

5.3.5 Caractéristiques électriques

- Résistivité électrique ($\mu\text{Ohm.cm}$) : 70-78 (fiche technique)

5.3.6 Analyse métallographique

La figure 5.1 représente la micrographie de notre métal à l'état de réception faite à l'aide d'une préparation métallographique et une observation microscopique décrites dans ce qui suit.



Figure 5-1 micrographie de l'acier inoxydable austénitique 310 à l'état de réception

$$G = \times 500$$

5.4 Préparation métallographique des échantillons

Avant d'effectuer les analyses, tests, caractérisations, les échantillons doivent être préparés, dans le but de faciliter les manipulations, également les résultats.

5.4.1 Enrobage

L'enrobage se fait pour faciliter le polissage et l'observation microscopique. Dans notre cas on a effectué l'enrobage à froid que ce soit pour les échantillons du matériau avant le

Chapitre 5 Procédure expérimentale

broyage, les échantillons de coupeaux mais aussi des particules après le pré-broyage et le broyage. Cet étape consiste à utiliser un moule, dans lequel on met notre échantillon, avec un mélange résine + durcisseur. Après un certain temps la résine se solidifie, et on obtient un échantillon enrobé.

5.4.2 Polissage

Il permet d'obtenir une surface plane, non rugueuse et d'éliminer la couche d'oxyde superficielle. Le polissage a été effectué en deux étapes:

Polissage grossier (abrasion) : passer les échantillons enrobés sur des papiers abrasifs de granulométrie décroissante (320, 400, 600, 800, 1000 et 1200).

Polissage de finition : il est réalisé sur un papier feutre à l'aide de poudre d'alumine de granulométrie inférieure à $0.1\mu\text{m}$. Cette opération permet d'améliorer l'état de surface de nos échantillons et la rendre miroir.

Lors du polissage, il est indispensable de suivre les consignes suivantes :

- Utiliser un lubrifiant (eau) pour éviter l'échauffement de l'échantillon ;
- A chaque fois que la granulométrie est changée, il faut effectuer une rotation de 90° pour éliminer les stries ;
 - A la fin de chaque granulométrie, le disque de la polisseuse doit être rincé pour éviter la contamination

A la fin du polissage, les échantillons doivent être rincés à l'eau et séchés à l'air chaud.

5.4.3 Attaque électrolytique

L'attaque électrolytique consiste à mettre la surface à attaquer en contact avec un électrolyte puis à faire passer un courant électrique à travers l'échantillon jouant le rôle d'une anode. L'autre électrode est reliée à une tôle d'aluminium qui joue le rôle de cathode. La tension, le temps d'exposition et le type de l'électrolyte utilisé dépendent de l'alliage à attaquer. Nos échantillons sont en acier inoxydable austénitique 310, pour cela nous avons utilisé une solution d'acide nitrique 10%, avec une source de 4,5 V pendant 20 minutes.

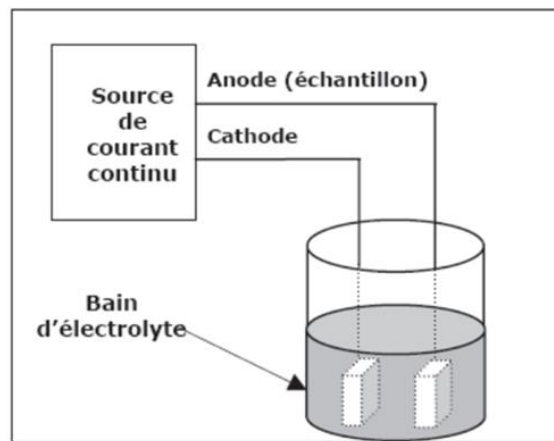


Figure 5-2 Dispositif d'attaque électrolytique

5.5 Fabrication des copeaux

Les copeaux sont fabriqués à partir d'un lingot cylindrique d'acier inoxydable austénitique 310, par usinage à l'aide d'un tour. Le choix de fabriquer les copeaux au lieu de les récupérer dans un atelier d'usinage, nous donne la possibilité de contrôler leur taille (comme c'est le cas dans ce travail), en variant les paramètres d'usinage tels que :

- La forme de l'outil utilisé
- La vitesse de rotation du mandrin
- La pénétration de l'outil
- La vitesse d'avance de l'outil

5.6 Description de l'opération de broyage

Le broyeur utilisé dans le présent travail est un broyeur planétaire à billes PULVERISETTE 5, avec 4 stations de broyage de 250ml de volume. L'échantillon est fragmenté surtout par l'impact puissant des billes de broyage. Pour cela, les bols de broyage (contenant 7 billes de 20mm de diamètre et 18.75 g d'échantillon de broyage) sont entraînés par un plateau principal en rotation autour de leur axe et dans le sens inverse. À partir d'une certaine vitesse, la force centrifuge décroche l'échantillon et les billes de la paroi intérieure du bol de broyage. Les billes de broyage traversent le bol en diagonale, à vitesse maximum, et fragmentent l'échantillon par écrasement sur la paroi opposée mais aussi par collision des billes entre elles. La vitesse de rotation du plateau principal dans notre cas prend 3 valeurs pour

Chapitre 5 Procédure expérimentale

chaque échantillon avec un ordre croissant (250, 270, et 290 tr/min). Cette vitesse est réglée par microprocesseur. Les durées de broyage (30 min, 1h, 2h, 4h, et 8h) et de pause sont réglables. Le broyage est réalisé nominalelement à température ambiante sans chauffage extérieur, par contre on remarque une élévation locale de température. Pour éviter que l'échauffement soit trop important, le broyage est en général réalisé en plusieurs cycles interrompus par des périodes de repos.

La charge broyée (la masse de chaque échantillon) est de 18,75 grs calculé en fonction du volume des billes et le volume de la jarre.

Le broyeur est combinable avec le dispositif GTM (Système de mesure de pression de gaz et de température) pour mesurer la pression de gaz et la température pendant le broyage.

Le matériau des billes et du bol est un acier au chrome durci pour éviter toute contamination des échantillons. Les bols sont en rotation avec un rapport de 1 : -2,19 par rapport au plateau principal. La figure 5.3 ci-dessous montre une photo réelle du broyeur utilisé.



Figure 5-3 PULVERISETTE 5/4

5.7 Techniques de caractérisations

5.7.1 Caractérisation structurale

5.7.1.1 Observation microscopique :

Pour une telle observation, suivie de prise de photos, nous avons utilisé un microscope optique du type OLYMPUS, et un de type OPTIKA. Au laboratoire de Métallurgie au niveau du département métallurgie à l'Ecole Nationale Polytechnique (ENP). Avec un agrandissement

Chapitre 5 Procédure expérimentale

qui varie de 50 à 1000x. Ils s'accompagnent d'une caméra, reliée à un ordinateur permettant la capture de photos de la structure observée après avoir choisi la surface à photographier. 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.

5.7.1.2 Diffraction des rayons X

Est une techniques qui permettant la suivit de la formation des phases cristallines et de leurs évolution. Les digrammes de diffraction des rayons X nous permettent d'identifier les phases et de calculer les paramètres des mailles.

Un faisceau de RX sort de la fente du tube prévu à cet effet, et tombe sur l'échantillon sous un angle Ω . Il est diffracté suivant un angle 2θ et rentre dans la fente du détecteur afin d'être mesuré. L'échantillon tourne autour de l'axe perpendiculaire au plan des angles, et passant par lui, avec une vitesse ω . Le dispositif comprend (figure 5.3 (a)):

- Un tube a rayon X
- Un détecteur pour recueillir les rayons diffractés
- Un goniomètre pour la mesure des angles

Lorsqu'un rayonnement incident de longueur d'onde fixée rencontre un matériau cristallin, la périodicité des positions atomiques engendre des interférences alternativement constructives et destructives des ondes renvoyées par chacun des atomes (figure 5.3 (b)). Le résultat équivaut à des réflexions de l'onde incidente sur chacune des familles (h, k, l) de plans cristallins lorsque la condition exprimée par la loi de Bragg est satisfaite :

$$2d_{hkl} \sin \theta = n \lambda$$

Où λ est la longueur d'onde du rayonnement incident, θ l'angle d'incidence, d_{hkl} la distance des plans (h, k, l) et n un nombre entier

Pour chaque angle 2θ , une intensité est mesurée par le détecteur, ce qui donne un diagramme $I=f(2\theta)$ appelé diffractogramme, que l'on dépouillera par la suite pour déterminer les différentes structures en présence, calculer le paramètre de maille des phases observées, et l'identification de la nature des composés présents.

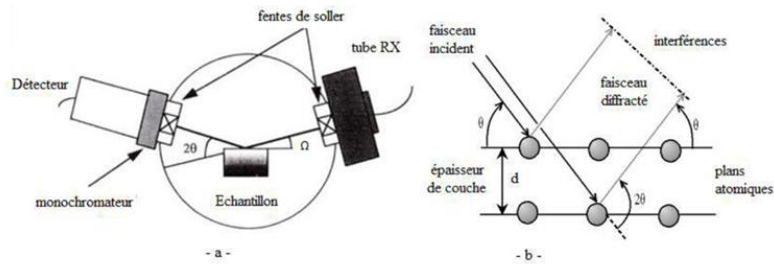


Figure 5-4 (a) Dispositif pratique. (b) Diffraction d'une onde incidente par une famille de plans atomiques d'un cristal.

5.7.2 Caractérisation mécanique

5.7.2.1 La microdureté Vickers

Elle permet la mesure de la dureté des matériaux sans les endommager. Le microduromètre utilisé pour cet essai est de marque MITUTOYO HM. C'est un microduromètre semi-automatique à pénétration Vickers avec une charge de mesure de (300 et 500g) relié à un micro-ordinateur, permet la mesure automatique de la microdureté grâce à un logiciel approprié.

Le principe de cet essai consiste à exercer sur la surface de l'échantillon à étudier une force constante (dans notre cas de 500g) pendant un temps donné (15s dans notre cas) à l'aide d'un poinçon en diamant très dure appelé pénétrateur; ce dernier ayant une forme pyramidale à base carrée. La dureté Vickers (Vickers Hardness) est alors définie par le rapport :

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

Avec :

- F : La charge appliquée (en kg) par le pénétrateur.
- d (µm) : est la moyenne des diagonales.

Il suffit de mesurer les longueurs de diagonales de la base carrée de l'empreinte pour accéder à la valeur de la dureté Vickers. Mais dans notre cas le microordinateur nous donne directement la valeur de la dureté. Cette procédure est répétée trois fois. La moyenne des valeurs obtenues est prise comme valeur de Hv pour le matériau étudié.

5.7.3 Caractérisation de la taille

5.7.3.1 Description des tamis.

Un tamis est un récipient de forme cylindrique, contenant dans son fond un filtre à mailles carrées (ouvertures). Pendant l'opération de tamisage, les particules qui ont une taille inférieure à la taille de la maille, passent à travers le tamis, par contre celles qui ont une taille supérieure ou égale à la taille de la maille restent dans le tamis. L'ensemble des particules qui sont retenues par le tamis, est appelé refus.

5.7.3.2 Description de la tamiseuse.

C'est un appareil assurant l'agitation du groupe de tamis placés en série dans l'ordre croissant de bas en haut. 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 tenu par un système de fixation, reçoit des vibrations de hautes fréquences délivrées par un moteur électrique. Cela conduit à un mouvement aléatoire des particules et par la suite à leur séparation. A l'issue de cette opération, on procède à la pesée du refus retenu par chaque tamis à l'aide d'une balance électronique OHAUS ADVENTURER de haute précision.

Les résultats de pesée sont utilisés pour calculer la taille moyenne des grains de la poudre et établir la courbe de distribution de la taille des grains à travers la masse considérée.

Chapitre 6 : Présentation des résultats

6.1 Introduction

Après avoir produit les copeaux d'acier 310, nous avons procédé au pré broyage des copeaux. Les copeaux obtenus sont caractérisés par la technique de tamisage dans le but d'obtenir trois gammes de taille de ces copeaux : copeaux fins, copeau moyens, et copeaux grossiers. Ensuite, nous avons procédé à leur broyage, sous l'action d'une combinaison de quelques paramètres de broyage bien définis. Les différentes valeurs de ces paramètres sont les suivantes :

- Les tailles initiales des copeaux utilisées sont : 315,630, et 1600 μm ,
- Les temps de broyage utilisés sont : 30min, 1h, 2h, 4h, 8h,
- Les vitesses de broyage utilisées sont : 250, 270, 290 trs/min.

La masse de chaque échantillon introduit dans la chambre du broyeur est de 18.75grs.

Dans le but d'étudier l'influence des trois paramètres de broyage, les différents échantillons de poudre produits sont caractérisés par tamisage et pesé des différents refus.

Les résultats obtenus sont les suivant :

- L'influence du temps sur la distribution de taille
- L'influence des paramètres de broyage (temps, vitesse, et taille initiale) sur la taille moyenne des particules de poudre produite
- L'influence des paramètres de broyage (temps, vitesse, et taille initiale) sur la fraction fine des échantillons produits.

Chapitre 6 Présentation des résultats

Après chaque combinaison des variables de broyage et caractérisation des particules de poudres obtenues par cette combinaison, nous avons calculé le diamètre moyen par la relation suivante :

$$\Phi_m = O_1X_1 + \frac{O_1 + O_2}{2}X_2 + \frac{O_2 + O_3}{2}X_3 + \dots + \frac{O_n + O_{n+1}}{2}X_{n+1}$$

Où :

- Φ_m : est la taille moyennes des particules
- O_1, O_2, \dots, O_n : sont les ouvertures des tamis
- X_1, X_2, X_{n+1} : sont les fractions massiques des particules retenues par les tamis.

6.2 Influence du temps de broyage sur la distribution de taille

6.2.1 Pour les copeaux de taille fine : Taille moyenne des copeaux

($\Phi=315\mu\text{m}$)

6.2.1.1 Pour la vitesse de broyage ($V = 250 \text{ trs}/\text{min}$)

Tableau 6-1 : résultats de la caractérisation après un broyage de 30 minutes.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
630	0,485	2,55
500	4,984	26,22
400	4,779	25,14
315	3,991	21,00
200	2,366	12,45
100	1,052	5,53
50	0,780	4,10
Assiette	0,542	2,85

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 396.65 \mu\text{m}$

Il est légèrement supérieur à la taille initiale des copeaux.

Chapitre 6 Présentation des résultats

Tableau 6-2: résultats de la caractérisation après un broyage de 1 heure

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
630	0,614	2,98
500	3,753	18,25
400	4,320	21,01
315	3,847	18,71
200	3,069	14,93
100	2,361	11,48
50	1,525	7,42
Assiette	0,741	3,60

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 345.58 \mu\text{m}$

Il est aussi légèrement supérieur à la taille initiale des copeaux.

Tableau 6-3 : résultats de la caractérisation après un broyage de 2 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
630	1,795	9,46
500	4,335	22,84
400	4,236	22,31
315	3,356	17,68
200	2,922	15,39
100	1,602	8,44
50	0,320	1,69
Assiette	0,074	0,39

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 405.87 \mu\text{m}$

Il est largement supérieur à la taille initiale ce qui n'est indésirable dans notre étude.

Chapitre 6 Présentation des résultats

Tableau 6-4 : résultats de la caractérisation après un broyage de 4 heures

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
630	1,380	5,69
500	3,386	13,96
400	3,479	14,34
315	3,247	13,38
200	6,203	25,57
100	4,775	19,68
50	1,247	5,14
assiette	0,424	1,74

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 326.73 \mu\text{m}$

Il est un petit peu supérieur à la taille des copeaux initiaux.

Tableau 6-5 : résultats de la caractérisation après un broyage de 8 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
630	2,127	11,07
500	1,790	9,32
400	2,220	11,55
315	3,037	15,80
200	6,552	34,10
100	3,055	15,90
50	0,271	1,410
assiette	0,048	0,25

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 343.65 \mu\text{m}$

Il est plus grand que la taille initiale des copeaux.

Chapitre 6 Présentation des résultats

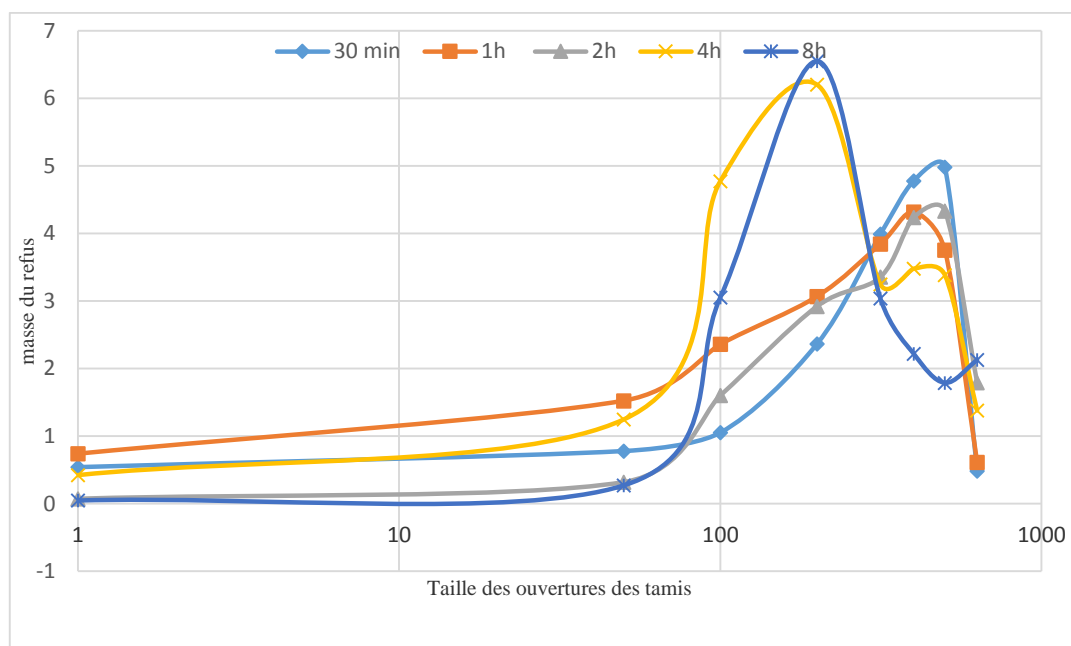


Figure 6-1 distribution de la taille de poudre après le broyage des copeaux fins.

$$(\Phi_c = 315 \mu m, V = 250 \text{ trs}/\text{min})$$

Toutes les courbes (pour tous les temps de broyage étudiés) sont en forme de cloche, ou la plus grande fraction de taille est légèrement supérieur à la taille initiale des copeaux pour un broyage prolongé (des temps supérieurs à 4h), et est largement supérieur à la taille des copeaux initiaux pour des temps court de broyage (inférieur à 2h).

6.2.1.2 Pour la vitesse de broyage ($V = 270 \text{ trs}/\text{min}$)

Tableau 6-6 résultats de la caractérisation après un broyage de 30 min.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
630	0,846	4,35
500	5,11	26,27
400	4,395	22,60
315	3,157	16,23
200	2,313	11,89
100	1,503	7,73
50	1,071	5,51
assiette	0,733	3,77

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 382.87 \mu m$, qui est supérieur au diamètre initial.

Chapitre 6 Présentation des résultats

Tableau 6-7 résultats de la caractérisation après un broyage de 1 heure.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
630	0,847	4,18
500	4,147	20,47
400	3,942	19,46
315	3,258	16,08
200	2,779	13,72
100	2,577	12,72
50	1,796	8,87
assiette	0,843	4,16

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 349.19 \mu\text{m}$, qui est supérieur à la taille initiale des copeaux.

Tableau 6-8 : résultats de la caractérisation après un broyage de 2 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
630	2,405	12,81
500	4,345	23,15
400	4,036	21,50
315	2,964	15,79
200	3,218	17,14
100	1,482	7,90
50	0,228	1,21
assiette	0,052	0,28

Le diamètre moyen des particules obtenues est : $\Phi_m = 421.74 \mu\text{m}$

Il est largement supérieur à la taille des copeaux initiaux.

Chapitre 6 Présentation des résultats

Tableau 6-9 : résultats de la caractérisation après un broyage de 4 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
630	0,771	3,78
500	1,613	7,90
400	2,080	10,19
315	2,831	13,87
200	6,568	32,18
100	4,649	22,78
50	1,314	6,44
assiette	0,462	2,26

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 286.33 \mu\text{m}$, qui est inférieur à la taille initiale des copeaux, ce qui est l'objectif du procédé.

Tableau 6-10 : résultats de la caractérisation après un broyage de 8 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
630	1,478	7,21
500	1,216	5,93
400	1,393	6,79
315	2,189	10,68
200	6,871	33,51
100	5,493	26,79
50	1,324	6,46
assiette	0,404	1,97

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 279.48 \mu\text{m}$, qui est inférieur à la taille initiale des copeaux. Ce qui est l'objectif du broyage (la réduction de taille).

Chapitre 6 Présentation des résultats

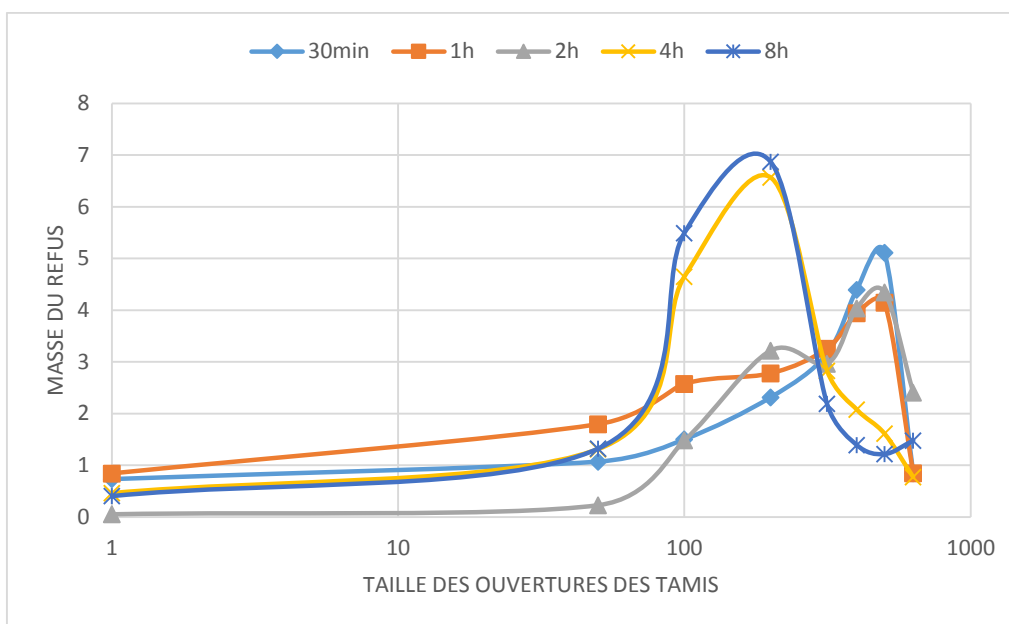


Figure 6-2 : distribution de la taille de poudre après le broyage des copeaux fins. $\Phi_c=315$
 $\mu m, V=270$ trs/min)

Les courbes de la figure sont en forme de cloche ou le pic représente la plus grande fraction de taille, cette fraction se trouve aux tailles inférieures à la taille initiale pour un broyage de 4h et 8h. Et aux tailles supérieures à la taille initiale pour un temps de broyage court (inférieur à 2h).

6.2.1.3 Pour la Vitesse de broyage ($V = 290$ trs/min)

Tableau 6-11 : résultats de la caractérisation après un broyage de 30 minutes.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
630	0,717	3,77
500	4,668	24,57
400	4,447	23,40
315	3,287	17,30
200	2,356	12,40
100	1,397	7,35
50	1,097	5,77
assiette	0,758	4,00

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 378.08 \mu m$, supérieur à la taille initiale pour ce temps de broyage (même si la vitesse du broyage est grande).

Chapitre 6 Présentation des résultats

Tableau 6-12 : résultats de la caractérisation après un broyage de 1 heure.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
630	1,837	9,45
500	4,534	23,33
400	4,36	22,43
315	3,198	16,45
200	2,539	13,06
100	1,804	9,28
50	0,851	4,38
assiette	0,229	1,18

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 402.29 \mu\text{m}$ (La même remarque que pour 30min de broyage).

Tableau 6-13 : résultats de la caractérisation après un broyage de 2 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
630	0,559	3,00
500	2,411	12,93
400	2,845	15,26
315	2,583	13,86
200	4,478	24,02
100	3,778	20,27
50	1,327	7,12
assiette	0,506	2,71

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 308.47 \mu\text{m}$, il est inférieur à la taille initiale ce qui est l'objectif voulu.

Chapitre 6 Présentation des résultats

Tableau 6-14 : résultats de la caractérisation après un broyage de 4 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
630	0,983	4,76
500	1,745	8,45
400	1,983	9,60
315	2,616	12,66
200	6,261	30,31
100	4,957	24,00
50	1,465	7,09
assiette	0,507	2,45

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 286.12 \mu\text{m}$, donc inférieur à la taille initiale qui a comme voulu subir une réduction.

Tableau 6-15 : résultats de la caractérisation après un broyage de 8 heures

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
630	3,094	13,46
500	1,556	6,77
400	1,613	7,02
315	2,166	9,42
200	6,203	27,00
100	5,881	25,59
50	1,78	7,74
assiette	0,597	2,58

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 302.66 \mu\text{m}$, inférieur au diamètre initial des copeaux (comme prévu).

Chapitre 6 Présentation des résultats

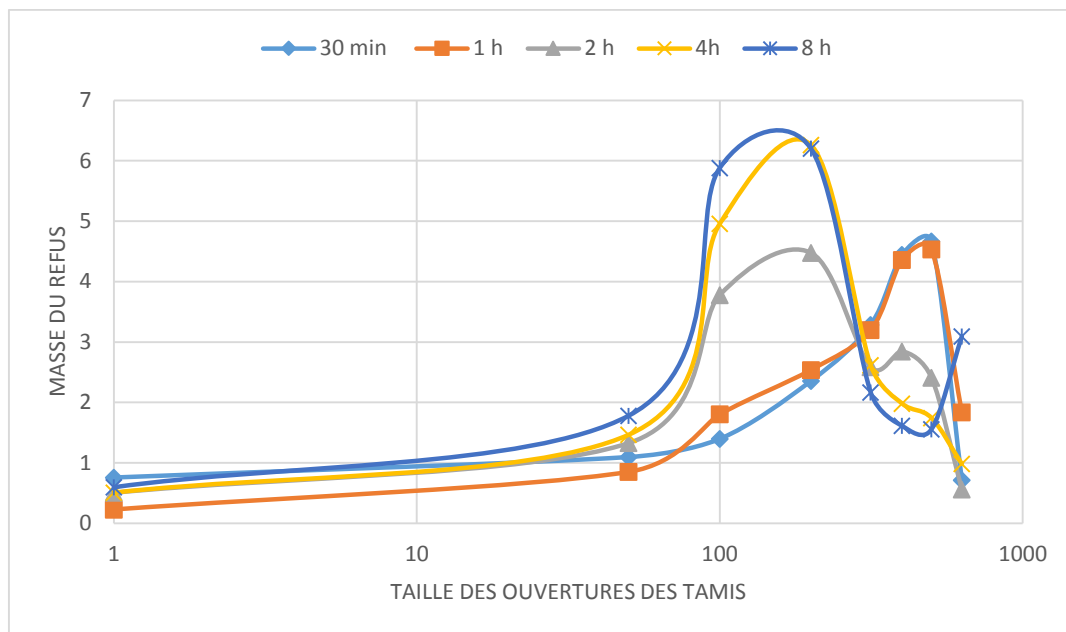


Figure 6-3 la distribution de la taille de poudre après le broyage des copeaux fins. ($\Phi_c=315 \mu m, V=290 \text{ trs/min}$)

Nous remarquons que les courbes ont la même allure que précédemment (pour les vitesses de broyage de 250 trs/min et 270 trs/min) à l'exception de celle de 2 h de broyage qui suit maintenant l'allure de 8 h et 4 h de broyage ; Sa plus grande fraction de taille est à une taille inférieure à la taille initiale des copeaux.

6.2.2 Pour les copeaux grossiers ($\Phi_c = 1600 \mu m$)

6.2.2.1 Pour une vitesse de broyage ($V = 250 \text{ trs/min}$)

Tableau 6-16 : résultats de la caractérisation après un broyage de 30 minutes.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1250	6,975	0,36
1000	5,712	0,30
800	3,684	0,19
630	1,232	0,06
500	0,20	0,01
400	0,053	0,01
315	0,038	0,002
200	0,112	0,006
100	0,376	0,02
50	0,306	0,02
assiette	0,257	0,01

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 1025.37 \mu m$. Il est inférieur à la taille initiale des copeaux même si le temps de broyage est très court.

Chapitre 6 Présentation des résultats

Tableau 6-17 : résultats de la caractérisation après un broyage de 1 heure.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1250	5,713	27,86
1000	5,819	28,38
800	3,794	18,50
630	1,544	7,53
500	0,253	1,23
400	0,098	0,48
315	0,074	0,36
200	0,273	1,33
100	0,678	3,31
50	0,933	4,55
assiette	1,164	5,68

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 911.52 \mu\text{m}$, qui est largement inférieur à la taille initiale des copeaux.

Tableau 6-18 : résultats de la caractérisation après un broyage de 2 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1250	5,701	28,58
1000	5,564	27,89
800	3,696	18,53
630	1,187	5,95
500	0,243	1,22
400	0,111	0,56
315	0,088	0,44
200	0,336	1,68
100	0,809	4,05
50	0,997	5,00
assiette	0,956	4,80

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 906.52 \mu\text{m}$. Une réduction satisfaisante du diamètre initiale.

Tableau 6-19 : résultats de la caractérisation après un broyage de 4 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1250	4,048	18,74
1000	6,763	31,31
800	4,408	20,41
630	1,217	5,63
500	0,208	0,96
400	0,094	0,44
315	0,142	0,66
200	0,720	3,33
100	1,730	8,01
50	1,276	5,91
assiette	0,548	2,54

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 845.86 \mu\text{m}$. Une réduction importante du diamètre initial.

Chapitre 6 Présentation des résultats

Tableau 6-20 : résultats de la caractérisation après un broyage de 8 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1250	17,296	79,76
1000	0,602	2,78
800	0,145	0,67
630	0,100	0,46
500	0,045	0,21
400	0,06	0,28
315	0,103	0,48
200	0,449	2,07
100	1,361	6,28
50	1,171	5,40
assiette	0,255	1,18

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 1060.80 \mu\text{m}$, inférieur à la taille initiale des copeaux mais supérieur aux diamètres moyens précédents (pour des temps de broyage moins long)

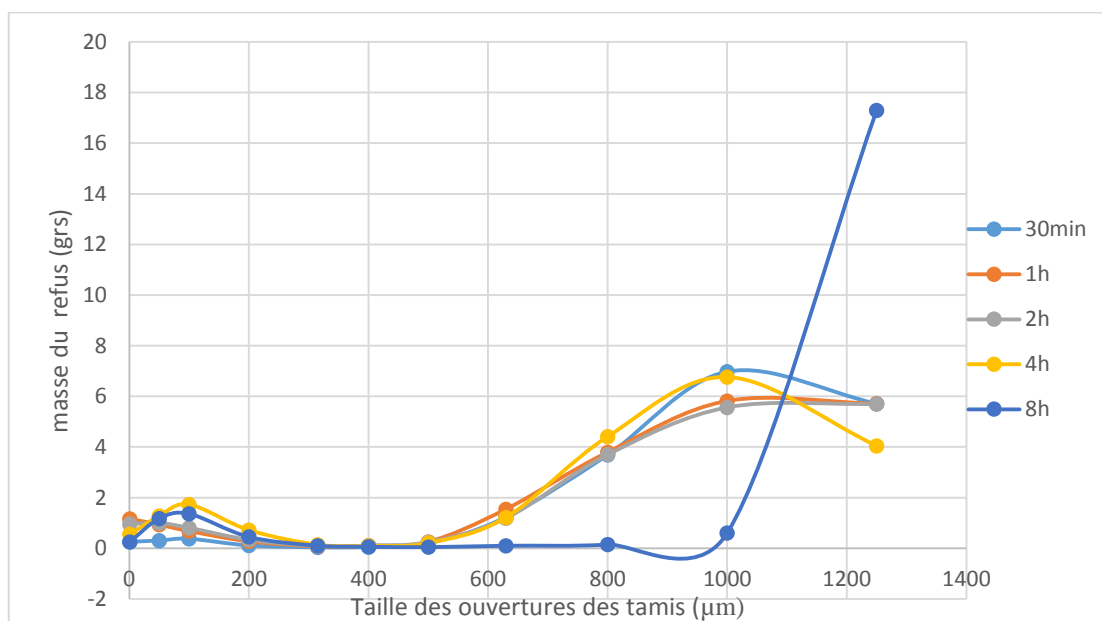


Figure 6-4: distribution de la taille de poudre après le broyage des copeaux grossière.

($\Phi_c=1600\mu\text{m}$, $V=250\text{trs/min}$)

Les courbes sont en forme de cloche, les pics qui représentent la plus grande fraction de taille pour chaque échantillon sont tous pour des tailles inférieures à la taille initiale des copeaux.

Chapitre 6 Présentation des résultats

6.2.2.2 Pour une vitesse de broyage ($V = 270 \text{ trs/min}$)

Tableau 6-21 : résultats de la caractérisation après un broyage de 30 minutes.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1250	6,915	0,363
1000	5,495	0,288
800	3,367	0,177
630	1,301	0,068
500	0,251	0,013
400	0,09	0,005
315	0,06	0,003
200	0,156	0,008
100	0,365	0,019
50	0,35	0,018
assiette	0,46	0,024

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 1003.07 \mu\text{m}$. Inférieur à la taille initiale des copeaux.

Tableau 6-22 : résultats de la caractérisation après un broyage de 1 heure.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1250	5,068	0,255
1000	4,112	0,207
800	3,935	0,198
630	1,429	0,072
500	0,303	0,015
400	0,121	0,006
315	0,099	0,005
200	0,367	0,018
100	0,721	0,036
50	0,696	0,035
assiette	1,208	0,060

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 809.58 \mu\text{m}$, largement inférieur à la taille initiale par rapport à 30min de broyage.

Tableau 6-23 : résultats de la caractérisation après un broyage de 2 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1250	3,547	0,181
1000	6,771	0,345
800	4,964	0,253
630	1,409	0,072
500	0,435	0,022
400	0	0
315	0,178	0,009
200	0,543	0,028
100	0,954	0,049
50	0,532	0,027
assiette	0,176	0,009

Chapitre 6 Présentation des résultats

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 926.29 \mu m$. Il est inférieur à la taille initiale des copeaux mais supérieur au diamètre précédent.

Tableau 6-24 : résultats de la caractérisation après un broyage de 4 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1250	2,212	0,109
1000	6,614	0,327
800	4,916	0,243
630	1,308	0,065
500	0,322	0,016
400	0	0
315	0,1	0,005
200	0,622	0,031
100	1,741	0,086
50	1,312	0,065
assiette	0,669	0,033

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 806.81 \mu m$. Il est inférieur à la taille initiale des copeaux, et la réduction est plus importante que pour 2h de broyage.

Tableau 6-25 : résultats de la caractérisation après un broyage de 8 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1250	1,256	0,056
1000	7,003	0,310
800	5,484	0,243
630	1,362	0,060
500	0,559	0,025
400	0	0
315	0,449	0,020
200	1,856	0,082
100	2,702	0,120
50	1,167	0,052
assiette	0,418	0,019

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 745.22 \mu m$. Ce qui représente une réduction très importante de la taille initiale des copeaux (près de $850 \mu m$ de réduction).

Chapitre 6 Présentation des résultats

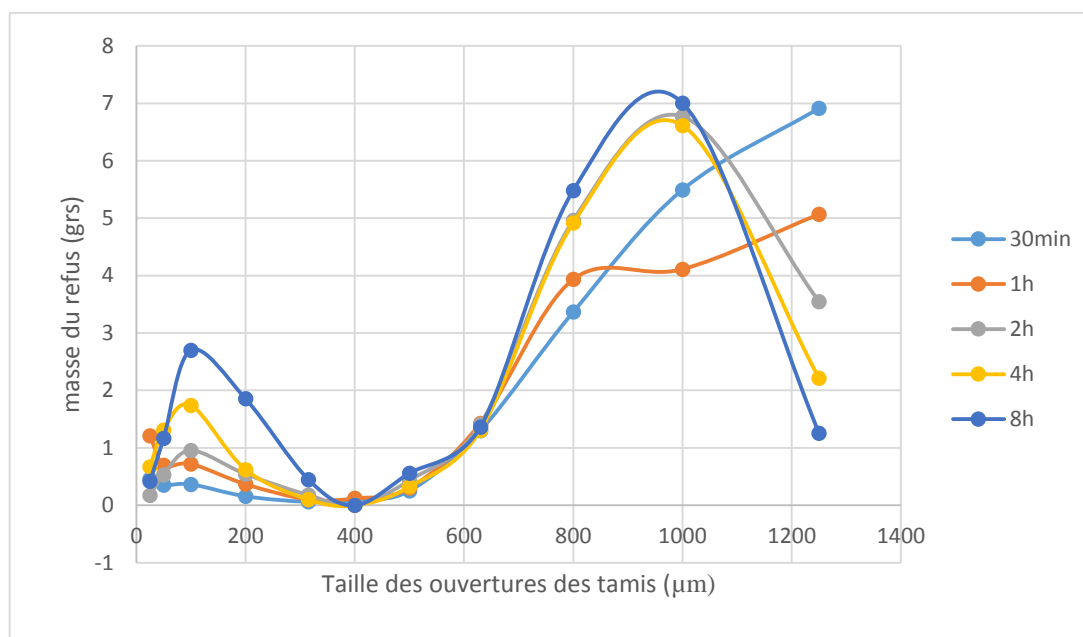


Figure 6-5 : distribution de la taille de poudre après le broyage des copeaux grossiers.
($\Phi_c=1600\mu\text{m}$, $V=270\text{trs/min}$)

Les courbes de la figure sont en forme de cloches, ou le pic représente la plus grande fraction de taille, qui se situe comme la figure précédente (pour une vitesse de 250trs/min) aux tailles inférieures à la taille initiale des copeaux.

6.2.2.3 Pour une vitesse de broyage ($V = 290 \text{ trs/min}$)

Tableau 6-26 : résultats de la caractérisation après un broyage de 30 minutes.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1250	5,748	30,38
1000	5,387	28,47
800	4,218	22,29
630	1,428	7,55
500	0,318	1,68
400	0,086	0,45
315	0,066	0,35
200	0,213	1,12
100	0,468	2,47
50	0,442	2,34
assiette	0,324	1,71

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 976.26 \mu\text{m}$. Il est comme précédemment inférieur à la taille initiale des copeaux.

Chapitre 6 Présentation des résultats

Tableau 6-27 : résultats de la caractérisation après un broyage de 1 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1250	4,808	24,61
1000	5,672	29,03
800	4,128	21,13
630	1,256	6,43
500	0,327	1,67
400	0,115	0,59
315	0,114	0,58
200	0,404	2,07
100	0,7	3,58
50	0,731	3,74
assiette	1,097	5,62

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 899.50 \mu\text{m}$. Largement inférieur à la taille initiale des copeaux.

Tableau 6-28 : résultats de la caractérisation après un broyage de 2 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1250	2,26	11,65
1000	6,272	32,32
800	4,625	23,84
630	1,512	7,79
500	0,263	1,36
400	0,092	0,47
315	0,084	0,43
200	0,517	2,66
100	1,58	8,14
50	1,261	6,50
assiette	0,697	3,59

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 815.64 \mu\text{m}$. Qui est plus petit que précédemment et évidemment inférieur à la taille initiale des copeaux.

Tableau 6-29 : résultats de la caractérisation après un broyage de 4 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1250	1,408	6,95
1000	6,255	30,88
800	4,877	24,07
630	1,446	7,14
500	0,221	1,09
400	0,109	0,54
315	0,163	0,80
200	1,013	5,00
100	2,355	11,63
50	1,424	7,03
assiette	0,612	3,02

Chapitre 6 Présentation des résultats

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 749.82 \mu m$. Il est encore plus petit que précédemment.

Tableau 6-30 : résultats de la caractérisation après un broyage de 8 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1250	1,208	4,94
1000	6,69	27,38
800	4,877	19,96
630	1,446	5,92
500	0,649	2,66
400	0,665	2,72
315	0,973	3,98
200	3,01	12,32
100	3,214	13,16
50	1,094	4,48
assiette	0,399	1,63

Le diamètre moyen est : $\Phi_m = 688.59 \mu m$. Ce qui représente la plus grande déminution pour cette vitesse de broyage (près de $900 \mu m$).

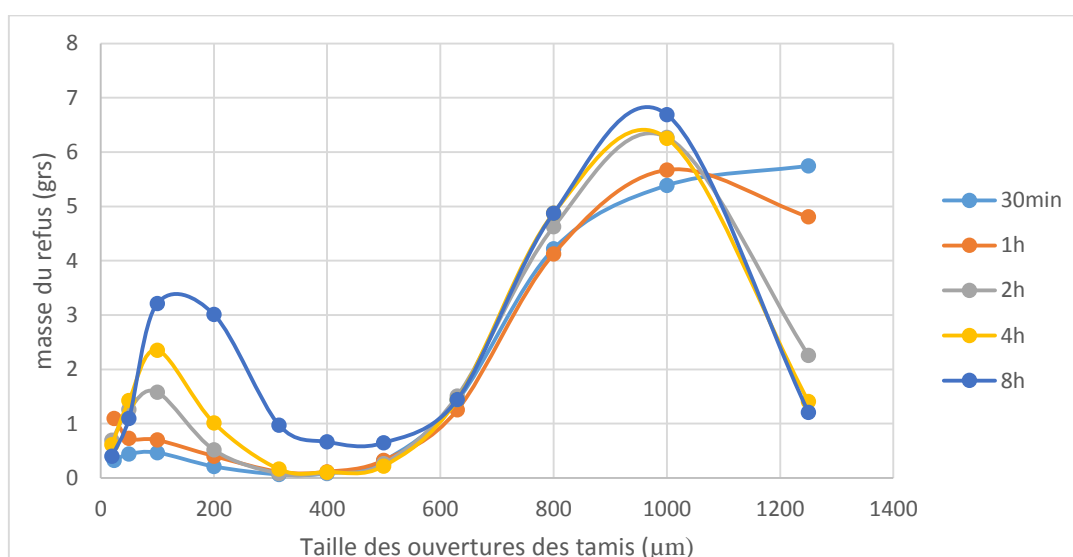


Figure 6-6: distribution de la taille de poudre après le broyage des copeaux grossiers.
($\Phi_c=1600\mu m$, $V=290tr/min$)

Les courbes de cette figure sont en forme de cloche aussi, avec des fluctuations aux niveaux des tailles fines de particules (entre $50\mu m$ et $200\mu m$). La grande fraction de diamètre pour chaque courbe est pour des diamètres inférieurs à la taille des copeaux initiaux. La diminution de taille est plus importante avec cette vitesse de broyage.

6.3 Influence du temps de broyage sur le diamètre moyen des particules

6.3.1 Pour $V=250$ trs/min

Tableau 6-31 : Influence du temps de broyage sur le diamètre moyen des particules de poudre obtenues par broyage des copeaux fins, moyens et grossiers ($V=250$ trs/min)

Temps de broyage	Taille initiale des copeaux		
	315	630	1600
30min	396,65	709,74	1025,37
1h	345,58	618,08	906,52
2h	405,87	700,15	1060,8
4h	326,73	594,42	911,52
8h	343,65	661,24	845,86

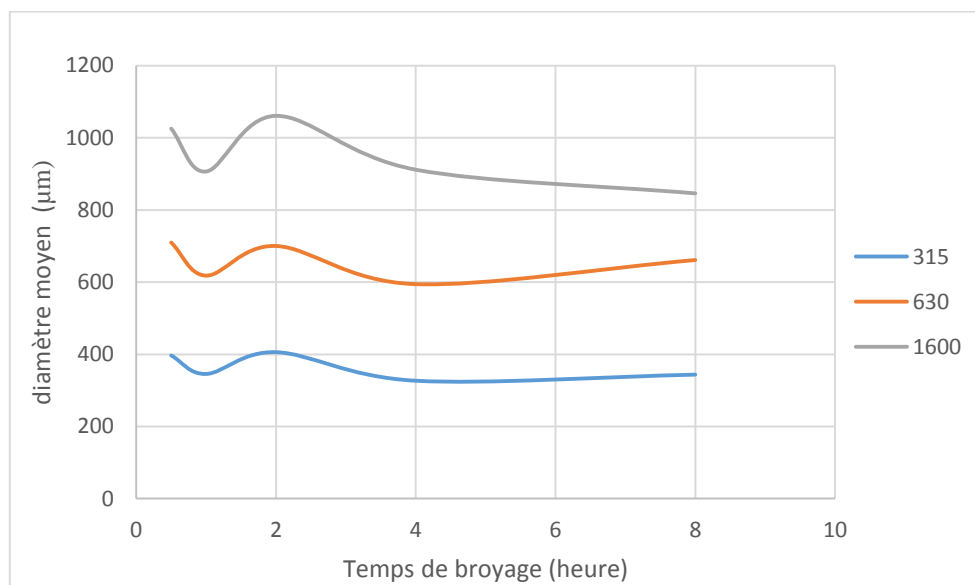


Figure 6-7: Influence du temps de broyage sur le diamètre moyen des particules ($V=250$ trs/min)

Le diamètre moyen diminue en fonction du temps de broyage, avec un petit pic ou il augmente entre 1h et 2h de broyage pour toutes les gammes de copeaux.

6.3.2 Pour $V = 270\text{trs/min}$

Tableau 6-32 : Influence du temps de broyage sur le diamètre moyen des particules de poudre obtenues par broyage des copeaux fins, moyens et grossiers ($V=270\text{ trs/min}$)

Temps de broyage	Taille initiale des copeaux		
	315	630	1600
30 min	382,87	675,59	1003,07
1h	349,19	624,19	809,58
2h	421,74	703,94	926,29
4h	286,33	548,75	806,81
8h	279,48	581,27	745,22

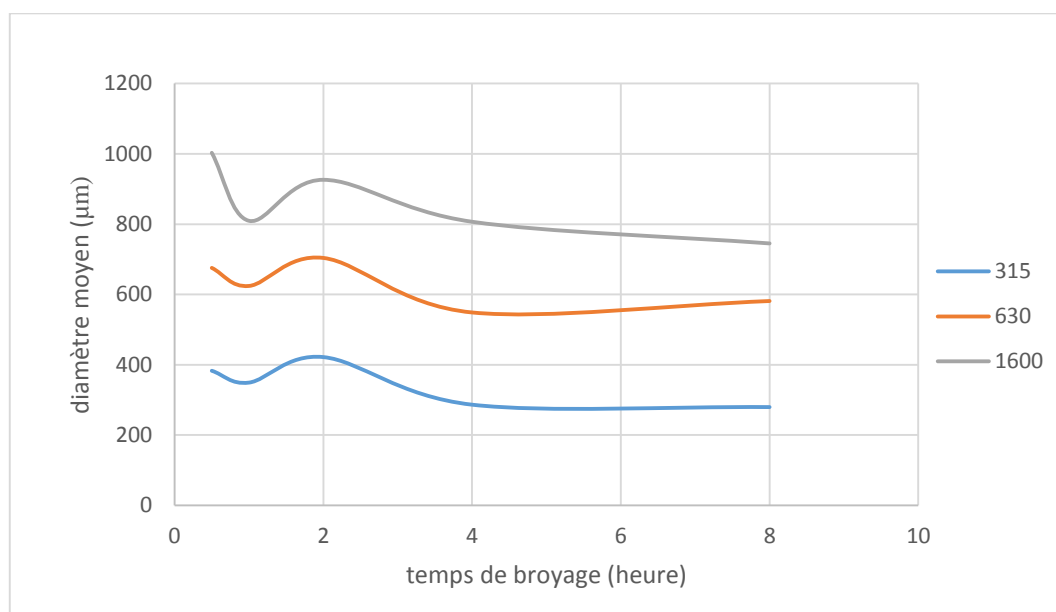


Figure 6-8 : Influence du temps de broyage sur le diamètre moyen des particules ($V=270\text{ trs/min}$)

Le diamètre moyen des particules de poudre diminue en fonction du temps de broyage pour toutes les gammes des copeaux (diminution plus importante que pour $V=250\text{trs/min}$), il diminue brutalement entre 0 et 1h de broyage (on peut le voir clairement pour les copeaux grossiers). Puis il augmente légèrement entre 1h et 2h de broyage, puis la diminution est faible après 2h de broyage. Il est clair aussi que le diamètre moyen pour les copeaux moyens et fins augmente après un certain temps de broyage.

6.3.3 Pour V = 290trs/min

Tableau 6-33 : Influence du temps de broyage sur le diamètre moyen des particules de poudre obtenues par broyage des copeaux fins, moyens et grossiers (V=290 trs/min)

Temps de broyage	Taille des copeaux initiaux		
	315	630	1600
30 min	378,08	691,75	976,26
1h	402,29	584,01	899,5
2h	308,47	575,75	815,64
4h	286,12	499,9	749,82
8h	302,66	546,31	688,59

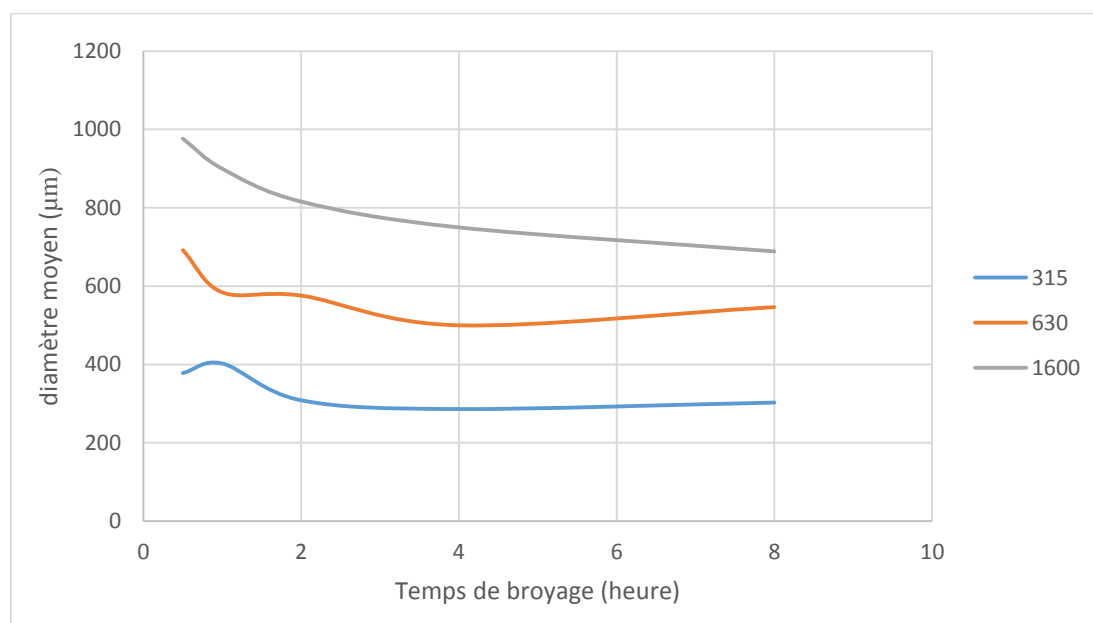


Figure 6-9 : Influence du temps de broyage sur le diamètre moyen des particules (V=290 trs/min)

Le diamètre moyen diminue comme précédemment en fonction du temps (avec une plus grande réduction que pour les 2 vitesses précédentes), il suit le même parcours qu'avant, sauf l'absence de pic ou d'augmentation entre 1h et 2h de temps ni après un certain temps de broyage pour les copeaux grossiers.

6.4 Influence de la vitesse de broyage sur le diamètre moyen des particules

6.4.1 Pour les copeaux fins ($\Phi=315$)

Tableau 6-34 : Influence de la vitesse de broyage sur le diamètre moyen des particules de poudre obtenues par broyage des copeaux fins ($\Phi=315$)

Temps de broyage	Vitesses de broyage		
	250	270	290
30 min	396,65	382,87	378,08
1h	345,58	349,19	402,29
2h	405,87	421,74	308,47
4h	326,73	286,33	286,12
8h	343,65	279,48	302,66

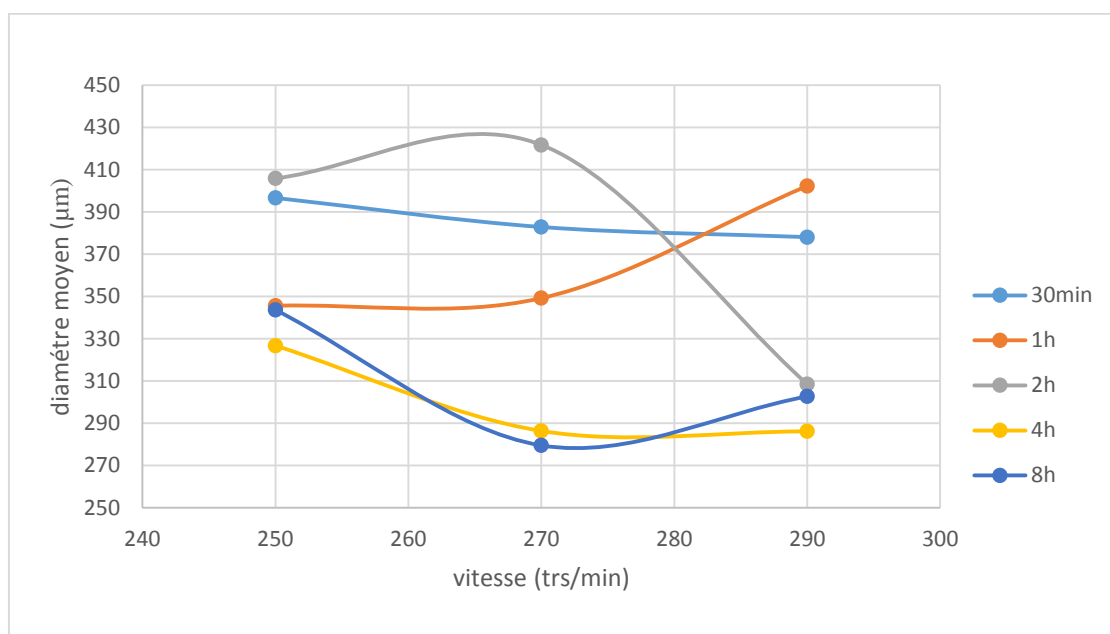


Figure 6-10 : influence de la vitesse de broyage sur le diamètre moyen des particules ($\Phi=315\mu\text{m}$)

Le diamètre diminue en fonction de la vitesse de broyage sauf pour quelques valeurs du temps de broyage.

6.4.2 Pour les copeaux moyens ($\Phi=630$)

Tableau 6-35 : Influence de la vitesse de broyage sur le diamètre moyen des particules de poudre obtenues par broyage des copeaux moyens ($\Phi=630$)

Temps de broyage	Vitesses de broyage		
	250	270	290
30 min	709,74	675,59	691,75
1h	618,08	624,19	584,01
2h	700,15	703,94	575,75
4h	594,42	548,75	499,9
8h	661,24	581,27	546,31

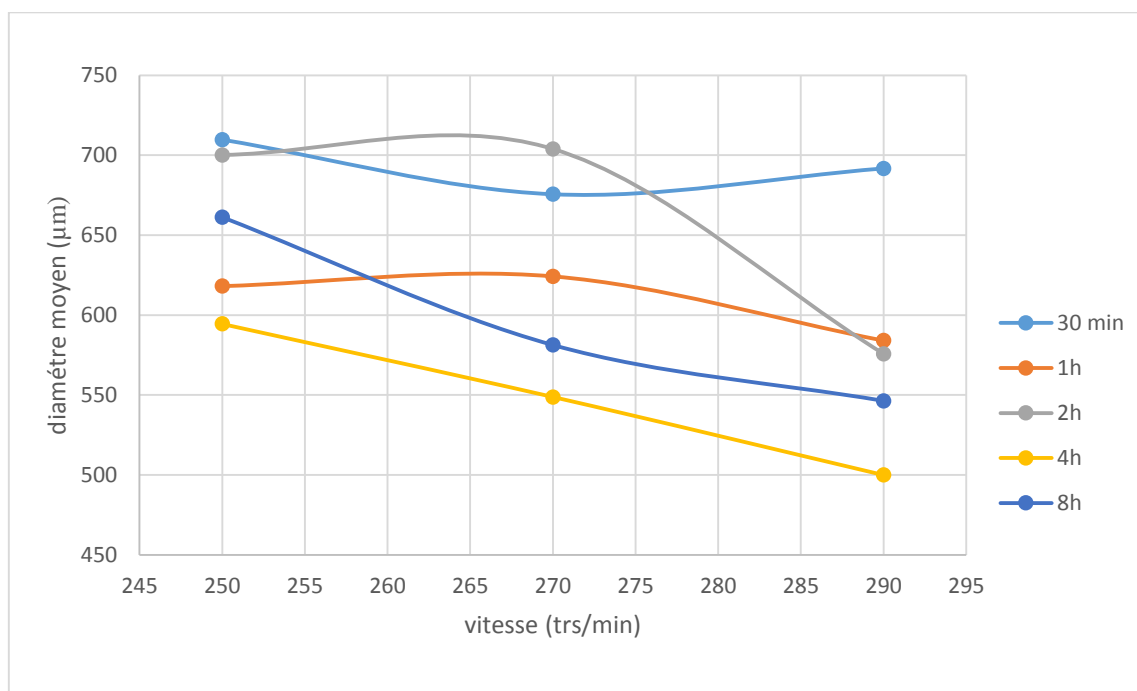


Figure 6-11: influence de la vitesse de broyage sur le diamètre moyen des particules ($\Phi=630\mu\text{m}$)

Le diamètre moyen des particules de poudre diminue en fonction de la vitesse de broyage comme précédemment, sauf pour quelques exceptions.

6.4.3 Pour les copeaux grossiers ($\Phi=1600\mu\text{m}$)

Tableau 6-36 : Influence de la vitesse de broyage sur le diamètre moyen des particules de poudre obtenues par broyage des copeaux grossiers ($\Phi=1600\mu\text{m}$)

Temps de broyage	Vitesses de broyage		
	250	270	290
30 min	1025,37	1003,07	976,26
1h	906,52	809,58	899,5
2h	1060,8	926,29	815,64
4h	911,52	806,81	749,82
8h	845,86	745,22	688,59

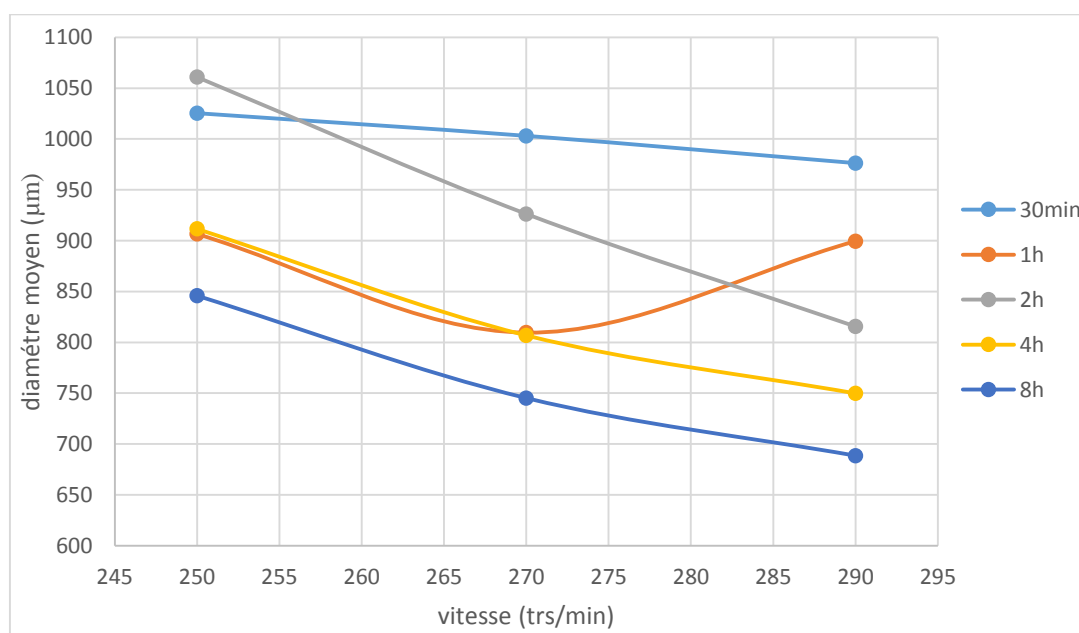


Figure 6-12 : influence de la vitesse de broyage sur le diamètre moyen des particules ($\Phi=1600\mu\text{m}$)

Le diamètre moyen diminue en fonction de la vitesse de broyage avec une réduction plus importante que pour les copeaux fins et moyens. A l'exception du broyage de 2h de temps ou le diamètre moyen des particules de poudre augmente en augmentant la vitesse de 270trs/min à 290trs/min.

6.5 Influence de la taille initiale des copeaux sur la taille moyenne des particules

6.5.1 Pour $V = 250$ trs/min

Tableau 6-37 : Influence de la taille initiale des copeaux sur la taille moyenne des particules
($V=250$ trs/min)

Temps de broyage	Taille des copeaux initiaux		
	315	630	1600
30min	396,65	709,74	1025,37
1h	345,58	618,08	906,52
2h	405,87	700,15	1060,8
4h	326,73	594,42	911,52
8h	343,65	661,24	845,86

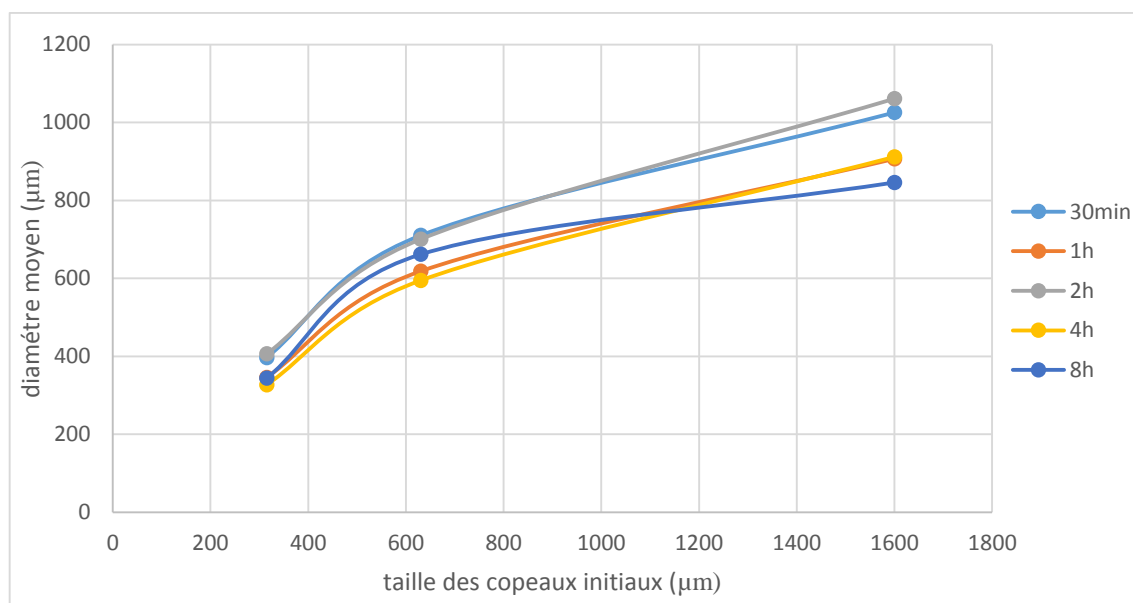


Figure 6-13: Influence de la taille initiale des copeaux sur la taille moyenne des particules
($V=250$ trs/min)

Le diamètre moyen augmente en fonction de la taille des copeaux initiaux pour toutes les valeurs du temps de broyage.

Chapitre 6 Présentation des résultats

6.5.2 Pour $V = 270$ trs/min

Tableau 6-38 : Influence de la taille initiale des copeaux sur la taille moyenne des particules
($V=270$ trs/min)

Temps de broyage	Taille des copeaux initiaux		
	315	630	1600
0,5	382,87	675,59	1003,07
1	349,19	624,19	809,58
2	421,74	703,94	926,29
4	286,33	548,75	806,81
8	279,48	581,27	745,22

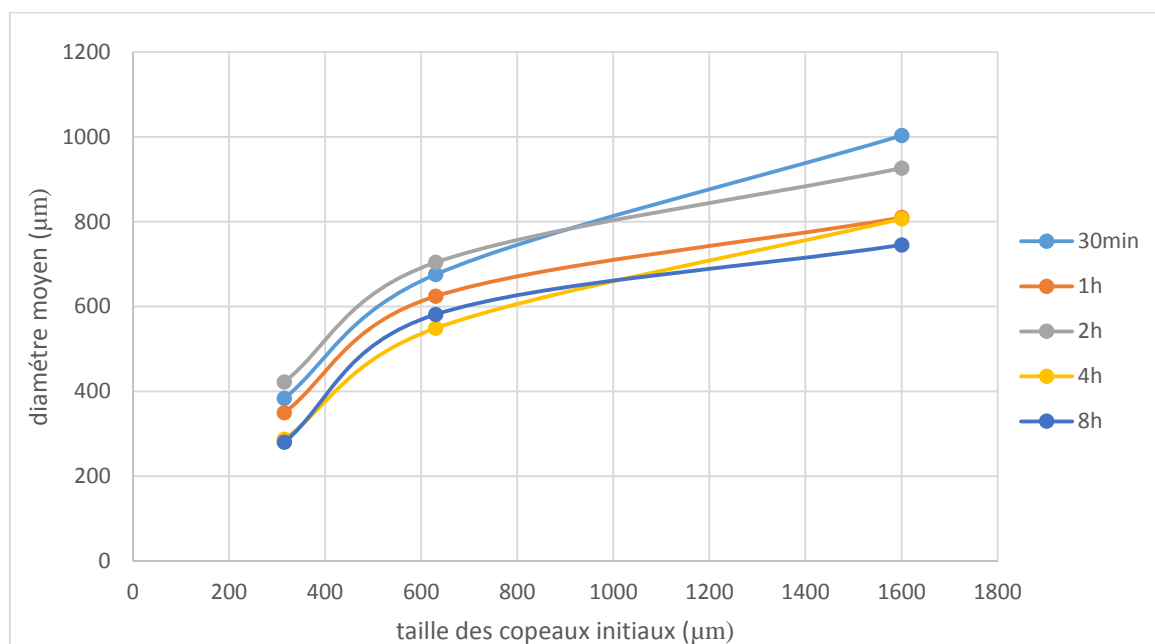


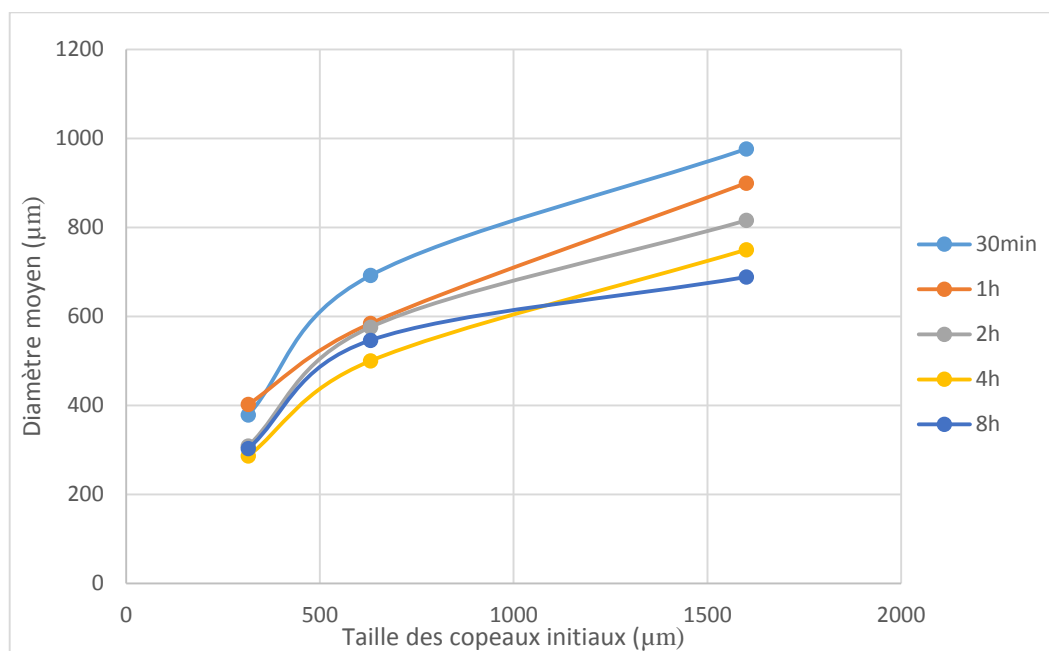
Figure 6-14 : Influence de la taille initiale des copeaux sur la taille moyenne des particules
($V=270$ trs/min)

Le diamètre moyen des particules de poudre augmente en fonction de la taille des copeaux initiaux.

6.5.3 Pour $V = 290$ trs/min

Tableau 6-39 : Influence de la taille initiale des copeaux sur la taille moyenne des particules
($V = 290$ trs/min)

Temps de broyage	Taille des copeaux initiaux		
	315	630	1600
30 min	378,08	691,75	976,26
1h	402,29	584,01	899,5
2h	308,47	575,75	815,64
4h	286,12	499,9	749,82
8h	302,66	546,31	688,59



*Figure 6-15 : Influence de la taille initiale des copeaux sur la taille moyenne des particules
($V = 290$ trs/min)*

Le diamètre moyen des particules de poudre augmente en fonction de la taille initiale des copeaux.

6.6 Influence du temps de broyage sur la fraction fine

Tableau 6-40 : influence du temps de broyage sur la fraction fine ($V = 250$ trs/min)

Taille des copeaux	Temps de broyage				
	0,5	1	2	4	8
315	2,37	4,627	1,996	6,446	3,37
630	1,846	3,826	1,726	4,471	1,512
1600	0,939	2,775	2,762	3,554	2,787

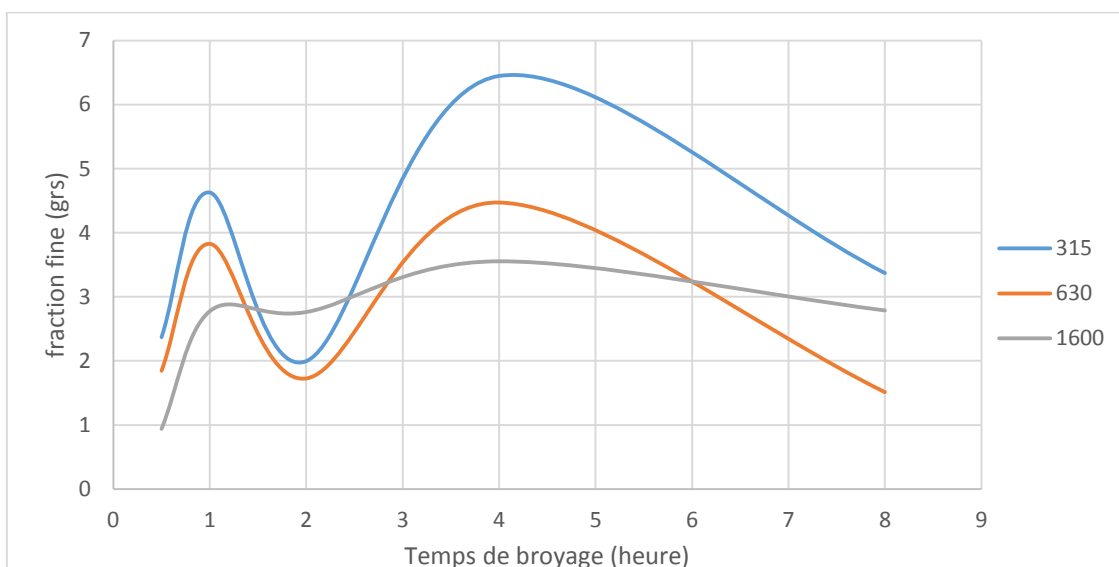


Figure 6-16 : influence du temps de broyage sur la fraction fine ($V = 250$ trs/min)

La fraction fine augmente avec le temps de broyage, elle atteint son maximum pour cette vitesse après 4h de broyage pour les 3 gammes de copeaux initiaux.

Chapitre 6 Présentation des résultats

Tableau 6-41 : influence du temps de broyage sur la fraction fine ($V = 270$ trs/min)

Taille initiale	Temps de broyage				
	0,5	1	2	4	8
315	3,307	5,21	1,76	6,425	7,22
630	2,12	4,013	1,15	4,993	3,755
1600	1,175	2,625	1,662	3,722	4,287

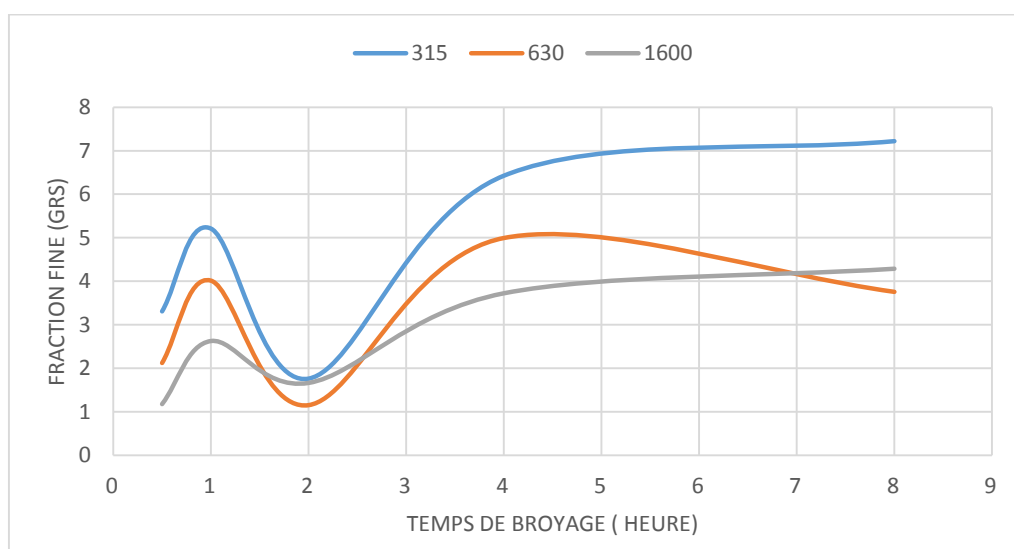


Figure 6-17 : influence du temps de broyage sur la fraction fine ($V = 270$ trs/min)

La fraction fine augmente en fonction du temps de broyage pour cette vitesse aussi, pour les 3 gammes de copeaux initiaux. Dans ce cas elle atteints son maximum (qui est plus grand que celui d'avant) après 8h de broyage.

Chapitre 6 Présentation des résultats

Tableau 6-42 : influence du temps de broyage sur la fraction fine ($V = 290$ trs/min)

Taille initiale	Temps de broyage				
	0,5	1	2	4	8
315	3,25	2,884	5,61	6,92	8,25
630	2,228	4,368	4,06	5,27	3,975
1600	1,234	2,528	3,538	4,39	4,707

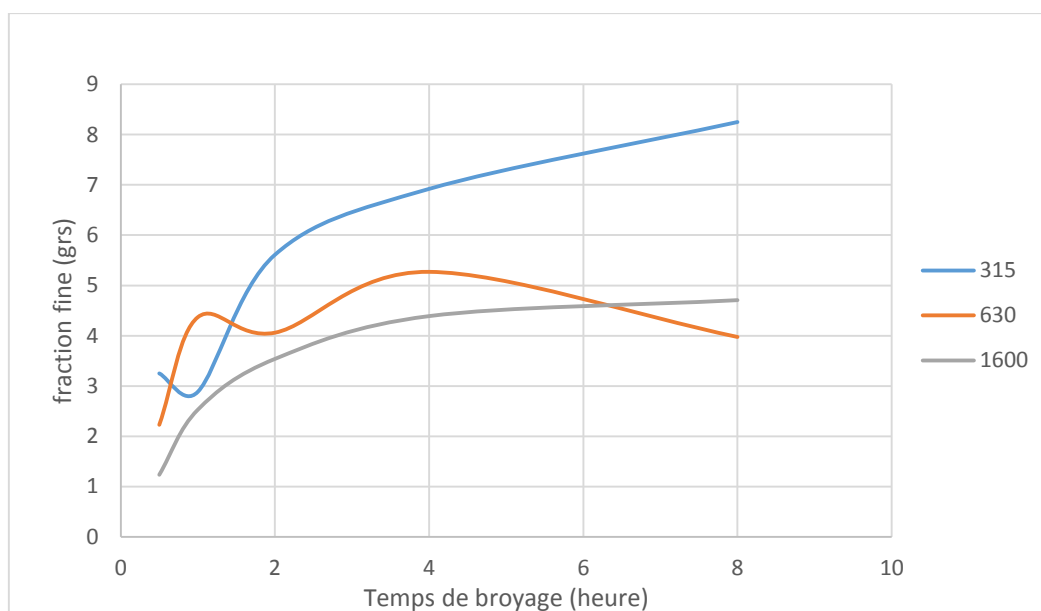


Figure 6-18 : influence du temps de broyage sur la fraction fine ($V = 290$ trs/min)

La fraction fine augmente en fonction du temps de broyage pour les 3 gammes de copeaux. Elle atteint son maximum après 8h de broyage (qui est plus grand que les deux précédents).

6.7 Influence de la vitesse de broyage sur la fraction fine

6.7.1 Pour les copeaux fins

Tableau 6-43 : influence de la vitesse sur la fraction fine des copeaux fins

Vitesse de broyage	Temps de broyage				
	30 min	1h	2h	4h	8h
250	2,37	4,627	1,996	6,446	3,37
270	3,307	5,21	1,76	6,425	7,22
290	3,25	2,884	5,61	6,92	8,25

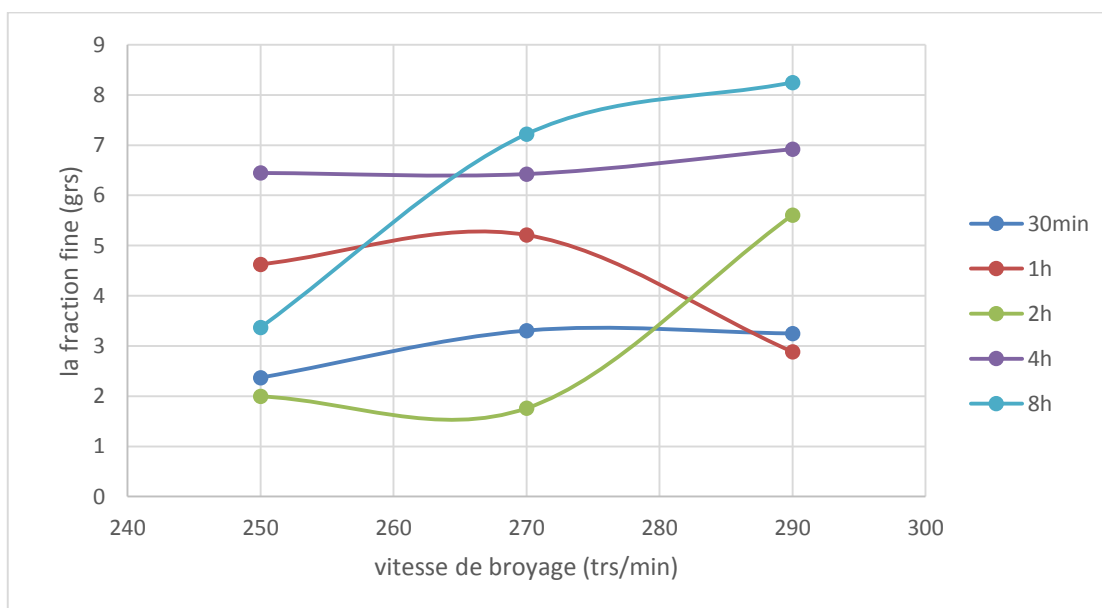


Figure 6-19 : influence de la vitesse sur la fraction fine ($\Phi=315\mu\text{m}$)

La fraction fine augmente en fonction de la vitesse de broyage pour toutes les valeurs du temps de broyage, sauf pour un broyage d'une heure de temps.

6.7.2 Pour les copeaux moyens

Tableau 6-44 : influence de la vitesse sur la fraction fine des copeaux moyens

Vitesse de broyage	Temps de broyage				
	30min	1h	2h	4h	8h
250	1,846	3,826	1,726	4,471	1,512
270	2,12	4,013	1,15	4,993	3,755
290	2,228	4,368	4,06	5,27	3,975

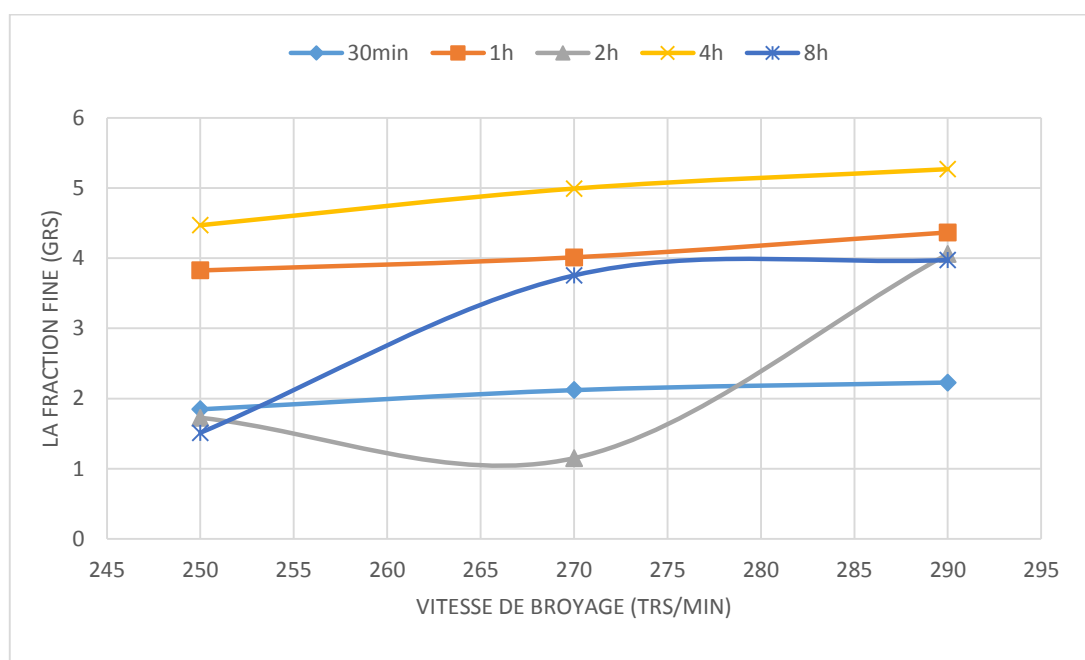


Figure 6-20 : influence de la vitesse sur la fraction fine ($\Phi=630\mu\text{m}$)

La fraction fine augmente aussi pour cette gamme de copeaux en fonction de la vitesse de broyage pour toutes les valeurs du temps de broyage.

6.7.3 Pour les copeaux grossiers

Tableau 6-45 : influence de la vitesse sur la fraction fine des copeaux grossiers

Vitesse de broyage	Temps de broyage				
	30min	1h	2h	4h	8h
250	0,939	2,775	2,762	3,554	2,787
270	1,175	2,625	1,662	3,722	4,287
290	1,234	2,528	3,538	4,39	4,707

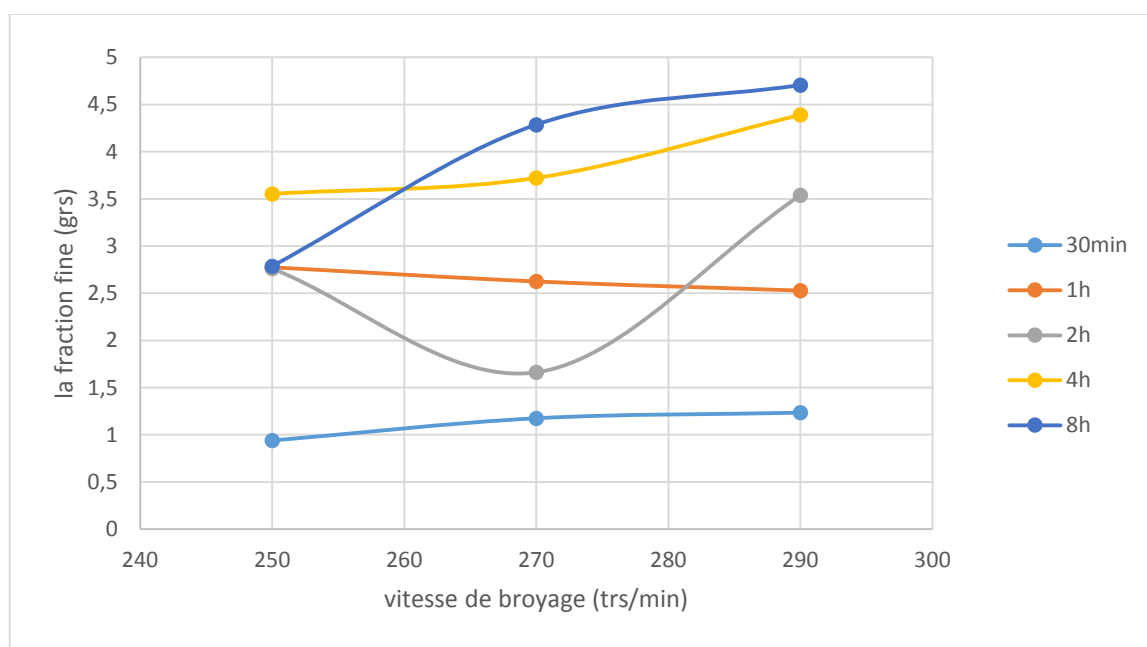


Figure 6-21 : influence de la vitesse sur la fraction fine ($\Phi=1600\mu\text{m}$)

Pour cette gamme de copeaux aussi, la fraction fine augmente en fonction de la vitesse de broyage pour toutes les valeurs du temps de broyage.

6.8 Influence de la taille des copeaux initiaux sur la fraction fine

6.8.1 Pour $V = 250\text{trs/min}$

Tableau 6-46 : influence de la taille initiale des copeaux sur la fraction fine pour $V=250\text{trs/min}$.

Taille initiale	Temps de broyage				
	0,5	1	2	4	8
315	2,37	4,627	1,996	6,446	3,37
630	1,846	3,826	1,726	4,471	1,512
1600	0,939	2,775	2,762	3,554	2,787

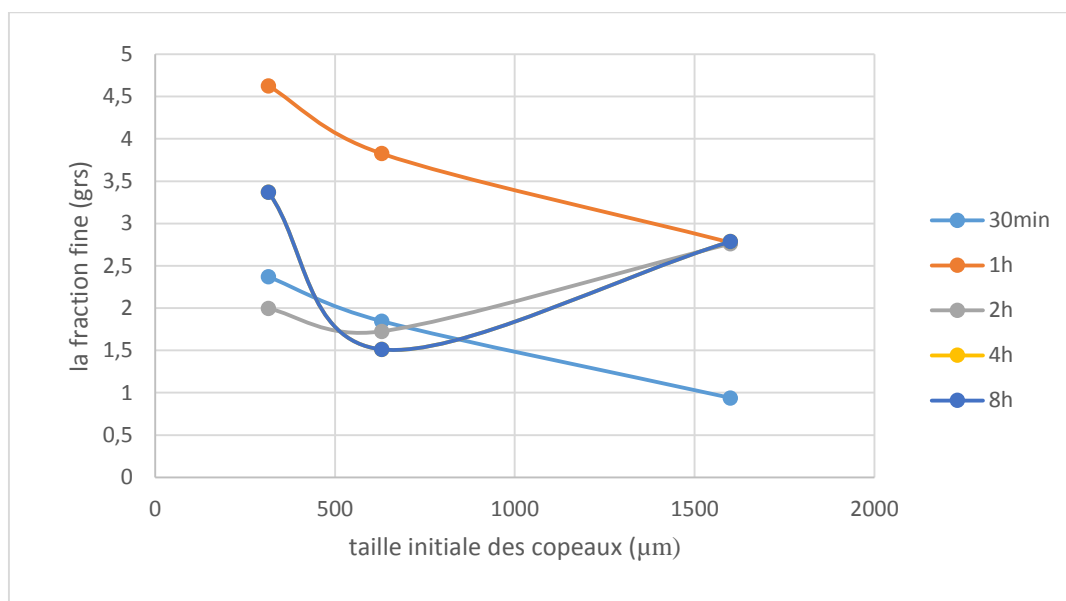


Figure 6-22 influence de la taille initiale des copeaux sur la fraction fine ($V=250\text{ trs/min}$)

La fraction fine diminue en fonction de la taille initiale des copeaux, cette diminution est très importante pour les copeaux moyens après 8h de broyage. La plus grande fraction fine pour cette vitesse de broyage est celle des copeaux fins après 1h de broyage.

6.8.2 Pour V = 270trs/min

Tableau 6-47 : influence de la taille initiale des copeaux sur la fraction fine pour V=270trs/min

Taille initiale	Temps de broyage				
	0,5	1	2	4	8
315	3,307	5,21	1,76	6,425	7,22
630	2,12	4,013	1,15	4,993	3,755
1600	1,175	2,625	1,662	3,722	4,287

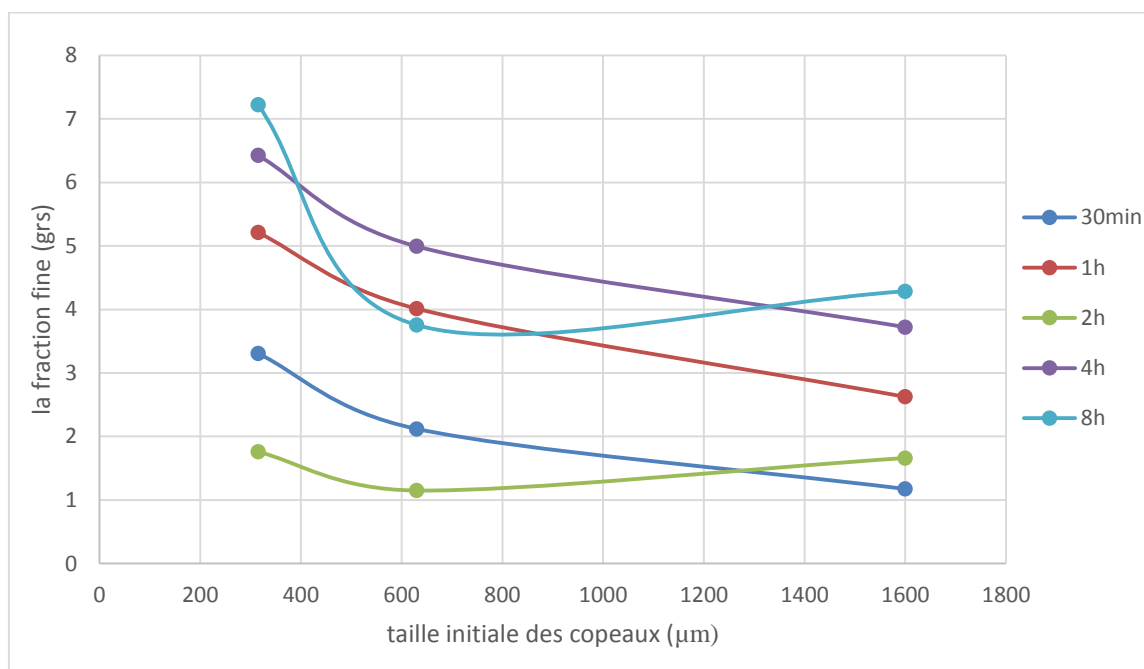


Figure 6-23 : influence de la taille initiale des copeaux sur la fraction fine (V=270 trs/min)

La fraction finie diminue en fonction de la taille initiale des copeaux pour toutes les valeurs du temps de broyage. La plus grande fraction est pour 8h de broyage des copeaux initiaux fins.

6.8.3 Pour V = 290trs/min

Tableau 6-48: influence de la taille initiale des copeaux sur la fraction fine pour V=290trs/min

Taille initiale	Temps de broyage				
	0,5	1	2	4	8
315	3,25	2,884	5,61	6,92	8,25
630	2,228	4,368	4,06	5,27	3,975
1600	1,234	2,528	3,538	4,39	4,707

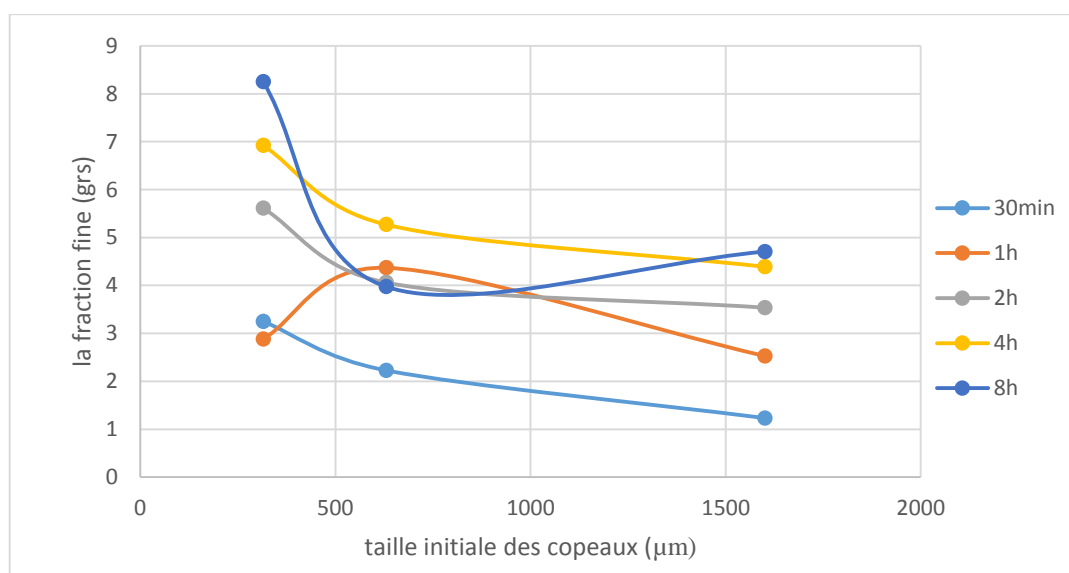


Figure 6-24 : influence de la taille initiale des copeaux sur la fraction fine (V=290 trs/min)

La fraction fine diminue en fonction de la taille initiale des copeaux comme précédemment, avec une plus grande fraction que pour les autres vitesses après 8h de broyage des copeaux fins.

6.9 Evolution de la microdureté

Le tableau ci-dessous représente l'évolution de la microdureté en fonction du temps pour l'échantillon de poudre grossière ($\Phi = 1600\mu\text{m}$), pour une vitesse de broyage de 250 trs/min.

Chapitre 6 Présentation des résultats

Tableau 6-49 influence du temps de broyage sur la microdureté pour les copeaux grossiers
avec $V=250\text{trs/min}$

Temps de broyage	Essai 1	Essai 2	Essai 3	La microdureté moyenne
Avant broyage	200.7	231.1	227.1	219.6
30min	343.1	354.0	353.2	350.1
4h	368.4	367.2	366.7	367.4
8h	410.2	402.4	394.9	402.5

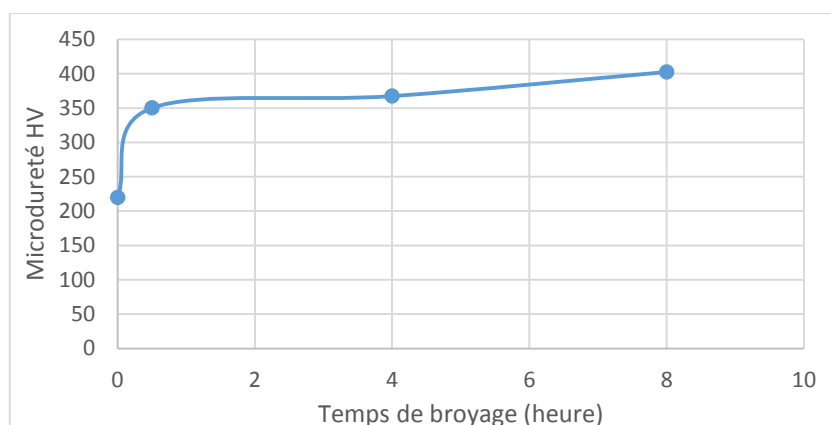


Figure 6-25 : évolution de la microdureté en fonction du temps de broyage pour les copeaux grossiers, et une vitesse de 250trs/min

6.10 Evolution de la masse en fonction de la vitesse de broyage

L'évolution de la masse en fonction de la vitesse de broyage pour les trois gammes de copeaux initiale, après 8h de broyage est présentée dans le tableau 6.50 ci-dessous.

Tableau 6-50 évolution de la masse des poudres broyées pour les tailles de copeaux initiale ; 315, 630, 1600 μm , pour les vitesses de broyages ; 250, 270, 290 trs/min après 8h de broyage.

Chapitre 6 Présentation des résultats

La vitesse de broyage (trs/min)	Masse des échantillons broyés (grs)		
	250	270	290
$\Phi = 315\mu\text{m}$	19,214	20,503	22,983
$\Phi = 630\mu\text{m}$	19,851	21,975	23,986
$\Phi = 1600\mu\text{m}$	21,6	20,227	20,256

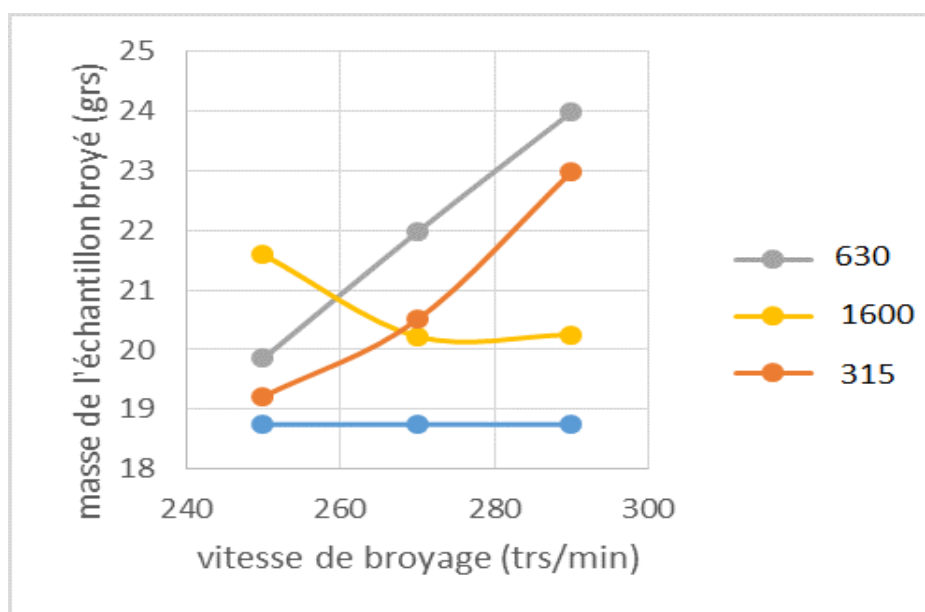


Figure 6-26 : évolution de la masse de poudre en fonction de la vitesse après 8h de broyage.

Chapitre 7: Interprétation et discussions des résultats

7.1 Introduction

Le type de broyage qui fait l'objet de notre étude est un broyage à percussion à l'aide d'un broyeur planétaire à billes. Les particules se déforment plastiquement conduisant à un écrouissage important du matériau. Cet écrouissage conduit à une fragilisation qui facilite la désintégration en fines particules sous l'effet de la contrainte mécanique. Plus l'écrouissage est important, plus ces particules se fragilisent et se désintègrent facilement. Soit elles sont prises entre deux billes en contact, entre les billes et les parois de la chambre ou alors elles subissent le choc par le fait de la chute des billes. Au cours de ce mouvement, ces particules de poudre se trouvent incrustées de microfissures ; ces dernières se propagent de la surface vers le volume pour former des cracks qui finissent par fragmenter la particule en deux particules secondaires ou plus.

Le but essentiel de ce projet est tout d'abord la compréhension de l'effet des facteurs régissant les mécanismes impliqués lors du broyage mécanique. Pour cela une analyse est faite individuellement sur l'effet des trois paramètres : la vitesse, le temps, et la taille initiale des particules broyées, sur les propriétés et la qualité de la poudre produite.

Ensuite, l'interprétation adéquate des phénomènes sachant l'influence des paramètres cités précédemment, nous conduira à une optimisation de ces paramètres pour une exploitation industrielle dans le domaine de la métallurgie des poudres et la mécanique puisqu'il s'agit de coupeaux d'usinage.

7.2 Influence du temps de broyage sur la distribution de taille

Les figures de 6.1 à 6-6 représentent l'influence de la vitesse de broyage sur la distribution de taille. Les courbes de cette distribution commencent par des minimums qui représentent les fractions de poudre qui se trouvent dans l'assiette de la tamiseuse, ensuite, elles s'élèvent jusqu'à des pics correspondant aux maximums qui représentent les plus grandes fractions de poudres retenues dans un tamis. Finalement, ces courbes redescendent à des

minimums qui représentent les fractions des poudres retenues dans les tamis avec la plus grande ouverture.

En observant l'ensemble des courbes, on remarque dans certaines de ces courbes des fluctuations et d'autres pics qui peuvent s'expliquer par le phénomène d'agglomération qui empêche les particules de passer par les ouvertures des tamis. (Exemple : figure 6.5) ce dernier est provoqué par l'attraction entre particules de poudre due aux charges électrostatiques provoquées par le frottement. Les fines particules s'attirent entre elles, ou avec des particules plus grosses. Par contre pour les particules grossières, la cause peut être liée à la forme arquée de ces particules.

7.3 Influence des paramètres de broyage sur la taille moyenne des particules de poudre

7.3.1 Influence du temps sur la taille moyenne des particules

Les figures 6.7, 6.8, 6.9 illustrent l'influence du temps de broyage sur la taille moyenne des particules de poudre pour trois gammes de copeau. On remarque alors, qu'elles ont la même allure, elles décroissent en taille très rapidement durant l'intervalle de temps compris entre une demi-heure et une heure de broyage. Cependant, on peut dire que ces courbes se divisent en deux parties distinctes. La première partie montre la diminution brutale de la taille durant une courte durée de broyage (une heure) la taille moyenne des particules diminue de 1600 μm qui est la taille moyenne initiale des copeaux jusqu'à une taille de 899.5 μm . Ceci s'explique par le fait que les copeaux introduits initialement dans la chambre du broyeur sont de taille suffisamment grande pour être pris entre les boulets et parois du broyeur et en subissent l'effet de fracture en l'absence de l'agglomération, donc les particules se fragmentent rapidement sous contrainte de compression et cisaillement qui sont les premiers mécanismes de broyage qui opèrent dans ce broyeur.

Théoriquement, on peut dire que plus le temps de broyage augmente, plus la taille moyenne des particules de poudre produite diminuent, mais ce n'est pas le cas entre 1h et 2h de broyage. On remarque que la taille moyenne augmente dans cette période de temps, ceci s'explique par l'agglomération des particules durant le broyage. Ce phénomène est évité pour un broyage avec une vitesse de 290tr/min, sur des copeaux de taille grossière (1600 μm). Comme le montre la figure 6.9.

Chapitre 7 Interprétation et discussion des résultats

La seconde partie correspond à un broyage prolongé, dont l'intervalle de temps est compris entre 1 heure et 8 heures. Ici, les courbes présentent des pentes très faibles, ceci s'explique par le fait que les copeaux sont transformés totalement en poudre très fine, et ses particules s'agglomèrent entre elles en formant des granules assez grossiers. Aux temps assez longs, les mécanismes de cisaillement et de fracture cessent d'être dominants et sont éventuellement remplacés par un nouveau mécanisme dominant qui est l'attrition en surface des particules. Ce travail mécanique donne naissance à l'érouissage des copeaux. Cet érouissage est le résultat de l'augmentation de la densité de dislocation qui à son tour produit la fragilisation des copeaux et leurs fragmentation. Lorsque la densité de dislocation atteint un seuil critique, il y'a initiation puis croissance des fissures à l'intérieur des copeaux, ce qui provoque et conduit ultérieurement vers la désintégration.

L'attrition est également un des mécanismes les plus importants dans cette partie. Elle se caractérise par la formation de fines particules dues aux frottements et à l'usure des particules les unes contre les autres et avec les parois des jarres. Ici, la poudre étant déjà assez fine, elle possède donc une grande surface spécifique qui favorise le phénomène d'attrition grâce à la surface de contact assez importante entre les particules elles-mêmes d'une part ; et entre les particules, la charge broyante et la chambre de broyage d'autre part. Dans cette étape, les forces de broyage qui désagglomèrent les particules sont légèrement inférieures aux forces internes de cohésion, ce qui favorise le phénomène d'agglomération qui est indésirable mais inévitable en métallurgie des poudre fines. Ceci provoque l'effet d'écaillage.

L'écaillage est la formation sur la surface des grosses particules mères de petits flocons qui se détachent quand les conditions sont réunies. Le mélange de ces écailles avec le reste des particules provoque une diminution de taille moyenne de la poudre, jusqu'à une taille minimale qui reste constante dans le temps.

7.3.2 Influence de la vitesse de broyage

Les figures 6.10, 6.11, 6.12 montrent l'influence de la vitesse sur la taille moyenne des particules de poudre obtenues. Pour mettre en évidence l'influence de ce paramètre sur la taille moyenne de la poudre, trois vitesses différentes et croissantes ont été utilisées : 250, 270 et 290 tr/min. Au cours de cette expérience la charge broyée est maintenue constante (18.75 g) pendant des temps de broyage égaux.

Chapitre 7 Interprétation et discussion des résultats

Les courbes de ces figures montrent que la taille des particules diminue en augmentant la vitesse de broyage (sauf le cas de 2h). Quand le broyeur tourne à une faible vitesse, les copeaux sont moins cisailés. Comme le mécanisme de cisaillement est moins privilégié, les autres mécanismes sont aussi moins importants. Par conséquent, il y'a moins de choc et d'usure. Cela implique que l'énergie nécessaire pour l'initiation des fissures et leurs croissances à l'intérieur des copeaux n'est pas atteinte. Et pour atteindre la valeur de cette énergie il faut augmenter la vitesse de broyage.

A partir de cette courbe, on constate que la taille moyenne diminue brutalement en augmentant la vitesse.

7.3.3 Influence de la taille initiale des copeaux

Selon les figures 6.13, 6.14, 6-15 il convient de remarquer que les trois graphes qui correspondent à la taille moyenne de la poudre broyée sont parallèles montrant ainsi l'influence de la taille initiale des copeaux sur la taille moyenne des poudres obtenues. Les trois courbes sont parallèles dans un ordre croissant de la taille initial du copeau. Lorsqu'on compare les tailles moyennes des poudres après la même durée de broyage des trois gammes de copeau, on constatera que la taille moyenne augmente dans le sens de l'augmentation de la taille du copeau. Cela peut être expliqué de la manière suivante : D'une part les trois gammes de copeau sont broyées dans les mêmes conditions (vitesse de broyage, charge broyée et temps de broyage), ce qui fait que l'apport d'énergie est le même pour les trois gammes de copeau. D'autre part la surface superficielle est différente pour les trois types de copeau, entraînant un excès d'énergie croissant dans le sens de la diminution de la taille des copeaux, donc la fracture des copeaux fins est plus rapide que celle des copeaux grossiers. La différence de taille est montrée dans les micrographies de la figure suivante :

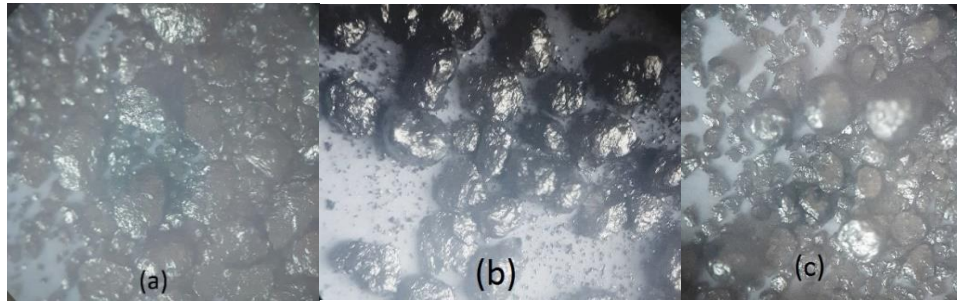


Figure 7-1 Micrographies montrant la forme et la taille des particules obtenues à partir des différentes gammes des copeaux après 8 heures de broyage, (a) copeau grossier, (b) copeau moyen, (c) copeau fin.

La figure 7.1 (c) montre des particules métalliques grossières de forme irrégulière ainsi que de fines particules de forme en flocon dues à l'écaillage des grandes particules provoqué par le phénomène de l'attrition évoqué précédemment. Ces grosses particules contiennent des fissures qui vont certainement se propager et conduire inévitablement à la fracture créant ainsi de nouvelles particules.

La figure montre presque les mêmes formes de particules que la figure 7.1 (b), sauf que la taille des particules est plus réduite avec une densité des fissures qui est moins importante.

La figure 7.1 (c) montre les mêmes motifs morphologiques que les deux premières figures, sauf que la taille des particules est encore plus fine et la densité des fissures est très faible. La variation de la densité des fissures peut être expliquée par le fait que les grosses particules ont un volume plus important donc une capacité d'écaillage plus importante que les particules fines, ce qui explique leurs aptitudes à la fracture par division en fines autres particules.

7.4 Evolution de la fraction fine

La fraction fine représente la masse de particules dont la taille est inférieure à la plus petite ouverture de tamis, (100 μ m dans notre cas) cette fraction est composée par de fines particules métalliques en forme de flocon qui se produisent par l'écaillage des grosses particules durant le dernier stade de broyage dominé par le mécanisme d'attrition. Ces flocons représentent une petite proportion dans la masse de poudre élaborée.

Son étude est très importante car elle détermine le rendement de production d'une poudre de taille très fine par un broyeur donné. Cette fraction dont la taille des particules est

Chapitre 7 Interprétation et discussion des résultats

très fine, est particulièrement recherchée dans certaines applications industrielles comme : l'industrie chimique, mécanique et électronique. Pour cette raison, l'évolution de cette fraction, a fait l'objet d'une étude en fonction des facteurs de broyage étudiés que sont : le temps, la vitesse et la taille des copeaux initiaux.

7.4.1 Influence du temps de broyage sur la fraction fine

En se référant, à la figure 6-16,6-17, 6-18 qui montre l'évolution de la fraction fine, on remarque qu'elle est proportionnelle au temps de broyage. Il faut préciser ici que la fraction fine est dépendante de tous les mécanismes de broyage sans exception. Ces mécanismes participent tous, mais à des degrés différents à améliorer la quantité de cette fraction fine. Pendant l'intervalle de temps compris entre 4 et 8 heures, la courbe se caractérise par une faible pente. Cela veut dire que la production par écaillage des particules fines, baisse dans l'intervalle suscitée. Cependant, si l'écaillage est le résultat de l'écroutissage dû à la déformation plastique à froid, on devrait s'attendre tous naturellement à ce que cette fraction augmente continuellement avec le temps. Donc le changement de pente n'est rien d'autre que l'effet de l'agglomération qui encore une fois, provoque l'obstruction des tamis empêchant ainsi les particules fines d'arriver jusqu'à leur destination finale : c'est-à-dire l'assiette. Ces résultats sont confirmés par les travaux réalisés antérieurement par Ourahmoune, Amar, et Mouchache. [42, 43, 45]

7.4.2 Influence de la vitesse de broyage sur la fraction fine

Les figures 6-19,6-20,6-21 montrent l'influence de la vitesse de broyage sur la masse de la fraction fine. Il faut noter que cette fraction est très dépendante de la vitesse de broyage. Pour mettre en évidence l'effet de cette variable, trois vitesses de rotations ont été choisies. De la courbe, on constate que pour la vitesse minimale la fraction fine est faible. Évidemment à cette vitesse, le nombre de cycle de cisaillement et de choc subis par un copeau est petit. Par conséquent, la division granulométrique, l'écroutissage ainsi que la fatigue du métal sont substantiellement réduits, d'où la faiblesse de la fraction fine à cette vitesse. A mesure que la vitesse augmente, l'écroutissage augmente, la dureté augmente et la résilience diminue.

Ainsi, les copeaux devenus suffisamment fragiles se désintègrent plus facilement, ce qui conduit tous naturellement à une taille moyenne fine et une fraction plus grande. Par comparaison à la vitesse minimale la fraction fine obtenue à la vitesse maximale a augmenté.

Donc en conclusion, pour un temps fixe et pour une masse initiale donnée, pour avoir une fraction fine optimale, il est nécessaire d'utiliser une vitesse maximale.

7.4.3 Influence de la taille initiale des copeaux sur la fraction fine

Les figures 6-22, 1-23, 1-24 illustrent l'évolution de la masse de la fraction fine en fonction de la taille initiale des copeaux. Il est clair d'après cette figure que cette fraction diminue avec l'augmentation de la taille des copeaux. On sait que les particules de poudre fine constituant la masse de la fraction fine sont principalement de forme écaillée qui résultent du broyage, dominé par le mécanisme d'attrition donc du frottement inter particules, qui est important pour une énergie spécifique importante, qui augmente avec l'augmentation de la surface spécifique des particules initiales. Ainsi, pour la même valeur de masse avant broyage les échantillons de particules de taille initiale fine ont une plus grande surface spécifique.

On peut donc dire que plus le nombre de particules initiales est grand, plus le nombre d'écaillés qui se détachent de leur surface écrouie est grand également, D'où l'augmentation de la fraction fine observée.

7.5 Influence des variables de broyage sur la morphologie des particules de poudre

7.5.1 La morphologie du copeau initial :

La majorité des copeaux initiaux utilisés pour le broyage, ont une forme irrégulière plus ou moins allongée. Ils peuvent être rectilignes ou arquée sous forme de C. La forme typique d'un copeau représentant la majorité d'entre eux est montrée dans la figure 7.2 ci-dessous



Figure 7-2 les copeaux initiaux dans la jarre du broyeur avant le broyage.

Chapitre 7 Interprétation et discussion des résultats

Comme le montre la figure, la surface est rugueuse, avec des arrêtes en dents de scie. Il apparaît d'après cette photo que le matériau est fortement écroui et prêt à rompre dès l'application d'une contrainte.

7.5.2 Evolution morphologique des particules de poudre pendant le broyage :

Au début du broyage, les copeaux d'acier subissent une désintégration rapide notamment par cisaillement. Durant cette période, la taille des particules change brusquement, tandis que la forme évolue lentement depuis la forme irrégulière initiale du copeau, vers une forme intermédiaire prismatique. Ce type de forme est montré sur la micrographie de la figure.

7-3



Figure 7-3 Photomicrographie optique, montrant l'évolution morphologique des particules de poudre vers une forme prismatique $G=7$

D'après l'aspect extérieur de cette particule, on peut dire que cette forme est le résultat d'un micro-forgeage à froid subit par la particule durant les cycles successifs de broyage. En effet, les copeaux cisailés passent par des étapes de déformation alternées et successives sous l'action des outils de broyage. Les chocs reçus à travers la surface du copeau aboutissent à la forme observée ci-dessus.

Chapitre 7 Interprétation et discussion des résultats

A mesure que le temps de broyage augmente, cette forme change progressivement sous l'action des chocs reçus, vers une forme plus arrondie semblable à celle d'une sphère. Cette forme est montrée dans la figure 7-4 ci-dessous.



Figure 7-4 Photomicrographie optique montrant une forme sphérique évoluée des particules de poudre. $G = \times 7$

Durant le broyage mécanique, on sait que les mécanismes d'affinage structuraux des particules sont principalement le cisaillement, la percussion et l'attrition. Ces trois mécanismes induisent forcément un écrouissage important aux particules broyées.

Lorsque la densité de dislocation critique est atteinte sur une surface donnée d'une particule, il y'a initiation d'une fissure qui se propage facilement dans le matériau écroui provoquant la fracture qui donne naissance à une nouvelle particule qui a la forme d'une écaille ou d'un flocon. Cette forme est illustrée par la figure 7.5 ci-dessous



Figure 7-5 Photomicrographie optique montrant la forme d'écaillage ou de flocon des particules fines obtenues dans la dernière étape de broyage $G = \times 13$

7.6 Agglomération pendant le broyage

Comme déjà indiqué auparavant dans la section précédente, les particules de poudre obtenues par ce type de broyage subissent un frottement superficiel excessif. En conséquence, les particules deviennent chargées électrostatiquement, conduisant à une attraction mutuelle entre elles. Cette attraction conduit à une agglomération de plusieurs particules formant un aggloméré individuel ou même un réseau d'agglomérés semblable à une dendrite. Ce phénomène peut être observé dans la figure 7.6 suivante

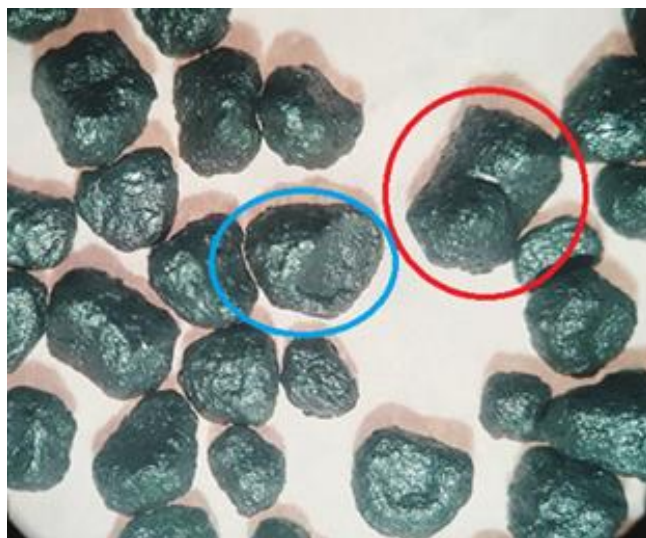


Figure 7-6 photomicrographie optique montrant l'agglomération et le détachement de matière.

7.7 Evolution de la microdureté

Les aciers inoxydables austénitiques ne peuvent pas être durcis en grande partie par un traitement thermique. Ils peuvent cependant être considérablement renforcé par le travail à froid et / ou le raffinement de grain à la taille du nanomètre.

La mesure de la microdureté des particules individuelles, nous permet de comprendre les changements de caractéristiques physiques que subissent les poudres pendant le broyage. D'après la figure 5.11, la microdureté des particules de poudres augmente avec le temps de broyage. L'augmentation est importante entre 0 et 1 heure où on est en présence d'une diminution de taille très importante

Les particules s'écrasent et deviennent le siège d'une importante densité de dislocation, rendant le matériau très dur. 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.

Cette augmentation de microdureté, s'explique également par la transformation partielle de l'austénite (200HV) en une phase martensitique plus dure (800HV).

Ces résultats concordent avec les recherches faites dans ce domaine qui montre que pendant le broyage à billes l'austénite des copeaux est partiellement transformée en une phase martensitique avec des grains de taille nanométrique. [45]

7.8 La contamination

La présence des intermétalliques révélée par la DRX de composition chimique contenant des éléments qui n'existaient pas dans la composition initiale des copeaux, et l'augmentation de la masse (Tableau 6.50) des échantillons broyés, peuvent être expliquées par une contamination de la poudre lors du broyage à cause de l'usure des parois des jarres et des billes, ou de l'outil d'usinage lors de la fabrication des copeaux

7.9 Transformation des phases durant le broyage

7.9.1 Influence du temps de broyage

Les figures 7.7, 7.8, 7.9 ci-dessous montrent des séquences de motifs DRX enregistrés pour les échantillons soumis à un broyage après ; 30min, 4h, et 8h à une vitesse de 250 trs/min.

Après 30 minutes de broyage, la diffraction révèle une structure entièrement austénitique. (La phase austénitique pour les pics : 2, 4, 5 et un intermétallique de formule chimique FeNi aux pics : 1,3)

Les résultats après 4h de broyage montrent des pics de la phase austénitique de formule chimique Cr-Ni-Fe-C (le pic 2) avec un pic de formule chimique $C_{0.12}Fe_{1.88}$ correspondant à la phase martensitique (le pic 1). Ce qui est montré par les travaux de D. Oleszak, A. Grabias, M. Pekała, A. Swiderska-Sroda, T. Kulik, qui constate qu'après des temps de broyage relativement court la martensite atteint une proportion maximale [46]. Sans oublié la présence d'un intermétallique de formule $Fe_{0.64}Ni_{0.36}$ (les pics ; 3, 4 et 5)

L'intensité du pic (le pic 1) de la martensite diminue après 8h de broyage, ce qui veut dire que la proportion de cette phase diminue dans la matrice austénitique. On remarque aussi un élargissement de la raie de diffraction appartenant à cette phase, ce qui témoigne de sa nature nanocristalline. Ces résultats concordent avec les travaux de D. Oleszak, A. Grabias, M. Pekała, A. Swiderska-Sroda, T. Kulik [46]. Pour ce temps de broyage, on a aussi la présence des éléments suivants :

- Les pics 2, 3, et 4 : $KFe_3(OH)_6(CrO_4)_2$
- Le pic 5 : $NiFe_2O_4$

7.9.2 Influence de la vitesse de broyage

Les figures 7.9, 7.10, 7.11 ci-dessous montrent des séquences de motifs DRX enregistrés pour les échantillons soumis à un broyage de 8h à des vitesses de ; 250, 270, 290trs/min.

Pour un broyage à une vitesse de 250trs/min, la diffraction révèle une structure mixte martensitique-austénitique, exactement comme c'est mentionné précédemment.

Chapitre 7 Interprétation et discussion des résultats

Pour un broyage à une vitesse de 270tr/min, la diffraction ne révèle pas de pic de la phase martensitique, ce qui est improbable théoriquement, du fait que la phase martensitique apparue dans la matrice de l'austénite sa proportion diminue parfois en fonction de la vitesse ou du temps mais ne disparaît pas entièrement en une si petite différence de vitesse [45, 46]. Il est tout à fait probable que le pic de la phase martensitique a été confondu avec un intermétallique ou un carbure. La diffractogramme révèle cependant des pics de la phase austénitique (les pics ; 2, 3, et 4). Ainsi qu'un pic du carbure de formule Fe_2C (le pic 1).

Pour un broyage à une vitesse de 290tr/min, la diffraction révèle une structure mixte martensitique-austénitique, avec une intensité du pic de la martensite (le pic 1) plus élevée que le broyage avec une vitesse plus faible ($V = 250tr/min$). Ainsi que des pics (2, 3, et 4) d'un carbure de formule $CrFe_7C_{0,45}$

L'austénite des aciers inoxydables est classée en deux groupes selon la stabilité de l'austénite dans la microstructure : l'austénite stable et l'austénite métastable. La structure de l'austénite métastable est transformée dans une certaine mesure par le travail à froid de telle sorte qu'une structure mixte martensitique-austénitique est développée [45].

Le broyage planétaire à billes des copeaux d'acier austénitique 310 a abouti à la structure nanocristalline à deux phases constituée d'austénite et de martensite. La fraction des deux phases dans la structure de l'acier dépend du temps de broyage. La transition austénite-martensite peut être efficacement retardée par la fraction volumique élevée des joints de grains ainsi que la diminution de sa contribution après un broyage prolongé peut être expliquée par la stabilisation de l'austénite et des contraintes résiduelle.

Le broyage mécanique est souvent associé à l'élargissement des pics de diffraction suite au raffinement de la taille des cristallites ainsi que l'accumulation de contrainte interne. [46]

Chapitre 7 Interprétation et discussion des résultats

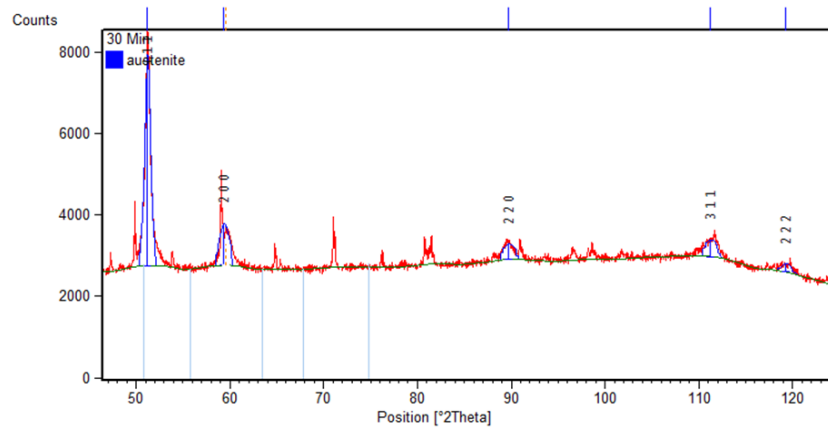


Figure 7-7 diffractogramme d'un échantillon de poudre broyé de taille initiale $\Phi = 1600\mu\text{m}$, $V = 250 \text{ trs/min}$, 30min de temps.

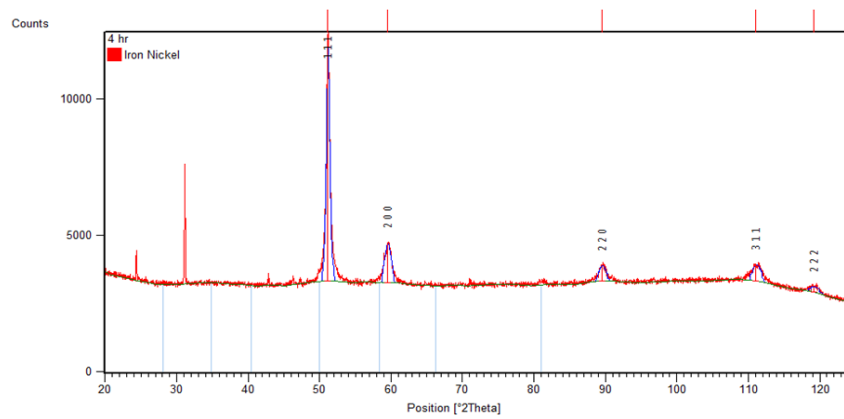


Figure 7-8 diffractogramme d'un échantillon de poudre broyée, de taille initiale $\Phi = 1600\mu\text{m}$, $V = 250 \text{ trs/min}$, 4h de broyage.

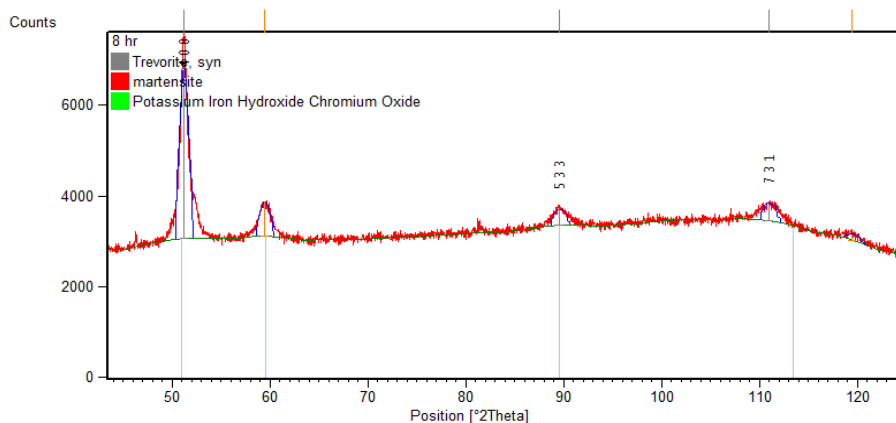


Figure 7-9 diffractogramme d'un échantillon de poudre broyée de taille initiale $\Phi = 1600\mu\text{m}$, $V = 250 \text{ trs/min}$, 8h de temps.

Chapitre 7 Interprétation et discussion des résultats

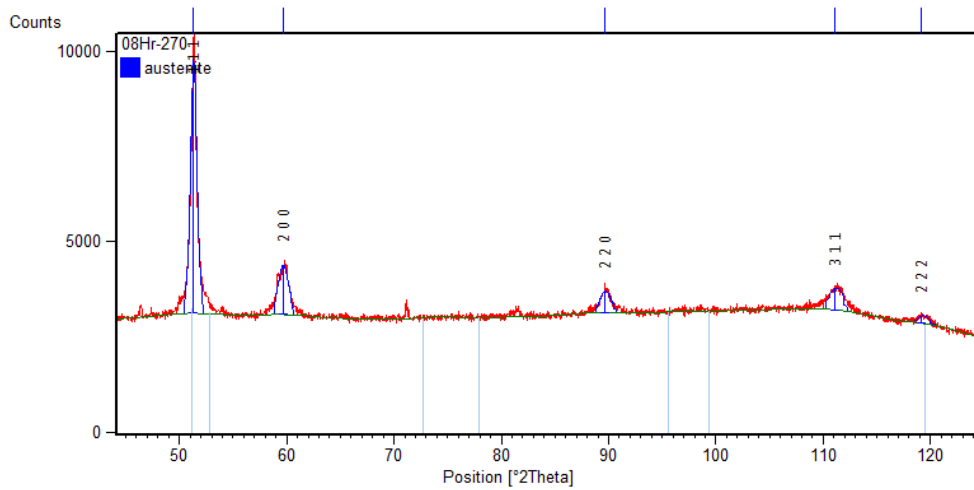


Figure 7-10 diffractogramme d'un échantillon de poudre broyé de taille initiale $\Phi = 1600\mu\text{m}$,
 $V = 270 \text{ trs/min}$, 8h de temps.

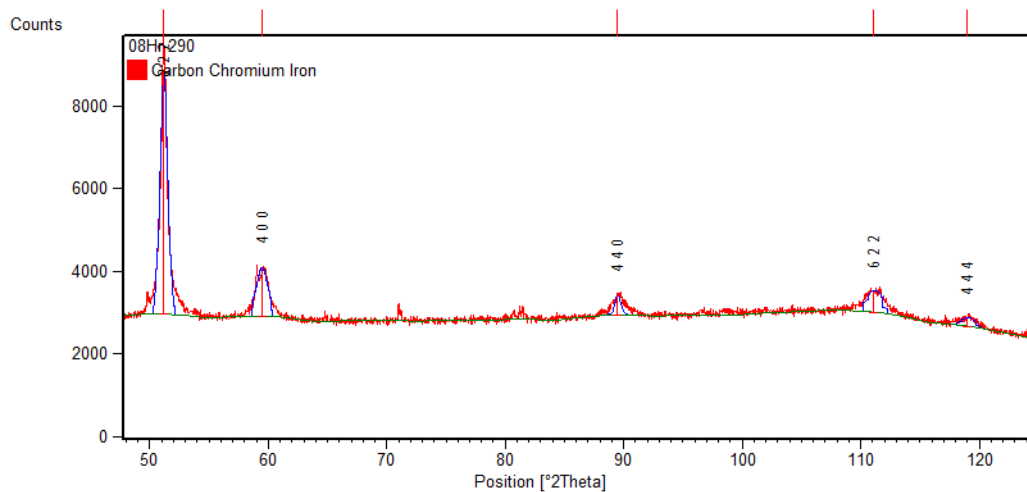


Figure 7-11 diffractogramme d'un échantillon de poudre broyé de taille initiale $\Phi = 1600\mu\text{m}$,
 $V = 290 \text{ trs/min}$, 8h de temps.

Conclusion générale

L'intérêt capital recherché dans ce travail, est le recyclage des copeaux d'usinage en une poudre fine par broyage mécanique. La pulvérisation de ces copeaux est réalisée en variant trois paramètres de broyage (temps de broyage, vitesse de broyages, taille initiale des copeaux). Ainsi, cette manipulation pratique nous a permis de mieux comprendre l'effet des facteurs régissant les mécanismes impliqués lors de cette opération sur les propriétés et la qualité de la poudre produite.

A l'issu de cette étude, on peut tirer les conclusions suivantes :

- Le temps favorise la désintégration des particules de poudres dans l'intervalle où les phénomènes prédominant sont la fragmentation, la fracture, sinon l'effet s'inverse pour favoriser l'agglomération des particules de poudre fines.
- La fraction fine de la poudre diminue avec l'augmentation de la taille initiale des copeaux broyée. Ce qui est un facteur défavorable pour la production des poudres fine en grande quantité.
- Une chute de taille moyenne des particules est obtenue pendant la première demi-heure de broyage. Un broyage prolongé ne permet pas de réduire davantage la taille moyenne, mais en revanche il permet d'augmenter la fraction de la taille fine.
- Des temps de broyage prolongés influent beaucoup sur la forme des particules qui est donnée par micro-forgeage et roulement contre le basfond du broyeur et non pas par cisaillement.
- La friction entre particules d'acier causée par le broyage à température ambiante favorise l'agglomération des particules par attraction mutuelle
- La fraction fine de poudre est essentiellement produite par attrition et percussion des particules de poudre.

- La vitesse de broyage est un paramètre déterminant dans l'évolution de la taille, la forme des particules, et la masse de la fraction fine. Un broyage à petite vitesse ne permet pas d'élaborer des poudres de bonne qualité (taille et forme).
- La taille initiale du copeau n'influe pratiquement pas sur la taille des particules de poudres. Ceci est un avantage du procédé, car les copeaux d'usinage recyclés existent sous toutes les tailles et les formes. Par contre, plus la taille initiale des copeaux est grande, plus le temps de broyage doit être prolongé. Dans le cas des copeaux grossiers, il faut plus de temps pour atteindre une taille fine de la poudre.
- Le procédé permet l'obtention d'une multitude de formes : sphérique, angulaire, irrégulière, flocon, etc. Toutes ces formes peuvent servir dans des applications différentes dans le domaine de la MDP.
- Après le broyage des échantillons de poudre, on constate un gain de masse sur tous les échantillons de poudre broyés. Il y'a eu contamination de ces échantillon.
- Le travail à froid a fait son effet de durcir les particules de poudre et d'initier une transformation martensitique.

Optimisation du procédé de broyage étudié

Après cette étude approfondie de l'influence individuelle des paramètres de broyage (taille initiale des copeaux, temps et vitesse de broyage), afin de trouver les valeurs optimales de ces paramètres dans le but d'avoir une masse de fraction fine la plus élevée possible. Pour les combinaisons de valeurs des paramètres étudiés ; il est claire que la meilleure combinaison est la suivante :

- Une taille de copeaux initiale fine $\Phi = 315\mu\text{m}$.
- Un temps de broyage prolongé $T = 8\text{h}$.
- Une grande vitesse de broyage $V = 290 \text{ trs/min}$.

Au terme de ce travail des perspectives restent ouvertes, nous proposons :

Proposition pour travaux ultérieurs

- Une caractérisation approfondie du produit broyé notamment, La coulabilité, L'analyse par MEB des particules fines, ainsi que l'état de surface des particules grossières.
- Une étude de l'influence des autres paramètres de broyage, notamment, la charge broyée, le milieu du broyage, la température de broyage, la charge broyante...ect. Ces paramètres sont d'une grande importance, car en combinaison avec les autres paramètres de broyage étudié dans ce projet, ils forment un système optimal.

Références bibliographiques

- [1] Meyer, R. ; « Poudres Métalliques, Techniques de l'ingénieur », Fasc. M862, 2003.
- [2] Chaussin, C. ; Helly, G. ; « Elaboration des métaux », Ed Dunod, Tome 2, 1984.
- [3] Bouvard, D. ; « Métallurgie des poudres », Edition Hermes Science, Paris, 2002, pp 17-29.
- [4] Yule, A.J.; John, J.J.; « Atomization of Metals for Powder Production and Spray Deposition », Oxford University Press, 1994.
- [5] Cizeron, G. ; « La revue de Métallurgie/Science et Génie des Matériaux », Mai 1994, pp 683-692.
- [6] Griffith, A.A; Trans.Roy. Royal Soc. London, Vol A 221, 1921, p 163.
- [7] Gilvarry, J.J.; Borgstrom, B.M.; « Fracture and comminution of brittle solids » AIME Trans, vol 220, 1961, p 380.
- [8] Harris, CC.; On the Limit of Comminution, Trans. Soc. Mining Eng., March 1967, pp. 17-30.
- [9] Martin, G.; Bellon, P.; « Solid State Phys », 1997, vol. 50, pp. 189-331.
- [10] Arias, A.; «Chemical Reactions of Metal powders with organic inorganic Liquids during Ball milling». NASA TN D-8015, Sept 1975.
- [11] Rose, E.; Sullivan, R.M.E.; « A Treatise on Rite Internal Mechanics of Ball, Tube, Rod Mills», CHEmical Publishing Co, New York, 1958.
- [12] U.s Patent 4 115 107, Sept 1978.
- [13] Kaloshkin, S.D.; Tomlin, I.A.; Andrianov, G.A.; Baldokhin, U.V.; Shelekhov.; Mater. Sci. Forum., 1997, pp.235-238.
- [14]. Suryanarayana, C. ; « Intermetallics », 1995, vol. 3, p. 153.
- [15]. Chu, B.L.; Chen, C.C.; Perng, T.P.; Metall Trans, 1992, vol. A23, p.2105.
- [16]. Lai, M.O.; Lu, L.; « Mechanical alloying ». Boston, MA: Kluwer Academic Publishers, 1998.
- [17]. Chin, Z.H.; Perng, T.P.; Mater. Sci. Forum, 1997; 235-238:121±6.
- [18]. Hong, L.B.; Bansal, C.; Fultz, B.; « Nanostructured Mater », 1994, vol. 4, p. 949.
- [19] Domazer, H.G.; «New Milling Process for fine grinding of powder alloys in Gas-Tight Attrition Mill», powder metall. Int, Vol 10 (No.3), 1978, p 150.
- [20] AMY.Z, *Caractérisation de l'acier inoxydable X5CrNi18-10 et étude de son oxydation à température.*, TIZI-OUZOU, 2013.
- [21] Auzoux.Q, *Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques - Influence de l'écroissage sur l'endommagement intergranulaire*, paris: Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2004.

- [22] CUNAT.P-J, *Aciers inoxydables - Critères de choix et structure*, techniques de l'ingénieur, 2000.
- [23] CARDARELLI.F, *Elaboration d'anodes stables en dimension du type métal/tantale/oxyde électrocatalytique pour le dégagement d'oxygène en milieu acide*, toulouse, université de paul sabatier , 1996.
- [24] MAHMOUDI.S, *Etude comparative entre deux métaux passifs en milieux neutre, alcalin et acide: un acier inoxydable 304L et un alliage de titane Ti6Al4V*, Constantine, 2008.
- [25] GUILLET.L, diagramme de phase en métallurgie, DUNOD.
- [26] LACOMBE.P et BERANGER.G, « *Conséquences sur les traitements thermiques* », Editions de physique, les Ulis, 1990.
- [27] M. B. M.H. Enayati, «Phase transitions in nanostructured Fe–Cr–Ni alloys prepared by mechanical alloying,» *journal of alloys and compounds*, pp. 228-232, 2007.
- [28] Henn.F, *Cours d'électrochimie - L3 Chimie-Physique et M1 Matériaux concours*, Université Montpellier, 2005.
- [29] SOULIGNAC.P, BONNEFOIS.P et SOUTIF.E, *Chaudronnerie en aciers inoxydables*, techniques de l'ingénieur, 2007.
- [30] Beddeos-J. et G. Parr-J., 'Introduction to stainlesssteel, ASM international , 1999.
- [31] Colombié.M. et e. coll, matériaux métalliques, dunod.
- [32] SERRAR.H, *ESSAI DE TRACTION ASSISTÉ PAR CORRELATION D'IMAGES SUR JOINTS SOUDÉS EN ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES (AISI 316L)*, école nationale polytechnique , 2009.
- [33] R.bounab. et B. FILALI, *Caractérisation microstructurale et mécanique de la soudure de l'acier inoxydable super duplex A790*, école nationale polytechnique, 2016.
- [34] D. Julien, *étude par implantation ionique dans les aciers austénitiques*, thèse de doctorat de l'université d'orléans , 2006.
- [35] M. P. P. LEFEVRE, *choix et mise en oeuvre des aciers inoxydables dans les industries agroalimentaires et connexes*, 2ième édition. CETIM. Paris., 1996.
- [36] MAILLOT.V, *Amorçage et propagation de réseaux de fissures de fatigue thermique dans un acier inoxydable austénitique de type X2 CrNi18-09 (AISI 304L)*, 2004.
- [37] khier-Yamina, *Evaluation du taux de la phase Delta (δ) dans une soudure en acier inoxydable austénitique 304L*, école nationale polytechnique, 2012.
- [38] OUTAKUMPI, Handbook of stainlesssteel, 2013.
- [39] A. M. HANDBOOK, Properties and selection irons steel and high performance alloys, the materials information company, 1990.

- [40] Adda.Y, Dupouy.J; Elements de métallurgie physique-Tom 4. Diffusion Transformation, INSTN, 2003.
- [41] GUIHEUX.R, Comportement d'aciers à transformation de phase austénite-martensite pour la simulation du grenailage de précontrainte, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Metz, 2016.
- [42] Ourahmoune-Réda-El hak, *Caractérisation et consolidation d'une poudre de bronze élaborée par broyage mécanique des copeaux d'usinage*, Ecole nationale polytechnique, 2006.
- [43] Amar.M.Z, *Elaboration et caractérisation d'une poudre d'acier obtenue par broyage mécanique des copeaux d'usinage*, Ecole nationale polytechnique, 2004.
- [44] Mouchache.S, *Elaboration et caractérisation d'une poudre d'aluminium obtenue par broyage mécanique des copeaux d'usinage*, Ecole nationale polytechnique, 2005.
- [45] Enayati.M.H, Bafandeh.M.R, Nosohian.S.; Ball milling of stainless steel scrap chips to produce nanocrystalline powder. J mater Sci, pp. 2844-2848, 2007.
- [46] Oleszak.D, Grabias.A, Pekala.M and all. Evolution of structure in austenitic steel powders during ball milling and subsequent sintering, pp 340-343, 2007.

Annexe : Influence du temps de broyage sur la distribution de taille, pour les copeaux initiaux de taille moyenne

- Vitesse de broyage ($V = 250 \text{ trs/min}$)

Tableau 1 : résultats de la caractérisation après un broyage de 30 minutes.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1000	4,064	0,21
800	4,716	0,24
630	4,973	0,26
400	2,761	0,14
315	0,387	0,02
200	0,447	0,02
100	0,614	0,03
assiette	1,232	0,06

$$\Phi_m = 709.74 \mu\text{m}$$

Tableau 2 : résultats de la caractérisation après un broyage de 1 heure.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1000	3.52	0.17
800	4,136	0,20
630	4,346	0,20
400	3,176	0,15
315	0,58	0,03
200	0,994	0,05
100	1,529	0,07
assiette	2,297	0,11

$$\Phi_m = 618.08 \mu\text{m}$$

Tableau 3 : résultats de la caractérisation après un broyage de 2 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1000	4.87	0.24
800	4.25	0.21
630	3,767	0,19
400	3,044	0,15
315	0,683	0,03
200	1,335	0,07
100	1,249	0,06
assiette	0,477	0,02

$$\Phi_m = 700.15 \mu\text{m}$$

Tableau 4 : résultats de la caractérisation après un broyage de 4 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1000	3.952	0.17
800	4.866	0.21
630	3.69	0.15
400	2,437	0,10
315	0,922	0,04
200	2,699	0,12
100	2,915	0,13
Assiette	1,556	0,07

$$\Phi_m = 594.42 \mu\text{m}$$

Tableau 5 : résultats de la caractérisation après un broyage de 8 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1000	5,15	0,26
800	3,509	0,18
630	2,681	0,14
400	2,901	0,15
315	1,419	0,07
200	2,717	0,14
100	1,249	0,06
Assiette	0,263	0,01

$$\Phi_m = 661.24 \mu\text{m}$$

- Vitesse de broyage ($V = 270 \text{ trs/min}$)

Tableau 6 : résultats de la caractérisation après un broyage de 30 minutes.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1000	3,351	17,52
800	4,034	21,09
630	5,395	28,20
400	3,093	16,17
315	0,446	2,33
200	0,587	3,07
100	0,741	3,87
assiette	1,383	7,23

$$\Phi_m = 675.59 \mu\text{m}$$

Tableau 7 : résultats de la caractérisation après un broyage de 1 heure.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1000	4,405	21,28
800	4,245	20,51
630	3,774	18,23
400	2,415	11,67
315	0,444	2,14
200	0,929	4,49
100	1,544	7,46
assiette	2,487	12,01

$$\Phi_m = 624.19 \mu\text{m}$$

Tableau 8 : résultats de la caractérisation après un broyage de 2 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1000	4,207	21,78
800	4,425	22,91
630	4,21	21,80
400	3,31	17,14
315	0,672	3,48
200	1,188	6,15
100	0,88	4,56
assiette	0,27	1,40

$$\Phi_m = 703.94 \mu\text{m}$$

Tableau 9: résultats de la caractérisation après un broyage de 4 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1000	3,096	15,11
800	3,935	19,20
630	2,849	13,90
400	2,045	9,98
315	0,848	4,14
200	2,48	12,10
100	3,26	15,91
assiette	1,733	8,46

$$\Phi_m = 548.75 \mu\text{m}$$

Tableau 10: résultats de la caractérisation après un broyage de 8 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1000	5,253	23,90
800	3,128	14,23
630	1,999	9,10
400	2,775	12,63
315	1,461	6,65
200	3,358	15,28
100	2,722	12,39
assiette	1,033	4,70

$$\Phi_m = 581.27 \mu\text{m}$$

- Vitesse de broyage ($V = 270 \text{ trs}/\text{min}$)

Tableau 11 : résultats de la caractérisation après un broyage de 30 minutes.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1000	3,937	20,82
800	4,615	24,41
630	4,419	23,37
400	2,63	13,91
315	0,405	2,14
200	0,562	2,97
100	0,756	4,00
assiette	1,472	7,78

$$\Phi_m = 691.75 \mu\text{m}$$

Tableau 12 : résultats de la caractérisation après un broyage de 1 heure.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1000	2,854	14,27
800	3,943	19,71
630	3,916	19,58
400	3,073	15,36
315	0,584	2,92
200	1,168	5,84
100	1,689	8,44
assiette	2,679	13,39

$$\Phi_m = 584.01 \mu\text{m}$$

Tableau 13 : résultats de la caractérisation après un broyage de 2 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1000	3,035	15,99
800	3,926	20,69
630	2,172	11,45
400	3,234	17,04
315	0,585	3,08
200	1,849	9,74
100	2,5	13,17
assiette	1,566	8,25

$$\Phi_m = 575.75 \mu\text{m}$$

Tableau 14 : résultats de la caractérisation après un broyage de 4 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1000	2,289	10,95
800	3,345	16,01
630	2,612	12,50
400	2,577	12,33
315	1,26	6,03
200	3,429	16,41
100	3,552	17,00
assiette	1,72	8,23

$$\Phi_m = 499.90 \mu\text{m}$$

Tableau 15 : résultats de la caractérisation après un broyage de 8 heures.

Ouvertures des tamis (μm)	Masse des refus (gr)	Fractions (%)
1000	4,104	17,11
800	3,111	12,97
630	2,53	10,55
400	4,106	17,12
315	2,033	8,475
200	4,147	17,29
100	2,83	11,80
assiette	1,145	4,77

$$\Phi_m = 546.31 \mu\text{m}$$