

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la recherche scientifique

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات
Ecole Nationale Polytechnique

Département : Métallurgie

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

***Étude de la cinétique de frittage
d'une poudre d'acier à outils T15
consolidé par le procédé CAP***

Ali BOUCETTA - Soheib MOKHTARA

Sous la direction de Dr. Abdelmadjid KASSER

Présenté et soutenu publiquement le (19/06/2017)

Composition du Jury :

Président	M . M . LARIBI	Professeur	ENP
Promoteur	M . A . KASSER	Maître de Conférence A	ENP
Examineur	M . K . ABADLI	Docteur	ENP
Examineur	M . A . DAIMELLAH	Docteur	ENP
Invité	Mlle . C . ALOUANE	Doctorante	ENP

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la recherche scientifique

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات
Ecole Nationale Polytechnique

Département : Métallurgie

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

***Étude de la cinétique de frittage
d'une poudre d'acier à outils T15
consolidé par le procédé CAP***

Ali BOUCETTA - Soheib MOKHTARA

Sous la direction de Dr. Abdelmadjid KASSER

Présenté et soutenu publiquement le (19/06/2017)

Composition du Jury :

Président	M . M . LARIBI	Professeur	ENP
Promoteur	M . A . KASSER	Maître de Conférence A	ENP
Examineur	M . K . ABADLI	Docteur	ENP
Examineur	M . A . DAIMELLAH	Docteur	ENP
Invité	Mlle . C . ALOUANE	Doctorante	ENP

DÉDICACE

Je dédie ce modeste travail à mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs

prières tout au long de mes études,

A ma grand-mère

A mon grand -père

A mes frères : Abdennour , Abdennafiaa, et Lokman

A mes sœurs : Lina, Amane, Doha

A mes tantes et mes oncles

A tous mes amis et tous mes collègues

Et à tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin.

Soheib MOKHTARA

REMERCIEMENTS

En préambule à ce mémoire nous remerciant **ALLAH** qui nous aide et nous donne la patience et le courage durant ces longues années d'étude.

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

Nous tenons aussi à remercier **Melle. C. ALOUANE** qui nous aide à réaliser ce travail. Nos vifs remerciements vont également aux membres du jury: **Mr. M. LARIBI**, **Mr. K. ABADLI** et **Mr. A. DAIMELLAH** pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre recherche en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions.

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

Enfin, nous adressons nos plus sincères remerciements à tous nos collègues et enseignants, qui nous ont toujours encouragée au cours de la réalisation de ce mémoire.

ملخص :

الهدف من هذا البحث هو دراسة الظواهر المصاحبة لعملية تلييد مسحوق فولاذ الأدوات T15 باستخدام طريقة الدمج بالضغط الجوي CAP . المنهج التجريبي المستخدم في هذا البحث يبدأ بإزالة طبقة أكسيد الحديد المترسبة على سطح جزيئات المسحوق باستخدام حمض النتريك بعد ذلك تقسم الى ثلاثة مجموعات بحسب حجم جزيئاتها. تملأ الكبسولات الزجاجية ب 10.61 غرام من المسحوق. بعد ذلك تفرغ من الهواء باستخدام مضخة التفريغ و تغلق عن الطريق التلحيم بالشعلة. التلييد الحر للكبسولة يتم داخل الفرن في درجة حرارة تقدر ب 1250 درجة مئوية في المدد الزمنية: 1 سا, 2 سا, 4 سا, و 8 سا. قمنا بالاعداد الميتالوجرافي للحصول على الصور المجهرية التي تعالج بعد ذلك بالاستخدام البرنامج الحاسوبي « ImageJ » للحصول على معلومات حول : نسبة المسامية, عمق توغل الزجاج , الحجم المتوسط للحبيبات, و نسبة الكريبيات.

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

ABSTRACT :

The aim of this research is the study of sintering phenomena for high speed steel powder T15 using the CAP process (consolidation by atmospheric pressure). The experimental procedure followed to reach this goal, starts with a simple decapping with nitric acid of the powder to eliminate the oxide layer formed on the surface of the particles. Then the powder is separated into three fractions with particle sizes ranging from ($25 < \emptyset < 75 \mu\text{m}$, $75 < \emptyset < 140 \mu\text{m}$, $\emptyset > 140 \mu\text{m}$) respectively.

Later on each of the three fractions of powder were encapsulated in special glass moulds using a constant amount of 10.61 g of loose powder. The moulds were then evacuated using a vacuum pump while heated to about 100 °C to eliminate the moisture adsorbed by the powder particles. Prior to sealing the powder was flushed by nitrogen gas up to five times in order to remove the last oxygen molecules in the powder. Once the moulds are cooled and a good vacuum is reached, the moulds are then sealed off by necking using a blue torch. The capsules obtained were then put in alumina crucible and surrounded by silica sand then sintered at 1250 °C for different periods of time. In order to analyse and scrutinise the microstructures of the acquired samples a metallographic preparation is necessary . After that , using the microstructure analysis software available « ImageJ », the samples were then characterised in order to determine: the porosity rate, glass penetration, grain size and carbides fraction. Finally, the hardness was measured and found to be in good accordance to that of high speed steel found in literature.

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

RÉSUMÉ :

Le but de ce travail de recherche est l'étude des phénomènes observés lors du frittage d'une poudre d'acier à outil T15 par le procédé de consolidation par pression atmosphérique (CAP). La procédure expérimentale suivie dans ce travail, commence par un décapage des oxydes entourant les particules de la poudre suivi par une séparation de la poudre en trois fractions de tailles de particules différentes ($25 \mu\text{m} < \emptyset < 75 \mu\text{m}$, $75 \mu\text{m} < \emptyset < 140 \mu\text{m}$, $140 \mu\text{m} < \emptyset$). Nous avons ensuite utilisé chaque fraction de poudre pour remplir des capsules en verre par une masse de poudre égale à 10,61g. Les capsules remplies en poudres sont dégazées en utilisant une pompe à vide primaire. Avant d'être scellé de l'azote gazeux a été injecté dans les capsules pour éliminé les dernière molécules d'oxygène qui reste dans la poudre. Quand un bon vide est atteint les capsules sont alors soudées par chalumeau. Les capsules obtenues sont alors placé dans des creusets d'alumine et entouré par du sable siliceux. Les creusets sont alors placés dans un four à moufle et frittés à 1250°C pendant des périodes de temps allant de 1h, 2h, 4h et 8h. Les échantillons frittés obtenus sont alors caractérisés pour déterminer : le taux de porosité, la pénétration du verre, la taille des grains, fraction des carbures. Finalement, la dureté des échantillons a été mesurée et sa valeur a été trouvé conforme aux valeurs de dureté des aciers à outils rapides disponible dans la littérature.

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

TABLE DES MATIÈRES

Table des matières.....	13
Liste des figures.....	
Liste des tableaux.....	
Introduction générale.....	13
Partie 1. Synthèse bibliographique	
Chapitre 1. Élaboration Des Poudres Métalliques	
1.1. Introduction.....	17
1.2. Les méthodes mécaniques.....	17
1.2.1. Le broyage.....	17
1.2.1.1. Description du processus.....	17
1.2.1.2. Les procédés de broyage.....	17
1.2.2. Le procédé « Cold Stream ».....	18
1.3. Les méthodes physiques	19
1.3.1. Atomisation par un fluide	19
1.3.1.1. Atomisation à l'eau	19
1.3.1.2. Atomisation à gaz	19
1.3.1.2.1. Développement dans l'atomisation à gaz	20
1.3.1.3. Atomisation à l'huile	21
1.3.2. Atomisation par centrifugation	21
1.3.2.1. Atomisation par électrode tournante	21
1.3.2.2. Atomisation par solidification rapide	22
1.3.3. Atomisation par autres techniques	22
1.3.3.1. Atomisation par ultrason	22
1.4. Les méthodes chimiques	23
1.4.1. Dissociation des métaux carbonyles	23
1.4.2. Réduction des oxydes	23
1.4.3. Le procédé « Sherritt »	24
1.4.4. Méthode électrolytique.....	24
1.5. Conclusion	24
Chapitre 2. Caractérisation Des Poudres Métalliques	
2.1. Introduction.....	26
2.2. Échantillonnage	26
2.3. Caractérisation de la morphologie	26
2.3.1. Caractérisation de la forme	26
2.3.2. Caractérisation de la taille	28
2.3.3. Composition granulométrique d'une poudre	31
2.4. Composition chimique de la poudre.....	32
2.5. Propriétés pratiques des poudres	32
2.6. Conclusion	33
Chapitre 3. Mise En Forme Des Poudres Métalliques	
3.1. Introduction.....	35
3.2. Description de l'opération du compactage.....	35
3.3. Les techniques de compactage.....	36
3.3.1. Compactage uniaxial à simple et double action.....	36

3.3.2. Compactage isostatique à froid (CIP).....	36
3.3.3. Compactage isostatique à chaud (HIP).....	37
3.3.4. Moulage par injection.....	39
3.3.5. Compactage par laminage.....	40
3.3.6. Compactage par explosion.....	41
3.4. Conclusion	42

Chapitre 4. Frittage Des Poudres Métalliques

4.1. Introduction.....	44
4.2. Énergies et Forces motrices du frittage.....	44
4.2.1. La force motrice.....	44
4.2.2. Les énergies motrices.....	45
4.3. Paramètres du frittage.....	47
4.4. Mécanismes de frittage.....	48
4.5. Types de frittage.....	48
4.5.1. Frittage en phase solide.....	49
4.5.2. Frittage en phase liquide.....	52
4.6. Consolidation par pression atmosphérique (CAP).....	53
4.7. Atmosphères de frittage.....	54
4.7.1. Le rôle des atmosphères de frittage.....	54
4.7.2. Atmosphère neutre (Vide).....	55
4.8. Conclusion.....	55

Chapitre 5. Les Aciers À Outils

5.1. Introduction.....	57
5.2. La production des aciers à outils par la métallurgie des poudres.....	57
5.3. Avantages des aciers rapides frittés.....	58
5.4. Les aciers à coupe rapides (La gamme M et T).....	59
5.5. L'acier à outil T15.....	61
5.6. Conclusion.....	62

Partie 2. Synthèse Expérimentale

Chapitre 6. Procédure Expérimentale

6.1. Introduction.....	65
6.2. Matériau utilisé.....	65
6.3. Caractérisation de la poudre.....	65
6.3.1. Caractérisation de la taille.....	65
6.3.2. Caractérisation de la morphologie de la poudre.....	67
6.4. Décapage de la poudre (désoxydation).....	67
6.5. Élaboration des échantillons (encapsulation).....	67
6.6. Frittage sous pression atmosphérique.....	70
6.7. Préparation métallographique des échantillons.....	71
6.8. Traitement d'image (Microstructure).....	78
6.9.1. Mesure de la taille moyenne des grains	78
6.9.2. Calcul de la taille moyenne des pores.....	79
6.9.3. Calcul de l'énergie de surface.....	81
6.10. Essai mécanique.....	82

Chapitre 7. Résultats et Discussions

7.1. Résultats de la caractérisation de la poudre.....	84
7.1.1. Composition granulométrique et caractérisation de la taille.....	84
7.1.2. Caractérisation de la forme.....	86
7.1.3. Composition chimique.....	87
7.2. Porosité.....	88
7.2.1. Influence du temps de frittage sur le taux de porosité.....	88
7.2.2. Influence de la taille des particules sur le taux de porosité.....	91
7.3. Pénétration du verre.....	92
7.3.1. Influence du temps de frittage sur la pénétration du verre.....	93
7.3.2. Influence de la taille des particules sur la pénétration du verre.....	94
7.3.3. Taille critique des particules.....	95
7.4. Influence du temps de frittage et de la taille des particules sur la taille moyenne des grains.....	97
7.5. Essai de dureté.....	101
Conclusion générale	102
Recommandations	103
Références bibliographiques	104
ANNEXE (A)	107
ANNEXE (B)	109
ANNEXE (C)	111
ANNEXE (D)	112

LISTE DES FIGURES

Chapitre 1. Élaboration Des Poudres Métalliques

Fig 1.1. Le chemin de production d'une pièce par mécano-synthèse	18
Fig 1.2. Le principe de l'atomisation à gaz.....	20
Fig 1.3. Le principe de la technique : (a) EIGA , (b) PIGA.....	20
Fig 1.4. Le principe de la technique de l'électrode tournante (à gauche), par plasma (à droite).....	21
Fig 1.5. L'atomisation par des ondes ultrasonores capillaires et stationnaires.....	22

Chapitre 2. Caractérisation Des Poudres Métalliques

Fig 2.1. Tamiseuse.....	28
Fig 2.4. Microscope électronique à transmission.....	29
Fig 2.5. Coulter counter.....	31
Fig 2.6. Principe de fonctionnement de Coulter counter.....	31
Fig 2.7. Exemples de distributions réelle de tailles des particules.....	31

Chapitre 3. Mise En Forme Des Poudres Métalliques

Fig 3.1. Déplacement des particule durant la déformation.....	35
Fig 3.2. Les étapes du compactage uni-axial.....	36
Fig 3.3. Le compactage isostatique à froid	37
Fig 3.4. Le compactage isostatique à chaud.....	38
Fig 3.5. Le principe du moulage par injection.....	40
Fig 3.6. Le compactage par laminage.....	41
Fig 3.7. Le principe du compactage par explosion.....	41

Chapitre 4. Frittage Des Poudres Métalliques

Fig 4.1. Densification et grossissement des grains sous l'effet de la force et l'énergie motrice.....	45
Fig 4.2. (a) Mécanismes de transport de matière pendant le frittage en phase solide, (b) Mécanismes de frittage possible dans le cou.....	48
Fig 4.3. Schéma de progression du frittage.....	50
Fig 4.4. La formation de canaux de pores.....	50
Fig 4.5. Schéma montrant la courbe de densification d'une poudre.....	51
Fig 4.6. Les trois stades de frittage.....	52
Fig 4.7. Consolidation par pression atmosphérique.....	53

Chapitre 5. Les Aciers À Outils

Fig 5.1. Micrographies d'acier T15 montrant des carbures alliés,(a) Acier corroyé et (b) Acier élaboré par MDP	57
Fig 5.2. Comparaison entre les aciers rapides frittés et d'autres matériaux.....	58
Fig 5.3. (a) Micrographie d'un acier M 2 fritté et (b) Micrographie d'un acier T6 fritté	60

Chapitre 6. Procédure Expérimentale

Fig 6.1. Tamiseuse utilisé pour la caractérisation.....	66
Fig 6.2. Remplissage de la bouteille.....	68
Fig 6.3. La bouteille coudée.....	68
Fig 6.4. Le dispositif de l'encapsulation.....	69

Fig 6.5. Capsule obtenue après encapsulation.....	69
Fig 6.6. Four à moufle utilisée pour le frittage des capsules.....	70
Fig 6.7. (a) Creuset utilisé, (b) Un des échantillons élaborés.....	70
Fig 6.8. Meule de tronçonnage.....	71
Fig 6.9. Papiers abrasifs utilisés.....	73
Fig 6.10. OP-S.....	75
Fig 6.11. Feutre (drap) de finition.....	75
Fig 6.12. Acide nitrique HNO ₃	77
Fig 6.13 . Éthanol C ₂ H ₆ O	77
Fig 6.14. Interface du logiciel ImageJ.....	78
Fig 6.15. Schéma représentatif du pore.....	80
Fig 6.16. Microduromètre.....	82

Chapitre 7. Résultats et Discussions

Fig 7.1. Courbe de distribution des tailles des particules	84
Fig 7.2. La distribution des particules de chaque fraction utilisé.....	85
Fig 7.3. Caractérisation de la forme des particules par MEB x136.....	86
Fig 7.4. Caractérisation de la forme des particules par MEB x2560.....	86
Fig 7.5. Caractérisation de la forme des particules par MEB x2560.....	87
Fig 7.6. Variation de porosité en fonction du temps de frittage.....	88
Fig 7.7. Micrographies optiques montrant l'évolution du taux de porosité avec le temps de frittage pour les échantillons de taille des particules > 75 µm.....	90
Fig 7.8. Variation du taux de porosité en fonction de la taille moyenne des particules..	91
Fig 7.9. Variation de l'énergie de surface en fonction de la taille moyenne des particules.	92
Fig 7.10. Évolution de la pénétration du verre en fonction du temps de frittage.....	93
Fig 7.11. Pénétration du verre en fonction de la taille moyenne des particules.....	94
Fig 7.12. La courbe de taille moyenne des particules en fonction de la pénétration de verre des échantillons frittés pendant 8h.....	95
Fig 7.13. Évolution de la pénétration de verre avec le temps de frittage pour les échantillons de taille des particules > 25 µm.....	96
Fig 7.14. Les courbes de taille moyenne des grains en fonction du temps de frittage...	98
Fig 7.15. Microstructure d'acier à outils T15 de taille de particules > 25 µm fritté 1250°C à différents temps de frittage 1. Grain, 2. Carbures, 3. Pores.....	99
Fig 7.16. Relation entre la taille des grains et la porosité lors du frittage de l'acier T15 en poudre (taille des particules > 140µm) (Voir Annexe C pour les autres échantillons).	100
Fig 7.17. Variation de la dureté Hv en fonction du temps de frittage et de la taille des particules.....	101

ANNEXE

Fig A.1. Micrographies optiques montrant l'évolution du taux de porosité avec le temps de frittage pour les échantillons de taille des particules > 25 µm.....	107
Fig A.2. Micrographies optiques montrant l'évolution du taux de porosité avec le temps de frittage pour les échantillons de taille des particules > 140 µm.....	108
Fig B.1. Évolution du pénétration de verre avec le temps de frittage pour les échantillons de taille des particules > 75 µm.....	109
Fig B.2. Évolution du pénétration de verre avec le temps de frittage pour les	

échantillons de taille des particules > 140 μm	110
Fig C.1. Relation entre la taille des grains et la porosité lors du frittage de l'acier T15 en poudre (taille des particules > 75 μm).....	111
Fig C.2. Relation entre la taille des grains et la porosité lors du frittage de l'acier T15 en poudre (taille des particules > 25 μm).....	111
Fig D.1. Microstructure d'acier à outils T15 de taille de particules > 75 μm fritté 1250 °C à différents temps de frittage.....	112
Fig D.2. Microstructure d'acier à outils T15 de taille de particules > 140 μm fritté 1250 °C à différents temps de frittage.....	113

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1. Système de caractérisation de la forme des particules.....	27
Tableau 3.1. Températures et pressions typiques de HIP pour des métaux et des céramiques.....	39
Tableau 4.1. Étapes de frittage en phase liquide et solide.....	49
Tableau 4.2. Quelques équations de mécanismes de frittage pendant le stade de frittage initial.....	50
Tableau 4.3. Exemples d'atmosphères de frittage.....	54
Tableau 5.1. Influence des éléments d'additions.....	59
Tableau 5.2. Les principales gammes d'aciers à outils.....	60
Tableau 5.3. Résistance à l'usure, ténacité et dureté à chaud des aciers à outils.....	61
Tableau 5.4. Classification et composition nominale de l'acier à outils T15 d'après ASTM.....	62
Tableau 6.1. Quelques informations sur le matériau utilisé.....	65
Tableau 6.2. Résultats du tamisage de la poudre.....	66
Tableau 6.3. Paramètres de pré-polissage.....	74
Tableau 6.4. Paramètres de polissage.....	75
Tableau 6.5. Paramètres d'attaque chimique.....	77
Tableau 6.6. Nombre de particules pour chaque échantillon.....	81
Tableau 6.7. Surface totale des particules.....	81
Tableau 7.1. Taille moyenne de chaque fraction de poudre utilisée.....	85
Tableau 7.2. Composition chimique de la poudre d'acier à outils T15 utilisé.....	87
Tableau 7.3. Résultats du taux de porosité de l'acier T15 fritté à 1250 °C.....	88
Tableau 7.4. L'énergie de surface des particules dans un échantillon de poudre.....	91
Tableau 7.5. Résultats de la pénétration du verre de l'acier T15 fritté à 1250 °C.....	93
Tableau 7.6. Taille moyenne des pores.....	95
Tableau 7.7. Fraction de carbures.....	97
Tableau 7.8. Fraction volumique des grains.....	97
Tableau 7.9. Taille moyenne des grains.....	97
Tableau 7.10. Essai de dureté Hv.....	101

Introduction générale

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

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

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

La partie bibliographique comprends les chapitres suivants :

- Chapitre 1 : Élaboration des poudres métalliques.
- Chapitre 2 : Caractérisation des poudres métalliques.
- Chapitre 3 : Mise en forme des poudres métalliques.
- Chapitre 4 : Frittage des poudres métalliques.
- Chapitre 5 : Les aciers à outils.

La partie expérimentale comprends les chapitres suivants :

- Chapitre 6 : Procédure expérimentale.
- Chapitre 7 : Résultats et discussion.

À la fin de ce mémoire nous présenterons les différents résultats obtenus lors de ce travail de recherche, suivi d'une conclusion générale illustrant les points importants acquis. Nous terminons ce travail en proposant des recommandations pour ceux qui veulent continuer la recherche dans le domaine de frittage des aciers à outils par procédé CAP.

Partie 1

Synthèse bibliographique

Chapitre 1

Élaboration Des Poudres Métalliques

Chapitre 1 . *Élaboration Des Poudres Métalliques*

1.1. *Introduction*

La première étape dans la fabrication des pièces par métallurgie des poudres est l'élaboration de la poudre elle-même. Il existe plusieurs méthodes d'élaboration, chacune d'elles donnent des caractéristiques différentes de la poudre en terme de forme et de taille. En général ces méthodes peuvent être classées en 3 groupes principaux selon leurs principes de fonctionnement. Ces groupes sont les suivantes :

- Les méthodes mécaniques ;
- Les méthodes physiques ;
- Les méthodes chimiques.

Dans ce chapitre uniquement les procédés, les plus utilisée seront traités.

1.2. *Les méthodes mécaniques*

Les méthodes mécaniques sont les plus anciennes. Elles sont basées essentiellement sur la désintégration par choc. En général, ces méthodes sont utilisées pour produire les poudres des matériaux fragiles comme le manganèse, le chrome, et certains alliages de cuivre.

1.2.1. *Le broyage*

1.2.1.1. *Description du processus*

Le broyage mécanique est une opération composée. Globalement, l'énergie cinétique dans l'agrégat broyé est partiellement transformée en contrainte mécanique dans le matériau à désintégrer [1]. Les forces agissantes dans ces processus causent principalement une compression et des contraintes de cisaillement durant la rotation ou la vibration du récipient, ou par des armes rotatives d'un attriteur [1]. Et d'une vision plus précise, sur une particule à broyer, quatre forces sont agissantes : l'impact, l'attrition, le cisaillement, et la compression [2]. Leurs travaux conduisent à une réduction de la taille de la particule. La mécanique de la rupture est la base du phénomène de réduction : initiation d'une fissure, suivie par propagation et rupture [1].

1.2.1.2. *Les procédés de broyage*

- ***Le procédé Macro-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 0,7mm). Elles peuvent servir à faire des pièces de grandes dimensions, soit par compactage à froid et frittage, soit encore mieux, par mise en forme et frittage simultanés (forgeage à chaud des poudres) [3].

- **La mécano-synthèse**

La mécano-synthèse est un processus de broyage très énergétique. Elle est publiée dans la première fois en 1970 dans le contexte de développer des alliages durcis par dispersion où la combinaison du durcissement par précipitation et par dispersion des oxydes [1]. Le processus commence par le mélange des poudres dans la bonne proportion et le chargement de la poudre avec le milieu de broyage (généralement des billes en acier). Ce mélange est ensuite broyé pendant la durée souhaitée jusqu'à ce qu'un état stable soit atteint. Un état stationnaire se produit lorsque la composition de chaque particule de poudre est la même que la proportion des éléments dans le mélange de poudre de départ. La poudre broyée est ensuite consolidée en une forme en vrac et traitée thermiquement pour obtenir la microstructure et les propriétés souhaitées [2]. La figure 1.1 montre le chemin de production d'une pièce par la mécano-synthèse. A peu près toutes les combinaisons des phases fragiles (oxydes, carbures, nitrures, carbones, intermétalliques) et poudres métalliques ductiles peuvent être produites par ce procédé [1]. La production par mécano-synthèse utilise différents types de broyeurs comme : le broyeur vibrant, le broyeur planétaire à billes, le broyeur attriteur, les broyeurs commerciaux ..., etc.

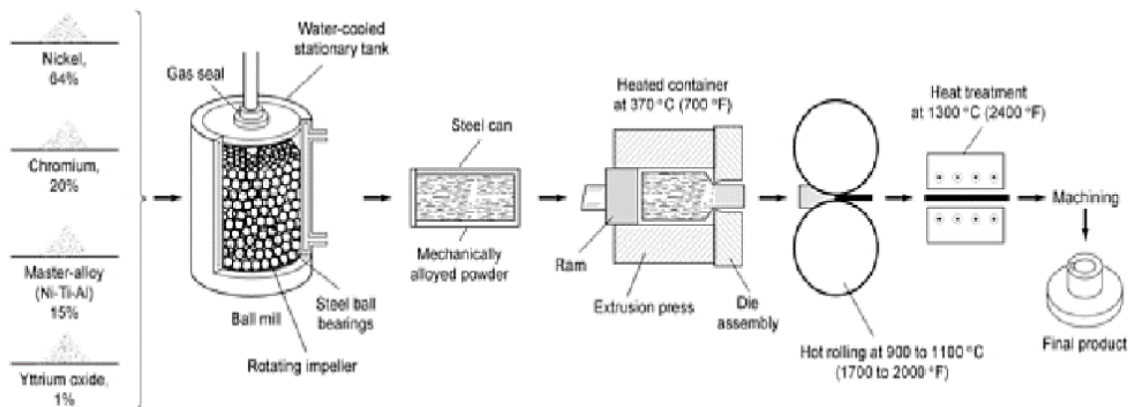


Fig 1.1. Le chemin de production d'une pièce par mécano-synthèse [4].

1.2.2. Le procédé « Cold Stream »

C'est une technique basée sur le choc. La poudre à broyer est injectée dans la chambre de broyage à une vitesse supersonique à l'aide d'un jet de gaz (air ou azote), où elle rencontre une cible fixe. La détente adiabatique du gaz abaisse fortement sa température dans la chambre, ce qui fragilise le produit. La poudre obtenue a une taille de l'ordre de 10 μm et une forme irrégulière [3,5]. Ce procédé est utilisé pour pulvériser des matériaux durs, abrasifs et coûteux comme le carbure de tungstène, les alliages de tungstène, le molybdène, les aciers à outils, le béryllium... Les avantages de ce procédé sont : la simplicité, le faible coût d'utilisation et la basse température qui limite l'oxydation [5].

1.3. Les méthodes physiques

Les méthodes physiques concernent principalement les techniques d'atomisation dont le principe général est la désintégration d'un flux de métal fondu en fines particules. Les caractéristiques de ces particules varient selon les paramètres d'atomisation. Les techniques d'atomisation peuvent être regroupées selon leur principe de fonctionnement en : atomisation par fluide, atomisation par centrifugation et atomisation par autres techniques.

1.3.1. Atomisation par un fluide

L'atomisation par un fluide est l'opération de désintégrer un métal fondu à l'aide d'un flux de fluide à haute pression. Les fluides utilisés sont généralement : l'eau, l'air ou l'huile.

1.3.1.1. Atomisation à l'eau

Aujourd'hui la principale technique d'atomisation pour les poudres métalliques est l'atomisation à l'eau- essentiellement les métaux ferreux. La production mondiale de poudre de fer est de 60-70 % par atomisation à l'eau. Cette technique est aussi utilisée pour la production de poudres de cuivre, de nickel et leurs alliages, des aciers inoxydables, des aciers à outils et des poudres magnétiques douces pour compactage et frittage [5]. Généralement l'atomisation à l'eau donne des poudres irrégulières et légèrement oxydées. Par conséquent, elle exige un recuit ultérieur dans une atmosphère réductrice. Le traitement de recuit sert également pour les poudres des métaux ferreux destinées au compactage et frittage à adoucir les particules et de les rendre plus compressibles [6]. La technique est habituellement moins coûteuse que les autres techniques d'atomisation en raison du faible coût du fluide, la faible énergie utilisée pour la pressurisation par rapport aux gaz et la très forte productivité qui peut être obtenue (jusqu'à 30 tonnes/heure). Ces principales limitations se situent au niveau de la pureté de la poudre et de la forme des particules, en particulier pour les métaux et alliages les plus réactifs [5].

1.3.1.2. Atomisation à gaz

L'atomisation à gaz est la deuxième technique la plus importante dans les procédés d'atomisation. Dans cette technique, le jet de gaz remplace celui de l'eau dont l'effet trempant est nettement supérieur à celui du gaz [6]. De ce fait, la forme des particules est sphérique ou proche de sphérique [1]. La technique appropriée pour consolider telle forme de particule est le compactage isostatique à chaud (HIP) [6]. Le gaz utilisé dans l'atomisation peut être l'air, l'azote, l'argon, ou l'hélium. Le choix est fait selon les exigences déterminées par le métal à atomiser, par exemple, l'atomisation à l'air est utilisée dans la production d'aluminium et ses alliages, de cuivre et ses alliages, des métaux précieux, d'étain et de poudres de plomb, alors que l'atomisation par un gaz inerte s'applique surtout pour les produits fortement alliés tels que l'acier inoxydable, les aciers à outils, les superalliages à base de nickel ou de cobalt..etc[1]. La figure 1.2 montre le principe de l'atomisation à gaz.

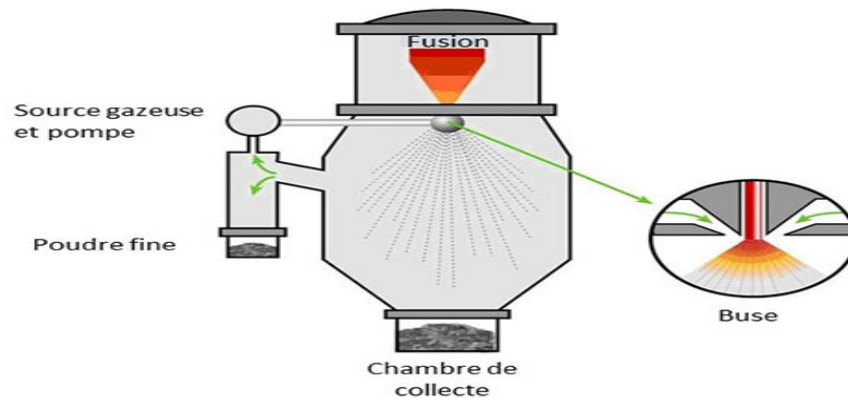


Fig 1.2 . Le principe de l'atomisation à gaz [11].

1.3.1.2.1. Développement dans l'atomisation à gaz

Ces dernières années, un effort considérable dans le développement d'équipement d'atomisation à gaz inerte est dirigé vers une augmentation de la productivité et aussi bien la qualité de poudre métallique (en particulier la pureté). À cet égard, deux sources principales de contamination doivent être envisagées :

- Les impuretés particulières par contamination croisée due au changement d'alliages au cours des cycles de production ;
- Les particules de céramique provenant du matériau de revêtement de l'équipement de fusion.

Dans une production souple et volumineuse, une solution basique au problème de contamination croisée nécessite un récipient d'atomisation spécifique pour chaque seul alliage [9].

Les particules de céramique dans le volume de la poudre ne peuvent pas être évitées au cours d'atomisation. La solution est d'intégrer des techniques de fusion sans céramique, c'est-à-dire que le four de fusion et la buse de guidage à l'état fondu doivent être fabriqués sans garnissage céramique. En principe, les technologies développées de production de poudres métalliques par atomisation à gaz sans céramique sont les suivantes [9] :

- Atomisation à gaz par électrode d'induction (EIGA).
- Atomisation à gaz par fusion au plasma et induction à froid (PIGA).
- Fusion à creuset froid et atomisation à gaz.

Le principe de fonctionnement des procédés EIGA et PIGA est illustré dans la figure suivante :

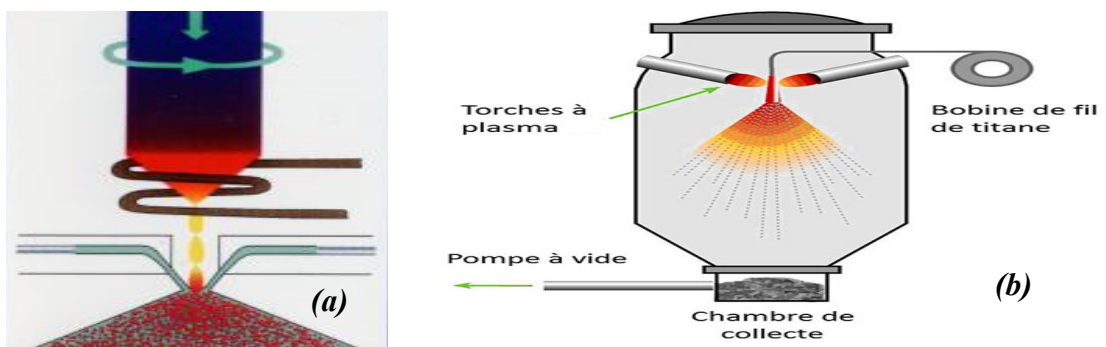


Fig 1.3 . Le principe de la technique : (a) EIGA [10], (b) PIGA [11].

1.3.1.3. *Atomisation à l'huile*

L'atomisation à l'huile est similaire à l'atomisation à l'eau. Elle permet de limiter l'oxydation, mais entraîne par contre une pollution en carbone. En pratique, son application est limitée à la fabrication de poudre d'acier à teneur relativement élevée en carbone [5].

1.3.2. *Atomisation par centrifugation*

Comme indique son nom, l'atomisation par centrifugation est la désintégration en fines particules à l'aide d'une force centrifuge.

1.3.2.1. *Atomisation par électrode tournante*

C'est un procédé d'atomisation par centrifugation. Il est développé principalement pour l'atomisation des alliages de titane de faible teneur en oxygène et des superalliages de haute pureté [7]. Dans ce procédé l'élément tournant est une électrode consommable du matériau à atomiser [5,7]. Le matériau sous forme d'un barreau cylindrique est mis en rotation à une vitesse d'environ 15000 tours/min pendant qu'il est fondu par un arc électrique (procédé REP), un plasma (procédé PREP) ou un faisceau d'électrons. Le métal fondu est éjecté par la force centrifuge sous la forme de gouttelettes de métal fondu qui se solidifient dans l'enceinte remplie de gaz inerte avant d'atteindre les parois [5]. Les poudres fabriquées par cette technique présentent un haut degré de sphéricité, une bonne qualité de surface et une très bonne coulabilité. La densité de remplissage est d'environ 65 % de la densité théorique [5]. L'inconvénient majeur de ce procédé est la limitation mécanique sur la vitesse de rotation, qui limite la taille moyenne des particules à environ 50 à 150 μm selon les alliages [5]. La figure ci-dessous montre le principe de cette technique.

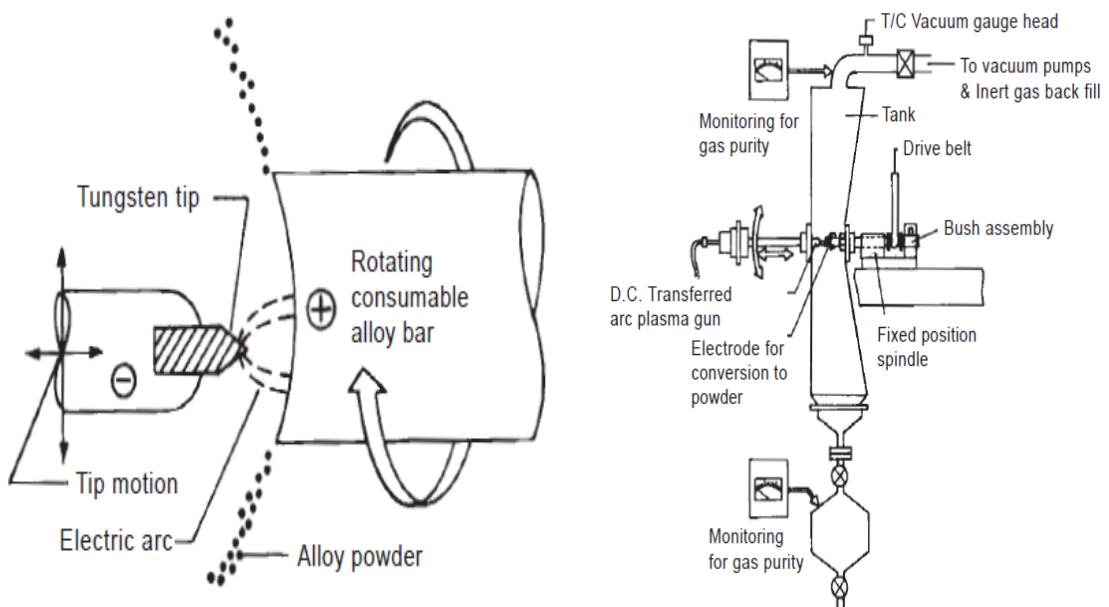


Fig 1.4. Le principe de la technique de l'électrode tournante (à gauche), par plasma (à droite) [8].

1.3.2.2. Atomisation par solidification rapide

Ce procédé, initialement développé pour la fabrication de poudres de superalliage, est utilisé pour les alliages agressifs et à haut point de fusion (alliages d'aluminium spéciaux, alliages de béryllium, molybdène, titane, siliciures...). La centrifugation est réalisée au moyen d'un disque refroidi à l'eau tournant à grande vitesse (20000 à 30000 tours/min). Pour augmenter les vitesses de solidification, un flux d'hélium à haute pression est projeté sur les gouttelettes de métal liquide lorsque celles-ci sont éjectées.

Les poudres obtenues sont sphériques, avec un diamètre moyen inférieur à 100µm. Des vitesses de refroidissement très importantes sont obtenues (supérieures à 10⁵ °C/s), ce qui conduit à une très grande homogénéité de composition et une microstructure fine [5,2]. La plupart des poudres obtenues par cette technique sont des alliages spéciaux destinés à la fabrication des pièces de l'aérospatiale [6].

1.3.3. Atomisation par autres techniques

1.3.3.1. Atomisation par ultrason

C'est une technique très spécialisée. Elle est utilisée pour fabriquer des poudres pour la pâte de brasage électronique. Le principe est qu'un film liquide soumis à une vibration suffisamment énergétique en forme des vagues (à une fréquence de quelques kHz) qui se brise ensuite en gouttelettes [5]. Les principales variantes de l'atomisation par ultrasons sont la désintégration par fusion avec des ondes capillaires ultrasonores ou des ondes ultrasonores stationnaires dans un gaz. La figure ci-dessous présente le principe de cette technique.

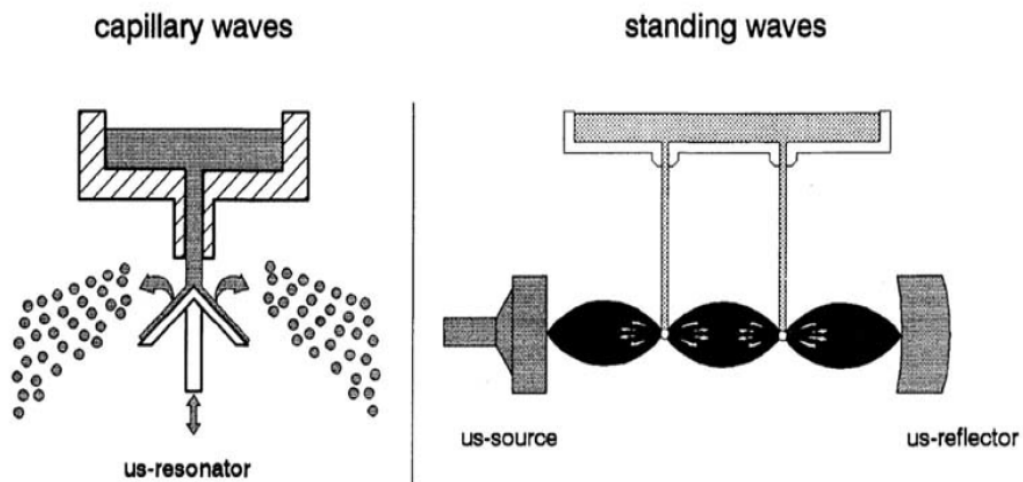


Fig 1.5 . L'atomisation par des ondes ultrasonores capillaires et stationnaires [1].

1.4. Les méthodes chimiques

Elles englobent tous les procédés basés sur la décomposition d'un composé ou complexe chimique en particules de poudre. Ces procédés sont variés selon la nature de l'élément réactant et /ou réactif.

On appelle réactant l'espèce chimique de départ contenant l'élément chimique à produire ou contenu dans la poudre désirée, et réactif c'est l'espèce chimique capable de réagir sur le réactant pour en libérer l'élément chimique à produire ou le transformer en produit désiré [5]. Le réactant et le réactif peuvent être solides, liquides ou gazeux. Dans cette partie, on se base uniquement sur les méthodes les plus utilisés.

1.4.1. Dissociation des métaux carbonyles

Cette méthode est utilisée pour produire des poudres du fer et du nickel à haute pureté [6]. Elle est basée sur la décomposition des métaux carbonyles. Ces derniers sont formés par une réaction entre le métal et un monoxyde de carbone en sous-pression. Les carbonyles sont liquides à la température ambiante avec une basse température d'ébullition. Par exemple, le carbonyle de fer ($\text{Fe}(\text{CO})_5$) est formé à une pression de 70-200 atm et à une température de 200-220°C. La poudre de fer carbonyle est généralement de forme sphérique et très fine ($<10\mu\text{m}$), tandis que la poudre de nickel est habituellement très irrégulière, poreuse et fine [7].

1.4.2. Réduction des oxydes

C'est une réduction d'un oxyde de métal à l'état solide. L'élément réducteur peut être solide comme le carbone ou gazeux comme l'hydrogène. Par exemple, plus de la moitié de la production mondiale de poudre de fer est obtenue par la méthode suédoise Högånäs [5]. Dans cette méthode le minerai (Fe_3O_4) est broyé jusqu'à tailles des particules inférieure ou égale à 0,5 mm et purifiée par séparation magnétique, jusqu'à la teneur en fer d'environ 71,5%. (La valeur théorique est de 72,5% pour Fe_3O_4) Après le séchage, le minerai est versé dans des capsules cylindriques en céramique, avec des mélanges de chaux et coke fine en couches concentriques. La chaux est utilisée pour extraire les impuretés de soufre. Un certain nombre de capsules est organisé sur une unité de transport qui va les déplacées à travers un tunnel du four de réduction chauffé au gaz naturel. Le four est divisé en une zone de chauffage, une zone de réduction avec une température maximale d'environ 1250°C et une zone de refroidissement, d'une longueur d'environ 270m. Le processus de réduction commence à partir de 650 à 700°C, dure deux à trois jours, fonctionne en permanence et est entièrement automatisé. Le produit de la réaction est une éponge de fer formée par un frittage léger. L'éponge de fer est ensuite broyée, classées et soumis à un traitement final pour ajuster le carbone et l'oxygène contenu et de réduire les contraintes résiduelles [1]. La réaction de réduction est la suivante [5] :



En conjonction avec l'équilibre de BOUDOUART :



1.4.3. Le procédé « Sherritt »

C'est une méthode de production des poudres de nickel et de cobalt. Elle représente un exemple de dépôt chimique à partir d'une solution aqueuse. Dans le processus, Sherritt, un concentré de sulfure est d'abord attaqué chimiquement dans une solution ammoniacale de sulfate d'ammonium à 93°C sous pression pour faciliter la purification. Après l'élimination du fer et du cuivre, le nickel est récupéré à partir de la solution par l'injection d'hydrogène sous pression, ce qui provoque la précipitation de nickel métallique. La taille des particules moyenne est d'environ 150 µm [6].

1.4.4. Méthode électrolytique

La production de poudre par électrolyse est un procédé de réduction dans lequel les ions métalliques sont neutralisés par le courant cathodique. Le processus s'effectue en solutions aqueuses pour les métaux comme le Cu, Fe, Ni, Co, Zn, etc.. Mais, les métaux très réactifs telles que Be, Ta, Nb, Th, ... etc. qui forment des oxydes très stables, doivent être déposés à partir d'un électrolyte en sel fondu. Bien que des solutions aqueuses sont employées à des températures légèrement élevées (jusqu'à 60°C), le procédé en sel fondu nécessite des températures plus élevées, en fonction du point de fusion des eutectiques des sels appropriés (binaires ou ternaires) qui doivent contenir une concentration raisonnable du métal à déposer [1].

Il existe deux méthodes pratiques pour obtenir des poudres métalliques par électrodéposition [6] :

- La déposition directe d'un dépôt poudreux ou spongieux qui peut facilement être désintégré ;
- La déposition d'une couche fragile dense qui peut être broyée en poudre.

1.5. Conclusion

La sélection de la méthode d'élaboration appropriée dépend de plusieurs critères, parmi les [7] :

- La disponibilité des matières premières ;
- Le type de l'application finale.

Après la production les poudres doivent être caractérisées dans le but de bien contrôler les paramètres de compactage et de frittage. Les méthodes de caractérisation sont expliquées dans le chapitre suivant.

Chapitre 2

Caractérisation Des Poudres Métalliques

Chapitre 2. Caractérisation Des Poudres Métalliques

2.1. Introduction

La connaissance des propriétés physiques et chimiques des poudres est nécessaire et indispensable, le comportement des poudres pendant le compactage et le frittage dépend des caractéristiques de la poudre.

La caractérisation des poudres peut être divisée en 3 groupes :

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

Dans ce chapitre, nous citerons les principales techniques de caractérisation des poudres.

2.2. Échantillonnage

L'objectif de l'échantillonnage est d'acquérir une connaissance des caractéristiques de la poudre à partir des mesures représentatives de la masse totale du poudre [2]. Lors de cette étape des problèmes se posent en raison de défauts d'homogénéité dans la distribution granulométrique. Si la poudre est homogène, ou peut être mélangée avant le prélèvement d'échantillons afin de produire une poudre homogène, les problèmes d'échantillonnage ne se posent pas. Souvent il n'est pas possible de mélanger la poudre et une série d'échantillonnage doit être préparée afin d'obtenir des échantillons représentatifs [2].

Les poudres peuvent être classées comme des poudres fluides ou cohésives. Les poudres à écoulement libre ont tendance à se séparer pendant la manipulation et le stockage, de sorte que les échantillons ponctuels sont rarement représentatifs. Les poudres cohésives tendent à conserver leurs caractéristiques pendant la manipulation, de sorte que, si elles sont séparées pendant la fabrication ou l'emballage, elles tendront à rester ségréguées [1].

Pour ces raisons, il est recommandé, s'il est possible de suivre les règles d'échantillonnage suivantes :

- La poudre doit toujours être échantillonnée en mouvement.
- L'ensemble d'échantillons de poudre doit être pris pendant de nombreux intervalles de temps courts.










2.3. Caractérisation de la morphologie

2.3.1. Caractérisation de la forme

La forme de la poudre est caractérisée par la dimensionnalité de la particule et sa surface de contour. La plupart des particules de poudre sont de nature tridimensionnelle [7]. Les particules sphériques représentent l'exemple le plus simple et le plus idéal de cette forme. Les particules poreuses diffèrent des particules irrégulières en raison de la présence de la porosité, qui elle-même peut être très irrégulière à la fois en taille et en forme. Une grande quantité de porosité rend toute caractérisation de forme très difficile [7].

La forme des particules dépend essentiellement du mode de préparation. Les poudres obtenues par pulvérisation sont approximativement sphériques, tandis que les poudres électrolytiques ont une structure dendritique [12]. La forme des particules influe beaucoup sur les capacités de remplissage et d'écoulement d'une poudre. Des particules sphériques présentent d'excellentes qualités de frittage et conduisent à des produits finis possédant des caractéristiques physiques homogènes. Cependant, des particules de formes irrégulières sont considérées comme étant plus aptes au moulage [13].

Tableau 2.1 : Système de caractérisation de la forme des particules[7].

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

2.3.2. Caractérisation de la taille

a) Tamisage

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

Un poids d'échantillon approprié de poudre métallique est dispersé sur le tamis supérieur et recouvert. La pile de tamis est agitée d'une manière prescrite (secouage) pendant une période de temps spécifiée. Les fractions de poudre restant sur chaque tamis et dans le récipient inférieur sont pesées séparément et rapportées en pourcentages par chaque tamis [2].

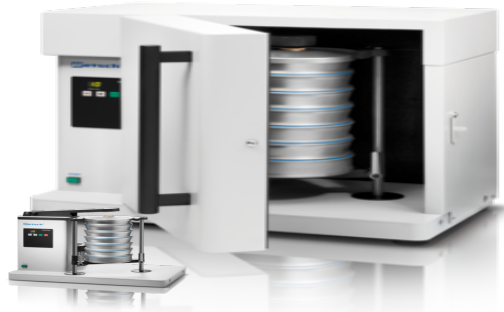


Fig 2.1. Tamiseuse [14].

b) Analyse quantitative d'image (Microscopie)

La microscopie est l'une des méthodes de comptage, dans laquelle chaque particule individuelle est observée et mesurée. En plus de la taille des particules, elle peut également donner d'autres informations telles que la forme des particules et l'état d'agglomération. Le problème dans l'utilisation de la microscopie est la représentativité de l'échantillon, car les mesures microscopiques sont effectuées sur de très petites quantités d'échantillon et la méthode d'échantillonnage peut provoquer l'agglomération des particules [1].

La microscopie optique ainsi que la microscopie électronique sont employés pour la mesure de la taille des particules. Les microscopes optiques peuvent être utilisés pour des particules jusqu'à environ $0,8\mu\text{m}$ [1].



Fig 2.2. Microscope optique[15].



Fig 2.3. Microscope électronique à balayage[16].

La microscopie électronique permet d'avoir des mesures des particules à l'échelle nanométrique (nm). La microscopie électronique à transmission (MET) avec des énergies allant jusqu'à 200keV et un diamètre de faisceau de plusieurs microns est applicable aux poudres dans la gamme de tailles de 0,001 à 5 μ m, la microscopie électronique à balayage (MEB) utilise des électrons à énergie moyenne (5-50keV) dans un faisceau fin de 0,01 μ m balayant la zone d'observation [1].

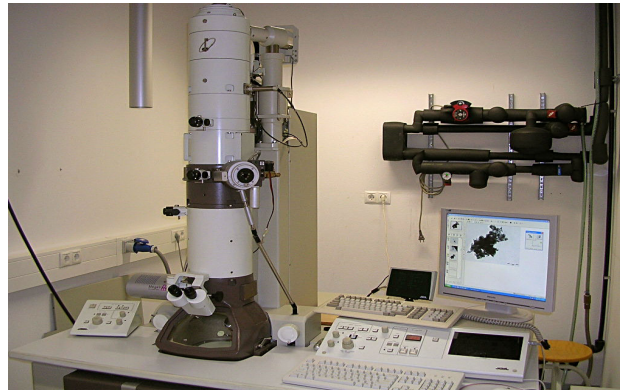


Fig 2.4. Microscope électronique à transmission[17].

En général, elle est utilisée pour recueillir une idée sur la distribution et la variation de la taille des particules .

c) Sédimentation

Le principe de sédimentation utilisé pour l'analyse granulométrique, est le fait que les particules de tailles différentes ont des vitesses différentes dans un fluide au repos. Par conséquent, les changements temporels et spatiaux de concentration dans un système de sédimentation fournissent des informations substantielles sur la distribution quantitative des tailles de particules caractérisées par la vitesse de leur mouvement [18]. La mesure de ces distributions est appelée analyse de sédimentation. Elle nécessite la compréhension théorique et la manipulation expérimentale des deux phénomènes suivants :

- i. Relation entre la vitesse de sédimentation et la taille des particules en fonction des propriétés du matériau et des autres conditions dans le récipient de sédimentation [18] ;
- ii. Relation entre la distribution de concentration du solide observée après le temps t et sa distribution de taille. Cela nécessite des méthodes indiquant les changements de concentration et permettant de calculer la distribution à partir des données mesurées [18].

La sédimentation par gravité mesure la vitesse de sédimentation des particules dans un liquide et la relie à leur masse par la loi de Stokes. La masse des particules est déterminée par la densité et la taille des particules [19].

Actuellement, la sédimentation est déterminée par transmission de rayons-X à travers le liquide à différentes hauteurs et plusieurs intervalles de temps. La distribution de taille des particules basée sur la différence de masse est ensuite calculée. Cela permet une mesure à haute résolution dans un délai relativement court [19].

La gamme de calibrage, déterminé par flux laminaire, est d'environ 0,5 à 300 μ m. La densité de la poudre doit préférablement être connue ou mesurée par pycnométrie à l'hélium. Les mesures sont effectuées sur un Micromeritics Sedigraph [19].

d) Temps de vol aérodynamique « Aerodynamic time-of-flight »

C'est une méthode récemment développée pour la mesure de la taille des particules. Les particules sont dispersées dans un courant de gaz s'écoulant, qui est dirigé entre deux capteurs (typiquement des diodes laser ou un faisceau laser divisé) séparés par une distance connue. Connaissant la densité réelle du matériau (mesuré par pycnométrie à l'hélium ou une autre technique) et le temps nécessaire pour parcourir la distance fixe entre les faisceaux lumineux, on calcule la taille des particules [2].

L'avantage de cette méthode est qu'il s'agit d'un compteur de particules individuelles. Chaque particule qui est accélérée dans le flux gazeux est mesurée et enregistrée. D'autres procédés tels que la diffraction laser produisent une distribution de taille de particule «moyenne». Pour les poudres sphériques, la diffraction laser et le temps de vol rapportent des données très similaires [2].

e) Zone de détection électrique « Electrical Sensing Zone »

C'est l'une des méthodes les plus établies pour mesurer la taille des particules, ainsi que l'une des techniques les plus précises. Les particules sont mises en suspension dans un fluide électrolytique et sont pompées à travers un orifice dans un tube de verre, à travers lequel une polarisation est appliquée. Lorsque la particule passe, la résistivité du fluide change, ce qui est enregistré comme un changement de potentiel. Le changement de potentiel est directement proportionnel à la section transversale de la particule. Aucune information n'est nécessaire sur les particules. Si les particules sont extrêmement conductrices, l'instrument doit être réglé selon une norme connue [2].

L'inconvénient majeur de cette méthode est la largeur de la distribution granulométrique qui peut être détectée. Chaque orifice peut contenir une différence de taille de particules de 25X. Si Les plus grosses particules dépassent cette limite, le trou sera bloqué. Si les particules sont très petites, le changement de tension qui est produit ne sera pas détecté [2].

Un avantage du procédé réside dans son indépendance par rapport à la densité des particules, qui permet de mesurer les mélanges de poudre.



Fig 2.5. Coulter counter[20].

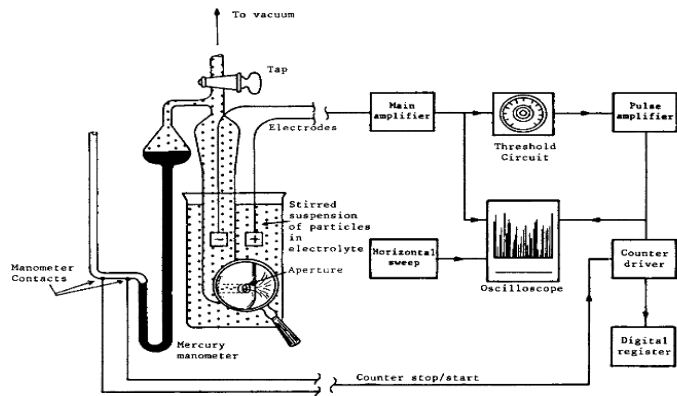


Fig 2.6. Principe de fonctionnement de Coulter counter[21].

2.3.3. Composition granulométrique d'une poudre

Une poudre n'est jamais formée de particules d'égales dimensions. La composition granulométrique caractérise la distribution des grains en fonction de leur dimensions [12]. L'analyse granulométrique s'effectue par divers procédés. Lorsque les dimensions des grains sont grandes (40 à 500 μm), on utilise une série de tamis. Pour les grains fins (1 à 40 μm), on peut dénombrer les particules au microscope ou employer d'autres procédés comme la sédimentation [12].

La répartition granulométrique est importante au niveau de la capacité de remplissage de la poudre et elle conditionne le déroulement des opérations de moulage et de frittage [13].

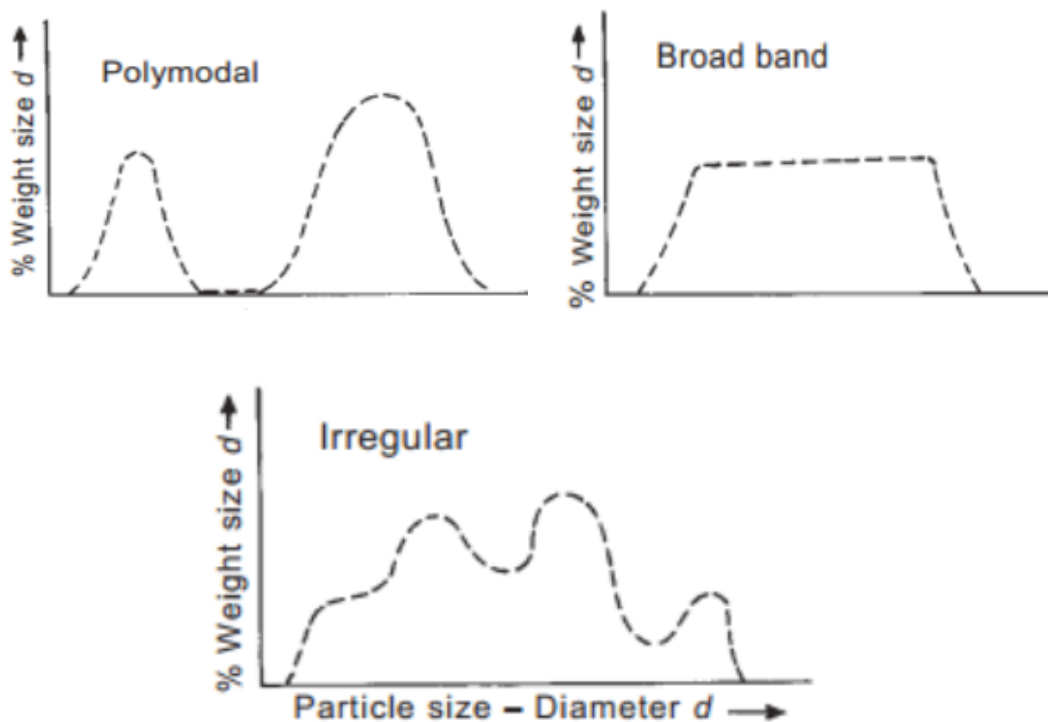


Fig 2.7. Exemples de distributions réelle de tailles des particules[7].

2.4. Composition chimique de la poudre

La composition chimique se détermine généralement par l'analyse chimique. Les poudres peuvent contenir des impuretés introduites par des produits de base ou pendant l'élaboration [12].

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

En raison de la grande surface des particules, la stabilité chimique d'une poudre est beaucoup plus faible que celle du métal compact ; en particulier, leur oxygénation étant aisée, il est indispensable de conserver les poudres en atmosphère neutre dans des récipients fermés [12].

Les poudres atomisées à l'eau sont caractérisées par une densité apparente élevée et un écoulement plus rapide en raison d'une surface plus lisse, un manque de pores internes et une surface spécifique plus faible [22].

- **Impuretés**

Tous les types d'impuretés de la microstructure jouent un rôle dégradant dans le traitement des poudres métalliques et dans les propriétés des pièces frittées. Les impuretés dans un matériau fritté sont donc également évaluées en rapport avec l'usinage [22].

Exemples des sources d'impuretés dans les matériaux de la métallurgie des poudres :

- Matières premières utilisées pour la production de poudres métalliques (oxydes, ferrailles) ;
- Non réductibles, connus sous le nom d'inclusions non métalliques ;
- Oxydes formés lors de l'atomisation des poudres et non entièrement réduits pendant le recuit [22].

2.5. Propriétés pratiques des poudres

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

- Volume massique apparent** : Cette donnée permet de déterminer le volume à prévoir pour la cavité de la matrice [13]. Le volume massique apparent augmente avec la finesse de la poudre, avec la rugosité des grains, avec leur porosité. Il est minimal quand la poudre est un mélange en proportions convenables de particules de diverses dimensions [12].
- Facteur d'écoulement** : Cette grandeur, liée au temps d'écoulement d'une masse donnée de poudre dans un entonnoir déterminé, permet d'évaluer la durée du remplissage de la matrice [12].
- Compressibilité** : Le comportement d'une poudre à la compression dépend de deux facteurs : variation de la masse volumique en fonction de la pression, et l'aptitude à la mise en forme [12].
- Retrait au cours du frittage** : Un retrait important gêne l'obtention de pièces de dimensions bien déterminées. Le retrait est d'autant plus faible que la masse volumique après compression est plus grande [12].

e) **Surface spécifique** : elle est définie comme étant la superficie totale par unité de masse (m^2 / kg), elle dépend de la taille, la forme, la densité et l'état de surface des particules. Les principales méthodes utilisées pour déterminer cette surface sont :

- La méthode d'adsorption de gaz détermine la surface d'une poudre en mesurant la quantité de gaz adsorbé par une couche mono-moléculaire de la poudre. L'azote est le gaz le plus couramment utilisé. Cette méthode peut également être utilisée pour déterminer le volume des pores et la distribution des tailles, pour les diamètres de pores allant de 600\AA à 14\AA .
- Perméamétrie mesure la résistance à l'écoulement de fluide à travers un lit de poudre compactée [23].

f) **Porosité** : est la partie vide du volume lié à l'ensemble du volume de tout matériau poreux. elle peut être subdivisée en deux catégories : pores interconnectés et pores fermés[1]. La densité des pores peut influencer grandement la dureté des matériaux de la métallurgie des poudres[23].

2.6. Conclusion

Le succès de tout processus de métallurgie des poudres dépend dans une large mesure sur la caractérisation et le contrôle complet des poudres métalliques. La méthode de production de poudre affecte la structure et la composition chimique des particules, en dehors de la nature précise de la distribution granulométrique. Ces propriétés influencent également le comportement de la poudre lors du compactage et du frittage, ainsi que la composition, la structure et les propriétés du matériau fritté [7].

Chapitre 3

Mise En Forme Des Poudres Métalliques

Chapitre 3. Mise En Forme Des Poudres Métalliques

3.1. Introduction

L'étape qui suit la caractérisation est le compactage des poudres. Les paramètres de ce dernier sont précisés en fonction des résultats de la caractérisation. Le compactage ou la mise en forme des poudres est une étape primordiale dans le processus de production, car il donne la forme désirée de la pièce à produire. Les techniques de compactage sont diverses. Elles se différencient selon les caractéristiques de la poudre et aussi selon les propriétés voulues.

Les techniques présentées dans ce chapitre sont choisies en raison de leurs abondances dans l'industrie.

3.2. Description de l'opération du compactage

Pendant le compactage, un système de forces de compression est appliqué sur les particules de la poudre. La pression totale résultante peut être considérée comme la somme des trois composantes :

- La pression dépensée directement sur la poudre (en supposant qu'il n'y a pas de pertes dues au frottement des particules contre les parois de la matrice, et qu'il y a une distribution uniforme de la pression et de la densité dans le comprimé) ;
- La pression perdue lors du frottement des particules contre les parois de la matrice ;
- La pression créée par la répartition inégale de la densité dans les diverses parties du comprimé.

À cause de cette pression, il résulte : une considérable augmentation du contact entre les particules de poudre (proportionnellement à la pression), une augmentation de la résistance, une diminution de la porosité, une décomposition des agrégats et parfois des particules elles-mêmes, et probablement un durcissement par travail à froid. Aussi pendant le pressage, la déformation élastique, plastique, et la rupture des particules peuvent avoir lieu en même temps. La figure 3.1 illustre l'interaction entre les particules durant le compactage. La convergence des particules produit une augmentation de la surface du contact tandis que la divergence des particules provoque une diminution de la surface du contact et parfois sa rupture. Le glissement des particules est accompagné par un déplacement des zones de contact et la dislocation des particules est accompagnée par une désintégration due à la rupture [24].

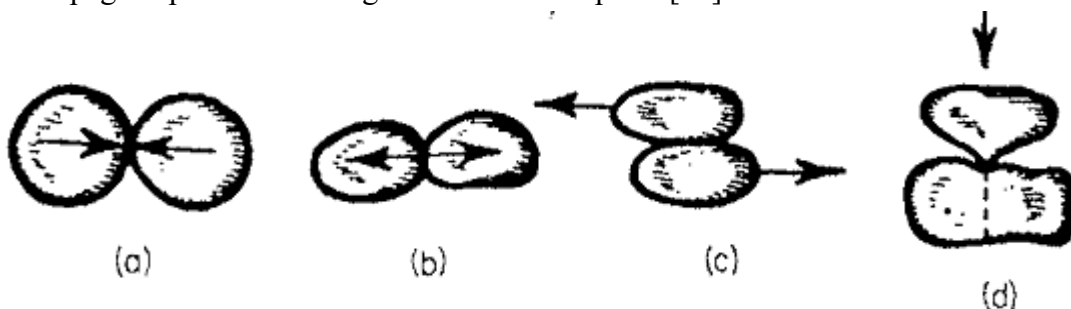


Fig 3.1. Déplacement des particules durant la déformation : (a) convergence (b) divergence (c) glissement (d) rupture [24].

3.3. Les techniques de compactage

3.3.1. Compactage uniaxial à simple et double action

C'est la technique la plus utilisée dans la production à cause des raisons économiques. L'opération commence par le remplissage de la matrice par la poudre suivi par le pressage ensuite l'éjection comme il est montré dans la figure 3.2. Son principe consiste à presser la poudre dans une matrice rigide par un poinçon (simple action) ou deux (double action) à l'aide d'une presse mécanique ou hydraulique. Quand la pression est appliquée par un seul poinçon, la densité du comprimé varie le long de l'axe de compression. L'utilisation des deux poinçons améliore l'uniformité de la densité verte mais elle reste faible au milieu du comprimé. Ceci limite le rapport diamètre / longueur des comprimés à un maximum d'environ trois [25].

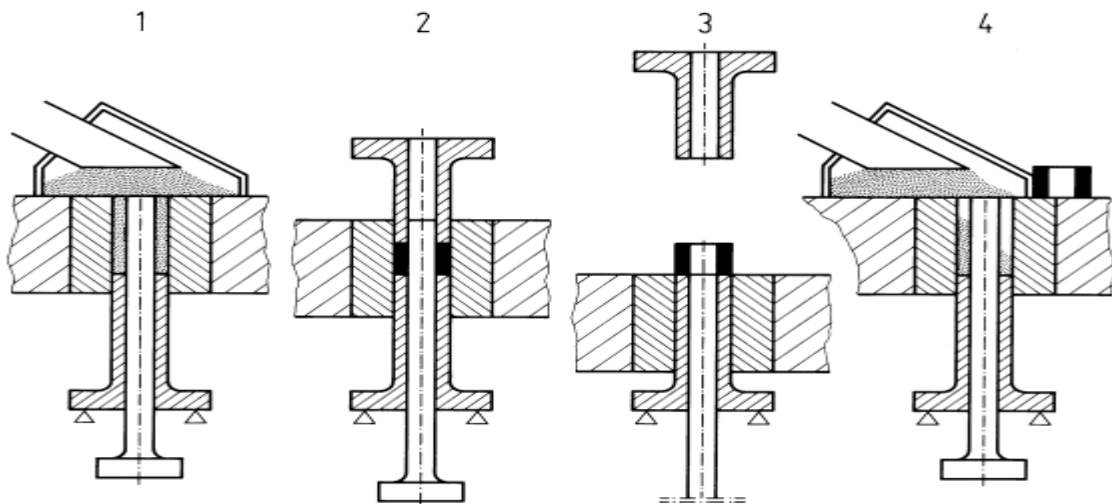


Fig 3.2. Les étapes du compactage uni-axial : (1) Remplissage du cavité.,(2) Pressage, (3) Éjection, (4) préparation d'une autre cycle [9].

Les poudres utilisées doivent être irrégulières pour assurer le verrouillage mécanique des particules adjacentes lors du compactage ou elles peuvent contenir des liants organiques en grands pourcentages. Les poudres sans liant ont besoin d'une certaine quantité de lubrifiant sous forme de micro-flocons en cire, de savons, d'amide ou de mélanges de ceux-ci. Généralement la quantité totale des lubrifiants ne dépasse pas 1 % [9]. Les comprimés produits ont une densité comprise entre 85 et 90% de densité théorique [26].

3.3.2. Compactage isostatique à froid (CIP)

Le compactage isostatique est l'application d'une pression simultanée et égale dans toutes les directions à un matériau en poudre contenu dans un moule flexible et bien scellé [27]. Le processus se diffère selon l'équipement utilisé en trois types : Le compactage appelé « wet-bag », « dry-bag » et « rubber isostatic pressing ». Dans le premier, le moule flexible en caoutchouc est rempli en poudre, puis revêtu, ensuite posé dans une enceinte sous pression où il est exposé directement au fluide de compression. Dans le deuxième, le moule en caoutchouc fait partie du récipient sous pression et

contrairement au premier il n'y a pas de contact direct entre le moule et le fluide de compression. La poudre est injectée du haut de la machine et le moule est fermé par un poinçon de presse. La pression isostatique est ensuite appliquée par le fluide compresseur à l'aide d'une pompe de l'extérieure [9,27]. Et dans le troisième, La poudre est remplie dans une cavité en caoutchouc, le poinçon supérieur de forme aplatie ferme la filière et la pousse vers le bas contre les forces de ressort au-dessous du poinçon inférieur stationnaire. Du fait de l'incompressibilité du caoutchouc, le volume de la cavité diminue totalement aux dépens de la poudre qui est ainsi compactée de manière plus ou moins isostatique. Lorsque la charge du poinçon supérieure est relâchée, l'insert en caoutchouc se dilate à sa taille d'origine et le comprimé qui doit avoir une résistance suffisante en vert peut être retiré du moule [9].

L'opération de pressage est contrôlée par certaines paramètres comme la forme et la taille des particules . Par exemple des particules de poudre de forme angulaire ou irrégulière offrent le meilleur choix pour fabriquer des compacts verts denses et forts. Bien que des petites quantités d'humidité, jusqu'à 5 %, produisent des densités plus élevées [27]. Le principe de ce procédé est illustré dans la figure suivante :

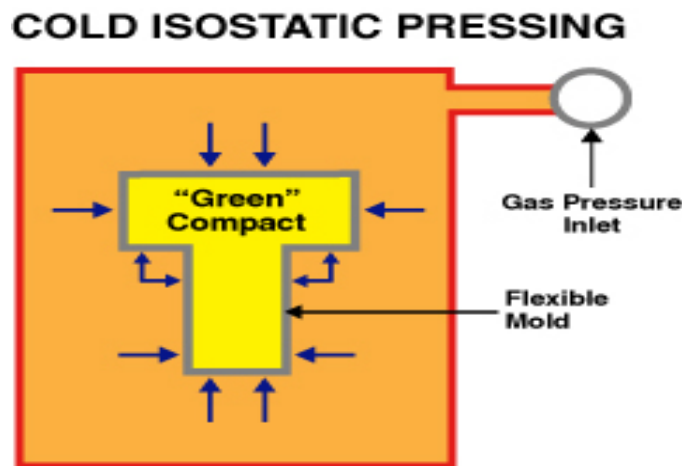


Fig 3.3. Le compactage isostatique à froid [28].

3.3.3. Compactage isostatique à chaud (HIP)

Le compactage isostatique à chaud (Hot Isostatic Pressing) est une technique de mise en forme et de consolidation des poudres, dont le but est d'atteindre une densité de 100 % à celle théorique des comprimés en poudres métalliques. Cette technique repose sur l'application simultanée de la pression hydrostatique et de la température à une préforme en poudre. La presse utilisée dans le HIP est constituée d'un récipient sous pression à paroi épaisse qui contient un four de chauffage électrique à l'intérieur d'une chambre dans laquelle est placée la préforme de poudre. Pendant le pressage, la chambre est pressurisée avec un gaz inerte, le plus souvent de l'argon. Après le temps requis à la température et la pression maximales, la température est abaissée à celle de l'ambiante et la pression restante est déchargée [25].

Le processus est illustré dans la figure 3.4 .Pour décrire le phénomène de consolidation des poudres métalliques et donc l'élimination des pores, on admit généralement que le processus HIP est similaire au frittage où trois mécanismes physiques sont présents, ces mécanismes sont [2] :

- La consolidation de la poudre ;
- La croissance du cou ;
- La densification finale.

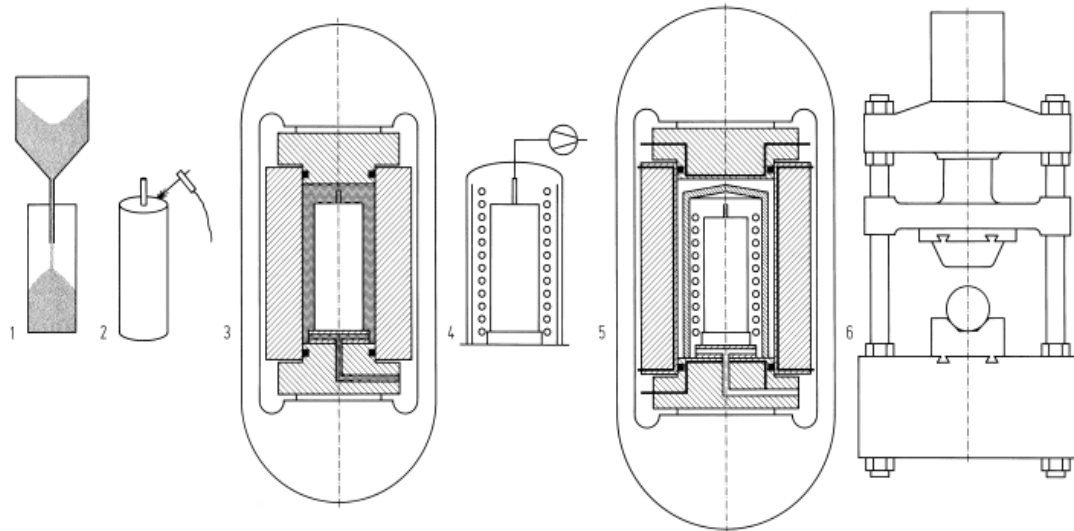


Fig 3.4. Le compactage isostatique à chaud :(1) remplissage du canon ; (2) fermeture du canon par soudage ; (3) Compactage isostatique à froid facultatif pour une meilleur transfert de chaleur ; (4) échauffement et évacuation ; (5) consolidation isostatique à chaud ; (6) travail à chaud [9].

Le choix des paramètres du compactage isostatique à chaud est généralement basé sur des considérations métallurgiques et économiques. Le bon déroulement de la technique nécessite le contrôle de certains paramètres tels que : les caractéristiques de la poudre, la pression, la température, le temps de pressage, l'encapsulation, l'atmosphère réactionnelle...etc. En tant qu'un matériau de départ, les poudres atomisées à gaz sont préférées en raison de leur forte densité tassée (environ 65% de la densité théorique) et généralement, elles sont gardées dans l'azote sec et pur ou sous vide pendant toute la séquence de processus pour éviter la contamination par l'oxygène ou par vapeur d'eau [9].

La température et la pression dans la technique HIP sont généralement choisies pour atteindre une densité totale dans un temps de traitement de l'ordre d'une à quelques heures [1]. Les presses de HIP commerciales sont capables à des températures jusqu'à 2000°C et des pressions jusqu'à 280 MPa [25]. La pression est assurée par un fluide, et par comparaison avec le milieu de pression liquide utilisé dans la pression isostatique à froid, les gazes sont beaucoup plus compressibles et ont donc une énergie beaucoup plus élevée sous pression[1]. Alors que la température est assurée par un four électrique comme indiqué précédemment.

L'encapsulation des poudres est une étape indispensable dans le HIP, son outillage doit être conçu pour être plastiquement déformable à la température de pressage sans réagir avec le compact ou pénétrer dans les pores. L'acier à faible teneur en carbone, l'acier inoxydable austénitique et le titane sont des matériaux typiques d'encapsulation pour les poudres métalliques. Alors que le verre est le matériau d'encapsulation principal pour la consolidation à chaud des céramiques et des composés réfractaires, où les températures de traitement élevées ne permettent pas l'utilisation des capsules en matériaux métalliques [1]. Des exemples de paramètres de compactage isostatique à chaud sont regroupés dans le tableau 3.1.

Le compactage isostatique à chaud est la méthode de consolidation des aciers à outils car il améliore la microstructure par la conservation de la taille fine des grains et par la distribution des carbures présents dans la poudre atomisée durant le processus de consolidation[2].

Tableau 3.1 : Températures et pressions typiques de HIP pour des métaux et des céramiques [1].

<i>Matériau</i>	<i>Température(°C)</i>	<i>Pression (MPa)</i>	<i>Processus</i>
<i>Alliages d'Al</i>	450-530	100	Avec encapsulation
<i>Alliages de Ti</i>	850-950	100	Avec encapsulation
<i>Acier à outil</i> <i>Acier inoxydable</i>	1000-1100	100-150	Avec encapsulation
<i>Alliage de Ni</i>	1100-1200	100-150	Avec encapsulation
<i>Mo, Nb, W</i>	1250-1650	100-150	Avec encapsulation
<i>Al₂O₃</i>	1300-1500	100	Avec encapsulation
<i>Si₃N₄</i>	1750	100-200	Avec encapsulation
<i>WC- CO</i>	1350	6-10	Sans encapsulation
<i>Si₃N₄</i>	1750-2000	10-150	Sans encapsulation

3.3.4. Moulage par injection

C'est une technique de mise en forme des poudres métalliques. La différence essentielle par rapport aux méthodes traditionnelles de la métallurgie des poudres est que la poudre métallique est mélangée avec des liants thermoplastiques organiques pour former un gel plastique qui est injecté dans des moules, contrairement au remplissage par gravité de la poudre en matrices. Après avoir retiré la partie moulée «verte» de la machine de moulage, le liant est éliminé par évaporation ou avec une technique d'extraction par solvant. En fonction de la géométrie de la pièce, l'élimination du liant peut prendre quelques heures à quelques jours. Enfin, les pièces sont frittées et, si nécessaire, des opérations de formage secondaires sont appliquées [25]. Le principe de cette technique est montré dans la figure suivante :

Injection molding

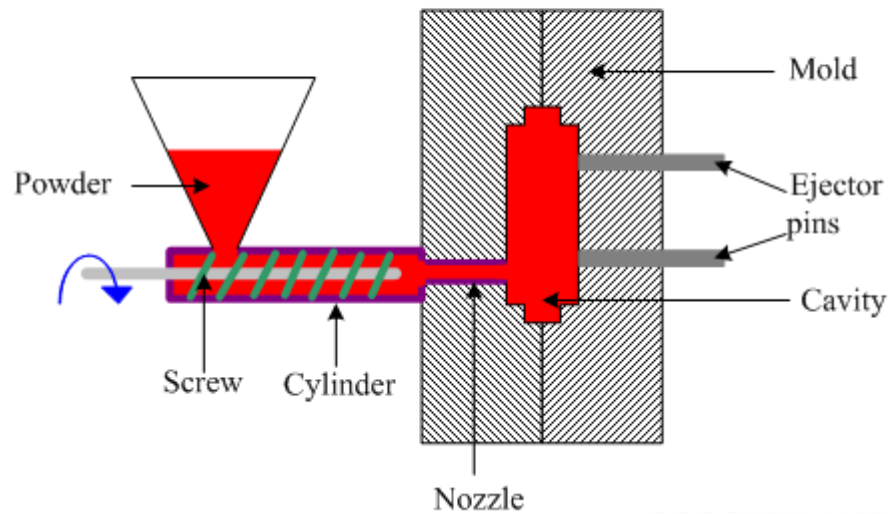


Fig 3.5 . Le principe du moulage par injection [29].

3.3.5. Compactage par laminage

C'est le compactage des poudres métalliques entre deux rouleaux tournants afin d'obtenir un produit semi-fini sous forme de tôles minces. La poudre est introduite dans les cylindres par gravité à partir d'une trémie à travers une porte réglable pour maintenir la quantité de poudre entrante dans la zone de laminage aussi constante que possible. Généralement, Les écarts entre les rouleaux sont inférieurs à 5mm. Pour obtenir une densité uniforme sur toute la tôle et pour éviter que la poudre ne s'échappe latéralement, un des rouleaux peut être bridé et chevaucher le rouleau d'accouplement [9]. La densité des tôles vertes après le premier passage dans le laminoir est généralement d'environ 60 à 80% de la densité théorique [30]. Après le compactage aux rouleaux, la tôle verte est frittée en ligne dans des fours horizontaux, puis elle est bobinée [9]. La figure 3.6 illustre le processus de cette technique. Le laminage des poudres est utilisée dans la production des tôles à partir d'une large gamme de matériaux tels que le fer, le cuivre, l'aluminium, le nickel, l'acier, l'acier inoxydable....etc. Globalement les étapes du compactage par laminage sont les suivantes [1] :

- Obtention d'une bande verte à partir du laminage de la poudre métallique ;
- Frittage (continu ou discontinu) de la bande verte bobinée ;
- Laminage (à chaud ou à froid) de la bande frittée pour la densification et le bobinage ;
- Laminage à froid final pour le réglage des spécifications ;
- Recuit.

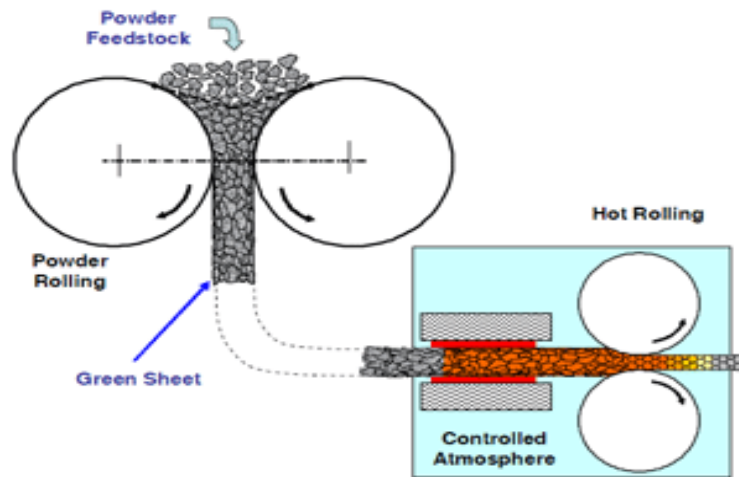


Fig 3.6 . Le compactage par laminage [31].

3.3.6. Compactage par explosion

Dans cette méthode, les ondes de choc générées par la détonation d'une charge explosive (par détente d'un gaz ou par un champ magnétique) entourant un compact vert sont utilisées pour une consolidation uniforme de la poudre. Cela permet d'atteindre des densités approchant des valeurs théoriques en une seule opération, éliminant ainsi le besoin d'un traitement de frittage ultérieur [32]. Dans le compactage par explosion, les vibrations à haute pression (de 30GPa) et les températures générées lors du compactage cassent les oxydes de surface et peuvent même induire une fusion locale dans les zones de contacts inter-particulaires, ce qui entraîne la formation de bonnes liaisons entre les particules. Les comprimés traités par cette méthode souffrent de la fissuration en raison des ondes de choc secondaires résonantes à travers le compacte après la densification [363]. La figure ci-dessous explique le principe de cette méthode.

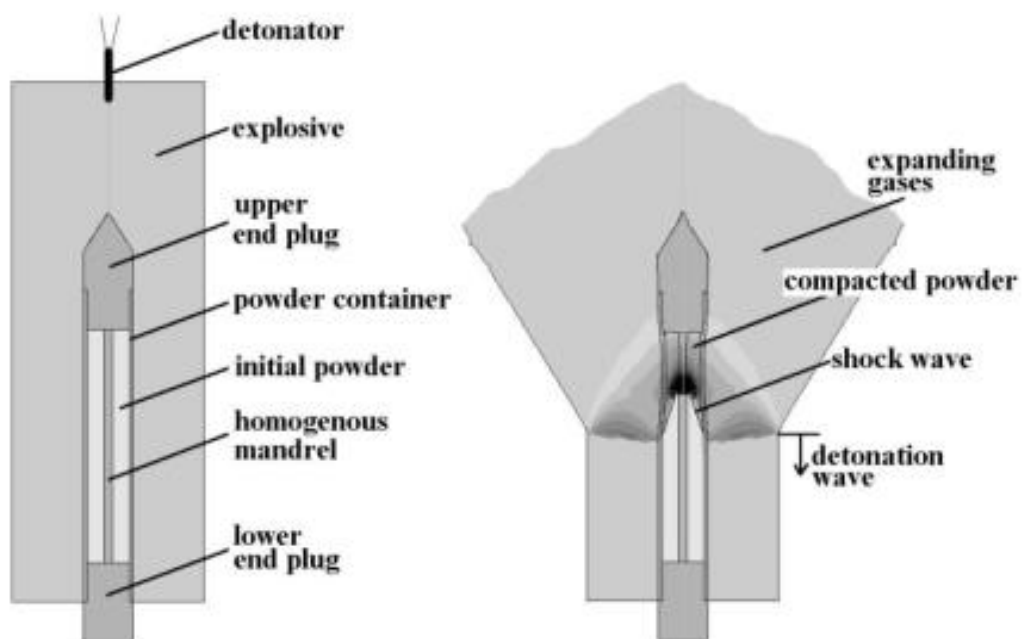


Fig 3.7 . Le principe du compactage par explosion [34].

3.4. Conclusion

Le résultat de chaque procédé de compactage est validé par le taux de porosité dans les comprimés produits. Alors que, la réduction de ce taux ou l'élimination totale de porosité nécessite une autre opération dite « le frittage ». Dans le chapitre qui suit, nous la expliquerons en détail.

Chapitre 4

Frittage Des Poudres Métalliques

Chapitre 4. Frittage Des Poudres Métalliques

4.1. Introduction

Le frittage est l'une des étapes les plus importantes dans le traitement de la métallurgie des poudres. C'est le processus de consolidation d'un agrégat de poudre ou d'un compact vert de la composition souhaitée dans des conditions contrôlées de température et de temps [23].

Le frittage est un processus complexe et pour tout métal donné et un ensemble de conditions de frittage, il est probable qu'il y ait différents stades, forces motrices et mécanismes de transport de matériaux associés au processus.

Les différentes étapes du frittage peuvent être regroupées dans l'ordre suivant :

- La liaison initiale entre les particules ;
- Croissance du cou ;
- Fermeture du canal de pore ;
- Arrondissement des pores ;
- Densification ou rétrécissement des pores ;
- Grossissement des pores [7].

Parmi les divers mécanismes l'évaporation et condensation, la diffusion de surface, de volume et de joints de grains et les mécanismes de déformation plastique sont souvent rencontrés.

Dans ce chapitre, nous exposerons la théorie classique du frittage en phase liquide et en phase solide.

4.2. Énergies et Forces motrices du frittage

4.2.1. La force motrice

La force motrice est l'excès d'énergie libre de surface. Lors du frittage, la poudre compacte tente de réduire l'énergie de surface en transportant la matière de différentes zones par divers mécanismes de transport de masse afin d'éliminer les pores [23].

La force motrice de tout processus de frittage en phase solide est la diminution de l'énergie libre du système. Elle est générée par :

- La diminution de la surface spécifique due à la croissance (ou même à l'initiation) des zones de contact des particules ;
- La diminution du volume des pores et /ou de la sphéroïdisation des pores ;
- L'élimination des concentrations de défauts de réseau (défauts ponctuels et dislocations) dans la masse de poudre, étant les résidus des processus de fabrication de poudre ;
- Dans les systèmes multi-composants, l'élimination des états de non-équilibre en raison de la solubilité mutuelle (homogénéisation des gradients de concentration) ou de la réactivité chimique, caractérisée par les énergies libres de solution ou de formation de composés [1].

4.2.2. Les énergies motrices

Le développement des liaisons entre les grains d'une poudre (libre ou d'un comprimé) peut apparaître grâce aux énergies motrices suivantes :

a) Énergie de surface

Considérons une poudre métallique, il lui correspond un excès d'énergie superficielle par rapport au monocristal parfait de même masse. Cette réserve mesure la force motrice du frittage. Cet excès est très faible comparant à l'excès mis en jeu au cours des réactions chimiques qui sont de l'ordre de plusieurs milliers de joules [35].

L'énergie inter-faciale totale d'un compact en poudre est exprimée en γA où γ est l'énergie de surface spécifique et A la surface totale du compact. La réduction de l'énergie totale peut être exprimée comme :

$$\Delta(\gamma A) = A\Delta\gamma + \gamma\Delta A \quad \dots (4.1)$$

Ici, la variation de l'énergie interfaciale $\Delta\gamma$ est due à la densification et la variation de la surface interfaciale est due au grossissement du grain. Pour le frittage à l'état solide, $\Delta\gamma$ est lié au remplacement des interfaces solide / vapeur (surface) par des interfaces solides / solides. La réduction de l'énergie interfaciale totale se produit par la densification et la croissance des grains [1,36] (figure 4.1).

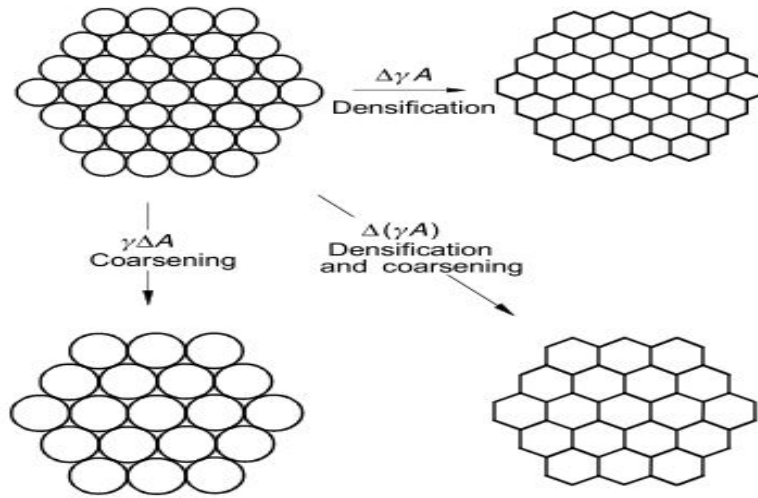


Fig 4.1. Densification et grossissement des grains sous l'effet de la force et l'énergie motrice[36].

Le processus de frittage s'arrêtera lorsque le changement global de l'énergie libre du système dE devient nul.

$$dE = \gamma_{ss} dA_{ss} + \gamma_{sv} dA_{sv} < 0 \quad \dots (4.2)$$

Où

γ_{ss} : Énergie de surface des interfaces solide-solide exprimé en N.m.

γ_{sv} : Énergie de surface des interfaces solide-vapeur exprimé en N.m.

dA_{ss} : Surface inter-faciale des interfaces solide-solide exprimé en m^2 .

dA_{sv} : Surface inter-faciale des interfaces solide-vapeur exprimé en m^2 .

Initialement, la surface du compact de poudre représente la surface libre, car les joints de grains n'a pas encore été développés, par conséquent, $A_{sv} = A_{sv0}$ et $A_{ss} = 0$. Au fur et à mesure que le frittage progresse, A_{sv} diminue et A_{ss} augmente. Le processus de frittage s'arrêtera lorsque $dE = 0$ [23].

i.e.
$$\gamma_{ss} dA_{ss} + \gamma_{sv} dA_{sv} = 0 \quad \dots (4.3)$$

$$\frac{\gamma_{ss}}{\gamma_{sv}} = - \frac{dA_{sv}}{dA_{ss}} \quad \dots (4.4)$$

La diminution globale de l'énergie libre est une condition nécessaire au frittage, mais les différences de potentiel chimique entre les particules et les cous sont également indispensables pour que le frittage continue.

Le changement de l'énergie de surface libre pendant le frittage est irréversible. Par conséquent, plus la force motrice de frittage est élevé, plus l'activité de frittage augmente[23].

b) Énergie due au gradient de contrainte

Supposons que deux sphères métalliques sont reliées par un pont, il existe entre les différentes parties de cet ensemble, des gradients de potentiel chimique correspondant à des gradients de contraintes dus aux effets de courbure. Ces gradients agissent comme étant des moteurs pour le frittage :

- Dans la phase gazeuse, la pression au-dessous de la surface convexe des grains est supérieure à celle qui existe à l'aplomb du pont de raccordement ;
- Dans la phase condensée, la concentration en matière sous la surface en compression des grains est supérieure à la concentration sous la surface en tension du pont ;
- Au centre du joint de grain, on assimile l'état du matériau à celui qui existe sous une surface plane, donc sans contrainte (cette simplification sera utilisée par la suite, bien qu'il soit reconnu qu'au centre du joint de grain la matière soit en compression) [35].

c) Énergie due au gradient de lacunes

Les lacunes dues à la présence des pores migrent à travers le réseau ou le long des joints de grains, donnant lieu à un flux de matière vers les pores. La densification se produit suite à la neutralisation des lacunes entre les particules au niveau des joints de grains, des dislocations, limites entre phases, ou d'autres formes d'interfaces. Plus la courbure des surfaces des pores est importante plus le flux de transport des lacunes est important, donnant lieu à une cinétique de frittage plus importante [37].

4.3. Paramètres du frittage

L'atmosphère, la température, la durée et la distribution de la taille des particules sont les paramètres essentiels du frittage.

- **Atmosphère de frittage**

Les grains de poudre des métaux courants sont couverts d'une couche, au moins monomoléculaire, d'oxyde. Pour faciliter ou permettre les mouvements d'atomes qui vont créer les liaisons entre les grains, il faut décomposer ces oxydes et donc opérer dans une atmosphère réductrice ou dans un très bon vide. Dans le cas des aciers, différents gaz peuvent être employés. L'évolution technique a consisté à passer de l'hydrogène pur à l'ammoniac craqué puis au gaz endothermique, obtenu par brûlage catalytique du propane ou du méthane. Plus récemment, on a commencé à employer des mélanges d'azote et d'hydrogène avec de légères additions de méthane pour compenser la vapeur d'eau et le gaz carbonique produits dans les pièces [38].

- **Température du frittage**

Comme de nombreux phénomènes faisant appel à des mouvements d'atomes, la température fait augmenter rapidement la vitesse du frittage que l'on peut caractériser par la valeur du retrait.

Cependant, les températures très élevées, par rapport à la température de fusion, ne sont pas toujours utilisées car elles provoquent des déformations des pièces par fluage sous leur propre poids. En pratique, les températures maximales sont souvent déterminées par celles des fours. Les fours continus à tapis sont limités vers 1125 °C. Au-dessus, la durée de vie des tapis et des mouffles devient trop courte [38].

- **Durée du frittage**

La durée de l'opération de frittage comprend la montée et le maintien en température ainsi que le refroidissement. La montée en température est assez lente pour permettre l'évacuation du lubrifiant. Au total, pour un maintien de 20min à la température maximale, la durée de parcours dans le four est de 2 à 4h [38].

La durée du processus de frittage représente le temps nécessaire pour atteindre une densification complète du matériau. Elle dépend de plusieurs paramètres mais elle est dominée par la fraction volumique du liquide et de la température de frittage [38].

- **Distribution des tailles des particules**

La distribution de la taille des particules est également importante lors du frittage. La distribution de la taille des particules d'une poudre mono-dispersée peut généralement aider à obtenir de meilleures densités vertes et un retrait uniforme pendant le frittage [39].

4.4. Mécanismes de frittage

Sur la base de la discussion ci-dessus sur la force motrice, un certain nombre de mécanismes de transport de matériaux (figure 4.2) ont été proposés pour fonctionner pendant le frittage. Ce sont :

- Évaporation, condensation ;
- Écoulement visqueux ;
- Écoulement plastique ;
- Diffusion (diffusion volumique, diffusion des joints de grains et diffusion de la surface) [23].

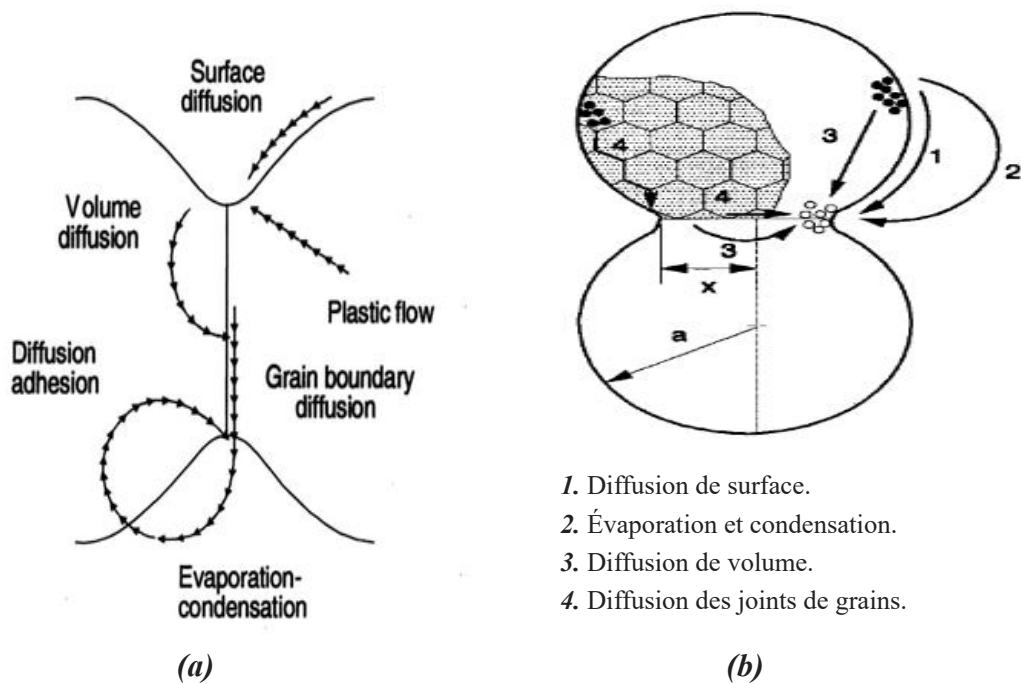


Fig 4.2. (a) Mécanismes de transport de matière pendant le frittage en phase solide [23],
(b) Mécanismes de frittage possible dans le cou [1].

4.5. Types de frittage

Fondamentalement, les processus de frittage peuvent être divisés en deux types: frittage en phase solide et frittage en phase liquide. Le frittage en phase solide se produit lorsque la poudre compacte est densifiée entièrement à l'état solide à la température de frittage, tandis que le frittage en phase liquide se produit lorsqu'une phase liquide est présente dans la poudre compacte pendant le frittage[36], Tableau 4.1 illustre les étapes majeures dans les deux cas.

Tableau 4.1 : Étapes de frittage en phase liquide et solide[40].

<i>Types de frittage</i>	
<i>Frittage en phase liquide</i>	<i>Frittage en phase solide</i>
<ul style="list-style-type: none"> • Écoulement de liquide • Ostwald ripening avec des accommodations en forme • Aplatissement de contact • Coalescence • Désintégration de squelette • Désintégration des particules • Migration de film liquide • Remplissage des pores 	<ul style="list-style-type: none"> • Croissance du cou • Croissance des grains et coalescence des pores • Séparation des pores / joints de grains • Croissance exagérée des grains

4.4.1. Frittage en phase solide

Entre un tas de poudre ou un comprimé et la pièce après frittage, la différence géométrique essentielle est la diminution de la surface de la phase solide. Cette surface est initialement, celle de la totalité des grains de poudre, et, après frittage, la somme des surfaces externe et interne. La surface interne est la somme de toutes les surfaces des trous (pores) qui persistent [38].

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

Si l'on facilite les mouvements des atomes, donc les déplacements de matière, en augmentant la température, l'énergie potentielle de surface tendra à diminuer. La porosité des pièces, restant après la compression, aura donc aussi tendance à diminuer. Les trous se rapprocheront de la forme sphérique dont la surface est minimale pour un volume donné. Ensuite, ils diminueront de volume et disparaîtront [38].

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

Cependant, une conséquence pratique immédiate est que, pour obtenir un retrait donné en un temps donné, la température de frittage nécessaire variera en sens inverse du diamètre des grains de poudre puisqu'une poudre fine a une surface très élevée donc une énergie de surface beaucoup plus grande à volume égal [38].

4.5.1.1. Étapes de frittage en phase solide

Le frittage en phase solide est un processus complexe, qui peut être divisé en trois étapes comme le montre la figure 4.3 .

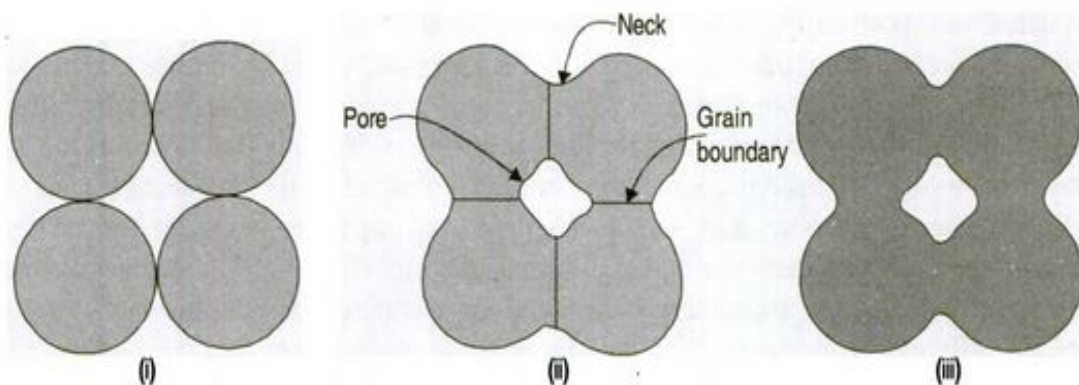


Fig 4.3. Schéma de progression du frittage :

(i) Particules en contact ; **(ii)** Formation du cou , joint de grain , pore; **(iii)** Géométrie finale de frittage [23].

Dans la première étape (Stade initial) :

- Les cous sont formés aux points de contact entre les particules, qui continuent de croître au cours de cette étape ;
- La formation rapide du cou et la croissance du cou a lieu dans la poudre compacte ;
- Pendant cette étape, les pores sont interconnectés (figure 4.4) et les formes des pores sont irrégulières [23].

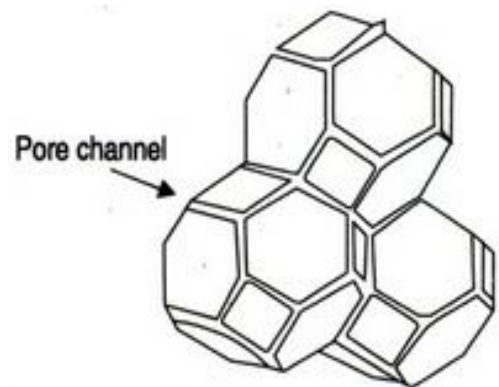


Fig 4.4. La formation de canaux de pores[23].

Tableau 4.2 : Quelques équations de mécanismes de frittage pendant le stade de frittage initial[36].

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

Dans la deuxième étape du frittage (Stade intermédiaire) :

- L'énergie inter-faciale est la force motrice pendant cette étape ;
- Si la croissance du cou est suffisante, les canaux des pores deviennent de nature cylindrique ;
- Les gradients de courbure près des cous sont responsables du flux massique. Le gradient de courbure est élevé pour les cous de petite taille, ce qui conduit à un frittage plus rapide ;
- Avec suffisamment de temps à la température de frittage, les pores deviennent éventuellement arrondis. Au fur et à mesure que le cou augmente, le gradient de courbure diminue et le taux de frittage diminue également [1] ;
- L'arrondissement des pores peut également se produire sans retrait, cela implique le changement dans la forme des pores, mais aucun changement dans le volume des pores i.e. le pore peut devenir sphérique et isolé, mais il n'y aura pas un retrait de frittage [38] ;
- Avec un frittage continu ces canaux de pores cylindriques deviennent instables, pincer progressivement et se fermer ;
- Un réseau de pores et un squelette de particules solides sont formés ;
- La migration des joints de grains entre les particules originales par croissance du grain a lieu ;
- Le retrait en cas de présence se produit principalement dans cette étape [38].

Dans l'étape finale (Stade final) :

- La fermeture du canal des pores se produit et les pores deviennent isolés et ne sont plus interconnectés ;
- Les pores individuels résiduels sont situés soit au niveau des joints de grains ou à l'intérieur des grains ;
- À ce stade, la porosité ne change pas et des petits pores restent même après une longue période de frittage ;
- La densification se déroule à un rythme très lent [37].

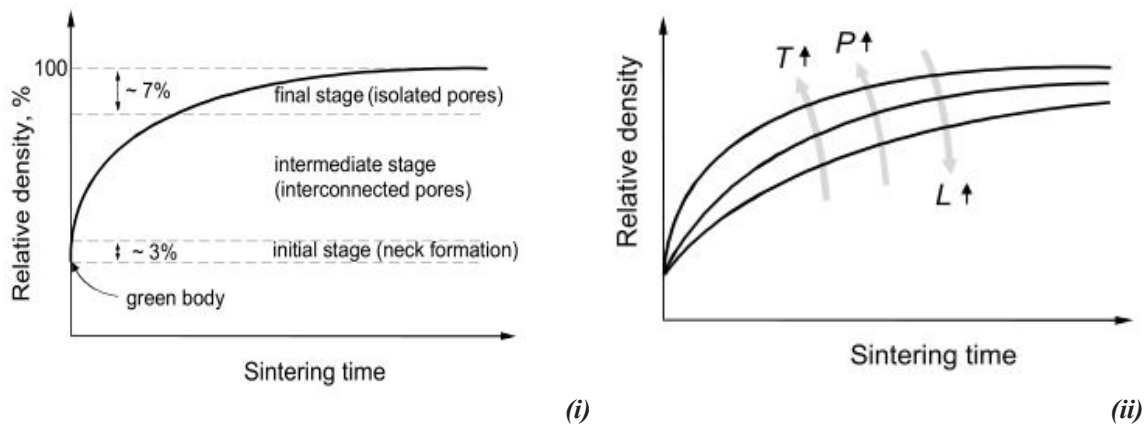


Fig 4.5. Schéma montrant la courbe de densification d'une poudre :
(i) Les trois étapes de frittage , (ii) Effet des paramètres de frittage[36].

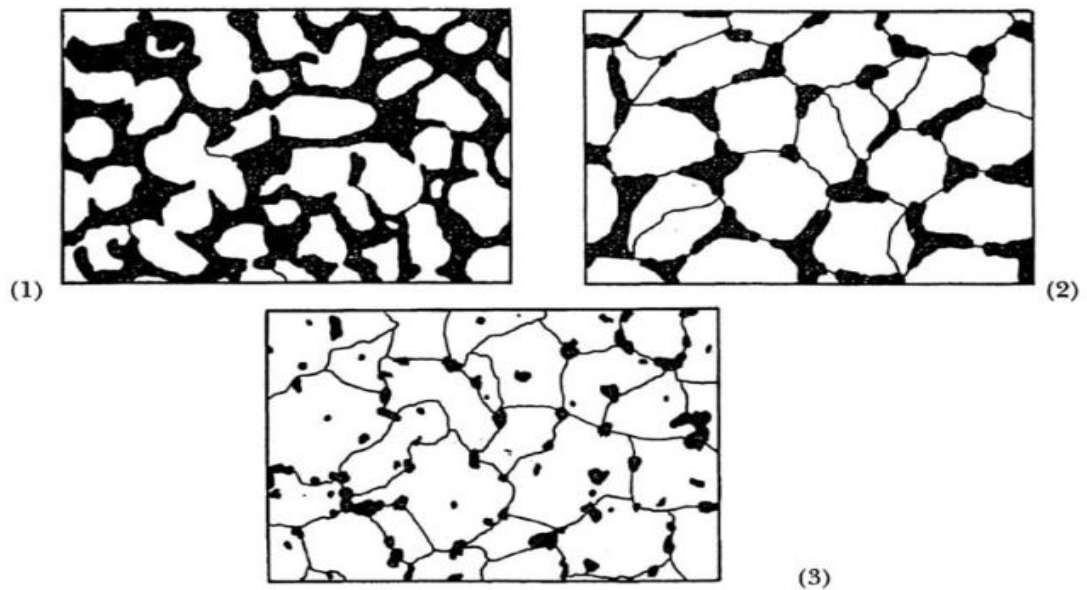


Fig 4.6. Les trois stades de frittage : (1) Stade initial ,(2) Stade intermédiaire, (3) Stade finale[1].

4.5.2. Frittage en phase liquide

Le frittage en phase liquide est l'un des procédés les plus utilisés couramment pour obtenir une densification rapide dans un comprimé de poudre. Dans cette forme de frittage, la densification est améliorée en utilisant une petite quantité de phase liquide (typiquement de 1 à 10 % en volume) [23].

La phase liquide coexistant avec les particules de poudre à la température de frittage présente une certaine solubilité pour le solide.

La composition de la poudre et la température de frittage sont choisies de sorte qu'une quantité suffisante de liquide est formée entre les particules solides de la poudre.

Lors du refroidissement, le liquide cristallise ou forme une phase solide aux joints de grains liant les grains [23].

L'application de la température entraîne initialement un certain degré de densification due au frittage en phase solide. Une fois qu'une partie du matériau fond, la phase liquide formée mouille le solide en se répandant autour des particules solides. Au cours de cette étape, il y a un réarrangement rapide des particules solides conduisant à une augmentation de la densité. Le liquide dissout le solide jusqu'à ce qu'il soit saturé [23].

Si la température est maintenue au-dessus de la température de formation du liquide, la deuxième étape a lieu, au cours de laquelle les petites particules sont dissoutes et reprécipitées sur les grains plus gros avec une augmentation de la densité [23].

4.6. Consolidation par pression atmosphérique (CAP)

La poudre atomisée à gaz est mélangée avec une quantité prédéterminée d'acide borique H_3BO_3 qui est dissous dans l'alcool. Après mélange, l'alcool est évaporé par la chaleur et la pression réduite, laissant derrière lui un film uniforme et mince d'acide borique sur chaque particule de poudre. La quantité de H_3BO_3 dépend de la teneur en oxygène dans la poudre : Idéalement, les oxydes sur les surfaces des particules de la poudre devraient se transformer totalement en méta-borates à des températures élevées lors d'un traitement ultérieur [9].

La poudre séchée pré-traitée est remplie dans des moules en verre borosilicate de la géométrie requise et dégazée sous vide à des températures d'environ $450^\circ C$. Le moule en verre est fermé sous vide, placé dans des creusets en mélange argile-graphite et incorporé dans du graphite granulaire ou du sable dont il évolue librement à haute température. Les creusets sont recouverts et chargés dans un four à air standard où ils sont maintenus jusqu'à 16h à des températures comprises entre 1150 et $1200^\circ C$ pour le fer et le nickel [9].

À la température de travail, le verre ramollit et transmet la pression atmosphérique vers la poudre dans le moule évacué. Cette pression externe relativement faible est suffisante pour consolider le matériau à une densité d'environ 95 à 99% qui dépasse la valeur limite de la porosité interconnectée d'environ 93%. En refroidissant, le verre s'écoule dans la plage de température de $300^\circ C$ [9]. La figure ci-dessous illustre les étapes de cette technique :

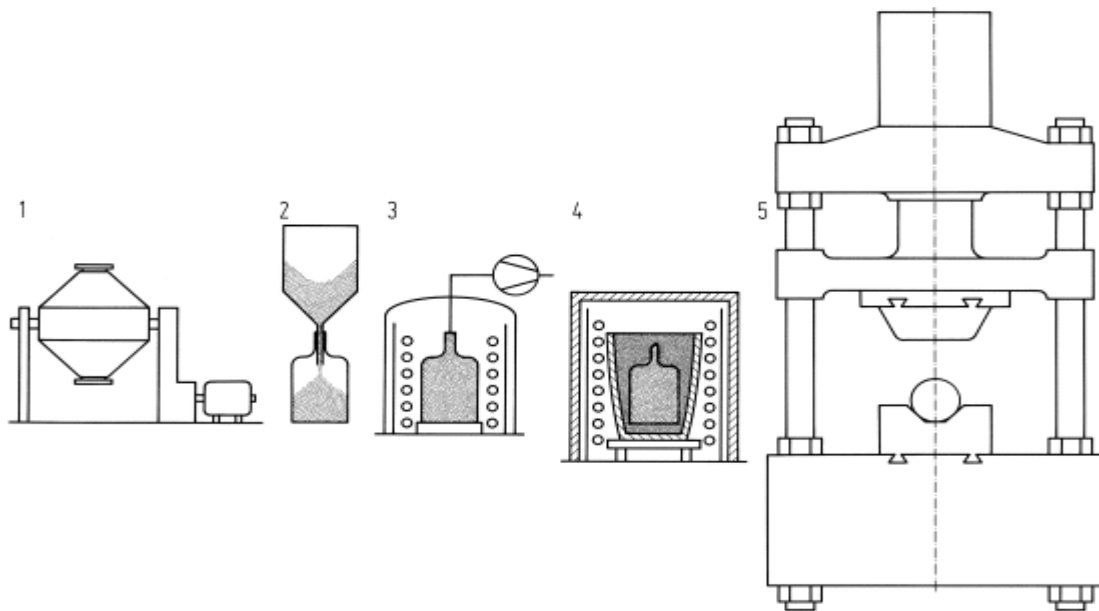


Fig 4.7. Consolidation par pression atmosphérique :

- (1) Mélange avec le H_3BO_3 dessous dans l'alcool, et séchage.
- (2) Remplissage du moule en verre.
- (3) chauffage et dégazage.
- (4) Travail à chaud [9].

4.7. Atmosphères de frittage

Presque tous les métaux d'importance technique réagissent avec le gaz de leur atmosphère environnante même à température ambiante, mais plus encore lorsqu'ils sont traités à des températures plus élevées. Le raison le plus important pour l'utilisation d'atmosphères de frittage spéciales est de protéger contre l'oxydation et la ré-oxydation les poudres métalliques frittées [7].

Il existe de nombreuses autres façons dont une atmosphère de frittage peut influencer le processus de frittage basique. En réduisant les oxydes, l'atmosphère peut créer des atomes métalliques mobiles. Les atomes de gaz de l'atmosphère de frittage peuvent pénétrer le comprimé de la poudre pendant le frittage à travers les pores interconnectés. Ils peuvent ensuite être piégés dans des pores fermés, ce qui entrave leur retrait. Les atomes de gaz de l'atmosphère de frittage peuvent également se diffuser dans le métal. Parfois, ces atomes peuvent également s'allier au métal [7]. Le tableau ci dessous donne quelques exemples d'atmosphères de frittage.

Tableau 4.3 : Exemples d'atmosphères de frittage [23].

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

4.7.1. Le rôle des atmosphères de frittage

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

- Empêchant les réactions indésirables (oxydation, décarburation ou carburation) pendant le frittage ;
- Facilitant la réduction des oxydes de surface ;
- Facilitant l'ajout de dopants / autres adjuvants de frittage / éléments d'alliage qui augmentent le taux de frittage et favorisent la densification ;
- Aidant à éliminer les lubrifiants ou les liants ;
- Transférant la chaleur vers les compactes de poudre ;
- Contrôle de la composition et l'ajustement des niveaux d'impuretés tels que la teneur en azote [23].

4.7.2. Atmosphère neutre (Vide)

Le vide retient la chimie appropriée des pièces pendant le frittage. Il est souvent plus économique que les gaz atmosphériques, en particulier les gaz en bouteille. Les seuls coûts d'exploitation impliqués dans la production du vide concernent l'énergie électrique et l'huile pour les pompes. Les pompes à vide utilisées couramment sont des pompes mécaniques et des pompes à vapeur d'huile [7].

Tous les oxydes métalliques ont une pression dite de dissociation qui est égale à la pression partielle de l'oxygène présent dans l'atmosphère gazeuse à l'équilibre avec l'oxyde. Si la pression partielle de l'oxygène est inférieure à celle-ci, le composé sera transféré dans un oxyde ou un oxyde de valeur inférieure. Si la pression partielle de l'oxygène est supérieure à la pression de dissociation, le métal ou l'oxyde métallique s'oxyderont [7].

4.8. Conclusion

Le frittage permet donc, par l'utilisation de fours à haute température, de consolider le matériau, par élimination de la porosité et formation de joints de grains. Cela permet de produire des pièces avec une microstructure reproductible et, si possible, conçue par le contrôle des variables de frittage. Le contrôle microstructural désigne le contrôle de la taille des grains, de la densité frittée, de la taille et de la distribution d'autres phases, y compris les pores. Dans la plupart des cas, le but final du contrôle microstructural est de préparer un corps complètement dense avec une structure à grain fin [36]. Les caractéristiques du matériau utilisé affectent les propriétés des pièces frittées, dans le chapitre suivant nous introduisons les aciers à outils.

Chapitre 5

Les Aciers À Outils

Chapitre 5. Les Aciers À Outils

5.1. Introduction

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

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

Les deux chemins principaux de production des aciers à outils sont : la coulée en lingots et la métallurgie des poudres (MDP). Le choix entre les deux revient à celle qui donne une microstructure fine et une distribution homogène des carbures dans les pièces produites. Les résultats des deux chemins sont illustrés dans les microstructures d'un acier T15 dans la figure 5.1. D'après cette dernière, le chemin de la MDP est celui qui donne des bons résultats en termes de la microstructure et de la distribution des carbures. Le processus dans la MDP commence par la production de la poudre dont le procédé le plus utilisé dans ce cas est l'atomisation à l'eau ou à gaz (voire chapitre 1).

Le choix du fluide atomiseur est fonction du l'alliage atomisé ou du procédé de mise en œuvre pour la production de pièces. Dans le cas des aciers à outils atomisés à gaz le nitrogène est le fluide atomiseur le plus utilisé [41]. Les poudres ainsi produites sont traitées thermiquement pour deux raisons principales : soit pour réduire les oxydes et/ou pour abaisser leur dureté [42]. À cause de la forme sphérique de la poudre atomisée à gaz, le compactage isostatique à chaud (HIP) est la méthode de consolidation la plus répandue (voir 3.3.3). Et pour les poudres atomisées à l'eau, la forme des particules est irrégulière alors le processus (compactage + frittage) est celui qui sera suivie.

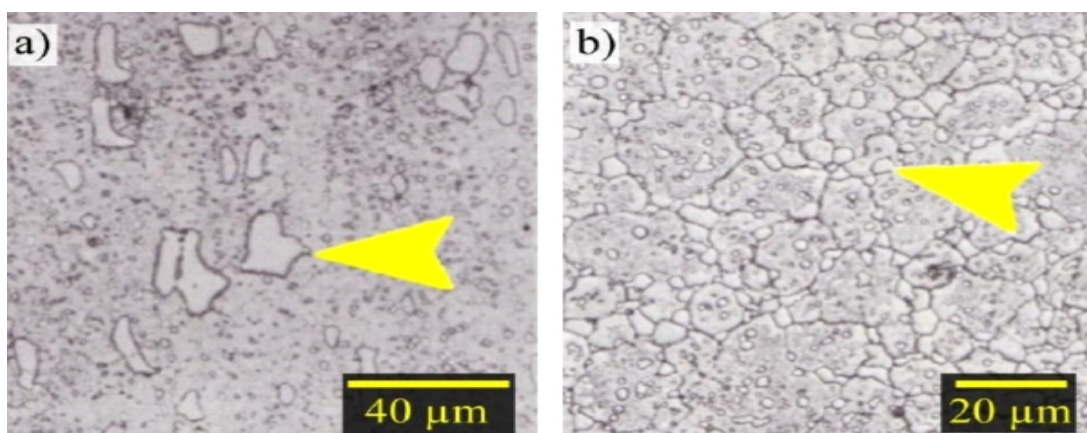


Fig 5.1. Micrographies d'acier T15 montrant des carbures alliés, (a) Acier corroyé et (b) Acier élaboré par MDP [2].

5.3. Avantages des aciers rapides frittés

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

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

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

Les aciers rapides frittés ont beaucoup d'avantages dans les applications hautes performances comme les outils de taillage d'engrenages, l'ébauche en fraisage, le brochage, et aussi dans les cas de taraudage difficiles, et pour les opérations de perçage et d'alésage. Les aciers rapides frittés sont utilisés aussi en sciage, pour les couteaux industriels, les outils de travail à froid, les cylindres de laminage...etc [43].

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

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

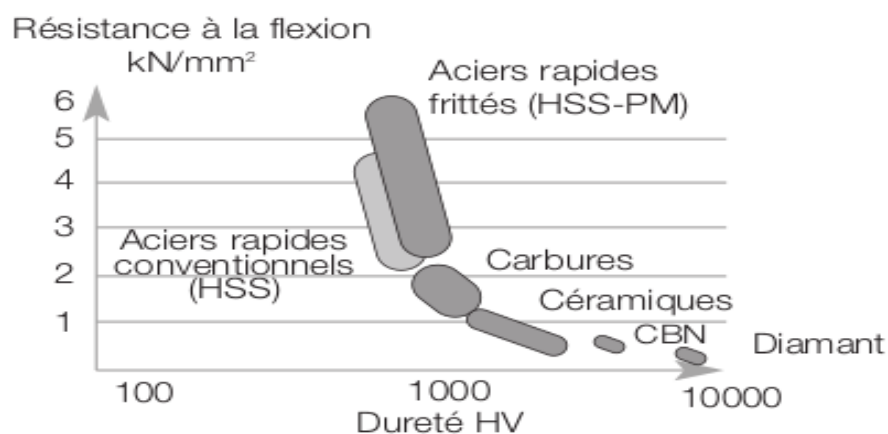


Fig 5.2. Comparaison entre les aciers rapides frittés et d'autres matériaux[44].

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

Tableau V.1 : Influence des éléments d'additions [44].

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

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

Les aciers à coupe rapides sont un groupe d'alliages à base de fer contenant principalement 20 à 30 % d'éléments carburigènes comme le tungstène, le molybdène, le vanadium, et le chrome [45]. Les aciers à coupe rapides contient un pourcentage de carbone varie de 0.7% dans des nuances comme T1 à 1.6% dans des nuances comme T15 [43]. Les propriétés les plus remarquables de ce type d'acier sont la dureté à chaud et la résistance à l'usure à haute température. La dureté à chaud typique des aciers à coupe rapide est de ≈ 52 HRC à 540 °C et de ≈ 48 HRC à 595 °C [38].

Les aciers à coupe rapides ont une microstructure typique formée d'une matrice martensitique et des carbures alliés (principalement M_6C et MC) [42].

La figure 5.3 présente des micrographies typiques d'aciers à coupe rapide frittés et revenus ; un acier M2 à la figure 5.3 (a) et un acier T6 à la figure 5.3 (b). Les deux gammes principales dans ce groupe d'alliages sont : la gamme M et la gamme T.

La première contient principalement du molybdène, alors que la deuxième contient principalement du tungstène. Les deux gammes sont essentiellement équivalentes en termes de performance [46]. Cela peut être expliqué par la similarité des carbures formés par les deux éléments, car ils ont le même rayon atomique. Par exemple le remplacement de 1,6 à 2,0% en poids de W avec seulement 1% en poids de Mo a permis de produire une microstructure et des propriétés nettement similaires dans les aciers à coupe rapides [41]. Le tableau 5.2 présente les gammes principales et ses propriétés.

Tableau 5.2 : Les principales gammes d' aciers à outils [39].

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

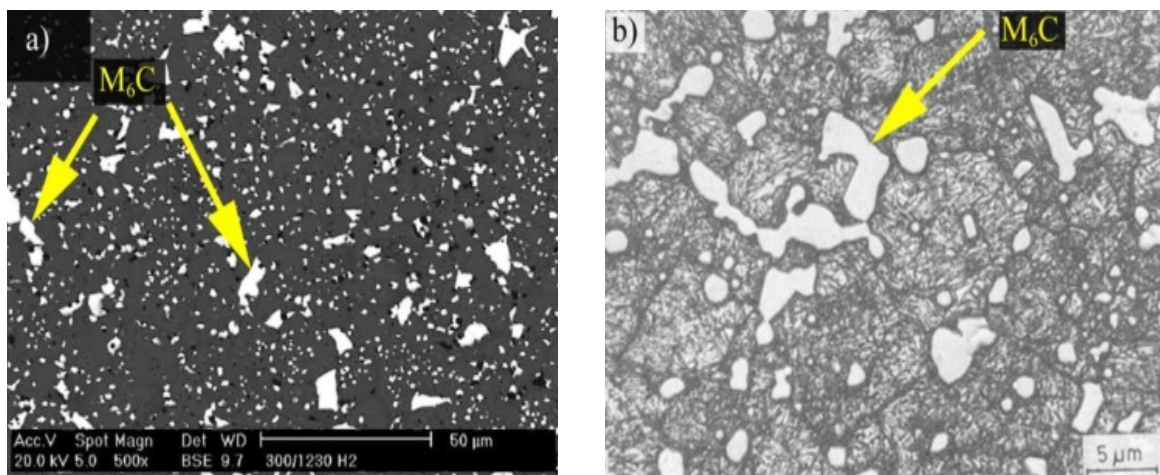


Fig 5.3 . (a) Micrographie d'un acier M 2 fritté (0.84 %_M C, 4.0 %_M Cr, 6.5 %_M W, 4.8 %_M Mo, et 2 %_M V) [47] et (b) Micrographie d'un acier T6 fritté (0.75 %_M C, 4.4 %_M Cr, 20.2 %_M W, 0.4 %_M Mo, 1.5 %_M V et 12.5 %_M Co) [48].

Les trois propriétés les plus importantes dans les aciers à outils sont typiquement la résistance à l'usure, la ténacité et la dureté à chaud. Le tableau 5.3 présente de façon qualitative les propriétés typiques des gammes d'aciers à outils [41].

Tableau 5.3: Résistance à l'usure, ténacité et dureté à chaud des aciers à outils [41].

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

5.5. L'acier à outil T15

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

- **Une grande dureté**

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

- **Une limite d'élasticité élevée**

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

- **Une bonne ténacité**

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

- **Une bonne résistance aux chocs**

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

- **Une bonne résistance à l'usure**

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

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

Tableau 5.4 : Classification et composition nominale de l'acier à outils T15 d'après ASTM [49].

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

5.6. Conclusion

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

Partie 2

Synthèse Expérimentale

Chapitre 6

Procédure Expérimentale

Chapitre 6. Procédure Expérimentale

6.1. Introduction

Notre projet de fin d'études consiste à étudier la cinétique de frittage d'une poudre d'aciers à outil T15 par la méthode de consolidation par pression atmosphérique (CAP).

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

6.2. Matériau utilisé

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

Tableau 6.1 : Quelques informations sur le matériau utilisé.

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

6.3. Caractérisation de la poudre

6.3.1. Caractérisation de la taille

La taille moyenne et la distribution en taille de la poudre de l'acier T15 sont déterminées par la technique de tamisage, à l'aide de la tamiseuse représentée sur la figure 6.1, (Au niveau de laboratoire LSGM) .cette dernière opération est effectuée au moyen d'une série de tamis qui sont disposés dans l'ordre croissant de la taille des mailles de bas en haut. Une masse de 200gr de la poudre est placée au-dessus du tamis supérieur, puis les autres tamis choisis, dont les tailles des ouvertures sont respectivement (200 μ m, 140 μ m, 112 μ m, 75 μ m, 56 μ m, 40 μ m), et l'assiette, qui sert à retenir les particules très fines. Une fois que tout est mis en place, l'opération de tamisage est lancée en sélectionnant la fréquence de vibration et sa durée fixée à 20min. Lorsque le temps s'écoule et la masse de la poudre se sépare en plusieurs fractions appelées refus, on arrête la machine et on procède à la pesée du refus retenu de chaque tamis à l'aide d'une balance électronique de haute précision.

Les résultats obtenus (représentés sur le tableau 6.2) sont utilisés pour la détermination de la taille moyenne des particules de la poudre et la distribution de la taille dans la masse de la poudre en basant sur l'équation suivante :

$$\varnothing_m = O_1 \cdot X_1 + \frac{O_1 + O_2}{2} \cdot X_2 + \frac{O_2 + O_3}{2} \cdot X_3 + \frac{O_3 + O_4}{2} \cdot X_4 + \frac{O_n + O_{n+1}}{2} \cdot X_{n+1} \dots (6.1)$$

Où :

\varnothing_m : Le diamètre moyen de la poudre ;

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

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



Fig 6.1. Tamiseuse utilisé pour la caractérisation.

Tableau 6.2 : Résultats du tamisage de la poudre .

Ouverture de tamis (μm)	Masse de refus (g)	Fraction massique X_i (%)
200	14.15	7.075
140	26.72	13.36
112	17.89	8.945
75	46.02	23.01
56	46.52	23.26
40	28.93	14.465
Assiette	16.37	8.185

Cette technique est utilisée aussi pour la séparation granulométrique des particules de la poudre décapée pour étudier l'effet de la taille moyenne des particules sur la cinétique de frittage et ainsi sur la pénétration du verre et pour ce faire nous avons placé une masse de poudre désoxydée sur la même série utilisée précédemment, cette dernière est mise en vibration pendant environ une demi-heure. Nous avons pris les trois fractions retenues par les tamis dont les tailles des ouvertures sont respectivement 140 μm , 75 μm et 25 μm .

6.3.2. Caractérisation de la morphologie de la poudre

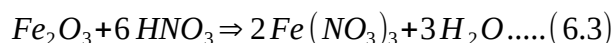
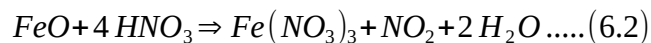
Après la caractérisation de la taille moyenne et la distribution en taille de la poudre utilisée, nous avons caractérisé la morphologie de la poudre par le microscope électronique à balayage (MEB).

Plusieurs images ont été prise pour montrer la distribution en taille de la poudre ainsi pour montrer le film d'oxyde qui se trouve sur la surface des particules de la poudre.

6.4. Décapage de la poudre (désoxydation)

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

Les équations possibles de désoxydation sont les suivantes :



6.5. Élaboration des échantillons (encapsulation)

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

- L'opération commence par le remplissage d'une capsule se trouvant à une des extrémités d'un tube en verre (figure 6.2) par une masse de poudre égale à 10.61g pesée à l'aide d'une balance numérique.
- Ensuite, le tube est coudé (figure 6.3) et attaché à un dispositif pour faire le dégazage dont le but est de évacuer l'air, les produits volatiles et l'humidité retenu dans la poudre. Le dispositif utilisé est composé d'un manomètre, une source de N₂ et une pompe à vide. Le rôle de nitrogène est d'aider à l'élimination des molécules d'oxygène.
- Après faire rentrer et sortir le nitrogène 5 fois, une bec-benzène est placée sous la capsule pendant une 20 min pour éliminer l'humidité.
- La capsule est enfin scellée par chalumeau au niveau du cou qu'il la relie avec le tube.



Fig 6.2. Remplissage de la bouteille.



Fig 6.3. La bouteille coudée.

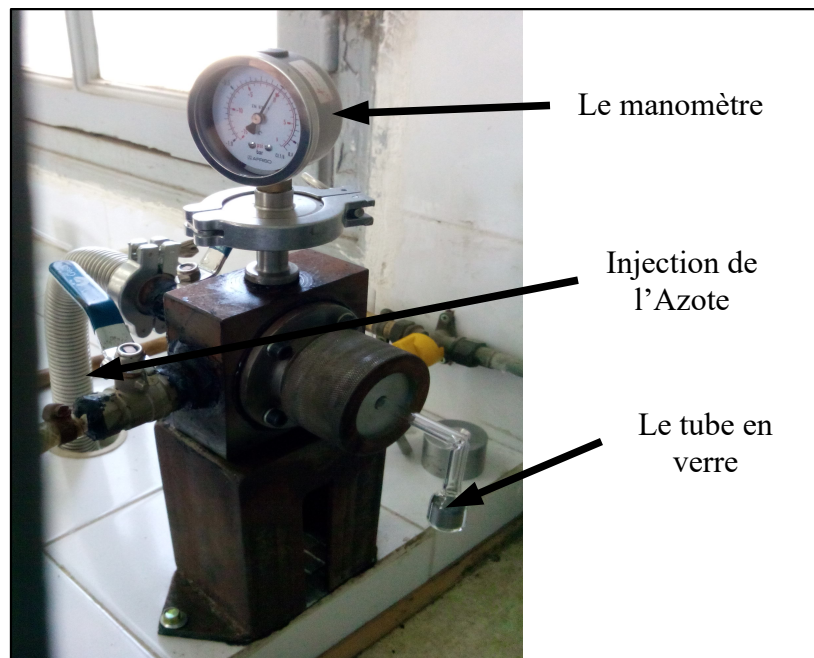


Fig 6.4. Le dispositif de l'encapsulation.

La capsule obtenue est représentée dans la figure 6.5.



Fig 6.5. Capsule obtenue après encapsulation.

6.6. Frittage sous pression atmosphérique

Les capsules ainsi produites sont introduites dans des creusets (figure 6.7(a)) et entourées de tous les côtés par du sable siliceux dont il est utilisé pour les raisons suivantes: maintenir la forme de l'échantillon par la prévention de l'écoulement du verre pendant le frittage, considérer comme un milieu de transfert de la pression atmosphérique vers l'échantillon. Le creuset est ensuite mis dans le four (figure 6.6) à 1250 °C pendant des durées différentes. Les creusets doivent avoir certaines propriétés telles que la résistance au choc thermique et la température de fusion élevée. Après le creuset est sorti du four, il est laissé se refroidir à l'air libre, ensuite l'échantillon fritté est débarrassé du sable et il devient prêt à utiliser.



Fig 6.6. Four à moufle utilisée pour le frittage des capsules.

La figure 6.7(b) montre un échantillon élaboré par le procédé CAP.

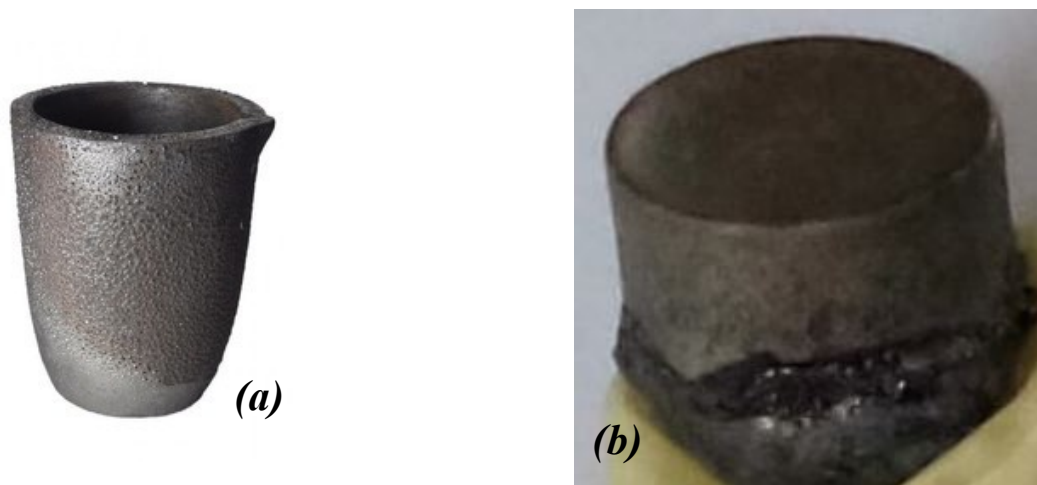


Fig 6.7. (a) Creuset utilisé, (b) Un des échantillons élaborés.

6.7. Préparation métallographique des échantillons

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

Le contrôle métallographique de la porosité fait donc partie intégrante du contrôle qualité (du frittage).

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

1. Tronçonnage

Le tronçonnage métallographique sert à prélever un échantillon représentatif.



Fig 6.8. Meule de tronçonnage.

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

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

2. Enrobage

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

Il existe deux procédés d'enrobage :

- A froid : résines synthétiques liquides auxquelles on ajoute au moment de l'emploi un durcisseur (généralement on trouve les éléments sous forme de poudre et de liquide). Pour le moulage des échantillons, il faut savoir qu'il existe des moules en silicones de taille et de forme assez diverses.
- A chaud : l'enrobage s'effectue avec des poudres (bakélite, plexiglass,...), ces poudres sont comprimées dans une chambre chauffée.

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

3. Pré-polissage

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

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

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

Le pré-polissage se fait sur un plateau tournant garni de disques de papier abrasif de granulométrie de plus en plus fine sous arrosage d'eau (figure 6.9) :

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

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

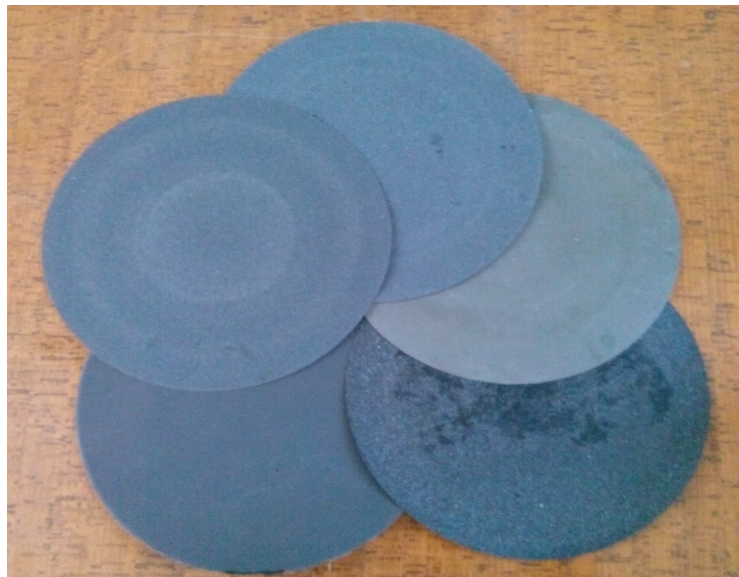








Fig 6.9. Papiers abrasifs utilisés.

Tableau 6.3 : Paramètres de pré-polissage.

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

4. Polissage (finition)

La première étape de la finition est de bien rincer l'échantillon (sous l'eau), ainsi que les mains afin d'éviter de mettre des grains de toile émeri sur le disque de polissage final (figure 6.11).

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

Le feutre est ensuite garni de OP-S on la dépose par petits tas sur le feutre, OP-S est une suspension colloïdale de silice (figure 6.10).

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



Fig 6.10. OP-S.



Fig 6.11. Feutre (drap) de finition.

Tableau 6.4 : Paramètres de polissage.

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

5. *Nettoyage et séchage*

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

6. *Attaque chimique*

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

Le temps d'attaque dépend de l'alliage et demande une certaine expérience pour arriver à trouver la durée d'attaque correcte. Une attaque trop courte ne permettra pas d'obtenir un contraste suffisant des différentes phases. Par contre, si l'échantillon est sur-attaqué, il sera difficile de distinguer entre les différentes phases.

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

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

Pour notre échantillons (Acier à outils T15) le réactif d'attaque est le **NITAL (4%)** :
Pour préparé 100 ml du solution d'attaque, il nous faut :

- 4 ml Acide nitrique HNO₃
- 96 ml Éthanol C₂H₆O

Le temps d'attaque est approximativement $t_A \approx 90$ s.



Fig 6.12. Acide nitrique HNO₃.



Fig 6.13 . Éthanol C₂H₆O .

Tableau 6.5: Paramètres d'attaque chimique.

Échantillon	Réactif d'attaque	Temps d'attaque t_A (s)
Acier à outils T15	4 % NITAL	≈ 90

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

- **Procédure**

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

6.8. Traitement d'image (Microstructure)

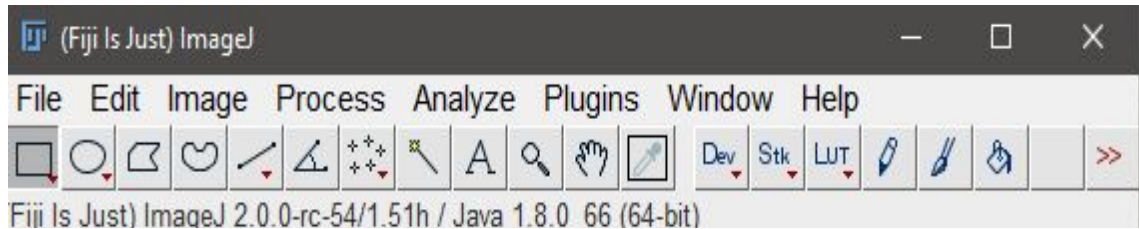


Fig 6.14. Interface du logiciel ImageJ.

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

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

- **Calcul de la pénétration du verre**

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

6.9.1. Mesure de la taille moyenne des grains

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

$$\varnothing_m = \frac{L \times 1000}{N \times G} X_v \dots (6.5)$$

Où :

\varnothing_m : La taille moyenne des grains en μm .

L : Longueur de la ligne en mm.

G : Le grossissement.

X_v : La fraction volumique des grains.

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

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

6.9.2. Calcul de la taille moyenne des pores

Le triangle qui relie les centre des particules sphérique en forme est un triangle équilatéral , alors :

$$a = 2r ; \theta = \pi/3$$

La surface de triangle est égal à
$$S_t = \frac{a \times (a^2 - \frac{a^2}{4})}{2} = \frac{3a^3}{8} = 3r^3 \dots (6.6)$$

$$S_p = S_t - \frac{3 \times \pi r^2}{6} = 3r^3 - \frac{\pi r^2}{2} = 3r^2 \times (r - \frac{\pi}{6}) = \frac{3\varnothing_m^2}{4} (\frac{\varnothing_m}{2} - \frac{\pi}{6}) \dots (6.7)$$

S_t : Surface de triangle.

S_p : Surface du hypocycloïde.

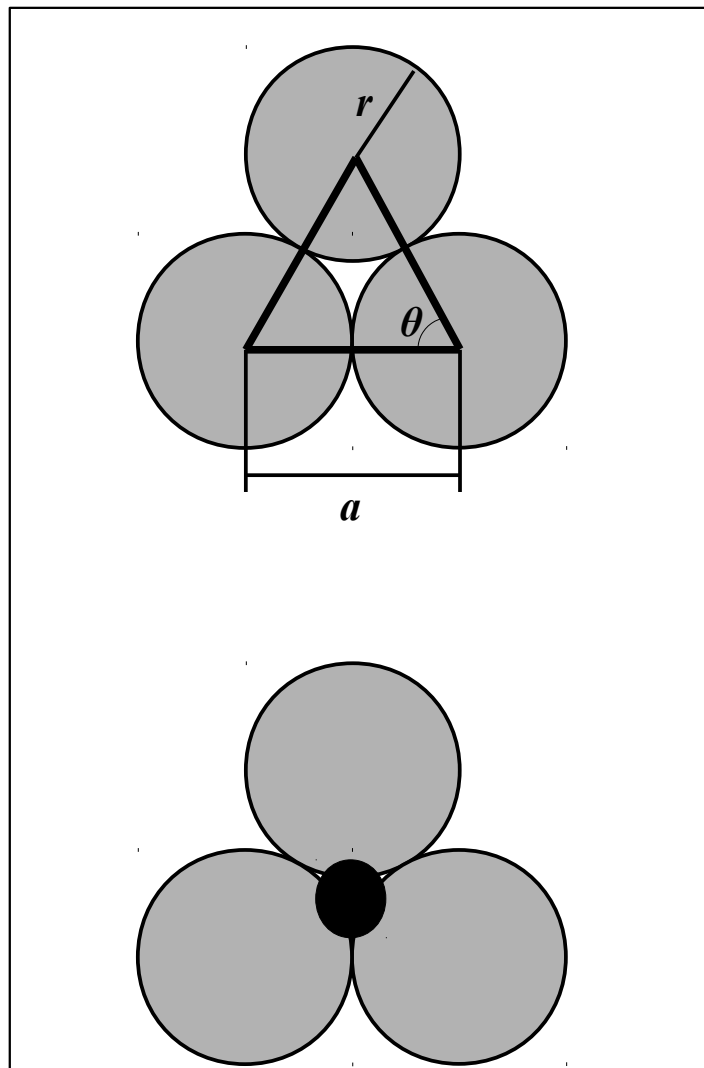


Fig 6.15. Schéma représentatif du pore.

Si on considère les pores ont une forme sphérique .

$$\varnothing_p = \sqrt{\frac{4 \times S_p}{\pi}} \dots (6.8)$$

\varnothing_p : Taille du pore.

6.9.3. Calcul de l'énergie de surface

Pour calculer l'énergie de surface d'une poudre de taille moyenne \varnothing_m .

- Calcul du nombre de particules N_p

$$N_p = \frac{M_{poudre}}{M_{particule}} = \frac{M_{poudre}}{\rho \times V_{particule}} \dots\dots (6.9)$$

M_{poudre} : Masse totale du poudre utilisé pour élaboré un échantillon $M_{poudre} = 10.61 \text{ g}$.

$M_{particule}$: Masse d'une particule.

ρ : Densité théorique du poudre $\rho = 8.193 \text{ g/cm}^3$.

$V_{particule}$: Volume d'une particule.

$$N_p = \frac{M_{poudre}}{\rho \times V_{particule}} = \frac{M_{poudre}}{\left(\frac{\rho \times 4 \pi r^3}{3}\right)} = \frac{M_{poudre}}{\left(\frac{\rho \times 4 \pi \varnothing_m^3}{3 \times 8}\right)} = \frac{M_{poudre}}{\left(\frac{\rho \times \pi \varnothing_m^3}{6}\right)} \dots\dots (6.10)$$

Tableau 6.6 : Nombre de particules pour chaque échantillon.

Taille moyenne des particules \varnothing_m (μm)	Nombre de particules N_p
42.88	31369636
87.21	3728850.29
152.28	700398.492

- Calcul de la surface totale des particules S_t

$$S_t = N_p \times S_p \dots\dots (6.11)$$

N_p : Nombre de particules .

S_p : Surface d'une particule.

$$S_t = N_p \times S_p = N_p \times 4 \pi r^2 = N_p \times \pi \varnothing_m^2 \dots\dots (6.12)$$

Tableau 6.7 : Surface totale des particules.

Taille moyenne des particules \varnothing_m (μm)	Surface totale des particules S_t (m^2)
42.88	0.1812
87.21	0.0891
152.28	0.051

- *Calcul de l'énergie de surface W*

$$W = \gamma \times S_t \dots \dots (6.13)$$

γ : Tension superficielle, pour les aciers à outils $\gamma = 1.5 \text{ J/m}^2$.

6.10. Essai mécanique

- *La dureté*

La dureté est la propriété d'un matériau mesurée par un microduromètre (figure 6.16). Elle est définie comme étant sa résistance à la pénétration d'un poinçon. Dans notre cas le pénétrateur est une pyramide en diamant (dureté Vickers). Après avoir précisé le temps d'appui et la force appliquée sur l'écran du duromètre, une empreinte est créée et la dureté est affichée sur l'écran. Et pour diminuer la probabilité d'erreur nous avons pris la moyenne de quelques mesures sur la même plage dans des lieux différents.



Fig 6.16. Microduromètre.

Chapitre 7

Résultats et Discussions

Chapitre 7. Résultats et Discussions

Le frittage par procédé CAP d'une poudre d'acier à outils T15 est engendré par des phénomènes de consolidation et de densification au sein du matériau fritté. Ces phénomènes sont influencés par plusieurs paramètres tels que le temps, la température, l'atmosphère et la taille des particules. Dans ce chapitre, nous allons présenter et interpréter les effets du temps de frittage et de la taille des particules sur la porosité, la pénétration du verre, la taille moyenne des grains et la dureté. Nous allons aussi présenter d'autres résultats concernant la taille critique des particules pour obtenir une pénétration minimale ou nulle du verre dans le matériau fritté, la taille des pores et l'énergie de surface.

7.1. Résultats de la caractérisation de la poudre

7.1.1. Composition granulométrique et caractérisation de la taille

Les résultats obtenus après le tamisage sont représentés dans la figure 7.1.

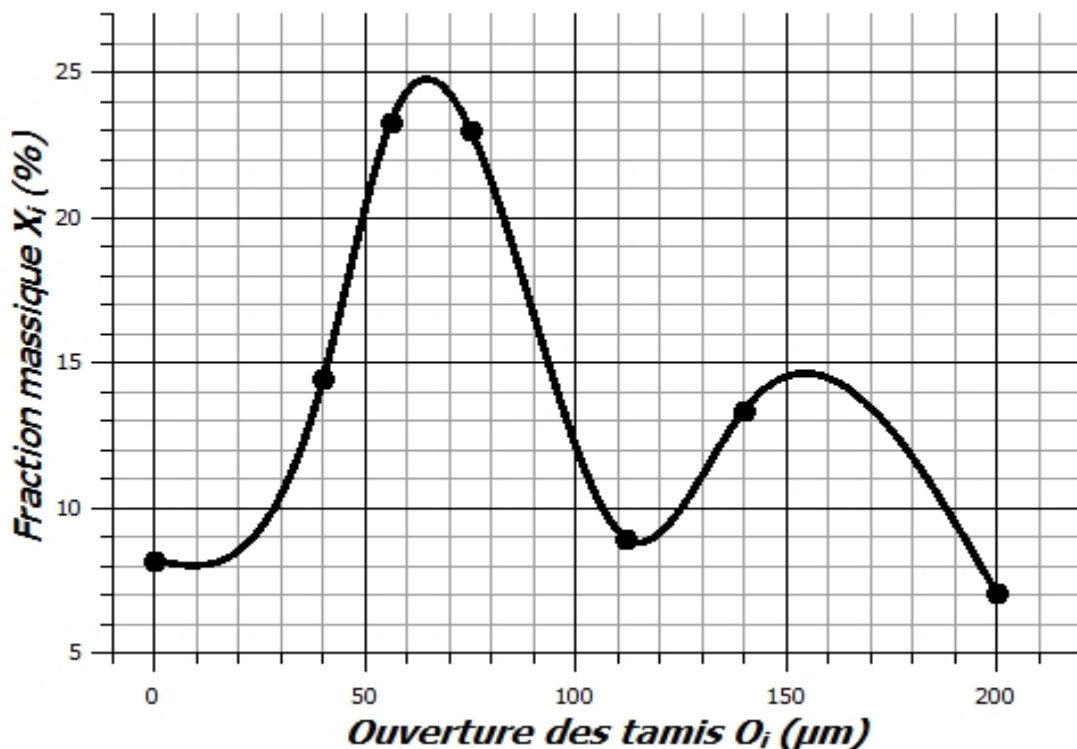


Fig 7.1. Courbe de distribution des tailles des particules .

- Calcul de la taille moyenne des particules

$$\varnothing_m = O_1 \cdot X_1 + \frac{O_1+O_2}{2} \cdot X_2 + \frac{O_2+O_3}{2} \cdot X_3 + \frac{O_3+O_4}{2} \cdot X_4 + \frac{O_4+O_5}{2} \cdot X_5 + \frac{O_5+O_6}{2} \cdot X_6 + \frac{O_6}{2} \cdot X_A \dots (7.1)$$

$$\varnothing_m = 200 \times 0.07075 + \frac{200+140}{2} \times 0.1336 + \frac{140+112}{2} \times 0.08945 + \frac{112+75}{2} \times 0.2301 + \frac{75+56}{2} \times 0.2326 + \frac{56+40}{2} \times 0.14465 + \frac{40}{2} \times 0.08185$$

La taille moyenne des particules est $\bar{\varnothing}_m = 95.09 \mu\text{m}$

- *Taille moyenne des particules pour chaque fraction de poudre*

1^{ère} fraction : $25 \mu\text{m} < \varnothing < 75 \mu\text{m}$

2^{ème} fraction : $75 \mu\text{m} < \varnothing < 140 \mu\text{m}$

3^{ème} fraction : $140 \mu\text{m} < \varnothing$

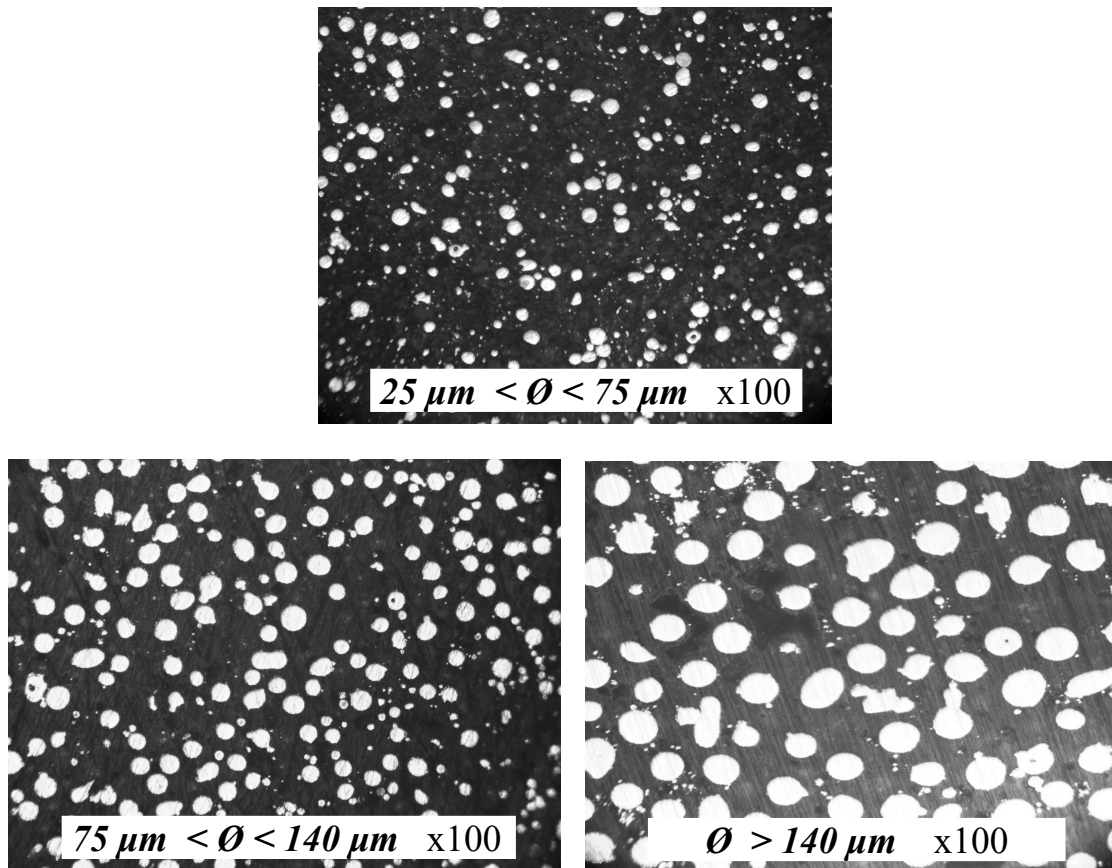


Fig 7.2. La distribution des particules de chaque fraction utilisé.

La taille moyenne des particules de chaque fraction de poudre est calculée en utilisant la méthode d'interception linéaire moyenne. Le tableau ci-dessous montre les résultats :

Tableau 7.1 : Taille moyenne de chaque fraction de poudre utilisée.

Tamis utilisé (μm)	Taille moyenne des particules dans chaque tamis (μm)
25	42.88
75	87.21
140	152.28

7.1.2. Caractérisation de la forme

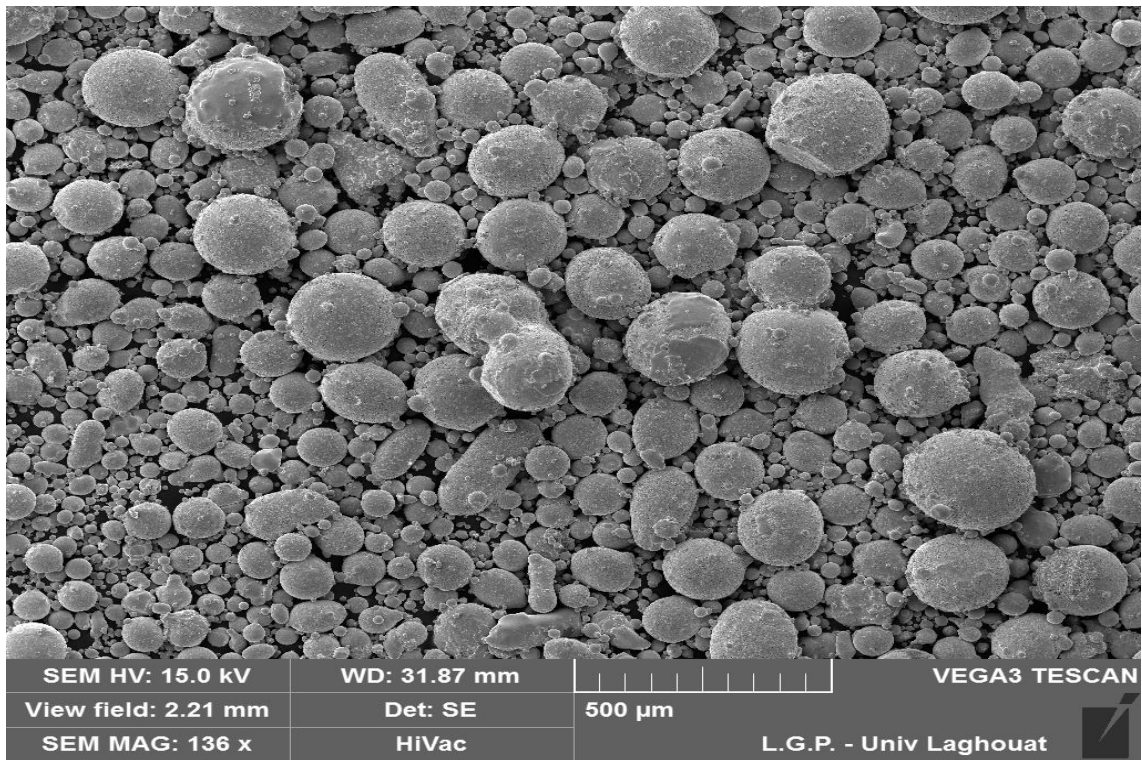


Fig 7.3. Caractérisation de la forme des particules par MEB x136.

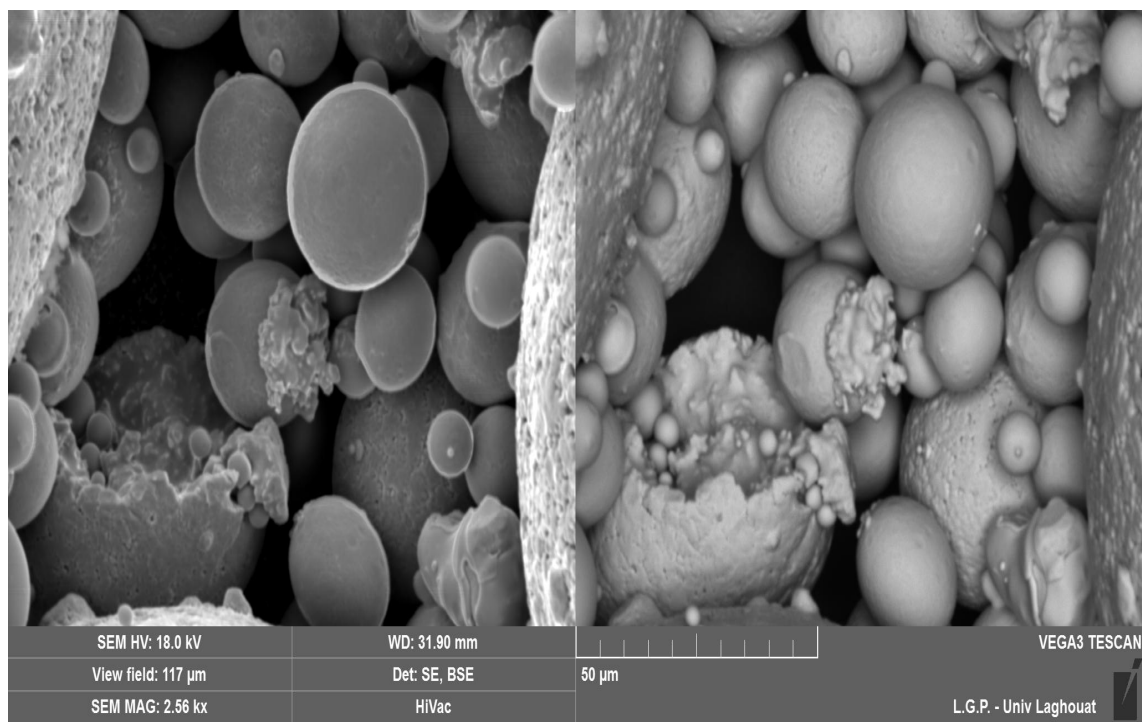


Fig 7.4. Caractérisation de la forme des particules par MEB x2560.

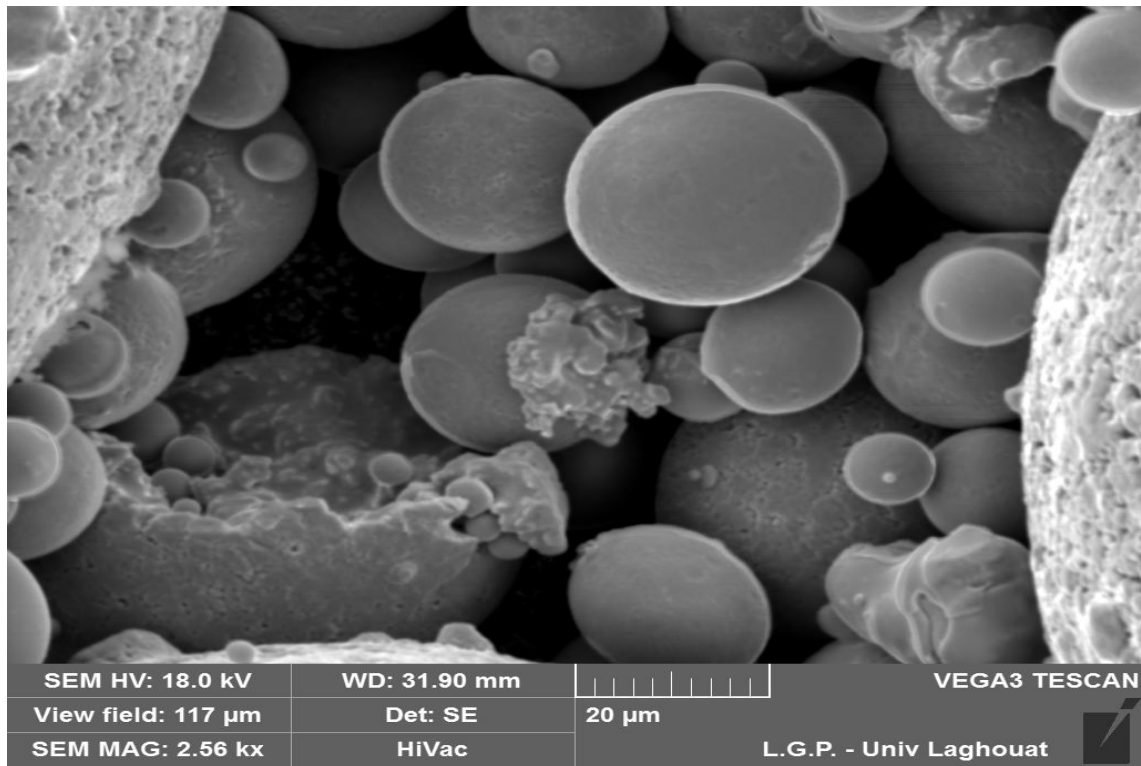


Fig 7.5. Caractérisation de la forme des particules par MEB x2560.

Les figures ci-dessus montrent des photos micrographiques électroniques à balayage de la poudre à l'état de réception. Les microstructures montrent que la forme des particules de la poudre utilisée est de forme sphérique avec une grande distribution de taille. On remarque également l'existence d'un film d'oxyde sur la surface extérieure des particules qui peut empêcher sérieusement la diffusion inter-particule lors du frittage. Ce film a été éliminé par un décapage à l'acide nitrique dans le but d'accélérer la cinétique du frittage.

7.1.3. Composition chimique

Les analyses de la poudre par spectrométrie à émission optique nous donnent les résultats suivants :

Tableau 7.2 : Composition chimique de la poudre d'acier à outils T15 utilisé.

Composition chimique (%)											
<i>W</i>	<i>V</i>	<i>Co</i>	<i>Cr</i>	<i>C</i>	<i>Mo</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>Ni</i>	<i>Cu</i>	<i>S</i>	<i>P</i>
13.7	5.66	5.03	5	1.23	0.68	0.37	0.28	0.23	0.11	0.04	0.02

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

7.2. Porosité

Tableau 7.3 : Résultats du taux de porosité de l'acier T15 fritté à 1250 °C.

Temps (h)	Taux de porosité (%)		
	$25 \mu\text{m} < \varnothing < 75 \mu\text{m}$	$75 \mu\text{m} < \varnothing < 140 \mu\text{m}$	$\varnothing > 140 \mu\text{m}$
1	2.5317	2.7283	///
2	1.7243	1.855	8.3673
4	1.4517	1.474	4.5977
8	1.0057	1.2773	3.753

On remarque dans le tableau ci-dessus que le frittage de la poudre grossière de taille supérieure à 140 μm n'a pas eu lieu pendant 1h. Ceci est due au fait que l'énergie de surface de cette poudre est très faible, ce qui a empêché les phénomènes de diffusion inter-particules. Pendant la préparation métallographique, les particules de poudre sont totalement arrachées par les forces de frottement entre le matériau et le papier abrasif, laissant derrière de gros pores révélateurs d'une faible cinétique de frittage. Il faut dire ici également que le verre a pénétré profondément dans la poudre ; allant jusqu'au cœur de la capsule indiquant que les pores dans cette poudre grossière sont assez grands rendant la cinétique de pénétration du verre plus grande.

7.2.1. Influence du temps de frittage sur le taux de porosité

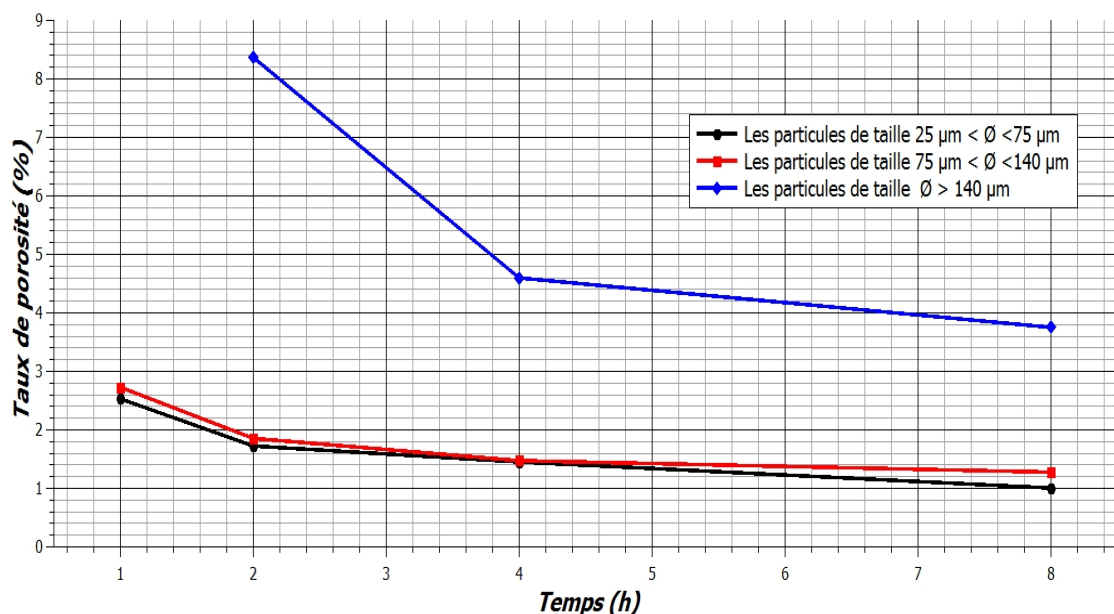


Fig 7.6. Variation de porosité en fonction du temps de frittage.

Les résultats montrent que le taux de porosité diminue avec le temps de frittage. Pendant les deux premières heures, les phénomènes de densification et consolidation sont accélérés. Cela peut être justifié par la formation et la croissance des ponts entre particules par les mécanismes de transport de matières (voir 4.3.1). Au fur et à mesure que les ponts grossissent, les rayons de courbures entre les particules diminuent. Après un certain temps, la croissance des cous est suffisante pour que les pores soient interconnectés, Après environ 2 heures de frittage, nous avons noté une diminution lente du taux de porosité au fur et à mesure que le temps de frittage s'écoule. Ce qui peut être expliqué par une diminution de l'énergie de surface du système due à la croissance des cous et la fermeture des pores.

Sachant que l'énergie de surface est la force motrice principale de frittage, nous comprenons alors mieux l'allure des courbes de la figure ci-dessus. Pendant la consolidation à chaud des poudres, le frittage est caractérisé par un stade final où les pores isolés tendent à disparaître à cause du rétrécissement de ces derniers provoqués par un mécanisme de transport de matière en volume.

On se retrouve alors avec une population de pores fermés, qui continuent de se rétrécir par un transfert de matière depuis les joints et le cœur des grains. La figure 7.7 représente les micrographies optiques d'échantillons de poudre de taille comprises entre 75 et 140 μm , frittés à 1250 °C (pour les autres échantillons voir Annexe A). Les micrographies montrent l'évolution de la fraction de porosité comme fonction du temps de frittage utilisé. La migration des joints de grains peut alors entraîner une croissance de grains et éventuellement une séparation des pores et des joints de grains.

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

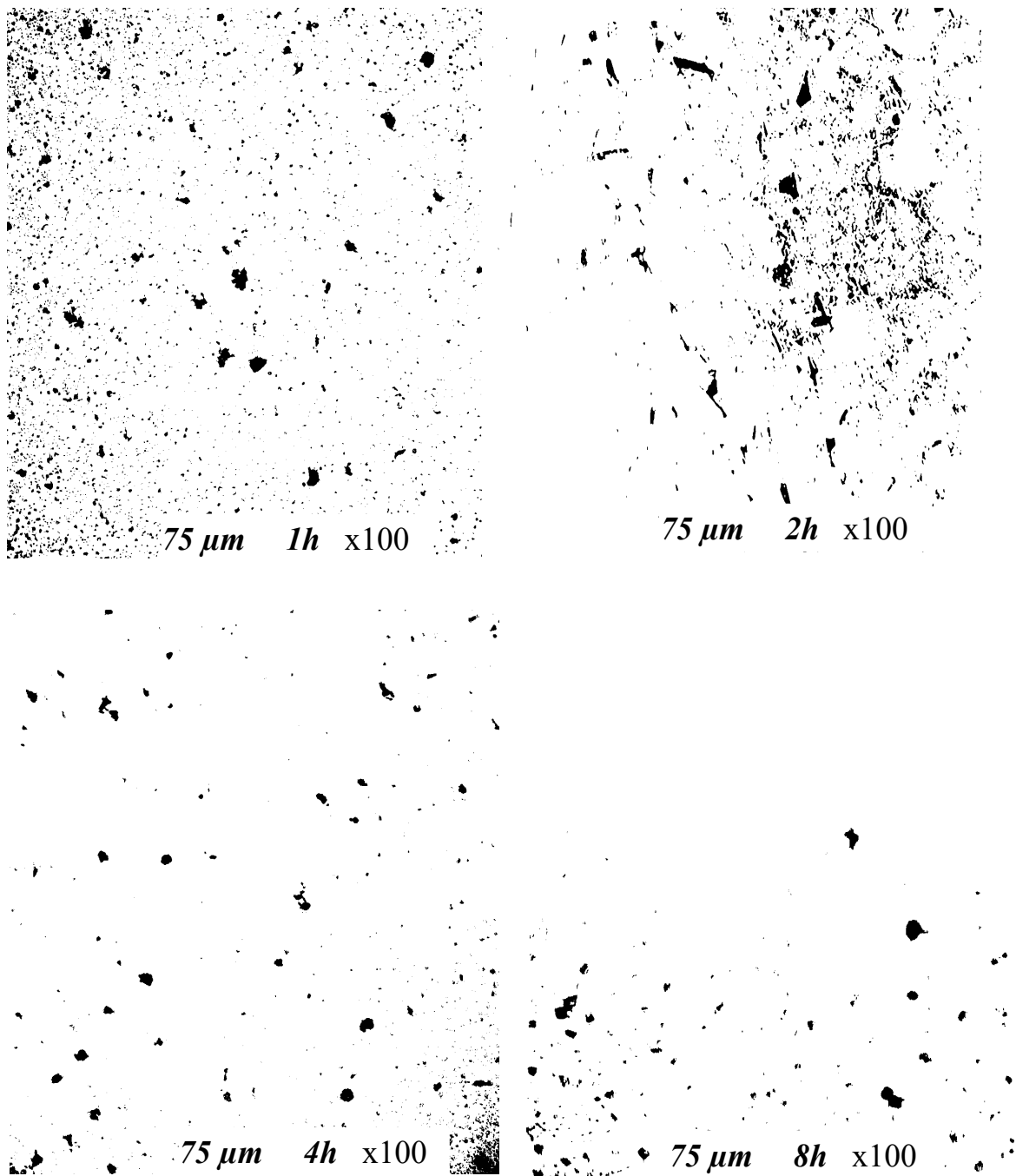


Fig 7.7. Micrographies optiques montrant l'évolution du taux de porosité avec le temps de frittage pour les échantillons de taille des particules > 75 μm.

7.2.2. Influence de la taille des particules sur le taux de porosité

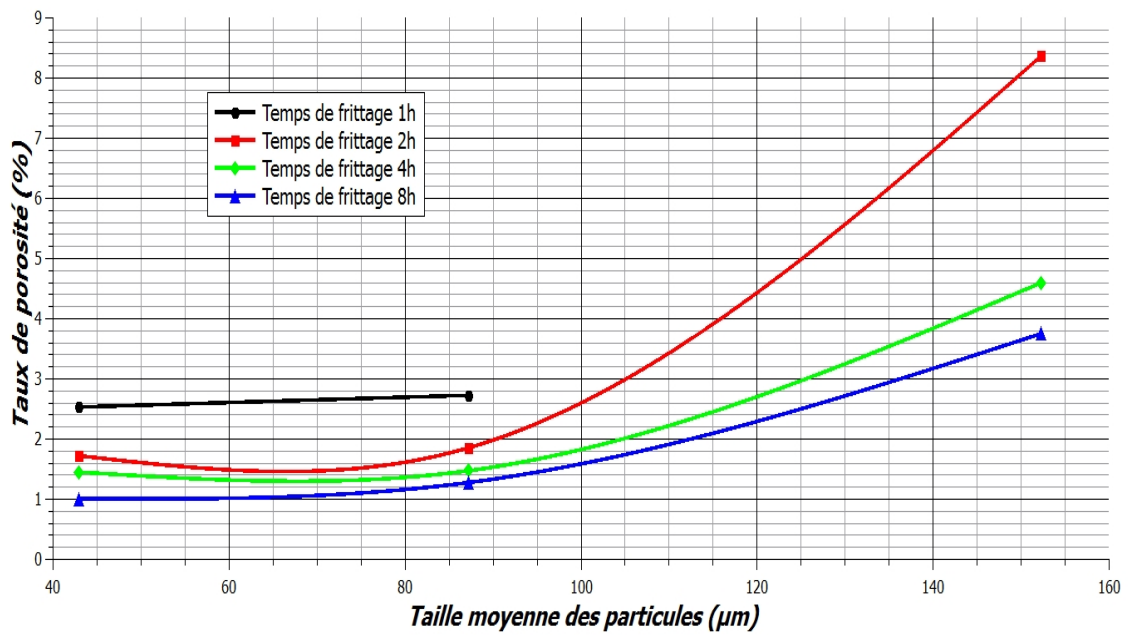


Fig 7.8. Variation du taux de porosité en fonction de la taille moyenne des particules.

D'après la figure ci-dessus, le taux de porosité augmente lorsque la taille des particules augmente, ce qui est conforme à la théorie de frittage. Ce résultat est due au fait que les poudres de taille des particules petite, possèdent toujours une grande surface spécifique, qui est synonyme d'une grande énergie et force motrice de frittage dont la source est l'énergie inter-faciale solide/pore. Cette énergie favorise tous les types de transport de matière par diffusion. Les énergies de surfaces des trois poudres sont représentées dans le tableau ci-dessous.

Tableau 7.4 : L'énergie de surface des particules dans une échantillon de poudre.

Taille moyenne des particules $\bar{\phi}_m$ (μm)	Énergie de surface W (J)
42.88	0.2718
87.21	0.1336
152.28	0.0765

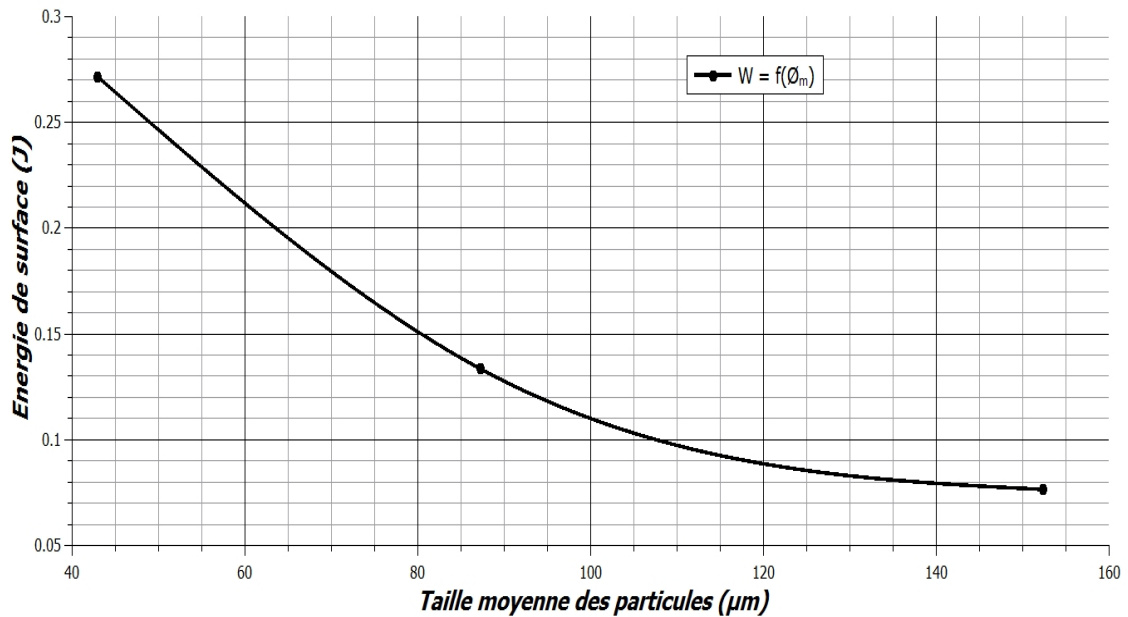


Fig 7.9. Variation de l'énergie de surface en fonction de la taille moyenne des particules.

Cette figure nous indique que l'énergie de surface diminue avec l'augmentation de la taille des particules pour un volume donné du matériau. Comme la cinétique de frittage dépend de l'énergie de surface, nous concluons qu'une poudre à particules fines sera frittée plus rapidement qu'une poudre à particules grossières pour les mêmes conditions de frittage.

7.3. Pénétration du verre

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

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

Tableau 7.5 : Résultats de la pénétration du verre de l'acier T15 fritté à 1250 °C.

Temps (h)	Pénétration du verre (mm)		
	$25 \mu\text{m} < \varnothing < 75 \mu\text{m}$	$75 \mu\text{m} < \varnothing < 140 \mu\text{m}$	$\varnothing > 140 \mu\text{m}$
1	0.552	0.693	1.642
2	0.648	1.105	2.677
4	0.723	2.335	3.015
8	0.728	2.871	3.119

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

La figure ci-dessous montre l'évolution de la pénétration de verre comme fonction du temps et de la taille des particules de poudres.

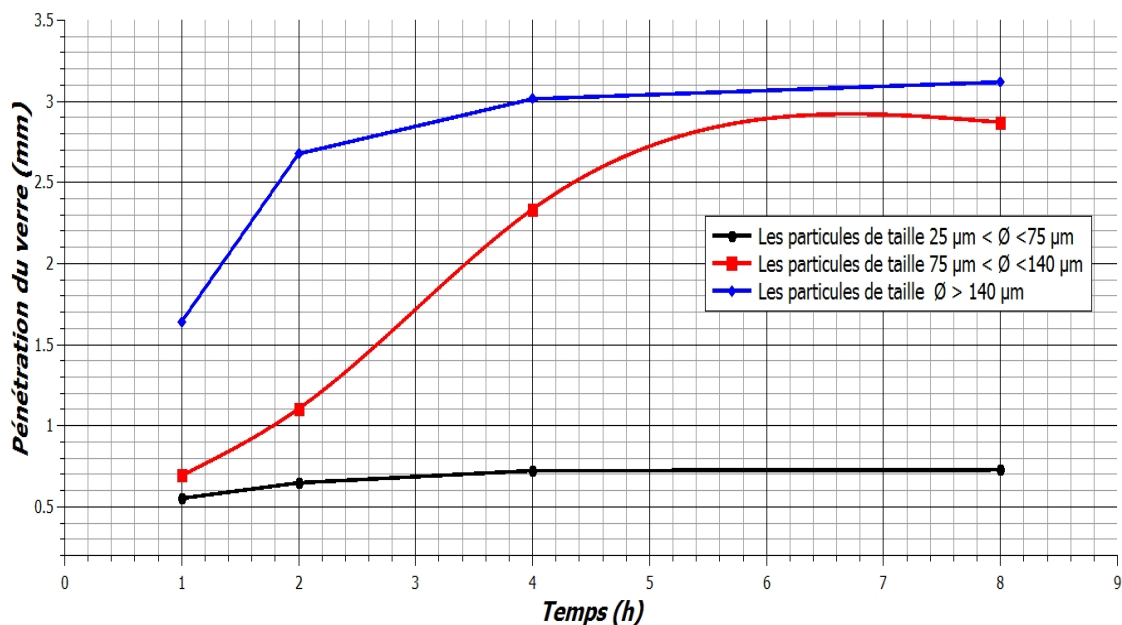


Fig 7.10. Évolution de la pénétration du verre en fonction du temps de frittage.

D'après la figure 7.10 nous observons que pour la même taille des particules, la profondeur de pénétration du verre augmente avec le temps de frittage, mais nous remarquons que cette augmentation devient moins importante à partir de 4 h de frittage. Au début de l'opération de frittage la consolidation et la densification sont accélérés par la grande énergie de surface, mais les pores sont toujours connectés et ouverts alors le verre fondu s'écoule facilement à travers le réseau des pores ouverts. Mais, au fur et à mesure que la densification évolue, la vitesse de pénétration diminue à cause de la fermeture des pores. Ce phénomène est clairement observé à partir de 4h sur la figure ci-dessus. En réalité pendant la consolidation des poudres métalliques par le procédé CAP, il y a un phénomène de compétition entre la vitesse de pénétration du verre et celle de fermeture des pores. Cette compétition est particulièrement marquée à haute température où les cinétiques de diffusion sont importantes.

7.3.2. Influence de la taille des particules sur la pénétration du verre

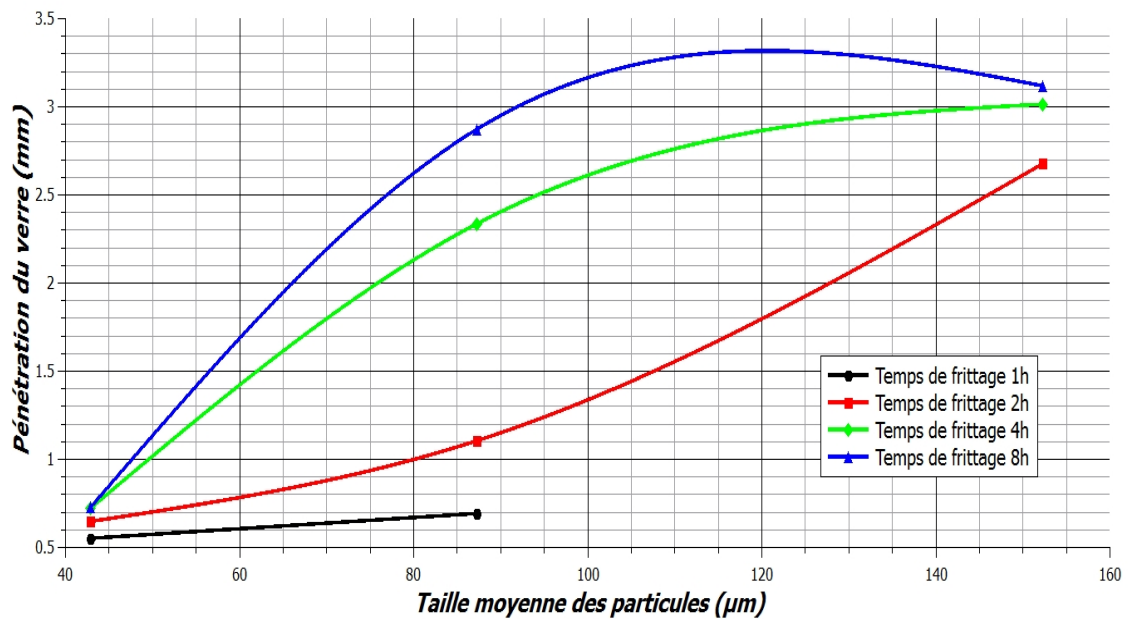


Fig 7.11. Pénétration du verre en fonction de la taille moyenne des particules.

L'utilisation des poudres de tailles des particules importantes augmente la profondeur de pénétration du verre. Ce résultat apparaît clairement dans les échantillons produits d'une poudre de taille des particules supérieure à 140 µm. Le phénomène de l'écoulement du verre en fusion à travers la poudre, en particulier à travers les pores peut être expliqué par la loi de Washburn qui relie le diamètre du pore avec la pression et les propriétés physiques du matériau en infiltration. Pour des pores de forme cylindrique la loi de Washburn s'écrit comme suit :

$$P = \frac{-4 \gamma \cos \theta}{D} \dots (7.2)$$

Où :

D : Le diamètre de la pore ,

γ : La tension de surface ,

θ : L'angle de contact entre le liquide et la surface du solide (entre le verre en fusion et l'échantillon),

P : La pression appliqué sur le liquide (verre en fusion) .

D'après l'équation de Washburn, nous constatons que la pression pour obtenir une pénétration fixe du verre, est inversement proportionnelle à la taille du pore. La taille des pores est liée directement au celle des particules comme nous l'avons montré dans ce travail de recherche (voir les résultats dans le tableau 7.6). D'après nos résultats on peut affirmer que la profondeur de pénétration dépend de la taille des pores qui eux dépendent de la taille des particules. L'idéal dans ce travail de recherche c'est de calculer une taille de pore critique qui donnerait une pénétration de verre nulle.

C'est ainsi qu'on peut contrôler la pénétration de verre dans le matériau fritté selon les applications projetées.

La pénétration du verre est moins importante dans les échantillons élaborés en poudre de tailles des particules petites à cause de la densification rapide engendrée par son énergie de surface plus grande. Dans ce cas, la vitesse de densification est supérieure à la vitesse de pénétration ce qui limite la profondeur d'infiltration du verre.

Tableau 7.6 : Taille moyenne des pores.

Taille moyenne des particules $\varnothing_m (\mu\text{m})$	Taille moyenne des pores $\varnothing_p (\mu\text{m})$
42.88	7.3889
87.21	10.5375
152.28	13.9244

7.3.3. Taille critique des particules

La taille critique du pore qui donnerait une pénétration nulle du verre dépend d'une certaine taille moyenne de particule. Ce travail de recherche nous a permis d'obtenir par extrapolation une pénétration nulle pour une taille moyenne de particule égale à 10 μm . Cette extrapolation est faite à partir de la courbe montrée en figure 7.12. Par un simple calcul mathématique à partir de trois particules de diamètre 10 μm enserrant un pore de forme hypocycloïdal montrée au paragraphe 6.9.2 et figure 6.15, on aboutit un pore critique de taille 3,56 μm à travers lequel le verre ne pénètre pas.

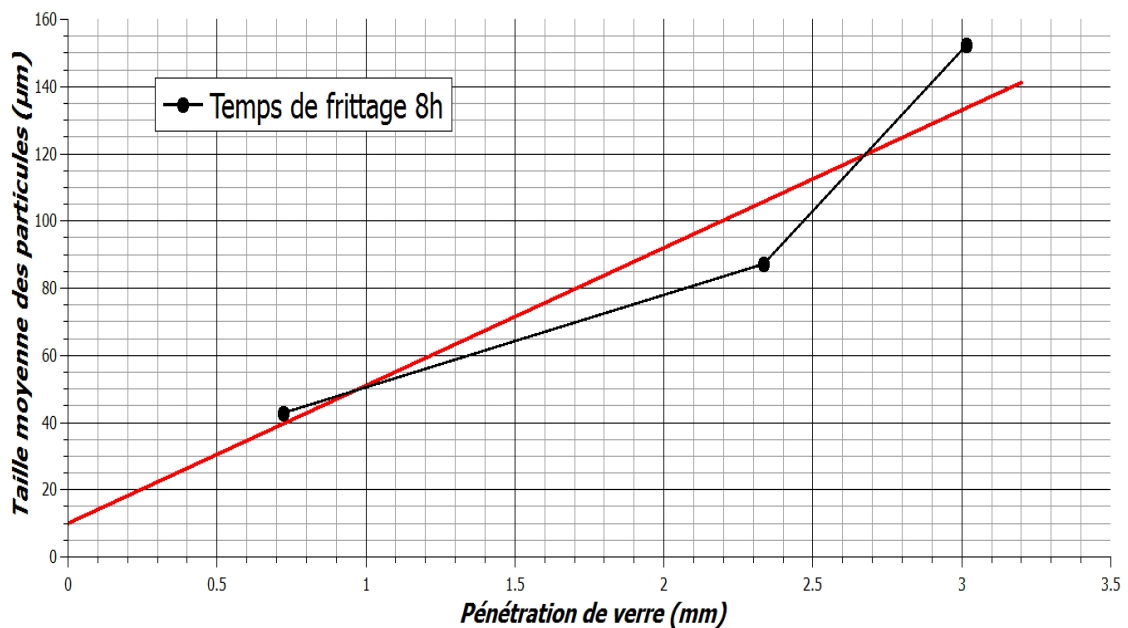


Fig 7.12. La courbe de taille moyenne des particules en fonction de la pénétration de verre des échantillons frittés pendant 8h.

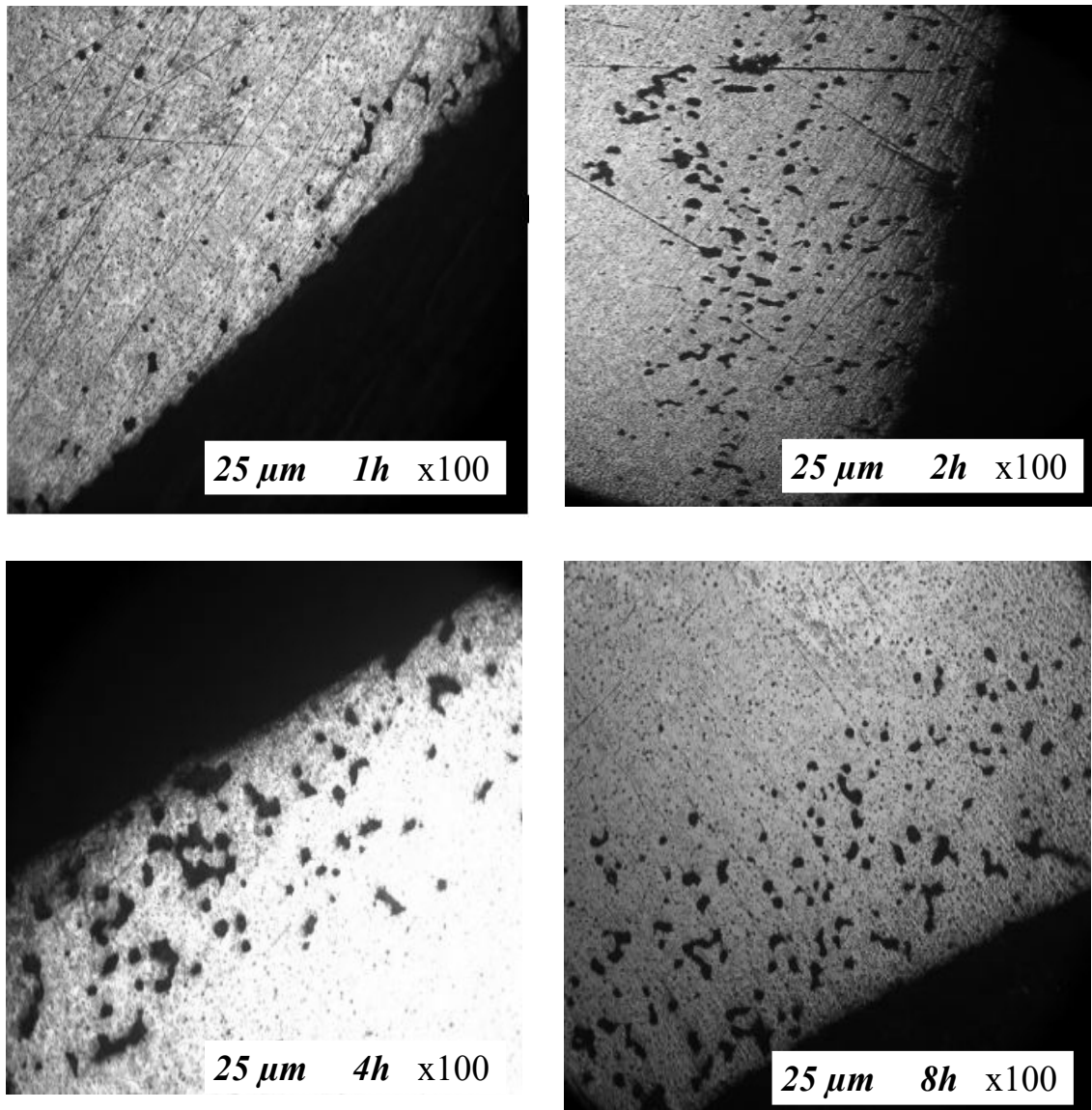


Fig 7.13. Évolution de la pénétration de verre avec le temps de frittage pour les échantillons de taille des particules $> 25 \mu\text{m}$.

Les micrographies ci-dessus montrent la progression de la pénétration du verre avec le temps pour une taille fixe de particule de poudre. Encore une fois on constate que l'épaisseur de pénétration dépend des variables de frittage que sont : la température, le temps et la taille des particules en plus de la pression appliqué.

7.4. Influence du temps de frittage et de la taille des particules sur la taille moyenne des grains

Tableau 7.7 : Fraction de carbures.

<i>Temps (h)</i>	<i>Fraction de carbures X_c (%)</i>		
	<i>$25 \mu\text{m} < \varnothing < 75 \mu\text{m}$</i>	<i>$75 \mu\text{m} < \varnothing < 140\mu\text{m}$</i>	<i>$\varnothing > 140 \mu\text{m}$</i>
1	6.5407	5.3263	///
2	6.5563	6.8	5.0873
4	7.614	6.8327	5.9417
8	7.905	7.2267	7.8317

Tableau 7.8 : Fraction volumique des grains.

<i>Temps (h)</i>	<i>Fraction volumique X_v (%)</i>		
	<i>$25 \mu\text{m} < \varnothing < 75 \mu\text{m}$</i>	<i>$75 \mu\text{m} < \varnothing < 140\mu\text{m}$</i>	<i>$\varnothing > 140 \mu\text{m}$</i>
1	90.9277	91.9453	///
2	91.7193	91.345	86.5453
4	90.9343	91.6933	89.4607
8	91.0893	91.496	88.4153

Tableau 7.9 : Taille moyenne des grains.

<i>Temps (h)</i>	<i>Taille moyenne des grains d_g (μm)</i>		
	<i>$25 \mu\text{m} < \varnothing < 75 \mu\text{m}$</i>	<i>$75 \mu\text{m} < \varnothing < 140\mu\text{m}$</i>	<i>$\varnothing > 140 \mu\text{m}$</i>
1	23.415	28.688	///
2	24.386	39.408	39.794
4	45.396	59.337	65.129
8	63.662	66.677	81.307

D'après le tableau 7.8 et le graphe de $d_g = f(t)$ (figure 7.14), nous constatons que pour les différentes tailles des particules, la taille moyenne des grains croît avec le temps de frittage, mais il est à noter que cette croissance est plus importante après 2h de frittage. La figure 7.15 présente des micrographies optiques des microstructures de l'acier fritté à 1250 °C pour une taille fixe des particules comprise entre 25 et 75 μm . (Voir Annexe D pour les autres échantillons). Les micrographies ci-dessous montrent des structures assez grossières avec une fraction de porosité assez faible avec des carbures précipitant préférentiellement au niveau de joint de grain. Il faut remarquer ici également que les carbures précipités au niveau des joints de grains sont plus gros que ceux précipités à l'intérieur des grains. Cette différence de taille est liée à l'énergie inter-faciale du lieu de précipitation.

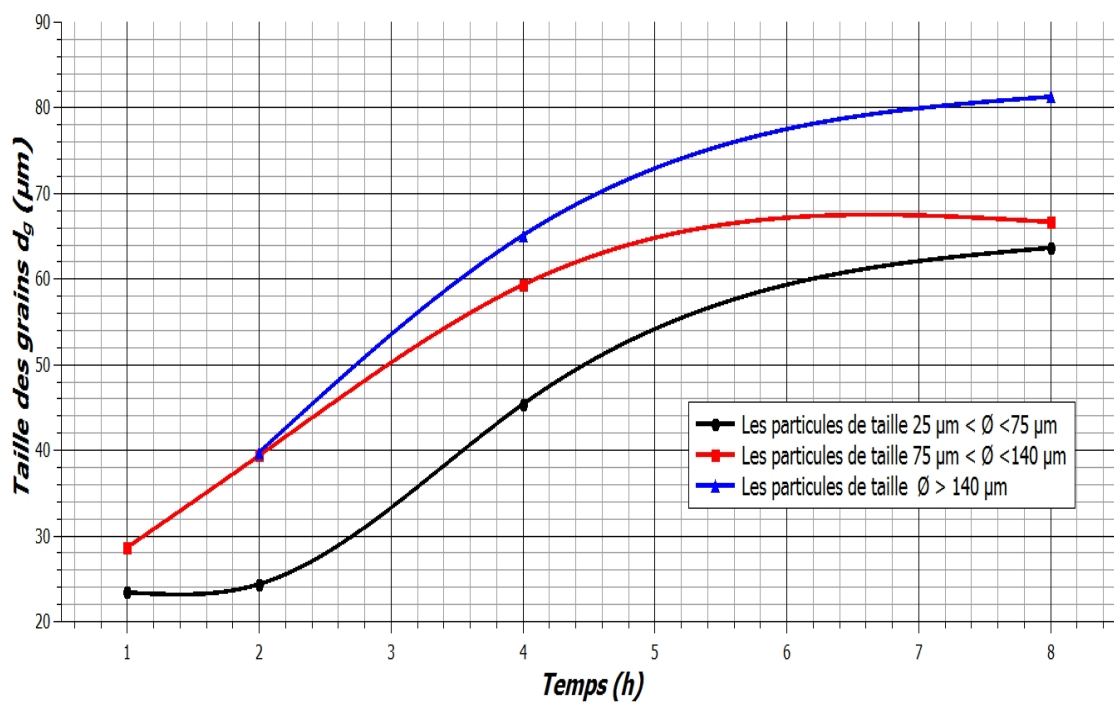


Fig 7.14. Les courbes de taille moyenne des grains en fonction du temps de frittage.

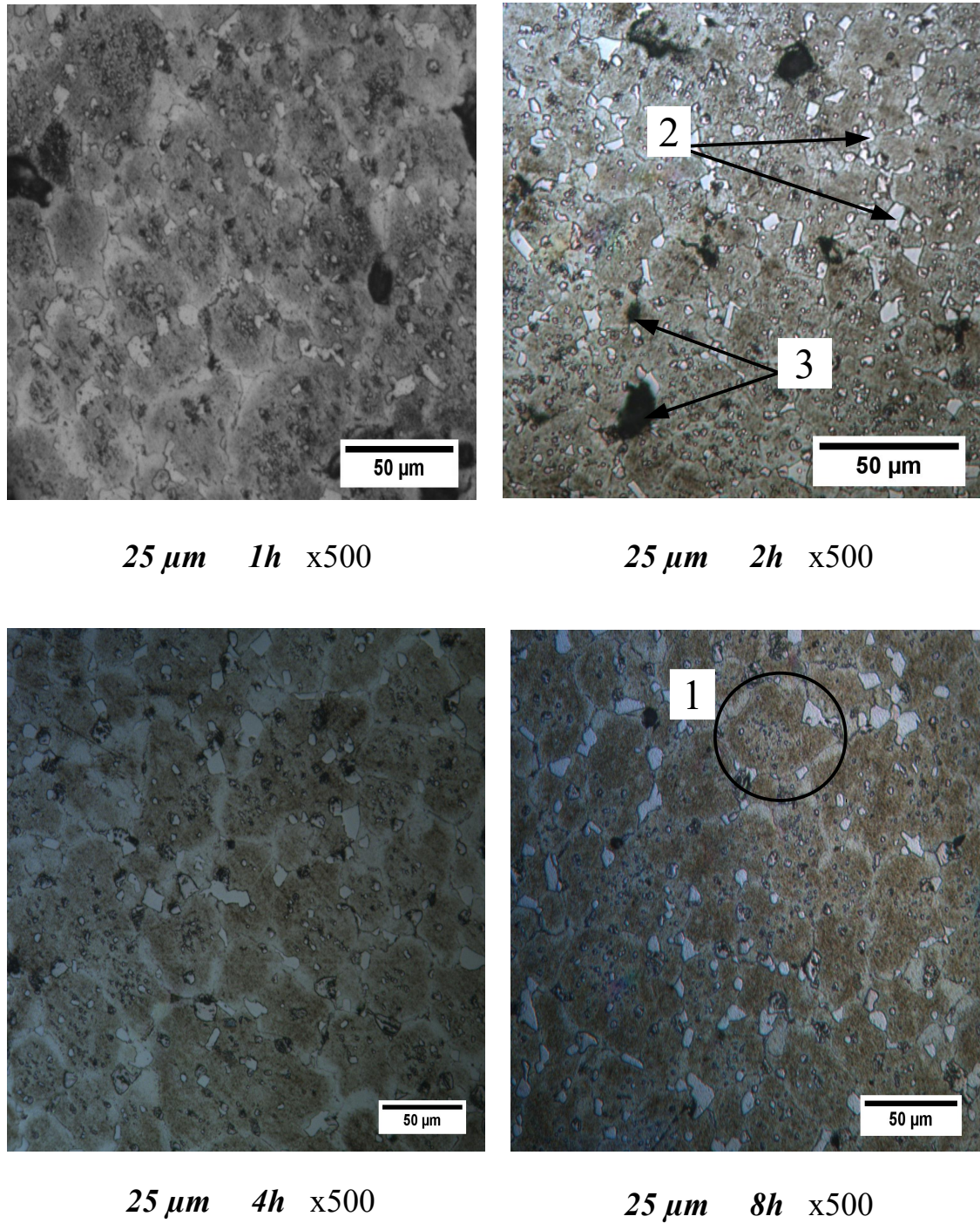


Fig 7.15. Microstructure d'acier à outils T15 de taille de particules > 25 μm fritté 1250°C à différents temps de frittage 1. Grain, 2. Carbures, 3. Pores.

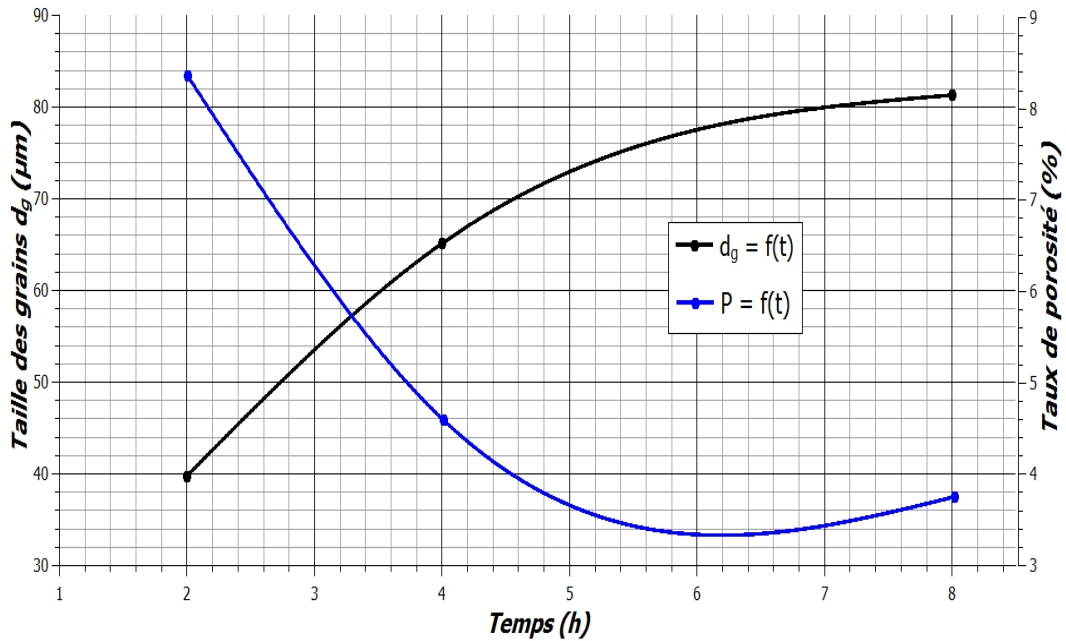


Fig 7.16. Relation entre la taille des grains et la porosité lors du frittage de l'acier T15 en poudre (taille des particules $> 140\mu\text{m}$) (Voir Annexe C pour les autres échantillons).

La croissance des grains est liée au taux de porosité présent dans le matériau fritté comme le montre la figure 7.16. L'explication des résultats obtenus et les raisons derrière cette relation est basée sur les phénomènes qui se passent pendant les stades de frittage. Au cours des deux premiers stades de frittage les grains sont entourés par les pores ce qui rend le mouvement des joints de grains difficile à cause des forces de traînage. Cela explique une faible croissance des grains. Au début du troisième stade beaucoup de pores s'éliminent tandis que les derniers coalescent en formant de gros pores isolés dans la matrice. C'est ainsi que la croissance des grains devient très rapide grâce à un mouvement de joint assez rapide à travers le matériau dense. Les pores qui restent sont toujours au niveau des joints de grains ce qui conduit au même résultat que celui des deux premiers stades. Au fur et à mesure que la densification progresse, les pores se rétrécissent et ils se séparent aux joints de grains, alors, la force de traînage diminue, ce qui entraîne une croissance rapide des grains.

7.5. Essai de dureté

Tableau 7.10 : Essai de dureté Hv.

Temps (h)	Dureté (Hv)		
	25 μm < \varnothing < 75 μm	75 μm < \varnothing < 140 μm	\varnothing > 140 μm
1	673.83	733.5	///
2	736.7	755.63	655.4
4	777.1	766.1	722.8
8	753.8	764	710.3

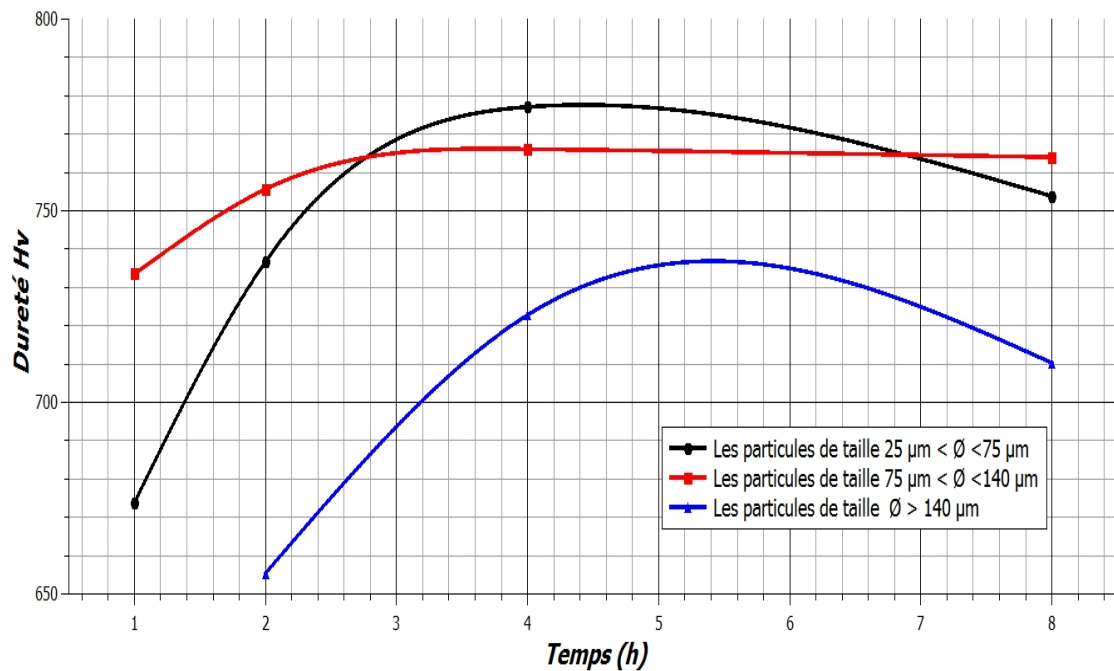


Fig 7.17. Variation de la dureté Hv en fonction du temps de frittage et de la taille des particules.

Les mesures de dureté effectuées sur les échantillons frittés à 1250°C pendant des temps différents montrent des valeurs maximales de l'ordre de 780 Hv. Cette dureté est typique d'un acier à outil à base de W. ce niveau de dureté est obtenu pendant un temps de frittage d'environ 4 heures. La dureté suit ensuite un comportement décroissant. L'augmentation de la dureté en premier temps est une conséquence de l'augmentation de la densité de l'échantillon par les mécanismes de transferts de matière cités auparavant. La formation des carbures et leur distribution homogène dans la matrice, ainsi que leur taille fine et due à la finesse des grains et la surface importante des joints de grains, ce qui implique une grande valeur de dureté. La chute de dureté après 4 h de frittage est due à la croissance des grains pendant et après le stade final de frittage et aussi à la croissance de certains carbures par rapport aux autres, ce qui influe sur l'homogénéité de sa distribution qui va entraîner une diminution de la dureté.

Conclusion générale

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

- L'Augmentation du temps de frittage entraîne une diminution du taux de porosité donc une augmentation de la densité. Alors, un temps de frittage assez long tend à diminuer la porosité vers des valeurs presque nulle.
- La taille moyenne des particules influe sur le taux de porosité. Plus la poudre est fine, plus le taux de porosité est faible. Par conséquent, la poudre fine est préférable dans la fabrication des pièces à haute densité par le procédé CAP.
- Au début, la vitesse de pénétration du verre dans la poudre est supérieure à la vitesse de densification ce qui entraîne une augmentation rapide de l'infiltration du verre tandis qu'elle devient lente après un certain temps car la vitesse de pénétration sera plus faible devant celle de densification.
- La taille des particules affecte la pénétration du verre, plus la poudre est grossière, plus la profondeur de pénétration du verre est importante. La pénétration du verre se situe dans un intervalle [0.5 - 3.2] mm selon les conditions de frittage utilisées.
- La taille critique des pores calculée donnant une pénétration minimale ou nulle est de $3,56\mu\text{m}$ ce qui exige l'utilisation des particules de taille moyenne égale à environ $10\ \mu\text{m}$. Donc, il faut faire un choix judicieux de la méthode d'élaboration de la poudre si on veut bien contrôler la taille moyenne des particules utilisées.
- Les grains croissent au cours du temps de frittage, cela est dû au fait de la densification continue de la poudre. L'utilisation d'une poudre à particules grossières aboutit à l'obtention d'une structure à grains plus gros, ce qui influence négativement les propriétés mécaniques du matériau. Pour y remédier on peut toujours utiliser une poudre à particules plus fines frittées pendant un temps assez court suivi par une déformation plastique à chaud pour fermer la porosité et obtenir une microstructure plus fine. Ce procédé est couramment utilisé dans l'industrie.
- La dureté des échantillons obtenue par le procédé CAP est conforme aux valeurs de dureté des aciers à outils rapides disponibles dans la littérature. Elle se situe dans un niveau d'environ 780 HV.
- Nous avons obtenu des résultats optimaux pour les paramètres de frittage suivants : température de frittage 1250°C , taille des particules comprise entre 25 et $75\mu\text{m}$ et une durée de frittage de 4 à 6h sous une atmosphère neutre (vide).

Recommandations

- La caractérisation des échantillons par microscope électronique à balayage et par diffraction des rayons X est recommandée pour identifier et déterminer la composition chimiques des phases.
- L'essai de dureté à chaud et l'essai d'usure sont indispensables pour les aciers à outils.
- Il est recommandé d'utiliser une poudre de taille des particules inférieur à 25 μm pour avoir des meilleurs résultats en terme de pénétration du verre. Il est recommandé d'utiliser une poudre de taille de particules inférieure à la taille critique calculée.
- Pour décrire correctement le comportement de la pénétration du verre en fonction de la taille des particule , il faut réaliser d'autres essais expérimentaux pour dégager une tendance plus juste de l'effet de la taille des particules sur la pénétration du verre.
- L'ajout d'un élément dopant est important pour freiner la croissance des grains si on veut fritter pendant des temps de maintien plus long pour obtenir de forte densité.
- Le phénomène de pénétration du verre peut être modélisé afin de contrôler ce phénomène. La profondeur de cette pénétration peut être présentée sous forme d'une équation empirique fonction des variables de frittage.

Références bibliographiques

- [1]. F. THUMMLER. « *An Introduction to Powder Metallurgy* ». The Institute of Materials .Cambridge UK. 1993. ISBN 0-901716-26-X
- [2].« *ASM handbook Powder Metal Technologies and Applications* » Volume 7, ASM International. USA.1998. ISBN 0-87170-387-4
- [3]. R. MEYER. « *Poudres Métalliques* ». Techniques de l'ingénieur, Fasc. M862, (Année 1980).
- [4]. J.S. BENJAMIN, Sci. Amer .Volume 234 (No. 5) (pages 40-48). 1976.
- [5]. D. BOUVARD. « *Métallurgie Des Poudres* » . Édition Hermes Science . Paris .2002.
- [6]. Josef M.CAPUS. « *Metals Powder : A Global Survey Of Production , Applications And Markets To 2010* ». 4th Edition. Elsevier advanced technology. 2006.
- [7].G.S. UPADHYAYA. « *Powder Metallurgy Technology*» (p170). Cambridge international science publishing. UK.2002. ISBN 1 898326 40 1
- [8]. W.SCHATT. « *Pulvermetallurgie, Sinter und Verbundwerkstoffe* », 2nd Edition, VEB Deutscher Verlag Fur Grundstoff- industrie, Leipzig, 1985.
- [9]. P. BEISS. « *Powder Metallurgy Data. Part 1 : Metals And Magnets* ». Springer-Verlag Berlin Heidelberg .2003.
- [10].https://www.hzg.de/institutes_platforms/materials_research/physical_metallurgy/physical_metallurgy/techniques/index.php.en.
- [11].<http://www.lpwtechnology.com/fr/technical-library/powder-production/>
- [12].C.CHAUSSIN. « *Métallurgie :Élaboration Des Métaux* » Tome 2 (pages 233,234). Dunod. Paris.1965
- [13].Sidney H.AVNER. « *Introduction À La Métallurgie Physique* » (pages 697-700). CCDMD. Montréal, Canada. 2014.
- [14].<http://www.retsch.fr/fr/produits/tamiser/tamiseuses/as-200-tap>.
- [15].<http://www.microscope-microscope.org/basic/microscope-types.htm>.
- [16].<http://serc.carleton.edu>.
- [17].<http://forum.daffodilvarsity.edu.bd/index.php?topic=9749.0>.
- [18].Claus BERNHARDT. « *Particle Size Analysis Classification And Sedimentation Methods* » (Pages 109,110). Springer-Science+Business Media, B.V.UK.1994. ISBN 978-94-010-4541-4.
- [19]. Ajit JILLAVENKATESA. « *Particle Size Characterization* » (Pages 48-64). Lum National Institute of Standards and Technology Washington US.2001. 167 p.
- [20] https://en.wikipedia.org/wiki/Coulter_counter.
- [21].<http://www.beckman.com/particle/the-coulter-principle>.
- [22].A. ŠALAK. « *Machinability Of Powder Metallurgy Steels* » (Pages 15,17,18). CAMBRIDGE INTERNATIONAL SCIENCE PUBLISHING. Cambridge UK. 2005. 551 p. ISBN 1-898326-82-7.
- [23].P.C.ANGELO. « *Powder Metallurgy Science, Technology and applications* ». PHI Learning Private limited. New Delhi. 2009. 300 p. ISBN-978-81-203-3281-2.
- [24]. S.A.TSUKERMAN . « *Powder Metallurgy* ». Edition : Pergamon Press. 1965.
- [25]. J. BEDDOES & M. J. BIBBY. « *Principles of Metal Manufacturing Processes* ».(Pages 181-188). Edition Elsevier Butten North-Heinemann 1999,2003 .

-
- [26].Squire.A. « *Density Relationship of Iron powder compacts* » (pages 487-503), Trans. AIME, vol 171 . 1947.
- [27]. Harry C. Jackson, « *Perspectives in powder metallurgy, vol 1 : new methods of powder consolidation* » (pages 13-18). Edition :Springer Science+Business Media, LLC 1967.
- [28]. <https://www.mpif.org/IntroPM/isostatic-pressing.asp>.
- [29]. http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=metal_injection_molding.
- [30]. R M. « *German. Powder Metallurgy Science* » . Metal Powder Industries Federation (MPIF). Princeton. New Jersey. USA. 1997.
- [31]. <http://www.pm-review.com/australian-titanium-a-new-continuous-process-for-the-direct-production-of-cp-ti-powder-developed-at-csiro/>.
- [32].O. Yücel & A. Tekin. « *Ceramics International 23* » (pages 149-152). 1997.
- [33]. Akif Soltan. « *Thèse :Studies of Fe (W, Mo, V and Cr) Powder Mixtures as a Potential Matrix for Alumina Reinforced Iron Based Metal Matrix Composites* » (pages 40-42) .School of Geoscience, Minerals and Civil Engineering University of south Australia,Adelaide Australia. 2004.
- [34]. <https://www.hsuhh.de/images/7WJbD6zXhAYhmjmi.jpg>.
- [35]. D.BERNACHE . « *Chimie physique du frittage* ». Hermes Science Publications .1993.
- [36]. SUK-JOONG.KANG. « *Sintering : Densification ,Grain Growth & Microstructure* » (pages 4,6,7,40,52). Elsevier Butterworth-Heinemann.UK. 2005.
- [37]. R.M.GERMAN . « *Sintering theory and practice* ». Library of congress cataloging in publication data .1996 .
- [38].Michel EUDIER. « *Fabrication des produits frittés* ». Techniques de l'ingénieur. M864.
- [39]. Ricardo H. R. Castro. «*Sintering Mechanisms of Conventional Nanodensification and Field Assisted Processes* » (page 85). Springer. Berlin. 2013
- [40]. G.Petzow,W.A.Kaysser . « *Solid State Phenomena* ». Volume 8-9 (Page 11).Trans Tech Publications Switzerland.1990.
- [41]. Roberts, G. A., Krauss, G. & Kennedy, R. L. (1998). « *Tool steels* » . 5th edition . Materials Park, Ohio ASM International.
- [42].Philippe Beaulieu. Thèse: « *Développement de nouvelles poudres d'acier à outils pour des applications de résistance à l'usure à haute température* » .École polytechnique de Montréal. Août 2012.
- [43].BRATTI, R.W. « *Effect of Material Characteristics on Performance of High Speed Steel Cutting Tools* », *ibid*.
- [44].Christian Højerslev. « *Tool Steels* » .Risø National Laboratory, Roskilde January. 2001.
- [45].WAHLING, R., BEIS, P. and HUPPMANN, W.J. « *Sintering Behaviour and Performance Data of High Speed Components* », Powder Metallurgy, 29, (1), 53. 1986.
- [46].F.C. Campbell. « Elements of Metallurgy and Engineering Alloys » (page 421). ASM International.
- [47].Várez, A., Levenfeld, B., Torralba, J. M., Matula, G. & Dobrzanski, L.A. (2004). « *Sintering in different atmosphere of T15 and M2 high speed steels produced by a modified metal injection moulding process* ». Materials Science & Engineering A, A366(2). 318-324.

[48].Martinez, V., Palma, R. & Urcola, J. J. (1990). « *Relation of hardness to toughness and retained austenite content in N₂ -H₂ -CH₄ sintered T6, T15 and T42 high-speed steels* ». Journal of Materials Science, 25(7), 3359-3367.

[49] « *Standard Specification for Tool Steel High Speed* ». A600 .ASTM .2004

ANNEXE (A)

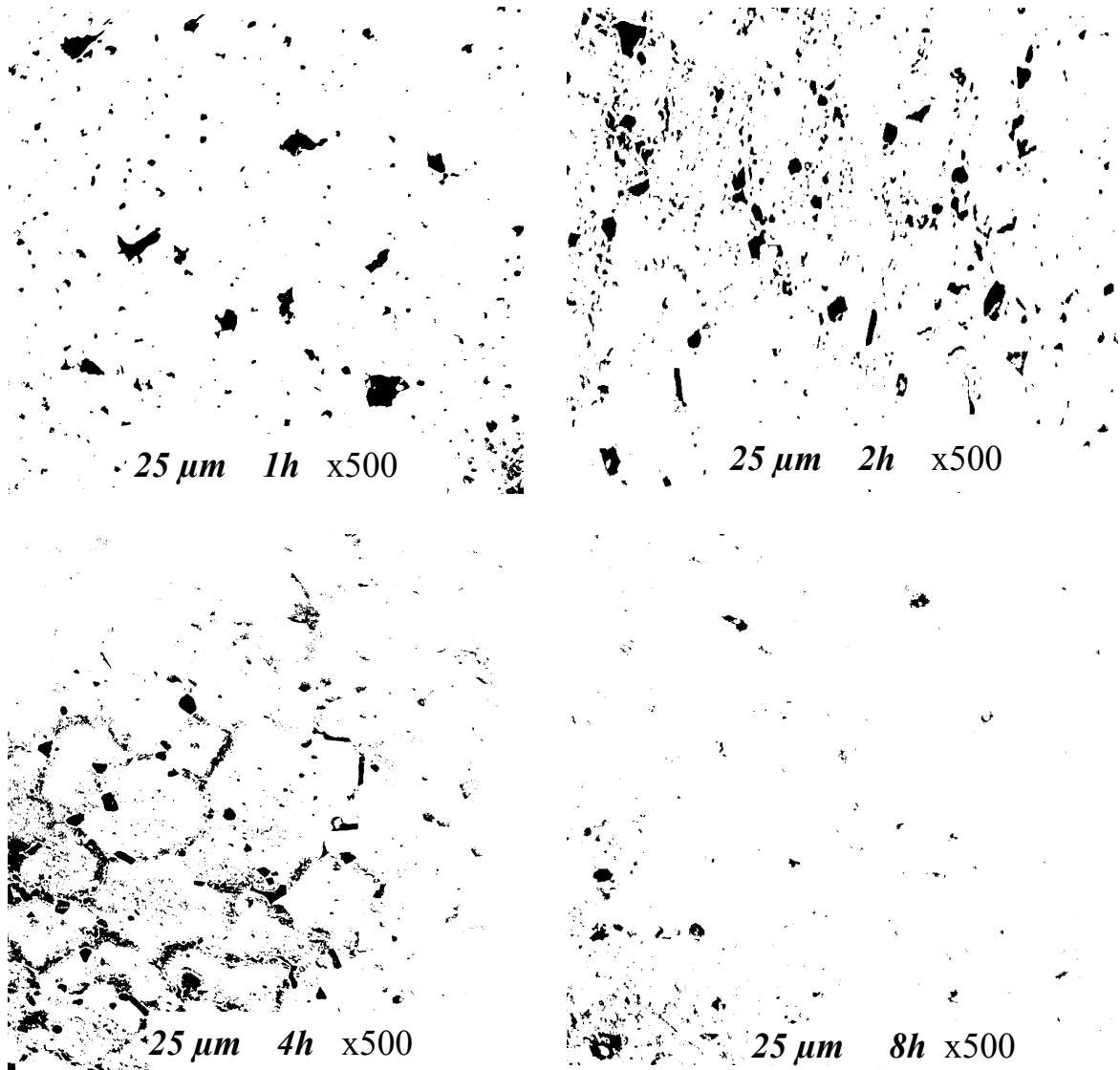


Fig A.1. Micrographies optiques montrant l'évolution du taux de porosité avec le temps de frittage pour les échantillons de taille des particules > 25 μm.

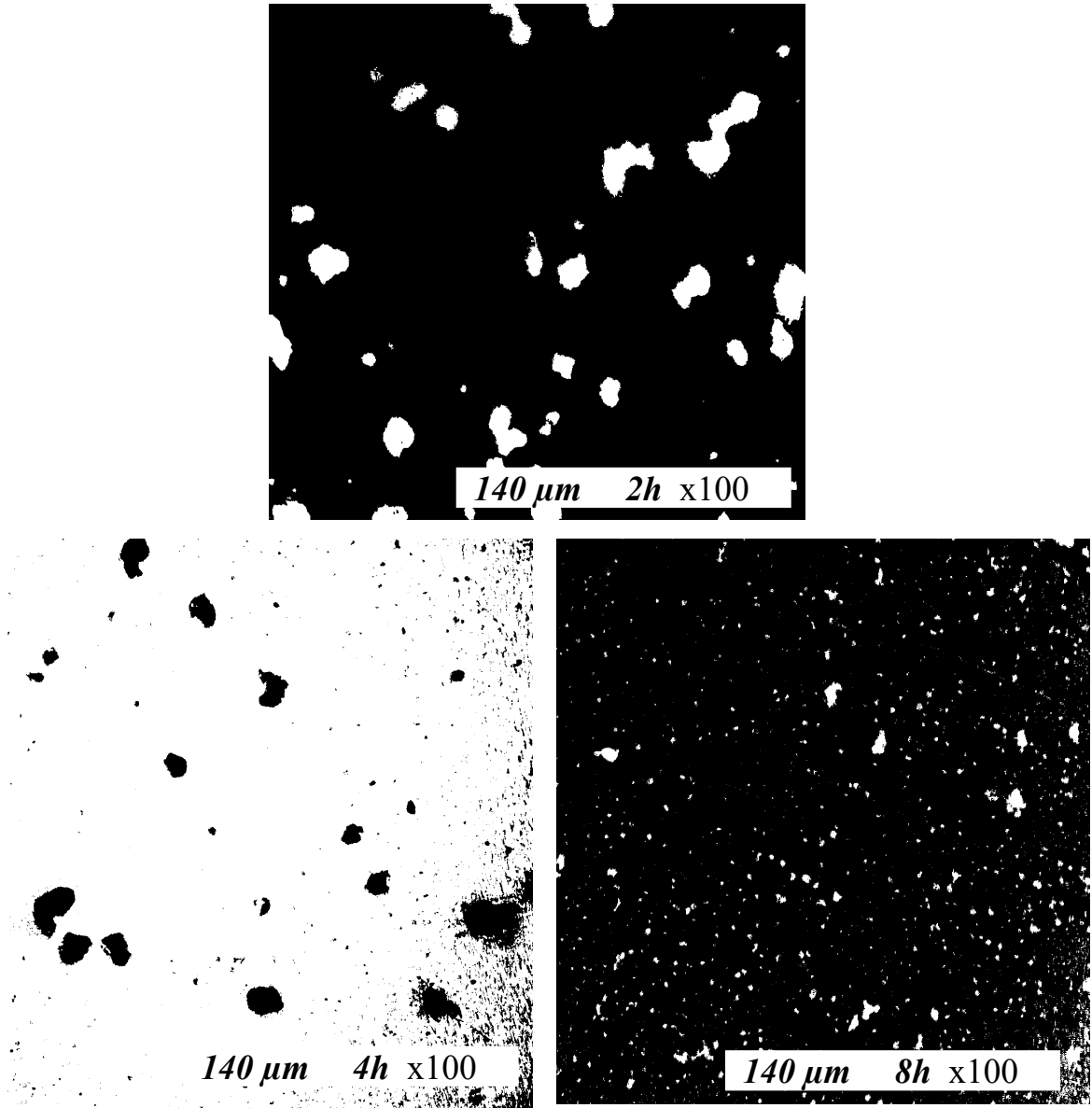


Fig A.2. Micrographies optiques montrant l'évolution du taux de porosité avec le temps de frittage pour les échantillons de taille des particules > 140 μm.

ANNEXE (B)

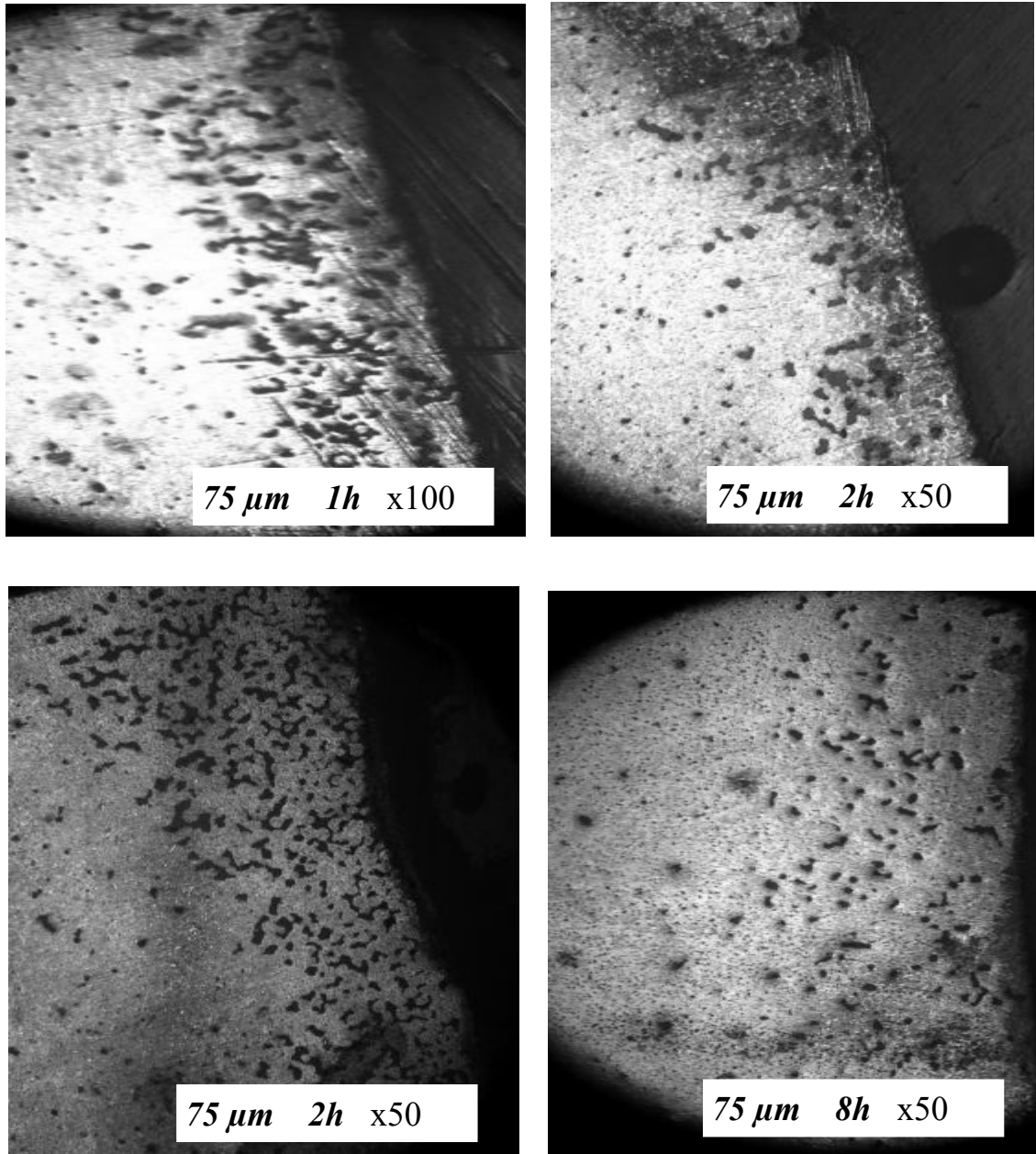


Fig B.1. Évolution du pénétration de verre avec le temps de frittage pour les échantillons de taille des particules $> 75\ \mu\text{m}$.

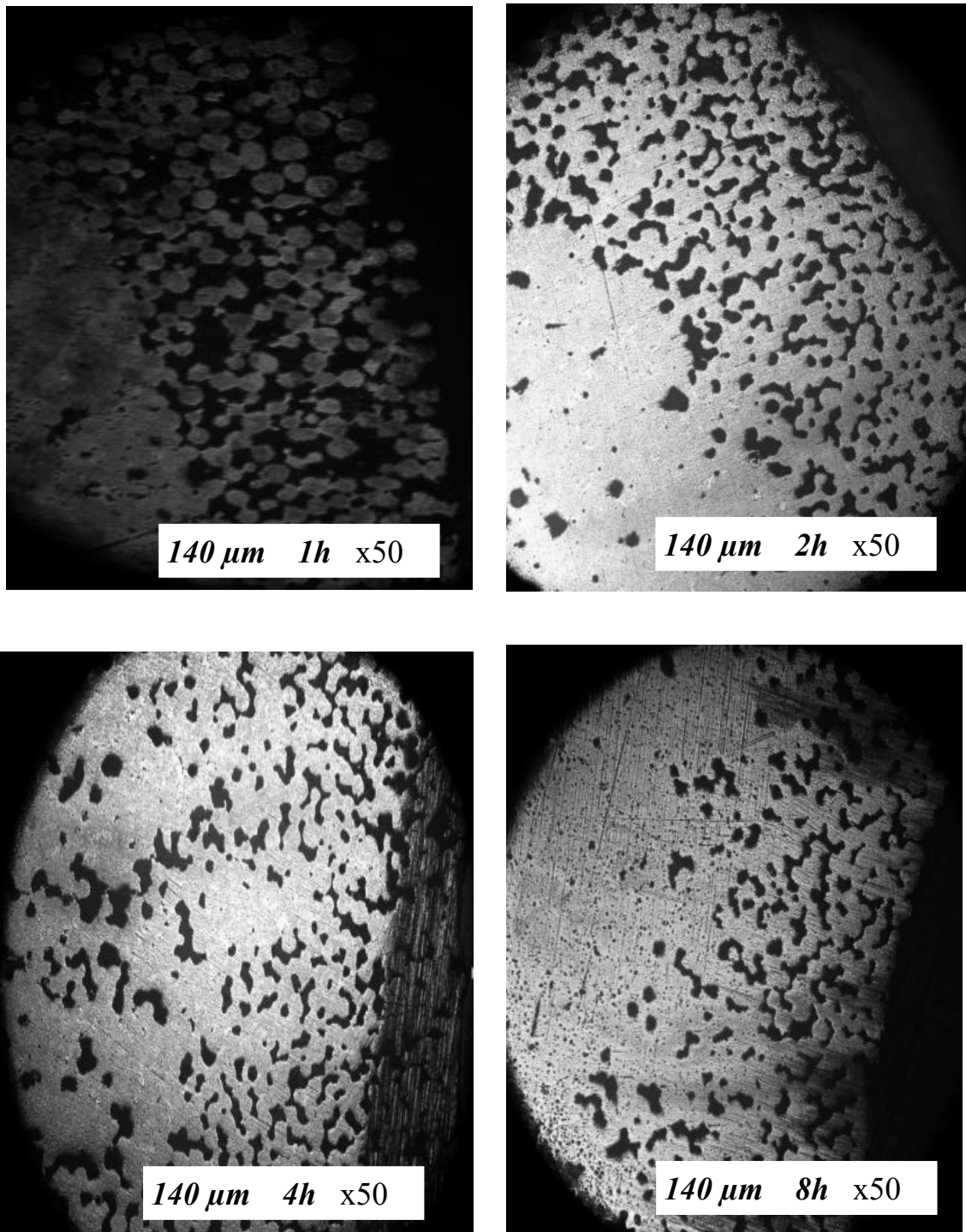


Fig B.2. Évolution du pénétration de verre avec le temps de frittage pour les échantillons de taille des particules > 140 μm.

ANNEXE (C)

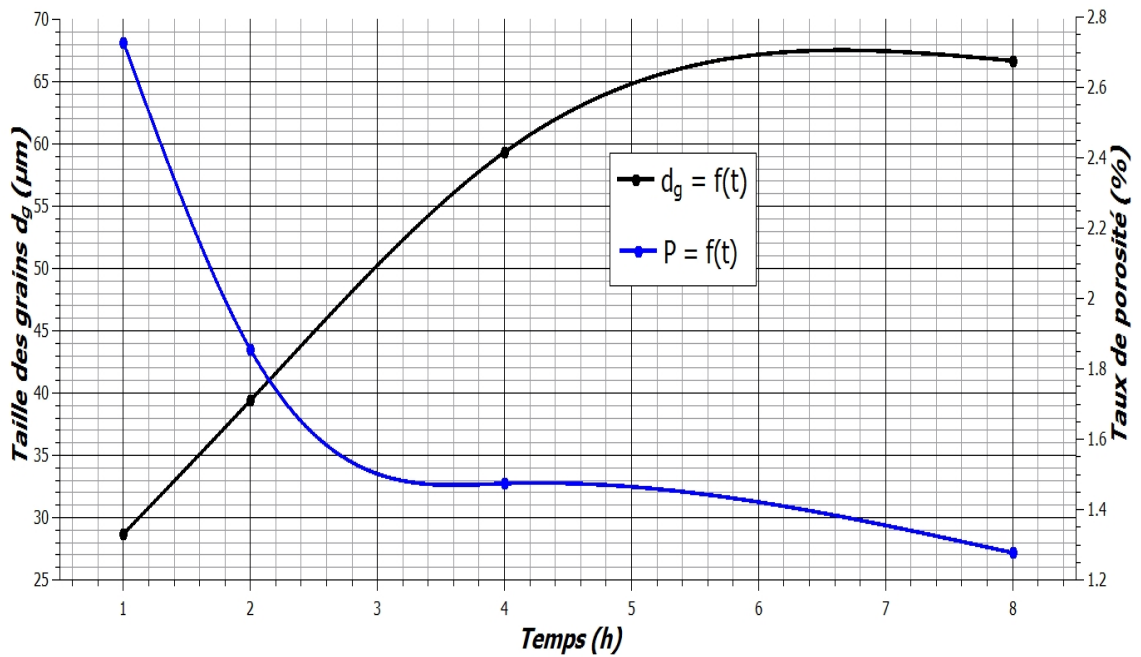


Fig C.1. Relation entre la taille des grains et la porosité lors du frittage de l'acier T15 en poudre (taille des particules $> 75\mu\text{m}$)

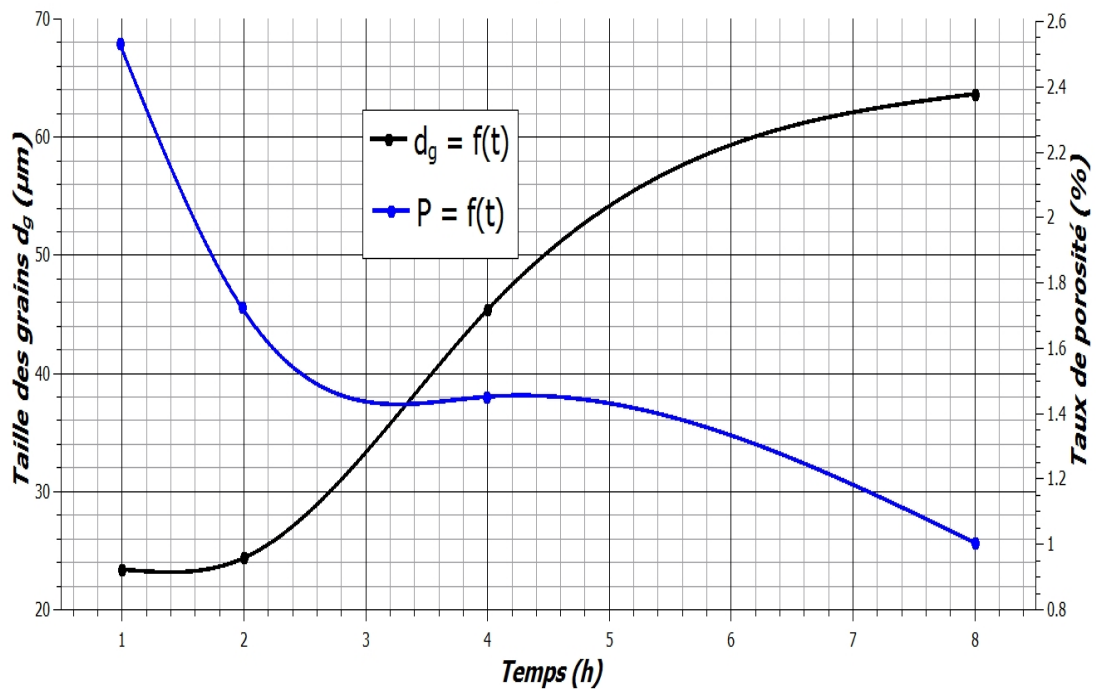
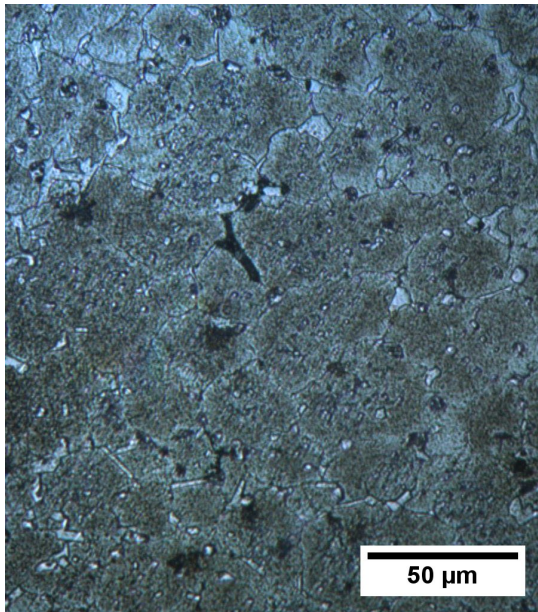
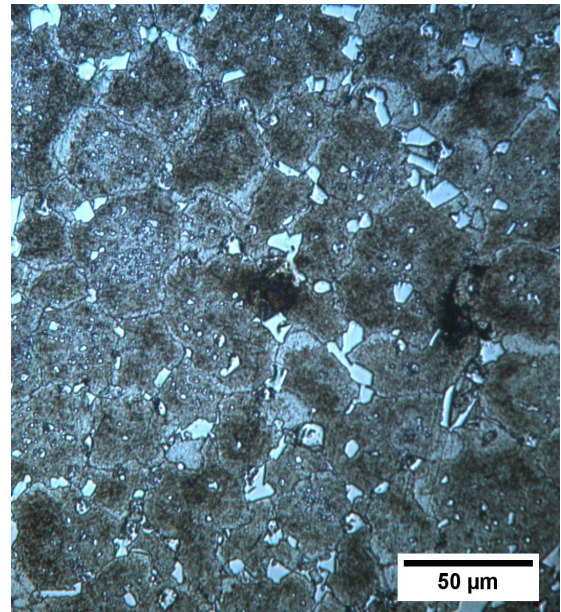


Fig C.2. Relation entre la taille des grains et la porosité lors du frittage de l'acier T15 en poudre (taille des particules $> 25\mu\text{m}$)

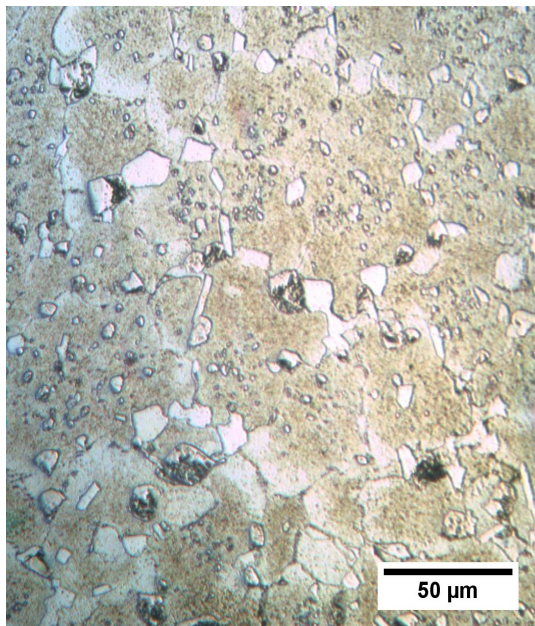
ANNEXE (D)



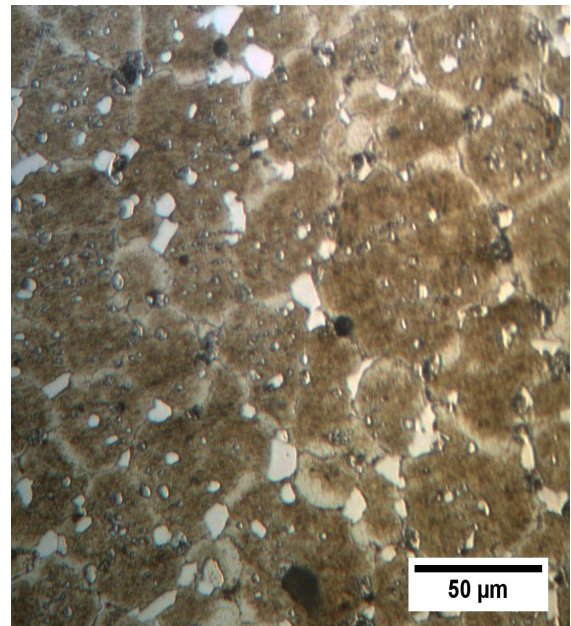
75 μm 1h x500



75 μm 2h x500

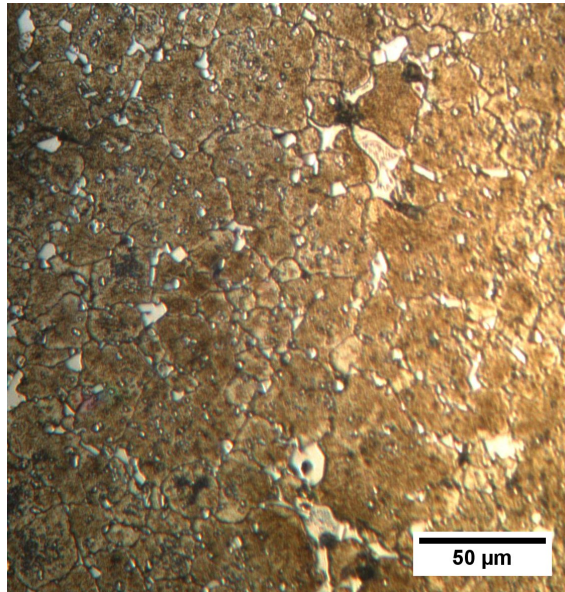


75 μm 4h x500

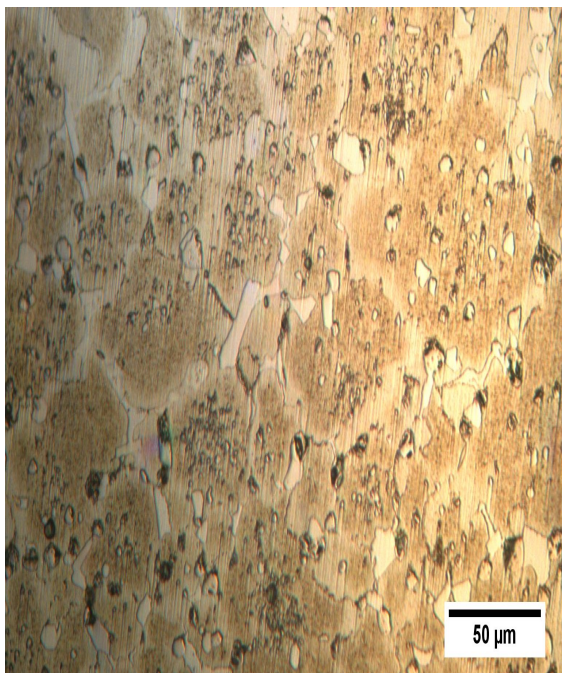


75 μm 8h x500

Fig D.1. Microstructure d'acier à outils T15 de taille de particules $> 75 \mu\text{m}$ fritté 1250°C à différents temps de frittage.



140 μm 2h x500



140 μm 4h x500



140 μm 8h x500

Fig D.2. Microstructure d'acier à outils T15 de taille de particules $> 140 \mu\text{m}$ fritté $1250 \text{ }^\circ\text{C}$ à différents temps de frittage.