

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

PROJET DE FIN D'ETUDES

Thème

**INFLUENCE D'UN TRAITEMENT
THERMIQUE PREALABLE SUR LA
BROYABILITE D'UN ACIER MI-DUR**

Proposé et dirigé par :
Dr.A.KASSER

Etudié par :
H.BOULAININE

Promotion 2007

REMERCIEMENTS

Mes sincères remerciements et ma profonde gratitude à Monsieur, A.KASSER mon encadreur, pour m'avoir dirigé et soutenu le long de ce travail. Ces qualités intellectuelles et sa modestie ont grandement contribué à l'aboutissement de ce mémoire.

J'adresse ici mes vifs remerciements aux membres du jury, en acceptant d'examiner ce travail.

J'exprime ma profonde reconnaissance à Monsieur M.L.DJEGHLAL pour son aide et son soutien pendant la réalisation de ce projet et sa disponibilité à tout moment.

Un merci doit également être adressé à Abdennour le technicien du laboratoire de métallurgie, Sabrina la technicienne du laboratoire du génie minier, ainsi que Ali le magasinier du département de génie mécanique, pour leurs soutiens indéfectibles.

Hichem Boulainine

Dédicace

A mes chères parents

A mes soeurs et mon frère

A ma grand-mère Hemama

A mes tantes et oncles Algía, Elarbi et Saada, Saad et

Akíla, Abdelazziz et Nassíra, Rbíha et Mohamed,

Fatmazohra et HouclnE, Chemama, Rabeh et Fatíma,

Azzdíne et Aícha, Youcef et Fatíma.....

A mes cousines et mes cousins Ahmed, Fouzía et Ali,

Souad, Línda et Ahmed, Hafíza et Mohamed, Youcef

et Safía, Sabrína, Adel, Hamza, Samíra, Zakaría,

Híba, ísmáíl, Ghada, Kamar, lamíne, Nawal, Anís,

Wíssal, zínou, Mírou, anouar.....

A mes amis Ilyes, Malík, Redouane, Omar, Rafík,

Wahab, Nabil, Khaled, Noufel, Hamza, Bilel, Djaafer,

OthmanE, Choc, Karím, Amel, Mouníra, Yacine,

Walíd, Mounír, Samír, Ahcen, Fayçal,

De la part de Híchem

ملخص:

يهدف هذا العمل إلى تحديد مدى تأثير المعالجة الحرارية على أبعاد الحبيبات المحصل عليها عن طريق الطحن الميكانيكي للجدادة في عدة فترات زمنية. وقد تم هذا العمل بتفعيل المعالجة الحرارية على ثلاثة قطع اسطوانية فولاذية في درجات حرارية مختلفة. للحصول على هذه الجدادة قمنا بعملية الخراطة قبل طحنها و تخصيص أبعادها. **الكلمات المفتاحية:** الطحن الميكانيكي , المعالجة الحرارية, تخصيص المسحوق, تعدين المسحوق, الخراطة, الجدادة.

Résumé :

Ce présent travail est une étude qui a pour but primordial de déterminer l'influence du traitement thermique sur la taille des particules. Un usinage des lingots au tour permet d'obtenir des copeaux pour les broyer et les caractériser. Une étude métallographique des lingots traités permet de déterminer le taux des phases diffusées et le grossissement des grains, pour lier leurs changements et la taille des particules obtenues.

Le résultat obtenu est très satisfaisant, puisque cette méthode permet non seulement de recycler les copeaux d'acier, mais aussi un traitement considéré conduit à contrôler la taille des poudres.

Mots clés :

Métallurgie des poudres, tournage, caractérisation des poudres, la taille des grains, croissance, traitement thermique, broyage mécanique, homogénéisation.

Abstract :

This present work is a study the purpose of which is paramount to determine the influence of heat treatment on the size of the particles. A machining of the ingots to the turn makes it possible to obtain chips to crush them and characterize them. A study metallographic of the treated ingots makes it possible to determine the rate of the diffused phases and the enlargement of the grains, to bind their changes and the size of the particles obtained. The result obtained is very satisfactory, since this method not only makes it possible to recycle the steel chips, but also a treatment considered leads controlled the size of the powders.

Key words: Metallurgy of the powders, turning, characterization of the powder, size of the grains, growth, heat treatment, mechanical crushing, homogenisation.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE	1
------------------------------	----------

CHAPITRE I LE BROYAGE MECANIQUE

I.1. INTRODUCTION	3
I.2. LE BROYAGE	3
I.3. LES DIFFERENTS TYPES DE BROyeurs	4
I.3.1. Broyeurs à tambour tournant ou broyeurs à boulets	4
I.3.2. Les broyeurs vibrants	5
I.3.3. Les broyeurs attriteurs	5
I.3.4. Autres techniques basées sur le choc	6
I.3.4.1. Le procédé coldstream	6
I.3.4.2. Broyeurs à marteau et à barreaux	7
I.4. LA MECANOSYNTHESE	7
I.5. PARAMETRES DE BROYAGE ET CARACTERISTIQUES DES POUDRES	10

CHAPITRE II CARACTERISATION DES POUDRES

II.1. INTRODUCTION	14
II.2. TECHNIQUES DE CARACTERISATIONS DE LA TAILLE	14
II.2.1. La technique de tamisage	14
II.2.2. La technique de sédimentation	15
II.2.3. La technique de microscopie optique	15
II.2.4. La technique de conductivité électrique	15
II.2.5. La technique d'adsorption	16
II.2.6. La technique optique	16
II.2.7. La technique de diffraction des rayons-x	16

CHAPITRE III LES ACIERS

III.1. INTRODUCTION	17
III.2. LES ACIERS AU CARBONE	18
III.2.1. Evolution de la microstructure durant le refroidissement lent (normalisation)	18
III.2.2. Propriétés mécaniques d'un acier normalisé	24

CHAPITRE IV TRAITEMENTS THERMIQUES DES ACIERS

IV.1. L'AUSTENITISATION	25
IV.2. LE TRAITEMENT D'HOMOGENEISATION	26
IV.3. LA TREMPE	26
IV.3.1. Les différents types de trempe	26
IV.3.1.1. La trempe à l'eau	26
IV.3.1.2. La trempe à l'huile	27
IV.3.1.3. La trempe au gaz	28
IV.3.1.4. La trempe au brouillard	28
IV.3.1.5. La trempe en bain fluidisé	29
IV.3.1.6. La trempe en bains fondus	29
IV.4. LES RECUITS	29
IV.4.1. Les différents types de recuits	30
IV.5. LE REVENU	30
IV.5.1. Les différents types de revenu après trempe	31
IV.5.1.1. Le revenu dit de détente	31
IV.5.1.2. Le revenu habituel (ou banal)	31
IV.5.1.3. Le revenu de durcissement secondaire	31

CHAPITRE V PROCEDURE EXPERIMENTALE

V. CARACTERISATION DE LA POUDRE ISSUE D'ACIER AYANT SUBIT UN TRAITEMENT THERMIQUE	32
V.1. INTRODUCTION	32
V.2. BUT DU TRAVAIL	32
V.3. EQUIPEMENTS ET CARACTERISATION	33
V.3.1. Le four tubulaire	33
V.3.2. Préparation métallographique des échantillons	34
V.3.3. Fabrication des copeaux	35
V.3.4. Caractérisation des copeaux	35
V.3.4.1. Copeaux fins	35
V.3.5. Description du broyeur	36
V.3.6. Présentation de l'opération de broyage	36
V.3.7. Description de la tamiseuse	37
V.3.8. Description de la balance électronique	37

CHAPITRE VI RESULTATS ET INTERPRETATIONS

VI.1. INTRODUCTION	38
VI.2. ANALYSE CHIMIQUE	38
VI.3. PRESENTATION DES RESULTAS POUR LES QUATRE ECHANTILLONS	38
VI.3.1. Echantillon N ° 01	39
VI.3.1.1. Mesure de la dureté moyenne de l'échantillon de référence	39

VI.3.1.2. Les phases obtenues	39
VI.3.2. Echantillon N° 02 homogénéisé à 1000 °C	40
VI.3.2.1. Mesure de la dureté moyenne de l'échantillon	40
VI.3.2.2. Les phases obtenues	40
VI.3.2.3. Broyage de l'acier homogénéisé à 1000 °C et distribution de taille dans la poudre élaborée	42
VI.3.3. Echantillon n° 03 homogénéisé à 1100 °C pendant une heure	44
VI.3.3.1. Mesure de la dureté moyenne de l'échantillon	44
VI.3.3.2. Les phases obtenues	44
VI.3.3.3. Distribution de la taille des particules dans la masse de poudre	45
VI.3.4. Echantillon n° 04 homogénéisé à 1200 °C pendant une heure	47
VI.3.4.1. Mesure de la dureté moyenne de l'échantillon	47
VI.3.4.2. Les phases obtenues	47
VI.3.4.3. Distribution de la taille des particules de poudre	48
VI.4. INFLUENCE DES VARIABLES DE BROyage SUR LE PRODUIT BROYE	50
VI.4.1. Influence de la température sur la dureté	50
VI.4.2. Influence de la température sur l'évolution de la microstructure	52
VI.4.3. Influence de la taille des grains ferritiques sur la taille moyenne des particules de poudre	53
VI.4.4. Influence de la structure sur la dureté	54
VI.4.5. Influence du temps sur la taille des particules	55
VI.5. CONCLUSION	56
CONCLUSION GENERALE	57
PERSPECTIVES	58
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	59
ANNEXE	60

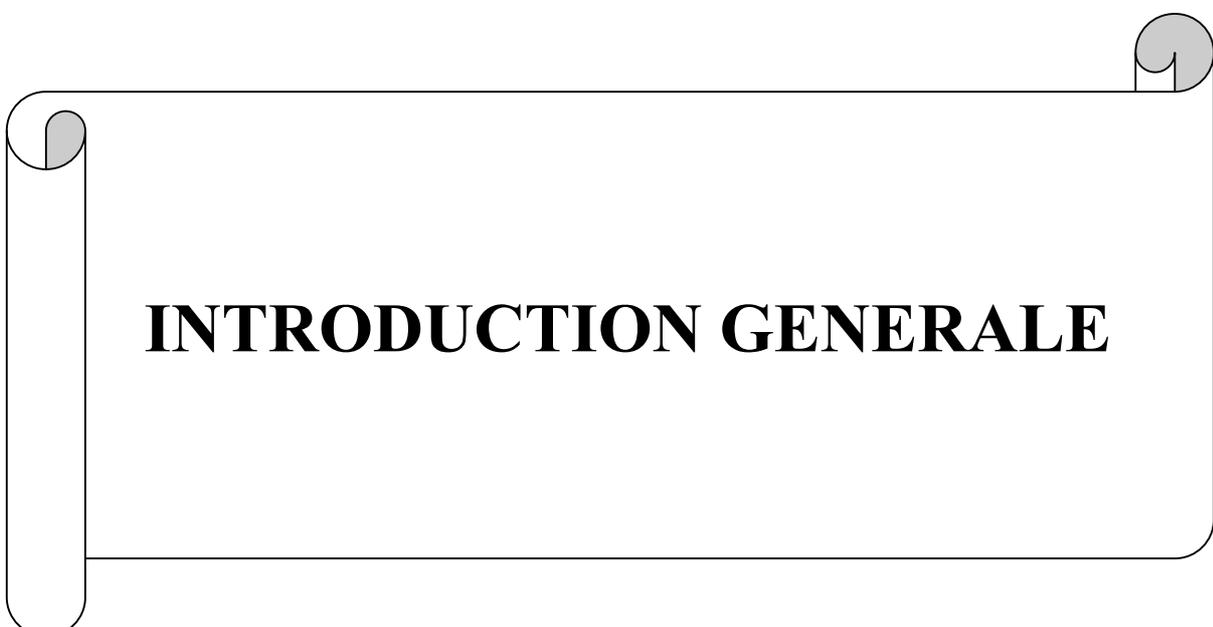
LISTE DES FIGURES

Figure I.1. Broyage à tambour tournant	5
Figure I.2. Broyeur attriteur	6
Figure I.3. Principe du procédé coldstream	7
Figure I.4. Mécanosynthèse d'un alliage Nb-Ti-Mo-Zr : Evolution de la microstructure en fonction du temps de broyage 1 heure, (b) 10 heures, (c) 40 heures, (d) 80 heures.	8
Figure I.5. Microstructure typique d'un alliage obtenu par mécanosynthèse à base de fer et de nickel	9
Figure I.6. Relation entre la taille des flocons et le temps de broyage pour un fer électrolytique broyé dans le broyeur à vibration de boulets Megapact	10
Figure I.7. Effet du temps de broyage sur la micro dureté du nickel 123	12
Figure I.8. Relation entre l'espacement des raies de diffraction et le temps de broyage à vibration pour une poudre de nickel 123	13
Figure III.1. Les différentes phases en présence dans le diagramme Fe-C (L, α , γ , δ , Fe ₃ C)	18
Figure III.2. Evolution structurale du fer pur chauffé à haute température, suivie d'un refroidissement lent	20
Figure III.3. Microstructure de l'acier eutctoïd chauffé à haute température puis refroidit lentement	21
Figure III.4. Microstructure d'un acier hypoeutectoïde chauffé puis refroidit lentement	22
Figure III.5. Microstructure d'un acier hyper eutectoïde chauffé puis refroidit lentement	22
Figure III.6. Proportions de phases dans les aciers au carbone lors du refroidissement lent jusqu'à la température ambiante, pour les différentes teneurs en carbone	23
Figure III.7. Relation entre certaines propriétés mécaniques (résistance et ductilité) pour un acier au carbone normalisé	24
Figure V.1. Vue réelle d'un four tubulaire horizontale	34
Figure V.2. Vu du broyeur à lames. (a) Vue réelle ; (b) Vue schématique	36
Figure V.3. L'Opération du tamisage	37
Figure VI.1. Photomicrographie optique de l'échantillon de référence n° 01, montrant une structure ferrito-perlitique (~50% ferrite, 50% perlite). Acier non traité.	40
Figure VI.2. Photomicrographie optique de l'échantillon n° 02 homogénéisé à 1000 °C pendant une heure puis refroidit dans le four. La structure est ferrito-perlitique de proportions (70% ferrite, 30% perlite).	41
Figure VI.3. Distribution de tailles des particules de poudre après broyage de 30' à 8h. V _b = 2000 tr/min , Mb = 250 grs	43

Figure VI.4. Photomicrographie optique de l'échantillon N° 03 homogénéisé à 1100 °C pendant une heure. La structure est composée de 80% ferrite, 20% perlite.	45
Figure VI.5. Distribution de la taille des particules de poudre après un broyage de 30' à 2h, : $V_b = 2000$ tr/min , $M_b = 250$ gr	46
Figure VI.6. Photomicrographie optique de l'échantillon N° 04 homogénéisé à 1200 pendant une heure, montrant une structure ferrito-perlitique (85% ferrite, 15% perlite)	48
Figure VI.7. Distribution de la taille des particules de poudre après un broyage de 30' à 2h. $V_b = 2000$ tr/min , $M_b = 250$ grs	49
Figure VI.8. Influence de la température sur la dureté de l'acier étudié.	50
Figure VI.9 Evolution de la microstructure de l'acier avec la température ($G=200$).	51
Figure VI.10. Evolution de la taille des grains par croissance durant le traitement d'homogénéisation.	52
Figure VI.11 Influence de la taille des grains de la structure sur la taille moyenne des particules de poudre.	54
Figure VI.12 Influence de la taille des grains de ferrite sur la dureté de l'acier	55
Figure VI.13. La taille des poudres en fonction du temps de broyage.	56

LISTE DES TABLEAUX

Tableau III.1. Les différentes phases dans le système Fe-Fe ₃ C	19
Tableau III.2. La composition des structures durant le refroidissement lent des alliages Fe-C	19
Tableau VI.1. Résultats de mesure de la dureté de l'acier à l'état brut de coulée	39
Tableau VI.2. Résultats de mesure de la dureté de l'acier traité à 1000 °C pendant 1 heure	40
Tableau VI.3. Résultats de caractérisation après un broyage de 30 minutes	42
Tableau VI.4. Résultats de caractérisation après un broyage d'1 heure.	42
Tableau VI.5. Résultats de caractérisation après un broyage de 2 heures	42
Tableau VI.6. Résultats de caractérisation après un broyage de 4 heures	43
Tableau VI.7. Résultats de caractérisation après un broyage de 8 heures	43
Tableau VI.8. Mesure de la dureté de l'acier homogénéisé à 1100 °C pendant une heure	44
Tableau VI.9. Résultats de caractérisation après un broyage de 30 minutes.	45
Tableau VI.10. Résultats de caractérisation après un broyage d'1 heure.	46
Tableau VI.11. Résultats de caractérisation après un broyage de 2 heures	46
Tableau VI.12. Mesure de dureté sur l'échantillon homogénéisé à 1200 °C pendant une heure	47
Tableau VI.13. Résultats de caractérisation après un broyage de 30 minutes.	48
Tableau VI.14. Résultats de caractérisation après un broyage d'1 heure.	49
Tableau VI.15. Résultats de caractérisation après un broyage de 2 heures.	49
Tableau VI.16. Résultats de mesure de dureté pour tous les échantillons	50
Tableau VI.17. Résultats de taille des grains en fonction de la température	52
Tableau VI.18. Résultats de la taille des grains de ferrite en fonction des tailles des particules pour chaque échantillon.	53
Tableau VI.19. Résultats des tailles de grains de ferrite en fonction de la dureté.	55
Tableau VI.20 Résultats des tailles des particules de poudres lors du broyage.	56



INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

La métallurgie des poudres (mdp) rassemble les procédés thermomécaniques d'élaboration et de mise en forme de matériaux métalliques à partir de poudres. Bien que les premiers objets métalliques artisanaux aient été obtenus dans la préhistoire par des techniques s'apparentant à la métallurgie des poudres et à la forge, l'industrie de la mdp est véritablement née au début du XX^e siècle avec la fabrication de filaments de tungstène pour lampes à incandescence. Un peu plus tard, les premiers carbures cémentés et les coussinets en bronze autolubrifiants sont élaborés à partir de poudres. Mais c'est le développement de l'industrie automobile, à partir des années 1950, qui a donné véritablement son essor à cette activité de mise en forme des métaux. L'automobile reste, avec 85% du tonnage pour la France, le principal débouché pour cette technologie. La pénétration moyenne de la mdp est d'environ 7 kg par véhicule léger pour les constructeurs français, et beaucoup plus en Amérique du nord. Mais l'équipement de bricolage, de sport, la bureautique, et même l'horlogerie et la lunetterie, font de plus en plus appel à cette technologie. C'est un métier dans lequel la place laissée à l'imagination technologique est grande. La recherche active (environ 200 chercheurs en France) et les collaborations internationales intenses, sont fortement intégrées à l'échelle européenne. Ces dix dernières années ont vu deux tendances contradictoires dans la structure de l'industrie de la métallurgie des poudres. Le regroupement à l'échelle de la France puis de l'Europe, et maintenant du monde, fait que des entreprises produisent des pièces mécaniques frittées par voie classique de compactage et de frittage. Une éclosion de nouvelles petites entreprises commencent à produire des pièces en moulage par injection [1].

Dans le domaine vaste de la métallurgie des poudres on peut distinguer deux filières principales :

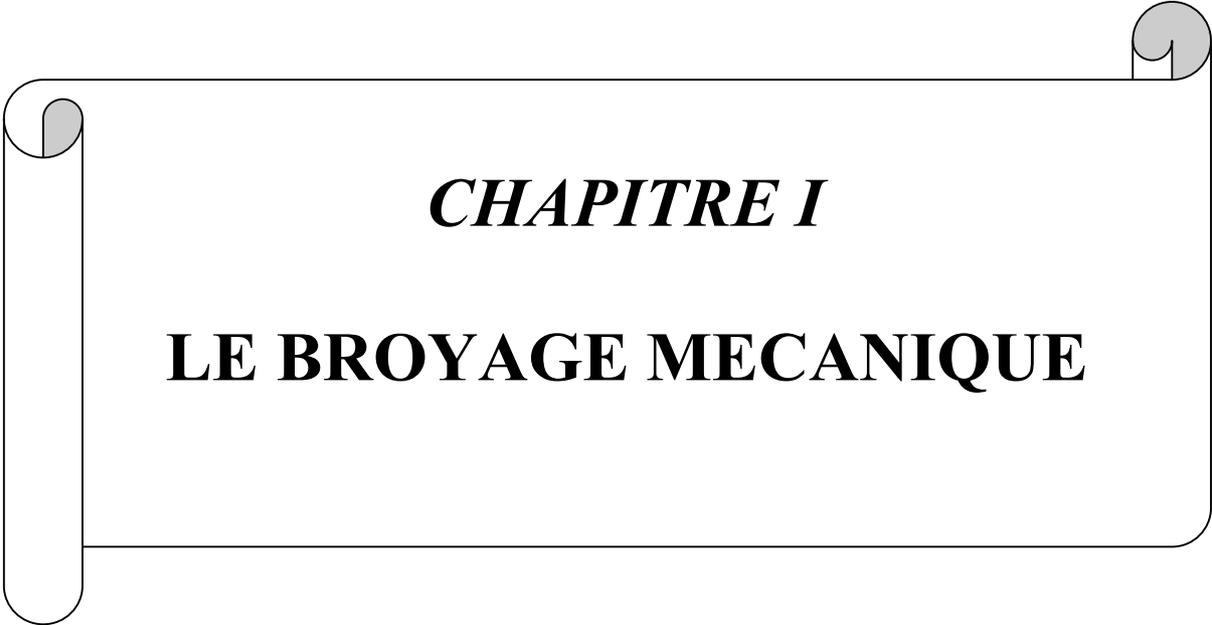
1. Une filière traditionnelle pour la fabrication en grande série de pièces mécaniques aux tolérances précises dont la masse n'excède pas 1 kg et qui, pour la plupart, sont en acier peu allié. La densification est assurée à froid par pressage axial, puis par frittage. La technologie de moulage par injection, qui dérive de la plasturgie, se

rattache aussi à la filière traditionnelle et convient surtout pour de petites pièces de forme complexe [1].

2. Une filière demi-produit pour la fabrication de grosses pièces pouvant dépasser 1 tonne entièrement denses mais en petite série. La densification à chaud par déformation plastique des poudres peut se faire par extrusion ou par compactage isostatique à chaud. Les ébauches obtenues sont ensuite découpées, forgées, ou usinées pour la mise en forme finale. Les constructions aérospatiale et navale ainsi que la pétrochimie, sont les principaux utilisateurs de pièces en acier inoxydables, aciers à outils ou en superalliages à base de nickel, dont le niveau de propriétés mécaniques est inégalé dans l'environnement sévère [1].

Choisir la métallurgie des poudres de préférence aux autres technologies de mise en forme peut se justifier par des avantages économiques ou métallurgiques. Dans le premier cas, c'est par exemple l'élimination ou la réduction des gammes d'usinage dans la chaîne de production qui motive l'industrie automobile et ses fournisseurs. Dans le second, la meilleure homogénéité des produits frittés intéresse en particulier les producteurs d'outillage et les l'industrie aéronautique [1].

La métallurgie des poudres reste cependant, une technique de mise en forme des métaux, encore insuffisamment exploitée. En terme de tonnage, et à l'échelle mondiale, sa part ne représente que 0,1% de celle des procédés qui reposent sur la solidification pour la première mise en forme de pièces. La comparaison de la mdp à des industries métallurgiques ou mécaniques concurrentes, ne doit pas s'arrêter à des considérations de volume de production. La mdp utilise un demi-produit souvent cher qu'est la poudre elle-même, mais elle permet sur pièces consolidées, de faire de réelles économies au niveau de l'usinage tout en garantissant un bon niveau de propriétés d'emploi [1].



CHAPITRE I

LE BROYAGE MECANIQUE

LE BROYAGE MECANIQUE

I.1. INTRODUCTION

Les techniques mécaniques d'élaboration des poudres consistent à diviser une masse métallique par un moyen approprié. Ces techniques sont essentiellement basées sur l'énergie de choc ou sur la coupe par un outil plus dur que le métal coupé : par exemple l'usinage. Cependant, pour la désintégration énergétique, le matériau doit être fragile, alors que pour l'usinage, il doit être ductile. Ici, seulement les procédés basés sur la pulvérisation énergétique de choc sont décrits [1].

I.2. LE BROYAGE

Le broyage mécanique a une grande importance dans l'industrie des poudres. C'est en fait la principale technique pour la fabrication de poudres de métaux durs et d'oxydes. La production de comprimés obtenus à partir de poudres produites par réduction suivie d'un broyage, par atomisation ou par électrolyse est également une opération très classique. Le broyage est principalement utilisé pour la fabrication de poudres de matériaux naturellement durs et/ou fragilisés chimiquement. Cependant, il est également employé pour certains métaux réactifs comme le béryllium, voire pour la production de paillettes de certains métaux ductiles.

L'intérêt pour le broyage est aujourd'hui réactivé par la demande croissante de poudres métalliques plus fines que celles produites par atomisation. Cependant, le broyage ne se limite pas à la réduction de la taille des particules. En fonction des conditions de broyage et des matériaux, il peut également permettre d'augmenter la taille des particules (par colmatage), de modifier leur morphologie ou de provoquer leur agglomération. Il peut être utilisé pour modifier les propriétés d'un matériau comme la densité, la coulabilité, et la dureté par écrouissage. Le broyage permet également de réaliser le mélange simple de deux ou plusieurs métaux, le mélange à une échelle très fine ou même la fabrication d'alliages à l'état

solide (mécano synthèse). Il peut permettre la fabrication de phases or équilibre telles que des alliages amorphes, des solutions solides étendues et des structures nanocristallines [1].

L'opération de broyage est une conjonction de plusieurs phénomènes (fracturation, déformation et soudage à froid des particules) dont l'importance relative dépend des propriétés physiques et chimiques du matériau à broyer, du milieu dont le broyage est effectué (vide, gaz, liquide) et des conditions de broyage (outillage, vitesse, temps...etc.).

Pour les matériaux durs et fragiles, le phénomène prépondérant de pulvérisation est la fracturation avec peu de déformation des particules et peu d'agglomération par soudage. Pour les matériaux ductiles (moins durs ou mous), les trois phénomènes sont présents simultanément. Par conséquent, les poudres obtenues par broyage mécanique peuvent présenter des morphologies et des granulométries extrêmement variées. Bien que les poudres obtenues par broyage ont des tailles généralement inférieures à 150 μm , des particules beaucoup plus grossières peuvent être produites [1].

Un broyeur peut être décrit simplement comme une enceinte fermée contenant des éléments broyants (généralement des billes d'acier, des galets ou des outils tournants) animés d'un mouvement de rotation ou de vibration. Le mouvement des éléments broyants et de la charge de poudre diffère d'un broyeur à un autre. Il est fonction de la cinématique des billes prise individuellement, des mouvements de masses, de l'importance relative de l'impact, du cisaillement, de l'attrition et de la compression appliquée sur les particules de poudres [1].

I.3. LES DIFFERENTS TYPES DE BROYEURS

I.3.1. Broyeurs à tambour tournant ou broyeurs à boulets

Ces broyeurs sont des tambours cylindriques tournants autour d'un axe horizontal comme le montre la figure I.1. Le mouvement des billes à l'intérieure de l'enceinte dépend de la vitesse de rotation (généralement quelque dizaine de tour/minute). Elles peuvent soit rouler en rangées parallèles le long de la paroi en écrasant la poudre contre celle-ci, soit tomber en chute libre sur les autres billes et les particules au fons du tambour. Des arrêtes peuvent être placées à l'intérieur de la cuve pour favoriser l'entraînement des billes et de la poudre. Les billes ont généralement un diamètre de 6 à 25mm pour un diamètre de broyeur compris entre 1,2 et 1,8m. Les durées de broyage sont plus longues que dans un attriteur ou un broyeur vibrant, la productivité est nettement supérieure. Ces broyeurs sont habituellement utilisés pour broyer les métaux, en utilisant un adjuvant destiné à empêcher l'agglomération par soudage et limiter l'oxydation [2].

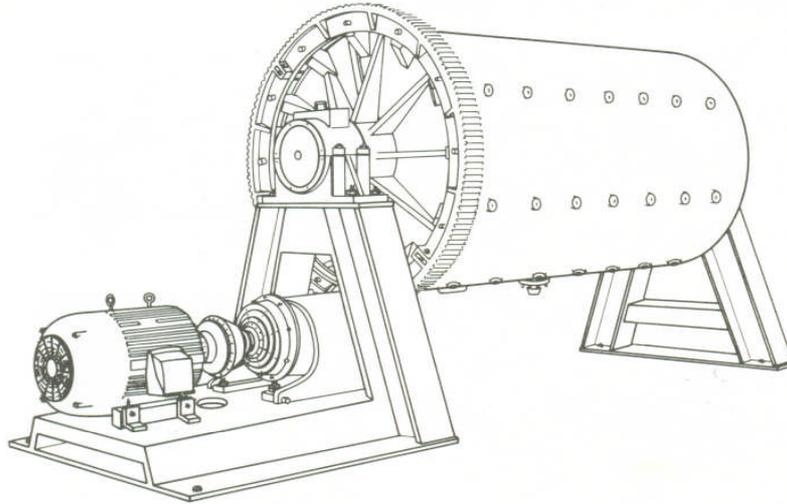


Figure I.1. Broyage à tambour tournant [2].

I.3.2. Les broyeurs vibrants

Ils se présentent le plus souvent sous la forme d'un cylindre à axe horizontal animé d'un mouvement vibratoire. Les mouvements des billes et des particules de poudre dépendent de nombreux facteurs, dont la fréquence et l'amplitude de vibration, et la courbure des parois de l'enceinte. Les forces d'impact dépendent également de la masse des éléments broyants. Un broyage très énergétique peut être obtenu en utilisant des fréquences élevées et des amplitudes faibles. Les billes utilisées sont généralement plus petites que dans un broyeur à tambour. Ces broyeurs très énergétiques sont très efficaces pour produire des alliages à l'état solide et des métaux renforcés par dispersion d'oxydes [1].

I.3.3. Les broyeurs attriteurs

Les broyeurs de ce type sont constitués d'une cuve cylindrique verticale munie d'un arbre à l'intérieur tournant verticalement, et sur lequel sont fixés des bras horizontaux entraînant le mélange des charges broyantes (billes) et broyées (matériaux à moudre) . La figure I.2 montre la machine. Le principe de fonctionnement réside dans le frottement (attrition) que provoque le mouvement relatif entre les charges broyantes et broyées. La cinétique de broyage dans les attriteurs est nettement plus grande (60 à 400 tr/min) que dans les broyeurs à tambour. Les attriteurs sont généralement utilisés pour dissocier les matériaux durs comme les céramiques, les carbures ou les métaux endurcis. Les attriteurs sont plus efficaces que les broyeurs tournants ou vibrants. Dans des mélanges de carbure de tungstène et de cobalt utilisé pour la fabrication d'outils coupants, ils permettent d'obtenir rapidement une poudre très fine ($< 1\mu\text{m}$) avec une excellente répartition du cobalt. Ces broyeurs peuvent

aussi être utilisés pour broyer des poudres métalliques sous atmosphère inerte. Par exemple : pour réaliser la mécanosynthèse, mais ils sont dans ce cas nettement moins intéressants du point de vue économique que les gros broyeurs tournants ou vibrants [2].

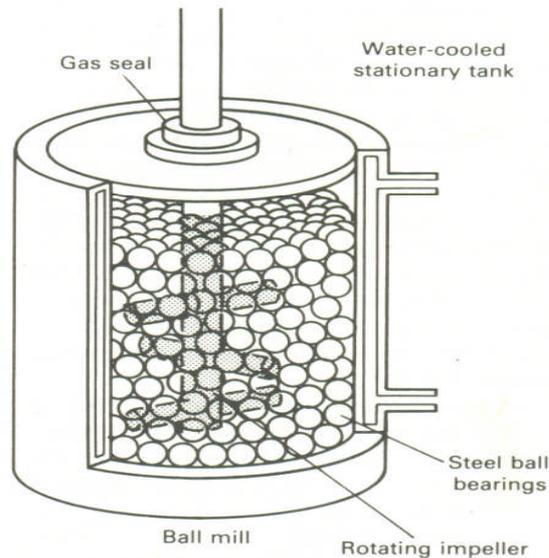


Figure I.2. Broyeur attriteur [2].

I.3.4. Autres techniques basées sur le choc

I.3.4.1. Le procédé coldstream

Dans ce procédé, le matériau à pulvériser est entraîné par un jet de gaz puis projeté à grande vitesse sur une cible fixe. La poudre obtenue est tamisée et les particules grossières sont réintroduites dans l'enceinte pour subir un nouvel impact sur la cible. La détente adiabatique des gaz à la sortie de la buse créant un effet de refroidissement très important des particules, participe à fragiliser davantage celles-ci, améliorant ainsi d'une façon significative le rendement du broyeur. Le procédé opère à une température nettement inférieure à celle ambiante. Ce procédé est utilisé pour pulvériser des matériaux durs, abrasifs, et coûteux comme les carbures de tungstène, les alliages de tungstène, le molybdène, les aciers à outils, le béryllium...etc. Il permet de transformer une poudre grossière en une poudre fine de taille inférieure à un micron. Les avantages de ce procédé sont : la simplicité, le faible coût d'utilisation et la basse température qui limite l'oxydation. Pour des matériaux plus classiques, l'utilisation de ce procédé peut être justifiée pour la production de poudres plus fines que celle commercialement disponibles en partant de poudres atomisées. La figure I.3 ci-dessous montre le principe du procédé [2].

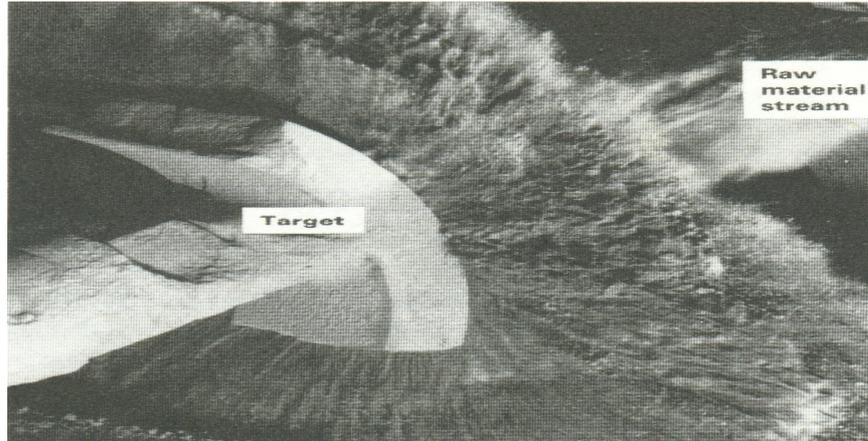


Figure I.3. Principe du procédé coldstream [2].

I.3.4.2. Broyeurs à marteau et à barreaux

Ces broyeurs sont utilisés dans l'industrie de la métallurgie des poudres pour broyer de grosses particules spongieuses (dites frittées), qui sont des particules de poudres intermédiaires, obtenues lors de la production des poudres métalliques par réduction d'oxydes métalliques. Les broyeurs à marteau et barreau, permettent de broyer jusqu'à une taille d'environ 150 à 200 μm tout en limitant l'écrouissage et l'agglomération, ce qui est favorable pour conserver une bonne compressibilité et une tenue à cru élevée des poudres [1].

I.4. LA MECANOSYNTHESE

La mécanosynthèse a été développée au début des années 1960 aux Etats-unis, pour combiner les avantages de durcissement par précipitation, et du renforcement par dispersion d'oxydes pour les superalliages à base de fer et de nickel. Cette technique consiste en un broyage très énergétique de poudres métalliques, mélangées éventuellement avec des poudres de céramiques dans le but de produire une poudre alliée ou composite. Les poudres de départ peuvent être des métaux purs, des alliages mères, des poudres pré alliées ou même des composés. La granulométrie des poudres initiales n'est pas un paramètre critique.

Les différents types de broyeurs décrits précédemment, peuvent être utilisés pour la mécanosynthèse (broyeurs à boulets, broyeurs vibrants, attriteur, broyeurs planétaires). Les fabrications industrielles sont réalisées dans de très gros broyeurs, en particulier des broyeurs à tambour tournant dont la capacité peut atteindre 1500 kg de poudre. Lors de la mécanosynthèse, les particules de poudre écrasées entre deux billes ou entre une bille et la paroi du broyeur, sont déformées et fracturées, ce qui met à nu des surfaces métalliques propres favorisant le soudage des grains entre eux lors des chocs ultérieurs. Ceci entraîne

l'apparition d'une structure très particulière constituée de lamelles successives des différents éléments de départ. Avec l'avancement du broyage, cette structure lamellaire est progressivement affinée jusqu'à ne plus être discernable au microscope optique comme le montre la succession de micrographies optiques montrées en figure I.4 ci-dessous. A ce stade, le grain métallurgique a une taille de l'ordre de quelques nanomètres [1].

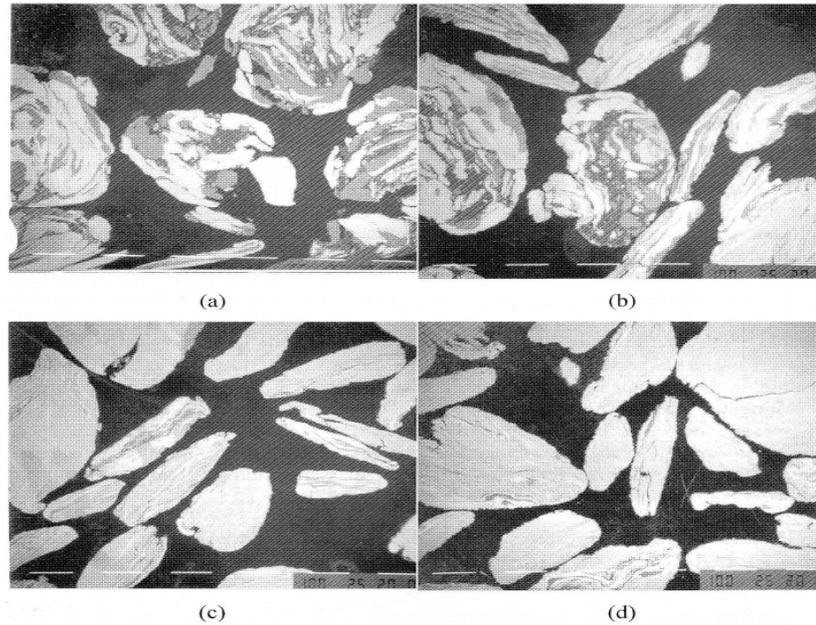


Figure I.4. Mécanosynthèse d'un alliage Nb-Ti-Mo-Zr :

Evolution de la microstructure en fonction du temps de broyage
(a) 1 heure, (b) 10 heures, (c) 40 heures, (d) 80 heures [1].

Pour que l'opération de mécanosynthèse se déroule correctement, un équilibre entre fracturation et resoudage est nécessaire. Si les poudres sont trop ductiles ou trop fragiles, cet équilibre entre les différentes étapes n'a pas lieu. Dans le cas des poudres ductiles qui ont une tendance excessive au soudage (entre elles ou sur les éléments du broyeur), un adjuvant de broyage est souvent ajouté en faible quantité (1 à 4 % en poids) à la charge de poudre initiale. Cet adjuvant, en s'adsorbant à la surface des particules de poudre, minimise le soudage à froid entre particules et évite l'agglomération. Les adjuvants les plus couramment utilisés sont des composés organiques (acide stérique hexane, acide oxalique, méthanol...etc.). En générale, ces adjuvants se décomposent pendant le broyage et réagissent avec la poudre pour former des composés (principalement des carbures et des oxydes) qui sont ensuite dispersés dans les particules de poudre. Habituellement, ces composés ne sont pas gênants, car ils contribuent au renforcement du matériau. Cependant, pour produire un alliage de haute pureté, l'utilisation d'un adjuvant doit être évitée [1].

Le soudage à froid entre particules et sur les éléments du broyeur peut également être limité par un broyage en présence d'air ou à température cryogénique négative (froid). Pour certains matériaux, un broyage sous atmosphère d'hydrogène permet également la fragilisation et empêche le colmatage. Dans le cas d'un mélange de poudres ductiles et fragiles, le broyage conduit généralement à la création d'une dispersion très fine et homogène de la phase fragile dans la phase ductile. Ceci représente le cas de la fabrication d'alliages à base de fer ou nickel renforcés par dispersion d'oxydes (généralement Y_2O_3), qui est la principale application industrielle de la mécanosynthèse. La figure I.5 montre une structure typique d'un alliage obtenu par mécanosynthèse. Les alliages ainsi obtenus sont connus sous le nom d'alliages ODS (*Oxyde Dispersion Strengthened*). La dispersion homogène de particules très fines d'oxydes (20-30 nm) confère à ces matériaux des propriétés extrêmement élevées de résistance au fluage à haute température. Il est également possible de disperser d'autres types de composés durcissants (carbures, nitrures...etc.) [1].

D'autres applications intéressantes de la mécanosynthèse sont étudiées en laboratoire. Il a ainsi été montré que la technique peut permettre :

- D'allier des éléments difficiles à allier,
- D'étendre des limites de solubilité,
- D'affiner la taille de grains métallurgiques jusqu'à une taille nanométrique,
- De synthétiser de nouvelles phases cristallines ou quasi cristallines,
- De développer des phases amorphes,
- De désordonner des alliages intermétalliques ordonnés,
- D'induire des réactions chimiques à basses températures.

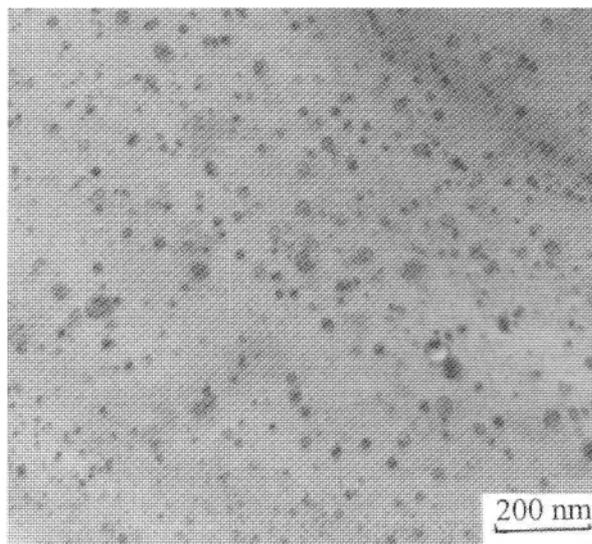


Figure I.5. Microstructure typique d'un alliage obtenu par mécanosynthèse à base de fer et de nickel [1].

I.5. PARAMETRES DE BROYAGE ET CARACTERISTIQUES DES POUDRES

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

Les forces d'impact sont désirables pour les processus de déformation des poudres métalliques. La figure I.6 montre le changement de largeur du flocon de poudre de fer en fonction du temps de broyage à vibration de boulets. L'attrition est la plus effective des forces, lors du broyage fin des matériaux à la fois durs et ductiles, et des alliages mécaniques. Pour la plupart des broyeurs à boulets, les particules sont soumises à la fois à l'attrition et à l'impact. Lorsque les forces sont hautement énergétiques, on peut avoir des soudures froides entre les particules de poudre et les parois de la chambre du broyeur. La force d'impact est directement proportionnelle à la masse du milieu broyant. Par conséquent, le nombre de processus et de forces qui agissent sur les particules est une fonction directe du diamètre effectif et de la masse des corps broyants.

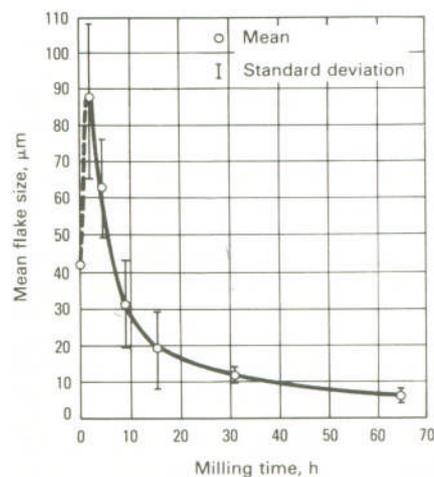


Figure I.6. Relation entre la taille des flocons et le temps de broyage pour un fer électrolytique broyé dans le broyeur à vibration de boulets Megapact [2].

Les valeurs réelles des forces de collision diffèrent largement des valeurs théoriques à cause du mouvement complexe du milieu et la variation de vitesse, de la longueur du chemin et des trajectoires des corps individuels de broyage. La viscosité du fluide influe aussi sur le taux de collision dans le cas d'un broyage humide. Généralement la taille et la densité du milieu broyant sont déterminées par la déformation, et la résistance à la fracture est uniquement un critère de sélection.

Les milieux broyant, gros et dense, sont utilisés pour des particules plus grosses et plus robustes, alors que les milieux de diamètres plus petits sont utilisés pour le broyage fin. Par exemple, les baguettes de céramique ayant un diamètre de 16mm et une densité de 3.9g/cm^3 peuvent être utilisées pour réduire la grosseur des flocons minces des métaux vers des flocons très fins. Les éléments de broyage de petite taille ne peuvent effectivement être utilisés dans le broyage conventionnel à boulets à cause de la faiblesse de leur force d'impact. Pour le broyage fin des matériaux durs, des milieux broyants en carbures de tungstène sont recommandés.

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

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

Ainsi, selon le processus dominant durant l'opération de broyage (fracture, soudure, ou micro forgeage) la particule peut :

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

Pour les métaux, le changement dans les mesures de la surface et de la taille des particules ne fournit pas un critère significatif pour comparer les effets du changement dans les paramètres du processus, la dominance des processus et les équipements de broyage. Un critère plus utilisé pour déterminer le processus de broyage est celui qui reflète les changements structuraux et physiques qui se produisent dans le métal et qui est sensible aux changements des paramètres des processus. La mesure de la micro-dureté des particules individuelles, assez larges pour contenir l'empreinte de la plus petite pyramide de dureté à tête en diamant, donne une mesure convenable de l'effet du broyage sur les poudres métalliques. Parce que la dureté est la mesure d'un travail à froid et des défauts internes produits par la déformation, elle renseigne mieux sur les efforts subies par les particules durant le broyage. Comme le montre la figure I.7, la mesure de la dureté est significative jusqu'à un temps de broyage approprié à un maximum de travail à froid produit.

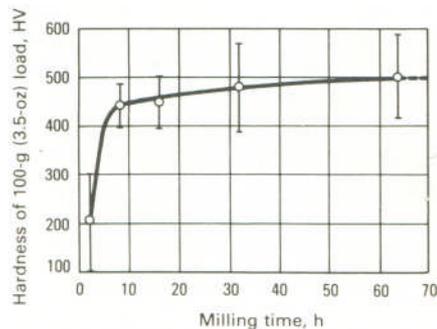


Figure I.7. Effet du temps de broyage sur la micro dureté du nickel 123 [2].

Par ailleurs, l'espacement des raies de diffraction aux rayons X est sensible à l'importance du travail à froid et à l'affinement de la structure cristalline qui résulte d'un travail à froid, poursuivi au-delà du niveau de saturation. La variation des taux de déformation des poudres produites par un ensemble de paramètre de broyage donné, est illustrée au moyen de la relation entre l'écartement des raies de diffraction et les temps de broyage, Comme le montre la figure I.8.

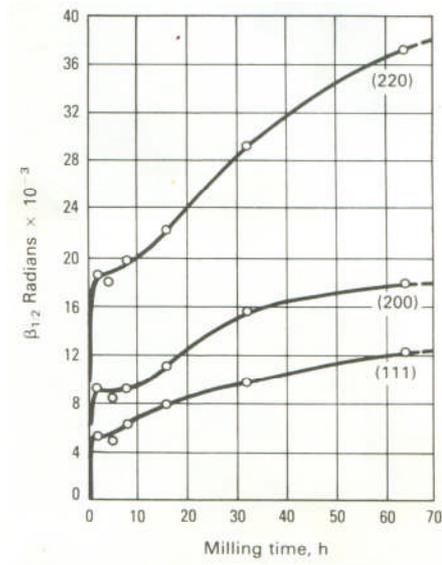
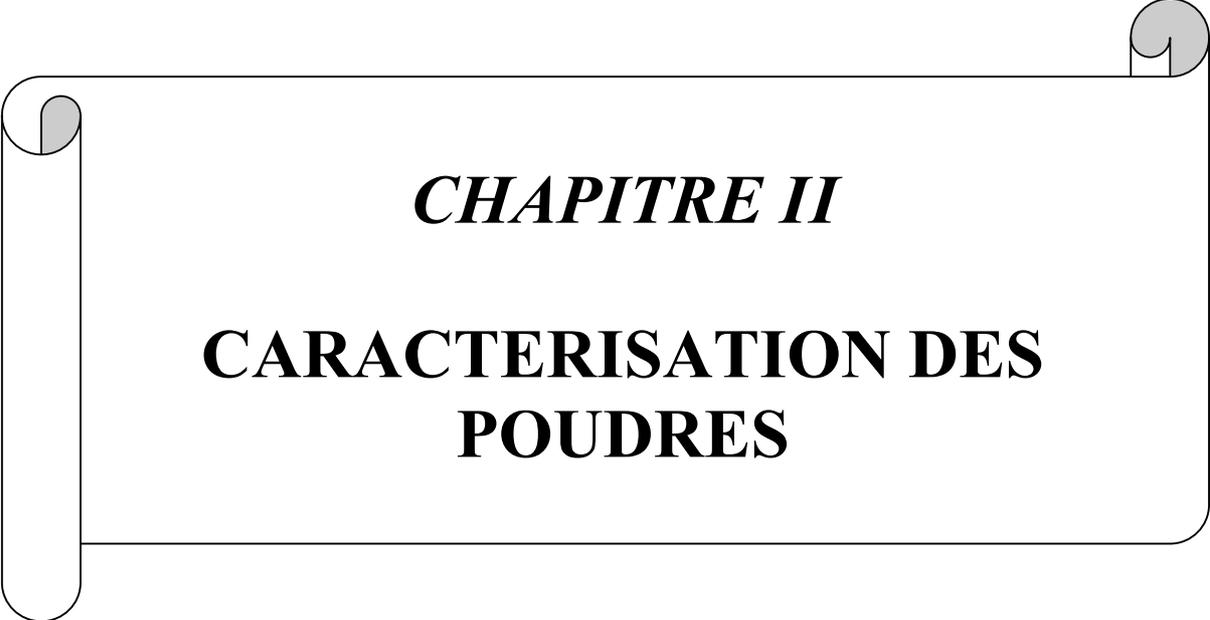


Figure I.8. Relation entre l'espace des raies de diffraction et le temps de broyage à vibration pour une poudre de nickel 123 [2].



CHAPITRE II

**CARACTERISATION DES
POUDRES**



CARACTERISATION DES POUDRES

II.1. INTRODUCTION

La caractérisation des poudres est une opération qui consiste à déterminer toutes les caractéristiques apparentes et cachées d'une masse de poudre. Les principales caractéristiques à déterminer sont : la morphologie (taille et forme), la coulabilité, les densités apparente et tassée, la surface spécifique, la rugosité de surface, la distribution de tailles...etc. Ces caractéristiques sont souvent normalisées, et peuvent être utilisées pour classer les poudres selon leur utilisation dans l'industrie. Ainsi, d'autres propriétés comme la compressibilité, et la frittabilité sont toutes influencées par la forme et la taille des particules, ce qui nécessite une caractérisation profonde et détaillée de la poudre. Voici ci-dessous quelques méthodes de caractérisation de la taille.

II.2. TECHNIQUES DE CARACTERISATIONS DE LA TAILLE

II.2.1. La technique de tamisage

L'analyse de la taille des particules à l'aide d'une série de tamis est rapide et très simple à réaliser. La méthode est convenable surtout pour des particules de taille supérieur à 30 μm . Généralement, la poudre est placée au dessus d'une série de tamis dont la taille des ouvertures diminue de haut en bas. Une vibration mécanique ou sonore permet la séparation de la poudre en plusieurs fractions. Cette technique de classification peut servir pour la séparation des différentes fractions granulométriques de la poudre qui peuvent être pesées séparément. Pour le cas de la métallurgie des poudres, des tamis standards sont placés par ordre décroissant dont les tailles d'ouvertures carrées peuvent être: 425, 315, 160, 106, 53, 38 et 20 μm . Des ouvertures inférieures à 20 μm ne sont pas disponibles sur le marché. Les tamis sont posés sur un générateur de vibrations pouvant atteindre 140 coups mn^{-1} et tournant jusqu'à 160 tours mn^{-1} [3].

II.2.2. La technique de sédimentation

Cette méthode permet de déterminer la taille des particules d'après leurs vitesses de précipitation au milieu d'un fluide. On pratique, la relation entre la taille et la vitesse de précipitation est une relation empirique. Les particules de poudre sont suspendues dans un fluide dont la densité est connue. Selon la loi de Stokes, la dynamique des fluides stipule qu'aux faibles vitesses, la force de frottement sur un corps sphérique se déplaçant à travers un fluide à vitesse constante, est proportionnelle aux produits de la vitesse, la viscosité du fluide et le rayon de la sphère. La sédimentation dans les liquides, permet de déterminer des tailles de particules allant jusqu'à 0.1 μm . La loi de Stokes est également une fonction de la vitesse de l'accélération ainsi que de la densité du fluide et de sa viscosité. Le paramètre de mesure est le volume. La formule de Stokes qui permet de déduire la taille des particules, est donnée comme suit [3] :

$$V = \frac{g(\rho - \rho_f)}{18\eta} \cdot X^2 \quad (2.1)$$

Où :

V : est la vitesse de précipitation des particules dans le fluide.

ρ : est la densité du matériau solide des particules.

ρ_f : est la densité du fluide utilisé.

g : est l'accélération de la pesanteur.

η : est la viscosité du fluide

X : est le diamètre des particules

II.2.3. La technique de microscopie optique

L'utilisation des microscopes optique et électronique à balayage couplés à l'analyse d'images permet de déterminer la distribution en tailles sur un échantillon de poudre représentatif. Cette technique peut être gênée par deux phénomènes: le phénomène de coïncidence (superposition) et le phénomène d'agglomération. Le paramètre de mesure peut être la surface projetée, le diamètre équivalent, la longueur maximale...etc [3].

II.2.4. La technique de conductivité électrique

Ici, la poudre est suspendue dans un fluide, lequel est traversé par un courant électrique. La conductivité électrique des particules de métal est liée directement à la surface spécifique de cette poudre. Sachant les courants à l'entrée et à la sortie [3].

II.2.5. La technique d'adsorption

Ici, un gaz est adsorbé par la poudre en mouvement seulement en surface. Sachant la différence de pression entre l'entrée et la sortie à travers une colonne de poudre [3].

II.2.6. La technique optique

Dans ce cas là, on utilise un faisceau de lumière qui traverse un nuage de poudres. La quantité de lumière à la sortie est proportionnelle à la surface projetée des particules [3].

II.2.7. La technique de diffraction des rayons-x

Cette technique est basée sur la mesure de la largeur du pic de diffraction à la mi-hauteur du spectre caractéristique. Plus la taille des particules est grande plus la largeur du pic est grande. Il est important de noter que la comparaison entre les différentes distributions obtenues par ces différentes techniques n'est valable que lorsque le paramètre de mesure est le même. Parfois, l'étendue de la mesure de ces techniques ne permet pas de couvrir toute l'étendue des tailles des particules de la poudre, ce qui nous ramène à l'utilisation de plusieurs techniques à la fois [4].



CHAPITRE III

LES ACIERS



LESACIERS

III.1. INTRODUCTION

Le fer est parmi les métaux les plus anciens et le plus abondant sur la planète terre. Ses méthodes d'extraction et d'utilisation sont pratiquées depuis des milliers d'années. Cependant, la production massive des aciers à grande échelle n'est développée qu'au dix-neuvième cycle. Les aciers au carbone ordinaire, représentent un taux de production mondiale de 90%, suivi des aciers faiblement alliés, des aciers fortement alliés (contenant jusqu'à 6% de chrome, nickel, etc.), des aciers inoxydables (contenant typiquement 18% de chrome et 8% de nickel) et des aciers à outils avec de fortes additions de chrome, molybdène, tungstène, vanadium, et cobalt...etc.).

Nous connaissons déjà presque tout, au sujet des transformations qui ont lieu dans ces aciers et les microstructures qui en résultent. Dans ce chapitre nous réunissons toutes les informations nécessaires relatives aux traitements et la structure, pour montrer comment les instrumentaliser pour déterminer les propriétés mécaniques des aciers.

Le carbone est l'élément le plus efficace pour durcir le fer. L'addition du carbone dans un acier varie entre 0.04 à 4% en poids. La teneur en carbone dans un acier permet de classer celui-ci en acier à bas, moyen, ou haut carbone. Une teneur en carbone supérieure à 4 % donnera un autre alliage connu sous le nom de fonte [5].

Les propriétés mécaniques dépendent de la teneur en carbone et du type de traitement thermique qu'a subi l'acier. Les aciers et les fontes peuvent être employés dans plusieurs applications.

III.2. LES ACIERS AU CARBONE

III.2.1. Evolution de la microstructure durant le refroidissement lent (normalisation)

Un chauffage à une température élevée, suivi d'un refroidissement lent jusqu'à la température ambiante, est un traitement de normalisation. La microstructure à la température ambiante devrait être près de l'équilibre, et peut être reconnue par le diagramme d'équilibre Fe-C pour un acier de nuance donnée comme le montre la figure III.1. Le tableau III.1 énumère les phases dans le diagramme Fe-Fe₃C et le tableau III.2 donne les détails sur la composition de l'eutectique et de l'eutectoïde ainsi que leurs structures pendant le refroidissement [5].

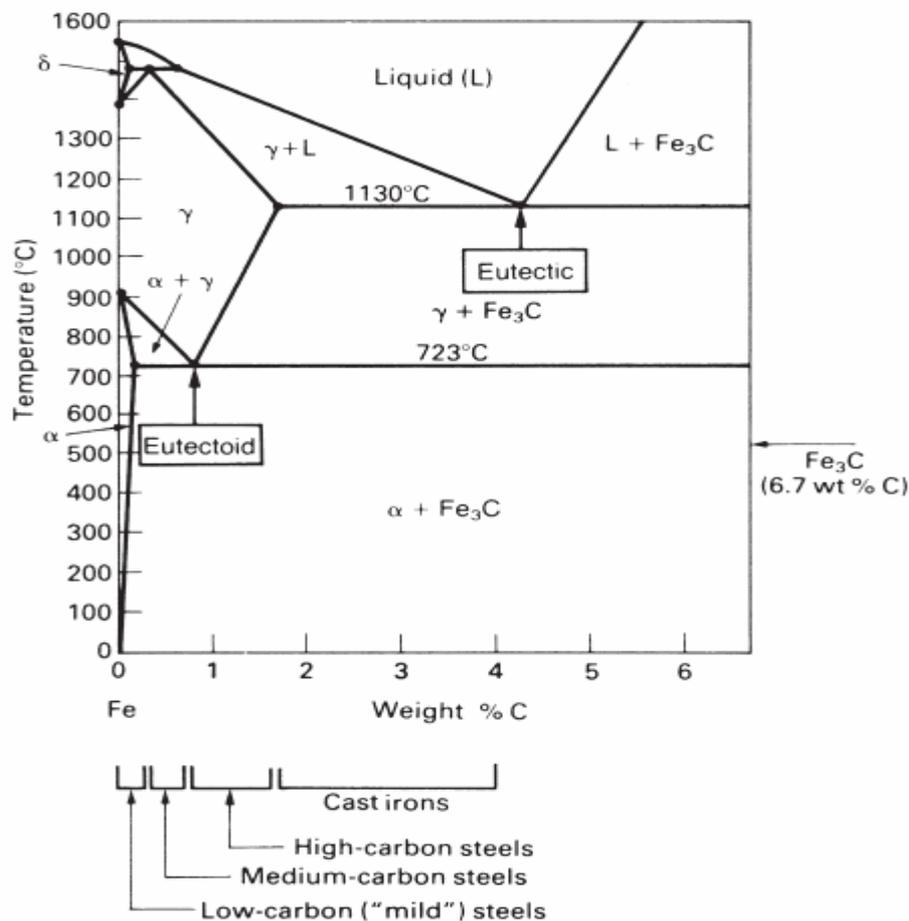


Figure III.1. Les différentes phases en présence dans le diagramme Fe-C (L, α, γ, δ, Fe₃C) [5].

Phase	Structure atomique	Description
Liquide	—	La solution liquide de C dans le fer.
δ	CC	la substitution de la solution solide de C dans le fer CC. La limite de solubilité du C est 0,08 % en poids à 1492 °C. Le fer δ est Polymorphe stable entre 1391 et 1536°C.
γ (austénite)	CFC	C'est une solution solide de C dans le fer γ (CFC). La limite de solubilité du C est 1.7% C en poids à 1130°C. Le fer γ est polymorphe stable entre 914 et 1391°C.
α (ferrite)	CC	C'est une solution solide de C dans le fer α (CC). La limite de solubilité du C est 0.035% C en poids à 723°C. Le fer α est polymorphe stable au dessous de 914C.
Fe ₃ C (cémentite)	Complexe	Composition chimique dure et ductile du fer et carbone (6.7%C en poids).

Tableau III.1. Les différentes phases dans le système Fe-Fe₃C [5].

Nom de structure	Description et commentaire
Perlite	La structure eutectoïde est composée de lamelles alternatives de α et Fe ₃ C, produites quand le fer γ contient 0.80% de C en poids puis refroidit au dessous de 723°C. La germination se produit aux joints de grains. On l'obtient aux aciers à bas, moyen et haut carbone. La perlite n'est pas proprement une phase, mais c'est une mixture entre deux phases α et Fe ₃ C dont les proportions sont de 88.5% de ferrite et 11,5% de cémentite Fe ₃ C. Puisque les grains sont des monocristaux, il serait donc incorrect de dire que la perlite est formée de grains mais plutôt de nodules.
Lédeburite	La structure eutectique est composée de plates alternatives de γ et de Fe ₃ C produites quand le liquide contenant 4,3 %C en poids, est refroidi au-dessous de 1130°C. Encore pas une phase, la lédeburite se produit seulement pendant la solidification des fontes. L'austénite dans la lédeburite se transformera en α + Fe ₃ C à 723°C.

Tableau III.2. La composition des structures durant le refroidissement lent des alliages Fe-C [5].

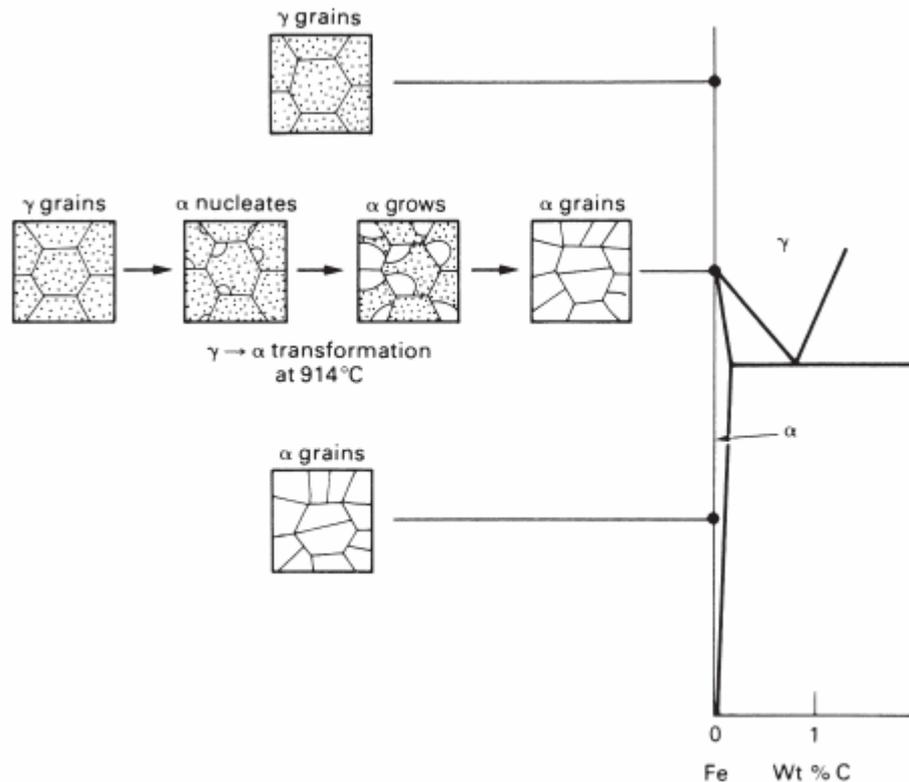


Figure III.2. Evolution structurale du fer pur chauffé à haute température, suivie d'un refroidissement lent [5].

Les figures III.2 à III.7 montrent comment la microstructure d'un acier à la température ambiante dépend de la teneur en C.

- quand le fer γ à faible carbone est refroidi au dessous de 914°C , la germination de ferrite apparaît au niveau des joints de grains de l'austénite et la microstructure se transforme en ferrite comme le montre la figure III.2 ci-dessus.
- Quand on refroidit l'acier eutectoïd (0.80% C en poids) au dessous de 723°C , les nodules de perlite germent aux niveau des joints de grains de l'austénite comme le montre la figure III.3 et la microstructure se transforme en perlite. Si l'acier contient moins de 0.80%C (acier hypoeutectoïd), une partie de l'austénite commence à se transformer en ferrite dès qu'on atteint 914°C donnant un mélange de $(\alpha + \gamma)$ tandis que l'autre partie de l'austénite se transformera plus tard au dessous de 723°C en cémentite. La germination de la ferrite dans les joints de grains de l'austénite se développe quand l'acier est refroidi au dessous de A_3 [5].

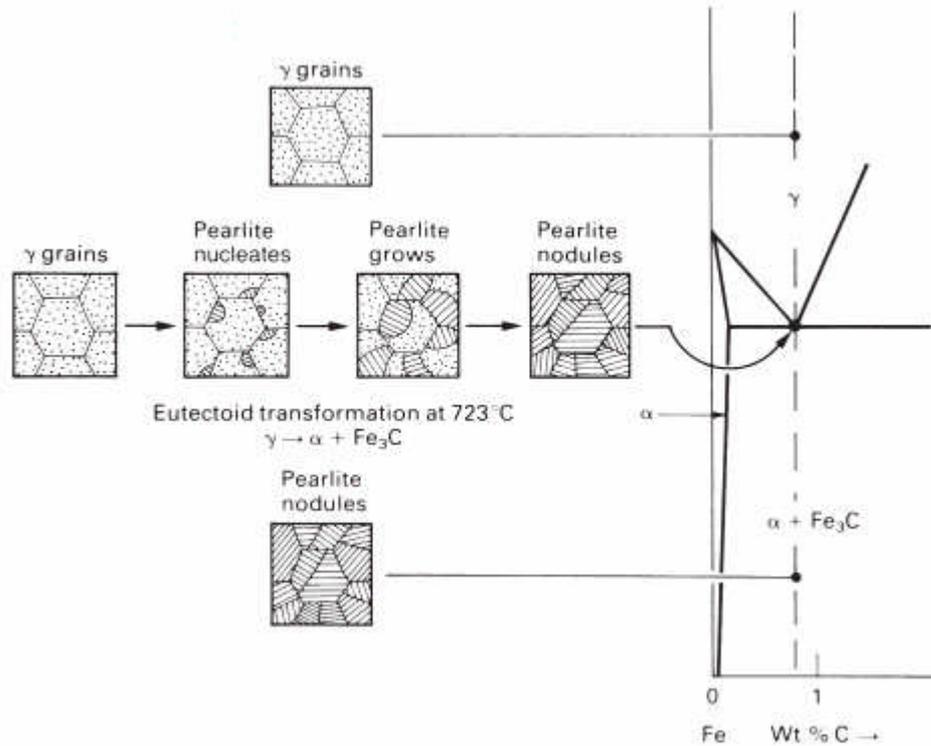


Figure III.3. Microstructure de l'acier eutectoïd chauffé à haute température puis refroidit lentement [5].

Un point de détail : quand la perlite est refroidit jusqu'à la température ambiante, sa concentration en carbone diminue légèrement. Le carbone en excès réagit avec du fer aux interfaces de α - Fe_3C pour former plus de lamelles de Fe_3C , en dehors et sur les surfaces des lamelles déjà existantes de Fe_3C qui deviennent ainsi très légèrement plus épaisses. La composition de Fe_3C est naturellement indépendante de la température [5].

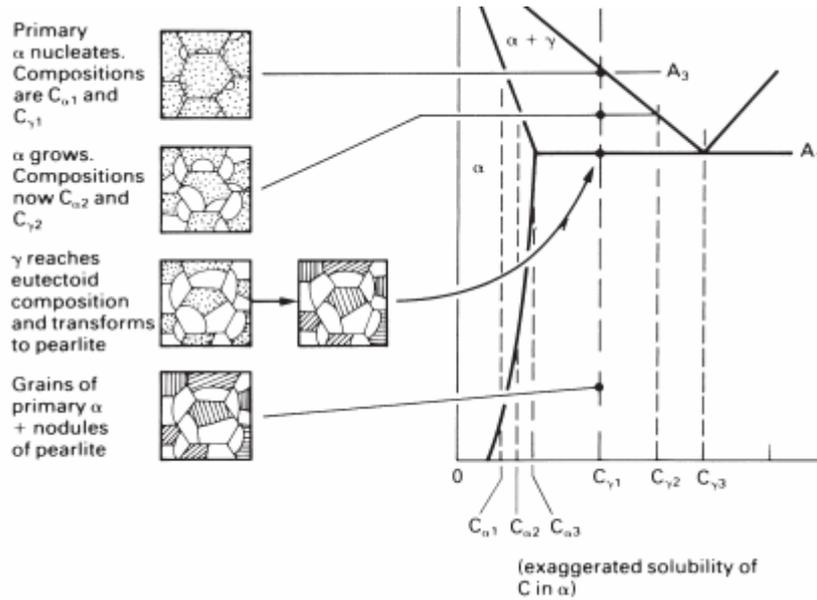


Figure III.4. Microstructure d'un acier hypoeutectoïde chauffé puis refroidit lentement [5].

Le point A_3 est une bande standard pour la température de la première apparition de la ferrite (α), et A_1 pour l'eutectoïde. L'acier hypoeutectoïde contient moins de carbone comparé à l'acier eutectoïde. La figure III.4 ci-dessus montre l'évolution structurale de l'acier lorsque l'austénite contenant moins de 0,8% C se décompose au refroidissement lent.

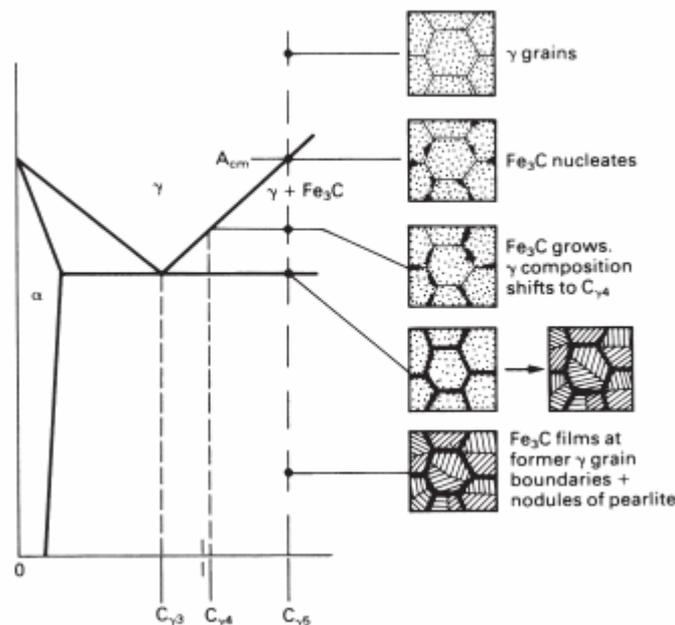


Figure III.5. Microstructure d'un acier hyper eutectoïde chauffé puis refroidit lentement [5].

Le point AC_m est une bande de température pour la première apparition de la cémentite Fe_3C . L'acier hyper eutectoïde contient évidemment plus de carbone par rapport à l'acier eutectoïde. La figure III.5 ci-dessus montre les phases en présence lors de la décomposition de l'austénite pendant un refroidissement lent de l'acier hyper eutectoïde.

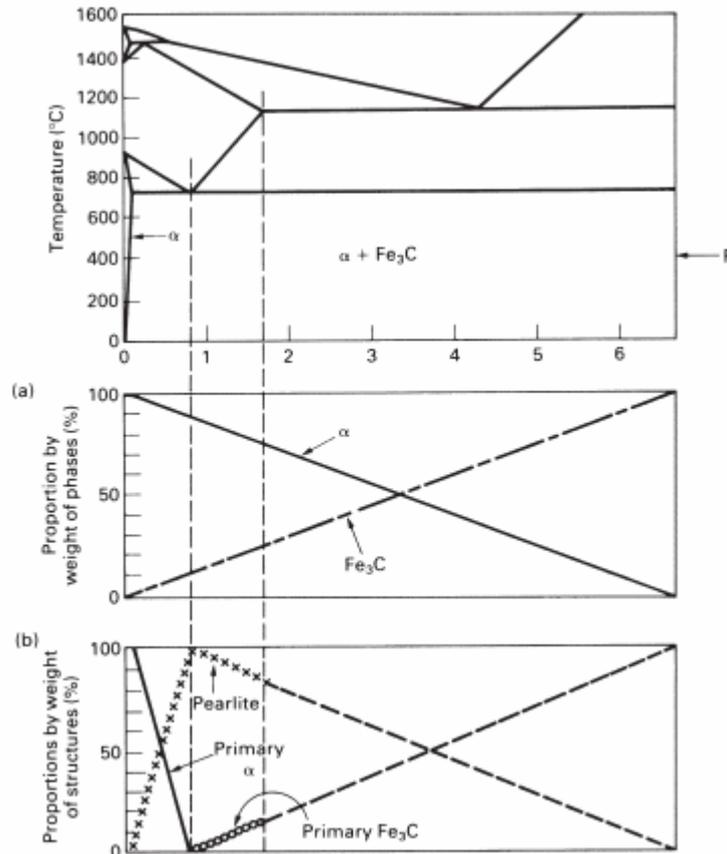


Figure III.6. Proportions de phases dans les aciers au carbone lors du refroidissement lent jusqu'à la température ambiante, pour les différentes teneurs en carbone [5].

Au point A_1 , le reste de l'austénite (dans le cas d'une composition eutectoïde) se transformera en général en perlite, et en (α + perlite) à la température ambiante. Si l'acier contient plus de 0.8% C en poids (aciers hypereutectoïdes) la structure de l'acier sera composée de ferrite et de cémentite Fe_3C (perlite) à la température ambiante. Ces différentes structures ainsi que leur proportions comme fonction de la teneur en carbone sont récapitulées dans la figure .III.6 ci-dessus [5].

III.2.2. Propriétés mécaniques d'un acier normalisé

La Figure.III.7 montre comment certaines propriétés mécaniques des aciers au carbone normalisé, changent avec la teneur en carbone. La résistance à la traction augmente linéairement avec la teneur en carbone. La structure responsable de cette augmentation de résistance est probablement la cémentite (Fe_3C) plus dure que toutes les phases en présence. A l'opposé, la ductilité décroît quand la teneur en carbone augmente comme le montre la même figure. La phase responsable de cette diminution est probablement la ferrite qui est généralement la moins dure que toutes les phases en présence (100 HB) [5].

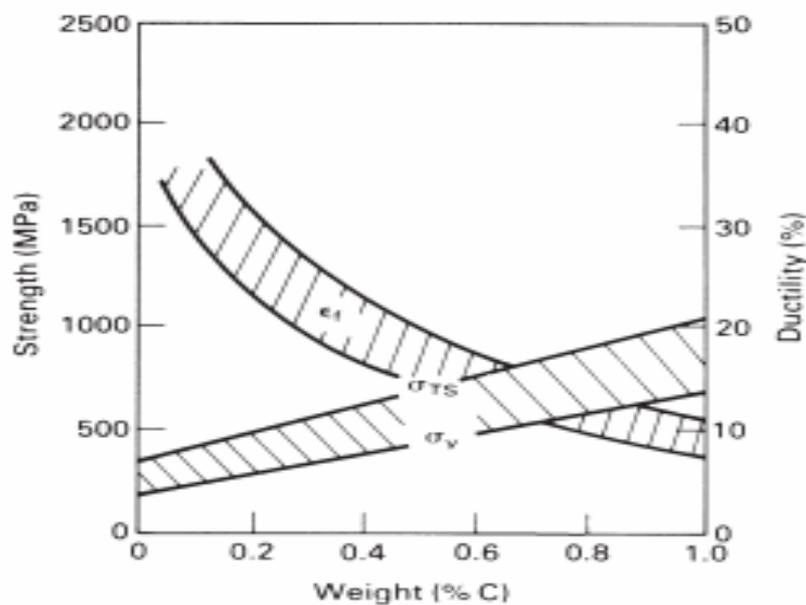


Figure III.7. Relation entre certaines propriétés mécaniques (résistance et ductilité) pour un acier au carbone normalisé [5].

A decorative border resembling a scroll, with a vertical strip on the left and rounded corners on the right, framing the text.

CHAPITRE IV

**TRAITEMENTS THERMIQUES
DES ACIERS**

TRAITEMENTS THERMIQUES DESACIERS

IV.1. L'AUSTENITISATION

L'austénitisation a pour objectif de mettre en solution le carbone et, éventuellement, les éléments d'alliage précipités sous forme de carbures. Pour ce faire, il est nécessaire de se placer dans les conditions où le carbone est soluble dans le fer c'est-à-dire de provoquer, par chauffage, la transformation du fer α en fer γ . Rappelons que l'examen des diagrammes d'équilibres, montre que les carbures précipités après solidification ou formage à chaud peuvent être de la cémentite (dans les aciers non alliés), de la cémentite substituée (dans les aciers peu alliés) ou être formés à partir d'éléments carburigènes (dans les aciers alliés) et qu'alors leurs conditions de mise en solution sont généralement fort différentes.

Dans le cadre des traitements thermiques en volume, l'austénitisation comporte deux étapes :

- un chauffage jusqu'à la température dite température d'austénitisation (et, de manière incorrecte, température de trempe) ;
- un maintien à cette température.

Les conditions dans lesquelles ces deux opérations doivent être réalisées peuvent être définies à l'aide des diagrammes de transformation, mais ici ce sont surtout ces diagrammes tracés en conditions isothermes qui sont utilisés puisque nous n'envisageons pas le cas des traitements thermiques avec chauffage superficiel.

La température d'austénitisation doit être choisie de telle sorte qu'après le maintien, non seulement le carbone nécessaire au durcissement soit en solution, mais aussi que cet élément d'alliage soit bien réparti dans l'austénite afin que puisse être acquis un durcissement homogène. Ce résultat peut être obtenu, si la température d'austénitisation est supérieure à Ac_3 tout en ne s'élevant pas trop pour éviter le risque de grossissement inutile des grains d'austénite [6].

IV.2. LE TRAITEMENT D'HOMOGENEISATION

Appelé aussi recuit d'homogénéisation, ce traitement est destiné à réduire plus ou moins les hétérogénéités de composition chimique engendrées par le processus de solidification. On sait, qu'un alliage brut de solidification ou peu corroyé n'a pas, en général, une composition chimique uniforme. Celle-ci fluctue localement avec les ségrégations apparues pendant la solidification.

Pour réduire ces hétérogénéités, on fait intervenir la diffusion en portant l'acier à haute température (en général au-dessus de 1100 °C), et en le maintenant à cette température pendant un temps nécessaire pour obtenir la dissolution totale et le résultat souhaité.

Ce traitement d'homogénéisation ne doit pas être confondu avec le traitement de diffusion, dont l'objet est de provoquer la diffusion dans l'épaisseur d'une pièce, d'éléments préalablement introduits dans la couche superficielle au cours d'un traitement thermochimique [7].

IV.3. LA TREMPE

Rappelons que, pour les aciers considérés ici, la trempe a pour objet d'empêcher la précipitation du carbone au cours du retour depuis la température d'austénitisation jusqu'à la température ambiante, et cela dans la plus grande partie possible de la section de la pièce trempée. La phase obtenue après une trempe d'un acier au carbone est appelée : martensite. Pour des raisons économiques, on admet qu'une certaine proportion de bainite puisse se substituer à la martensite dans la mesure où le revenu après la trempe est réalisé à une température supérieure à 500°C.

Pour un acier donné, les deux facteurs qui vont conditionner le résultat de la trempe sont :

- la trempabilité de l'acier dans les conditions d'austénitisation adoptées;
- les conditions de refroidissement de l'austénite [6].

IV.3.1. Les différents types de trempe

IV.3.1.1. La trempe à l'eau

L'eau constitue le milieu de refroidissement le moins cher qui permette, dans la pratique de tous les jours, de réaliser les refroidissements les plus énergiques. Toutefois, il faut noter qu'au cours d'une trempe à l'eau la vitesse de refroidissement n'est pas constante et qu'elle est maximale lorsque la température de surface de la pièce est voisine de 300°C. L'eau a l'avantage de faire éclater la calamine au début du refroidissement et donc de nettoyer la

surface et d'améliorer l'échange thermique. Si la température de l'eau s'élève, son pouvoir refroidissant diminue très sensiblement et la période de caléfaction est prolongée.

Ainsi donc, l'exécution d'une bonne trempe à l'eau exige le contrôle permanent :

- de la température de l'eau ;
- de l'agitation des pièces ;
- de la circulation de l'eau et de son renouvellement éventuel.

En revanche, il est possible de modifier volontairement le pouvoir refroidissant de l'eau en lui incorporant divers produits. Ainsi :

- On peut augmenter sa sévérité de trempe en mettant en solution des sels comme NaCl, ou CaCl₂, par exemple. Une telle addition présente l'avantage de décaler vers le haut la température de 500 à 600°C. La concentration de la solution doit être régulièrement contrôlée et il est nécessaire de prendre des mesures de nettoyage et de protection de la surface pour éviter la corrosion des pièces à leur sortie du bain de trempe.
- On également abaisser sa sévérité de trempe en lui ajoutant des polymères organiques dont la solubilité dans l'eau diminue quand la température s'élève.

L'emploi de ce procédé exige le respect des précautions suivantes :

1. Eviter l'échauffement du bain au-dessus de 40°C ;
2. Sortir les pièces du bain après refroidissement total afin de permettre la redissolution de l'additif pour éviter d'entraîner celui-ci avec les pièces et, ainsi, d'appauvrir la solution;
3. Contrôler régulièrement la concentration en additif (ou mesurer le pouvoir refroidissant du liquide) afin de faire les ajustements nécessaire à l'obtention de résultats constants [6].

IV.3.1.2. La trempe a l'huile

Il existe une très grande variété d'huiles de trempe et qui peuvent différer dans leurs pouvoirs de trempe et donc du résultat final. Ainsi les huiles se distinguent :

- Par leurs natures (huile de base minérale ou synthétique) ;
- Par les additifs qu'elles contiennent. Additifs qui ont pour objet soit de modifier le pouvoir refroidissant, soit d'améliorer certaines propriétés (notamment la résistance à l'oxydation).

La viscosité de l'huile diminue quand sa température augmente. Ce phénomène provoque une augmentation du pouvoir refroidissant. Il est donc nécessaire de contrôler en permanence

la température du bain et de mettre en oeuvre un moyen de refroidissement. Il est important d'éviter l'introduction d'eau dans un bain d'huile. Cette eau diminue les vitesses de refroidissement à haute température, mais les augmente à basse température, c'est-à-dire dans les conditions les plus critiques pour l'apparition de tapures. Enfin, l'utilisation de la trempe à l'huile impose la mise en oeuvre de moyens de prévention et de lutte contre les incendies [6].

IV.3.1.3. La trempe au gaz

On parle de trempe par refroidissement à l'aide d'un gaz, quand les lois de refroidissement réalisées sont plus rapides que celles obtenues par refroidissement de la même pièce dans l'air calme. Les conditions de refroidissement dépendent ici :

- De la nature du gaz (et essentiellement de sa capacité thermique) ;
- De la température du gaz ;
- De la pression du gaz ;
- De la vitesse relative d'écoulement du gaz par rapport à la surface de la pièce.

L'utilisation d'un gaz neutre permet d'éviter toute altération chimique de la surface de la pièce. Ce mode de refroidissement connaît un grand développement dans le cadre de l'utilisation des fours à vide. Il permet, avec l'utilisation de gaz performant (azote, hélium, hydrogène) sous pression et le recours à une circulation intense, d'espérer la réalisation de conditions de refroidissement peu inférieures à celles obtenues avec la trempe à l'huile avec l'avantage d'une circulation plus maîtrisable du fluide de trempe. La réalisation de cette dernière dans une chambre froide permet d'améliorer encore les résultats [6].

IV.3.1.4. La trempe au brouillard

La trempe au brouillard est réalisée en projetant à la surface de la pièce un fort courant d'air dans lequel de fines gouttelettes d'eau sont mises en suspension. Le refroidissement est dû à la fois au pouvoir refroidissant de l'air en circulation et à la vaporisation des gouttelettes d'eau lorsqu'elles entrent en contact avec la surface de la pièce. Le pouvoir refroidissant d'un tel brouillard peut être de quatre à cinq fois plus grand que celui de l'air utilisé. Les vitesses de refroidissement obtenues sont grandes lorsque la température de la surface de la pièce est peu élevée [6].

IV.3.1.5. La trempe en bain fluidisé

Un bain fluidisé pour la trempe est constitué par de fines particules (généralement d'alumine) en suspension dans un courant gazeux. Un tel bain doit être refroidi afin d'extraire la chaleur apportée par la pièce. Il assure des refroidissements en des temps comparables à ceux obtenus dans les huiles, mais la vitesse de refroidissement décroît régulièrement au cours du temps (sans subir les conséquences de la vaporisation de l'huile). Un tel bain pourrait aussi être stabilisé à une température inférieure à l'ambiante si cela était jugé utile pour réaliser une trempe martensitique plus complète [6].

IV.3.1.6. La trempe en bains fondus

De tels bains sont utilisés pour réaliser des trempes étagées. Les bains fondus peuvent être constitués par :

- Un ou plusieurs métaux ;
- Un ou plusieurs sels.

Pour la trempe en bain de sels fondus [8], une composition très souvent utilisée est la suivante (% massique) :

- 50 à 60 % de KNO_3 ;
- 40 à 50 % de NaNO_2 ;
- 0 à 10 % de NaNO_3 ;

Le mélange fond vers 140 °C et est utilisable entre 160 et 500 °C. La présence d'eau dans un bain de sels fondus, augmente très sensiblement son pouvoir refroidissant. Mais on doit veiller à éviter une telle introduction d'eau, car elle engendre un risque d'accident grave (projections, explosions). Après trempe dans un bain de sels fondus, les pièces doivent subir un lavage intense et être éventuellement protégées contre la rouille [6].

IV.4. LES RECUITS

Globalement, un recuit comporte un chauffage et un maintien à une température telle que l'acier soit partiellement ou totalement porté à l'état austénitique, suivis d'un refroidissement réalisé dans des conditions telles que, après retour à la température ambiante, le métal soit dans un état structural proche de l'état d'équilibre stable. L'austénitisation obéit ici aux mêmes lois que l'austénitisation avant durcissement par trempe [6], mais on ne lui fixe pas toujours les mêmes objectifs. Ainsi, verrons-nous plus loin que, parfois, on ne réalise pas une austénitisation complète, ce qui conduit à effectuer le maintien à une température inférieure à celle qui est adoptée avant trempe [7].

IV.4.1. Les différents types de recuits

- Le recuit que l'on pourrait qualifier de banal ou d'ordinaire, a pour objectif d'adoucir l'acier écroui en lui conférant une structure ferrito-perlitique (pour les aciers hypoeutectoïdes) ou perlitique avec des carbures dispersés (pour les aciers hypereutectoïdes) sans viser à obtenir une forme particulière de perlite.
- Le recuit pour usinage, a pour objectif de conférer à l'acier la structure qui facilite au mieux son usinage.
- Le recuit pour faciliter la mise en forme à froid, a pour objectif d'amener la dureté de l'acier à son plus faible niveau, afin de faciliter sa mise en forme par déformation plastique à la température ambiante.
- Le patentage est un recuit provoquant la formation de structures favorables au tréfilage de l'acier [7].

IV.5. LE REVENU

C'est un traitement thermique effectué sur un produit après durcissement par trempe. Il a pour objectif la modification de la structure de l'acier lui conférant les caractéristiques d'emploi désirées. Ce traitement provoque la formation d'une structure plus proche de l'état d'équilibre physico-chimique obtenue lors de la trempe. Le cycle thermique comporte successivement les étapes suivantes:

- Un réchauffage jusqu'à une température déterminée mais inférieure à celle de AC_1 .
- Un ou plusieurs maintiens à une ou plusieurs températures déterminées.
- Un ou des refroidissements jusqu'à la température ambiante par un mode approprié ou suivant une loi fixée [8].

On distingue les revenus à haute température et les revenus à basse température. La température couramment utilisée pour un revenu après trempe martensitique est de l'ordre de 500 à 600 °C. En règle générale et selon la nuance de l'acier, le revenu se traduit :

- soit par un adoucissement qui conduit à une amélioration des caractéristiques de ductilité.
- soit par un durcissement secondaire.

Au niveau de la microstructure, lorsqu'on effectue un revenu, les atomes de carbone qui sont dans la martensite sous forme de solution solide, vont pouvoir diffuser, car la cinétique de diffusion entre 500 et 600 °C est beaucoup plus rapide qu'à la température ambiante où elle est complètement négligeable. Ainsi, la propriété de résilience sera améliorée [6].

IV.5.1. Les différents types de revenu après trempe

IV.5.1.1. Le revenu dit de détente

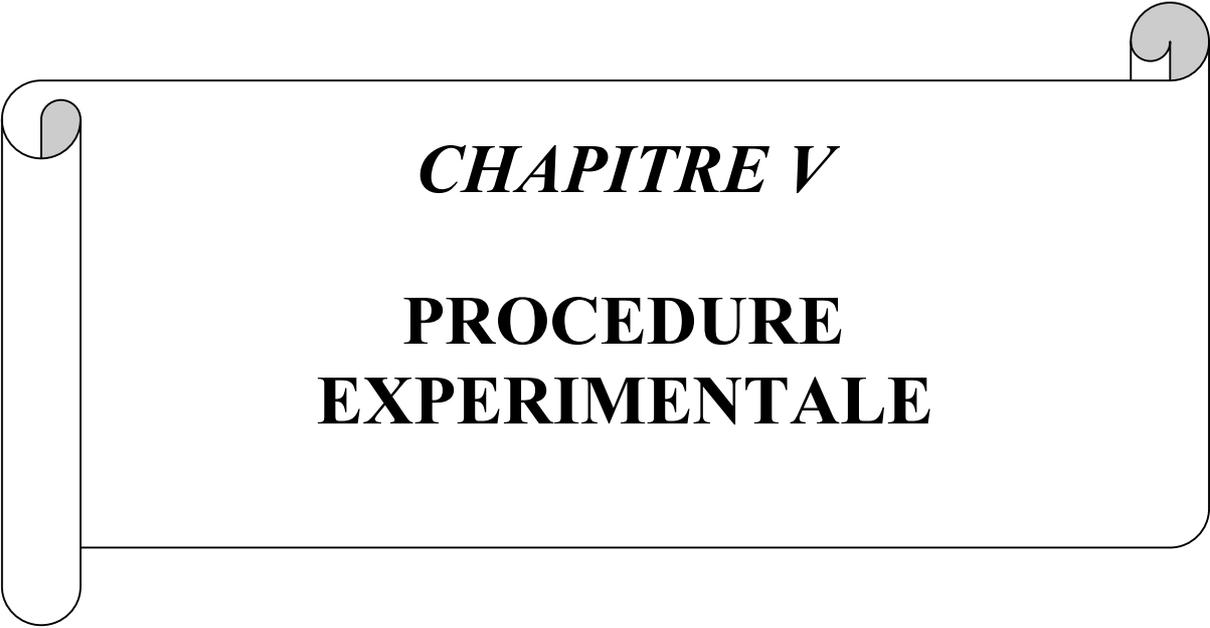
Ce traitement est généralement réalisé à une température comprise entre 180 et 220°C. Il ne fait intervenir que le premier stade du revenu et n'est donc appliqué qu'à une structure totalement martensitique. Il provoque une précipitation généralement incomplète (suivant la température) du carbone. Un tel revenu, ne provoque qu'une baisse assez faible de la résistance à la traction et de la dureté. Par contre, il augmente très sensiblement la limite élastique et améliore un peu le niveau des caractéristiques de ductilité [8].

IV.5.1.2. Le revenu habituel (ou banal)

Il est réalisé à une température comprise entre 500 et 575°C environ et provoque la précipitation complète du carbone sous forme de cémentite [8].

IV.5.1.3. Le revenu de durcissement secondaire

Il est réalisé à une température comprise entre 600 et 675°C environ et provoque, dans les aciers contenant des éléments d'alliage carburigènes, la précipitation complète du carbone sous forme de carbures spéciaux. Ce type de revenu est particulièrement effectué sur les pièces devant travailler à haute température [8].



CHAPITRE V

**PROCEDURE
EXPERIMENTALE**



PROCEDURE EXPERIMENTALE

V. CARACTERISATION DE LA POUDRE ISSUE D'ACIER AYANT SUBIT UN TRAITEMENT THERMIQUE

V.1. INTRODUCTION

La transformation des déchets provenant de copeaux d'usinages, en poudre, est une opération qui peut être réalisée par broyage mécanique. Les poudres de différentes nuances ainsi produites peuvent être utilisées pour la production des pièces mécaniques d'ingénierie. Ce recyclage consiste à transformer les copeaux d'usinage à l'état de poudre, puis à sa mise en forme par compactage, suivi d'une consolidation par un frittage pour leur donner les propriétés voulues.

Plusieurs paramètres de broyage influent sur la forme et la taille moyenne des particules de poudre obtenue. Le broyeur que nous avons utilisé [4], présente au moins six variables, lesquelles si elles sont bien combinées peuvent permettre l'obtention d'un bon produit. Parmi ces variables on distingue :

- La charge broyée.
- La charge broyante (nombre d'outils dans ce cas)
- Le temps de broyage.
- La taille initiale des copeaux.
- La vitesse de broyage.

V.2. BUT DU TRAVAIL

Ce travail a pour but d'analyser l'influence d'un traitement thermique préalable sur l'aptitude au broyage des copeaux d'usinage. Pour cela, des copeaux ont été produits par usinage au tour à partir de trois ligots ayant subits un traitement d'homogénéisation à trois températures différentes de 1000, 1100, et 1200°C dans un four tubulaire.

Le temps de maintien étant de une heure suivi d'un refroidissement dans le four jusqu'à la température ambiante. Après traitement thermique, des copeaux fins sont produits par tournage puis caractérisés par tamisage afin de déterminer leur taille initiale avant broyage. Une fois leur taille moyenne calculée, une masse précise (250 grammes) est introduite dans le broyeur pour être transformée en poudre, sous l'action d'une combinaison de quelques paramètres de broyage bien définis. Après sa collecte, la poudre obtenue est caractérisée par tamisage et la taille moyenne de ses particules est déterminée.

Dans les travaux précédents [4, 9], il a été établi des conclusions concernant l'effet des paramètres de broyage sur la taille moyenne des particules de poudre élaborée. Dans cette étude, nous allons analyser l'influence de la microstructure des copeaux sur leur aptitude à la pulvérisation. Cette microstructure est contrôlée par un traitement thermique que nous avons fait subir au lingot sur lequel ont été usinés les copeaux broyés. Ce travail comportera les points suivants :

1. Analyse de la structure obtenue après les traitements d'homogénéisation à différentes températures (grossissement des grains)
2. Mesure de la dureté après les traitements thermiques
3. Influence de la taille des grains (monocristaux) initiaux sur la taille des particules de poudre obtenues.
4. Analyse de la morphologie des particules obtenues et leurs répartitions dans une masse de poudre donnée.

V.3. EQUIPEMENTS ET CARACTERISATION

V.3.1. Le four tubulaire

Le four tubulaire horizontal utilisé pour le traitement thermique des lingots d'acier, est équipé de 4 éléments chauffants en carbures de silicium. Ces derniers sont placés horizontalement dans une chambre cylindrique horizontale également. Leur chauffage par effet Joule permet d'atteindre des températures allant jusqu'à 1500°C. Cette température est contrôlée par un thermocouple disposé en toute sécurité entre le tube de travail et les éléments chauffants. Dans cette étude nous avons chauffé les lingots à trois températures différentes de 1000, 1100, et 1200°C pendant une heure, suivie d'un refroidissement dans le four jusqu'à la température ambiante. Le but étant de provoquer un grossissement de grains dans les lingots, afin d'analyser leur influence sur la broyabilité de l'acier en question. Le four utilisé est montré dans la figure V.1 ci-dessous



Figure V.1. Vue réelle d'un four tubulaire horizontale

V.3.2. Préparation métallographique des échantillons

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

100 => 220 => 400 => 600 => 800 => 1000 => 1200 => solution d'oxyde d'aluminium à 3 μm et enfin solution d'oxyde d'aluminium à 1 μm (ou pâte diamantée). Chaque séquence dure environ 3 minutes avec un refroidissement continu à l'eau de robinet. Après avoir transformée la surface à observer en un miroir, une attaque chimique de cette surface à l'aide du Nital à 3% est réalisée afin de révéler la microstructure de l'acier. Le Nital est préparé comme suit :

- 3 ml d'acide nitrique (HNO_3)
- 97 ml d'alcool éthylique (ou méthylique)

Le temps d'attaque est de quelques secondes (2 à 5 secondes). Ce réactif est utilisé pour le fer, les fontes grises, et les aciers faiblement alliés. Le degré d'attaque augmente pour des teneurs croissantes en acide du réactif. Un nettoyage à l'éthanol et un séchage par flux d'air chaud termine le polissage mécanique, les échantillons ainsi polis et attaqués chimiquement, peuvent alors être observés au microscope [10]. Notons aussi que cette même procédure a été suivie pour préparer les échantillons sur lesquels les mesures de microdureté ont été effectuées dans le cadre de ce travail.

V.3.3. Fabrication des copeaux

On fabrique les copeaux à partir de lingots cylindriques d'acier mi-dur ayant subi les traitements thermiques décrits antérieurement. Le choix de fabriquer les copeaux au lieu de les récupérer dans un atelier d'usinage, nous donne la possibilité de contrôler leur taille, leur forme et leurs structure initiale (comme c'est le cas dans ce travail), en variant les paramètres d'usinage tels que :

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

V.3.4. Caractérisation des copeaux

Les trois gammes de copeaux sont caractérisées séparément en plaçant une quantité de 250 grammes de chaque gamme dans une série de tamis qui sont disposés dans l'ordre croissant de bas en haut. La masse de copeaux est versée dans le tamis supérieur, puis l'ensemble des tamis (7 tamis) sont placés dans une machine à vibrations pendant un temps de 10 à 12 min. Ce temps normalisé permet de séparer les différentes gammes de taille des copeaux en différentes fractions. A l'issue de cette opération, on procède à la pesée des refus retenus par chaque tamis à l'aide d'une balance électronique de haute précision. Pour calculer la taille moyenne on utilise l'équation suivante :

$$D_m = O_1 X_1 + \frac{O_1 + O_2}{2} X_2 + \frac{O_2 + O_3}{2} X_3 + \dots + \frac{O_n + O_{n+1}}{2} X_{n+1} \quad (5.1)$$

D_m : la taille moyenne des particules en μm .

$O_1 O_2 \dots O_n$: ouvertures des tamis en μm

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

V.3.4.1. Copeaux fins

La poudre étudiée est fabriquée à partir de copeaux de taille (fines) d'environ (318 μm), obtenus en utilisant les variables suivantes :

- L'outil utilisé est un outil droit à chariotier, en manoeuvre automatique.

- La pénétration de l'outil selon l'axe transversal du barreau cylindrique est de 0,01 à 0,03 mm sur le rayon.
- Une vitesse d'avance de l'outil proche de 1mm/s.

V.3.5. Description du broyeur

Le broyeur est constitué essentiellement, d'une chambre de broyage qui a une forme semi-circulaire. A l'intérieur de cette chambre, un disque sous forme d'une poulie, est fixé sur un arbre à l'aide d'une goupille. L'arbre est couplé à un moteur électrique à vitesses variables à travers un joint d'Oldham qui a pour but de corriger un manque de parallélisme entre les deux arbres. Sur la circonférence du disque, huit outils de broyage sont fixés à travers des tiges filetées et des écrous de freinage. La chambre de broyage est fermée par un couvercle sur lequel sont soudés des outils fixes sur une trajectoire circulaire. Le couvercle est monté sur la chambre grâce à deux tiges filetées dont la rotation permet de régler l'écartement (le gap) entre les outils fixes et les outils mobiles de broyage. L'ensemble est fixé sur un châssis de forme rectangulaire comme le montre les figures V.1.a. (réelle) et V.1.b (schématique).

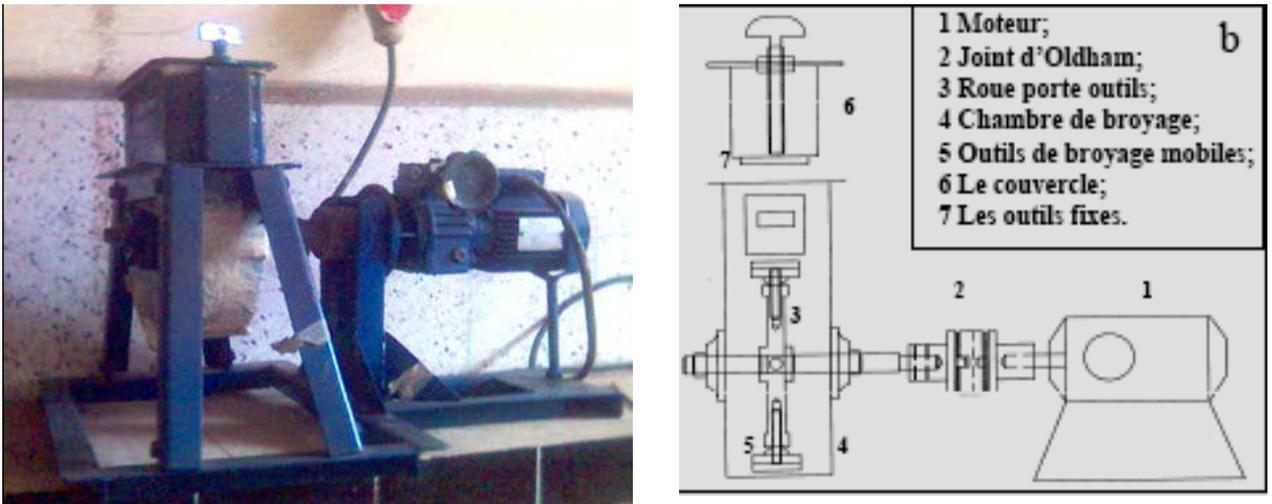


Figure V.2. Vue du broyeur à lames. (a) Vue réelle ; (b) Vue schématique [4].

V.3.6. Présentation de l'opération de broyage

Les copeaux placés à l'intérieur du broyeur, sont entraînés par les outils tournants à grande vitesse, formant ainsi un nuage de particules semblable à une espèce de tornade ou un tourbillon provoqués par un vent violent. Ainsi, les copeaux sont percutés à très grande vitesse par les outils du broyeur qui sont fixés sur le disque porte outils. Celui-ci est couplé à un moteur électrique à vitesse variable et réglable pouvant atteindre un maximum de 2000 tr/min. Les copeaux sont percutés sur le couvercle où sont fixées les contre lames en acier. Après plusieurs impacts, les copeaux sont cisailés. Plus tard, sous l'action de percussions

continues, les particules s'écrasent et engendrent des fissures. Ceci permettra, après d'autres impacts, aux particules, de se désintégrer en plusieurs particules fines.

V.3.7. Description de la tamiseuse

C'est un appareil qui assure la vibration de l'ensemble des tamis avec l'assiette qui se trouve dans la partie inférieure de la tamiseuse, et couvercle refermant le tamis supérieur. L'ensemble est coincé entre deux anneaux supérieur et inférieur pour assurer le serrage des tamis qui reçoivent les vibrations à hautes fréquences produites par un moteur électrique. Un exemple schématique de tamis utilisés dans ce travail est montré dans la figure V.2 ci-dessous.

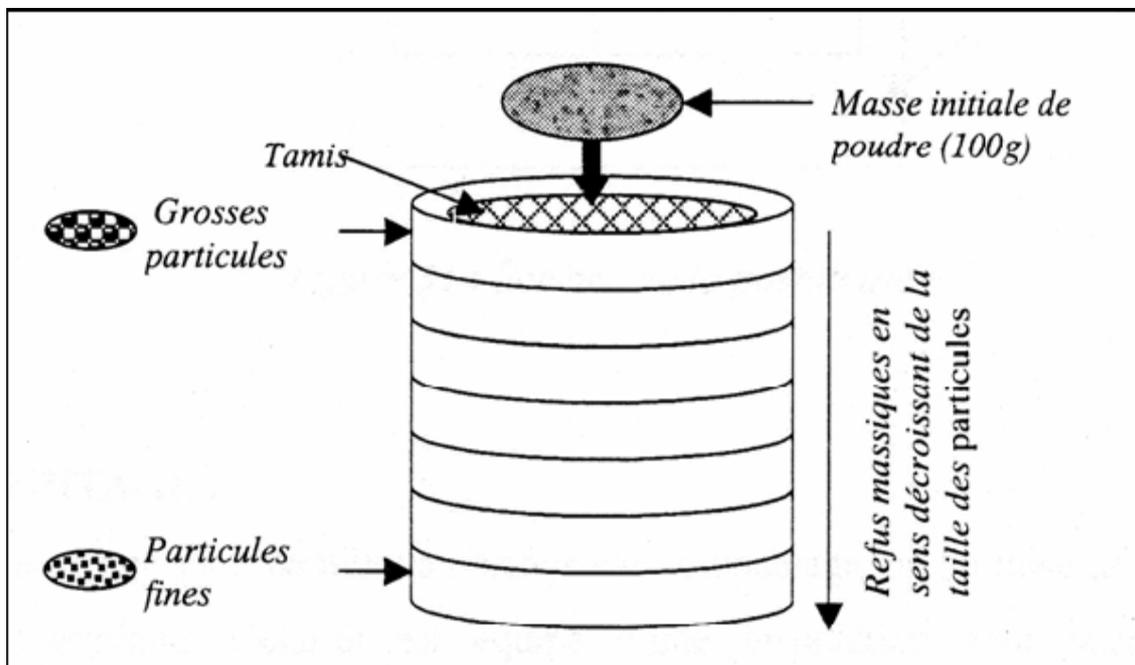
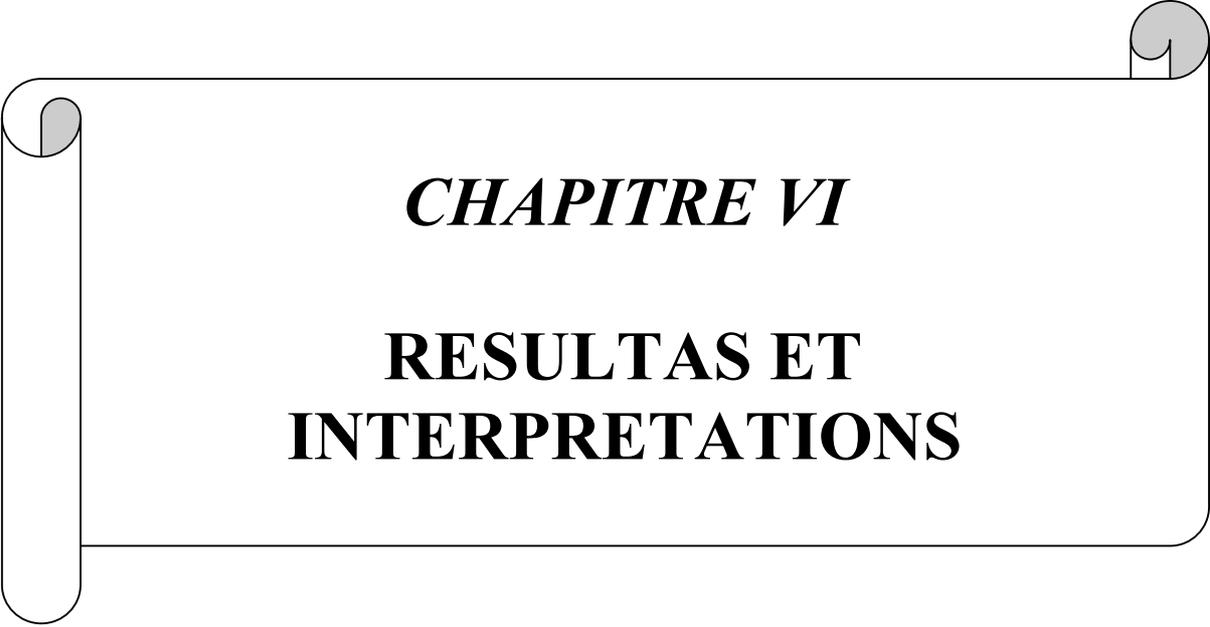


Figure V.3. L'Opération du tamisage [4].

V.3.8. Description de la balance électronique

Une balance électronique a été utilisée pour peser les poudres obtenues, ainsi que les différents refus retenus par chaque tamis. C'est une balance à affichage digital avec une précision de $\pm 0,1$ gramme. La balance possède quatre appuis réglables qui permettent de régler le plateau de façon horizontale. Cela permet d'avoir une pesée précise, par le fait d'une distribution homogène de la charge sur le plateau de la balance.



CHAPITRE VI

**RESULTAS ET
INTERPRETATIONS**

RESULTATS ET INTERPRETATIONS

VI.1. INTRODUCTION

Pour produire une poudre métallique à partir des lingots d'acier mi-dur, on a effectué un traitement d'homogénéisation sur les lingots à trois températures différentes (1000, 1100, et 1200°C). Le traitement a été fait dans un four tubulaire durant 1 heure de temps de maintien. Après le traitement, les lingots ont été utilisés pour produire par tournage, des copeaux fins d'une taille de l'ordre de 318 μm afin de les transformer en poudre par broyage mécanique. Enfin, une caractérisation de ces poudres est réalisée par tamisage pour déterminer sa taille moyenne. Un autre lingot non traité considéré comme une référence, est également considéré [9], pour voir la différence entre les poudres obtenues dans les quatre cas ci après :

- 1 cas : échantillon non traité
- 2 cas : échantillon traité à 1000°C (homogénéisation).
- 3 cas : échantillon traité à 1100°C (homogénéisation).
- 4 cas : échantillon traité à 1200°C (homogénéisation).

VI.2. ANALYSE CHIMIQUE

Une analyse chimique a été effectuée auparavant pour déterminer la composition de l'acier constituant les poudres (voir annexe) [11].

VI.3. PRESENTATION DES RESULTAS POUR LES QUATRE ECHANTILLONS

Après une préparation métallographique des quatre échantillons, l'observation au microscope optique avec une prise de photos, a révélé une structure biphasée ferrito-perlitique. L'observation permet d'estimer les fractions volumiques des deux phases, ainsi que l'évolution de la taille des grains avec la température d'homogénéisation.

VI.3.1. Echantillon n ° 01

VI.3.1.1. Mesure de la dureté moyenne de l'échantillon de référence

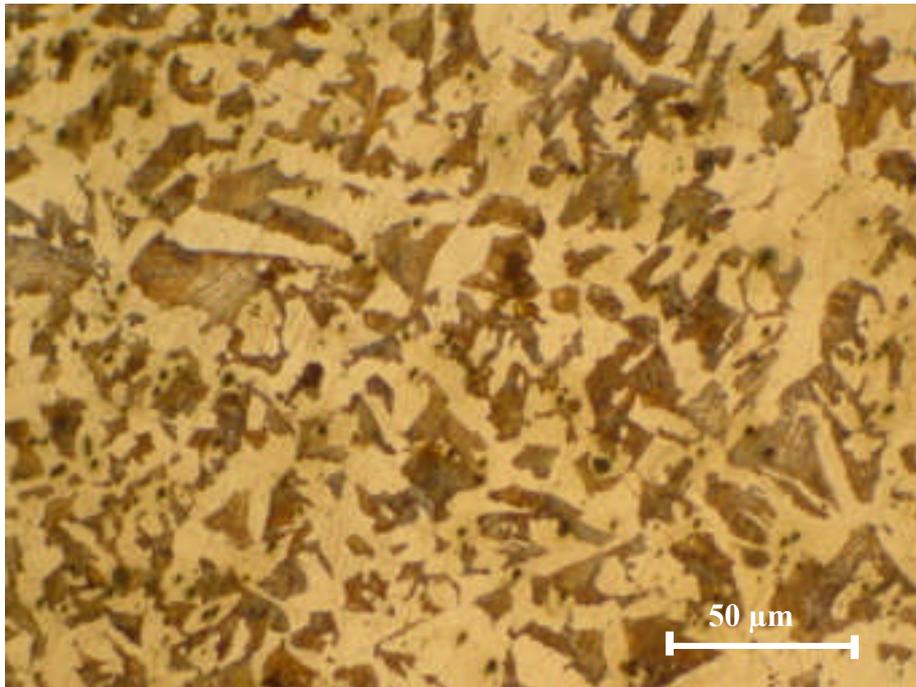
Le tableau suivant montre les résultats de mesure de la dureté sur différentes pages de l'échantillon. La dureté moyenne du matériaux est de : 217, 6 Hv.

N° essai	1	2	3	4	5	6	7
Microdureté (Hv, 01N)	186,9	247,0	234,1	274,3	145,5	252,5	182,2
	Dureté moyenne = 217,61Hv						

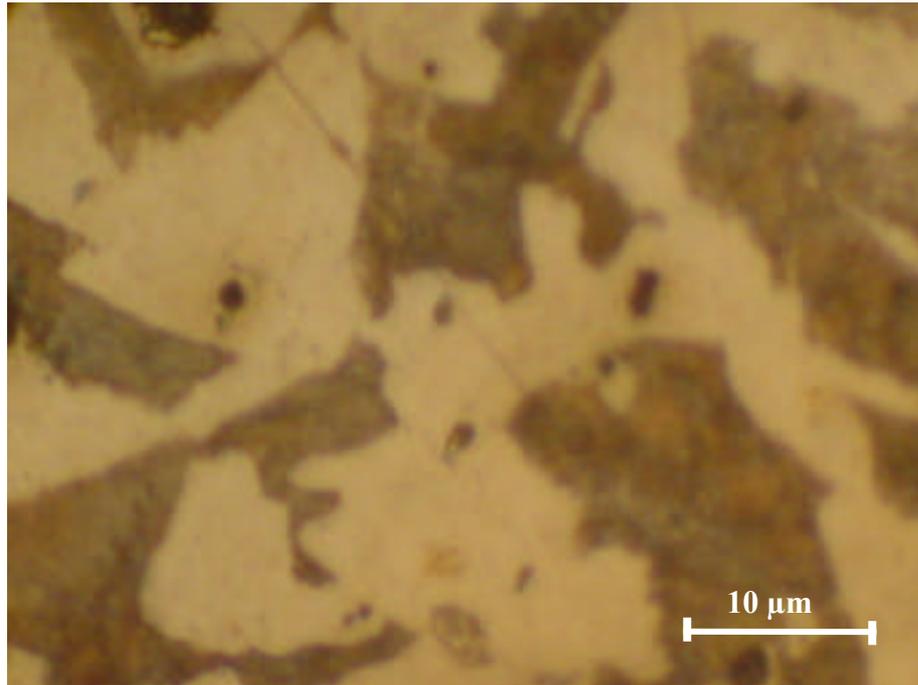
TableauVI.1. Résultats de mesure de la dureté de l'acier à l'état brut de coulée.

VI.3.1.2. Les phases obtenues

La structure est ferrito-perlitique, avec une dureté moyenne de l'ordre de 217,61Hv. On a considéré cet échantillon comme une référence dont le but d'observer les différents changements structuraux ainsi que la dureté par rapport aux aciers homogénéisés. Les deux figures ci-dessous montrent des proportions d'environ 50 % de ferrite et 50 % de perlites. La ferrite semble constituer la matrice de la structure, tandis que la perlite est sous forme d'îlots occupant les joints de grains. Les phases en présence sont montrées sur la figure ci-dessous :



(a) G = 200



(b) G = 1000.

Figure VI.1. Photomicrographie optique de l'échantillon de référence n° 01, montrant une structure ferrito-perlitique (~50% ferrite, 50% perlite). Acier non traité.

VI.3.2. Echantillon n° 02 homogénéisé à 1000 °C

VI.3.2.1. Mesure de la dureté moyenne de l'échantillon

Le tableau suivant montre les résultats de mesure de la dureté sur différentes plages de l'échantillon n° 02 homogénéisé à 1000°C pendant 1 heure de maintien :

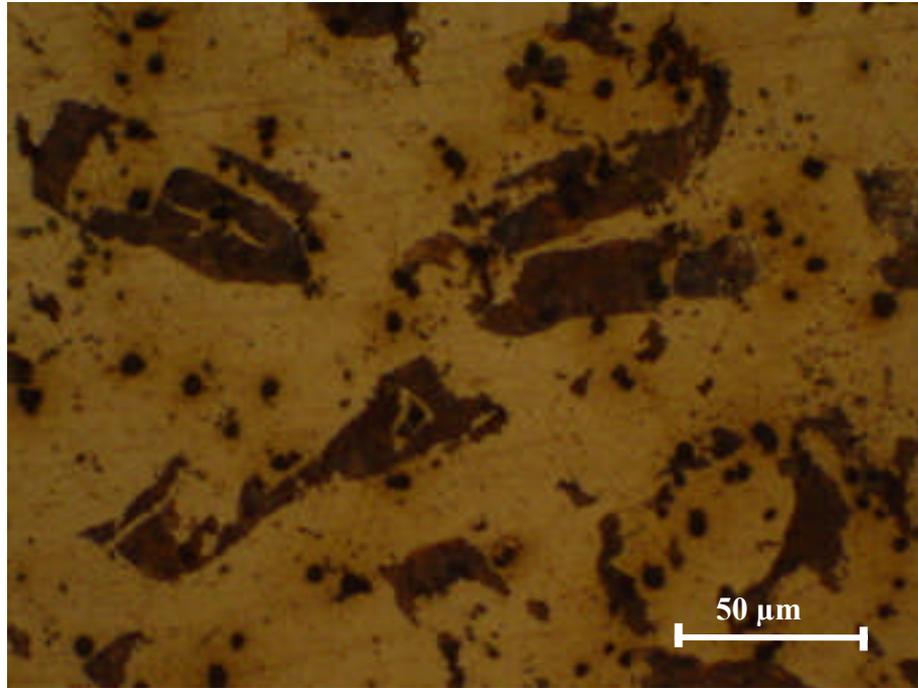
N° essai	1	2	3	4	5	6	7
Microdureté (Hv, 01N)	148,0	285,2	169,3	254,4	252,5	120,7	178,9
	Dureté moyenne = 201,28Hv						

Tableau.VI.2. Résultats de mesure de la dureté de l'acier traité à 1000 °C pendant 1 heure.

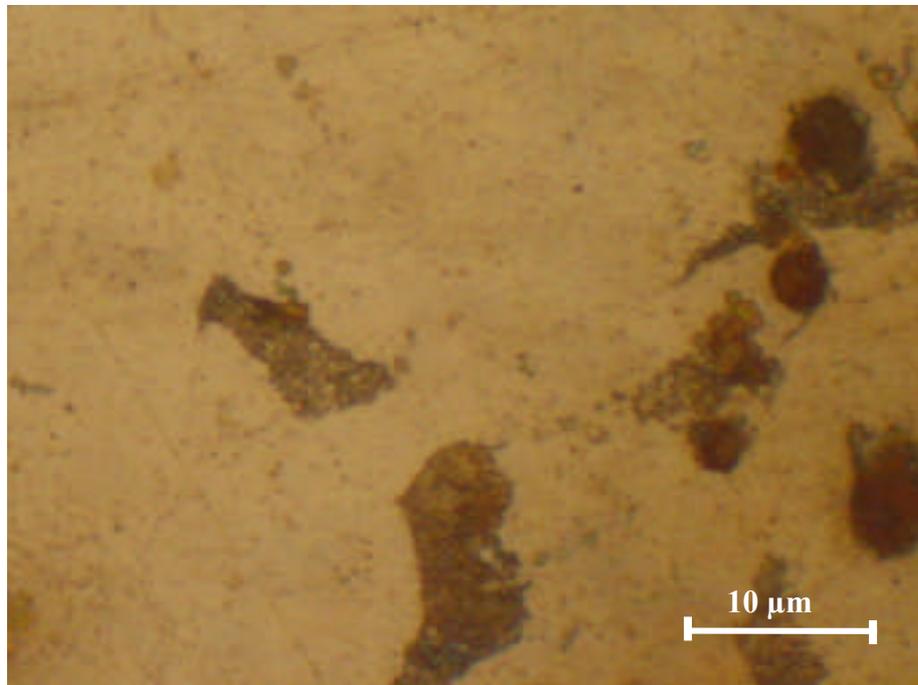
VI.3.2.2. Les phases obtenues

Un traitement thermique d'homogénéisation à 1000°C pendant 1 heure de maintien, puis une observation microscopique après une préparation métallographique, donne une structure ferrito-perlitique. Mais cette fois, avec des pourcentages différents des phases en présence. Nous estimons les proportions de phase à 70 % pour la ferrite et 30 % pour la perlite. La morphologie est légèrement différente comparée à celle de la structure de l'acier non traité.

Nous remarquons également des grains de ferrite et de perlite nettement plus gros que ceux observés sur l'acier non traité. La structure de cet acier est montrée dans la figure ci-dessous :



(a) G = 200.



(b) G = 1000

Figure VI.2. Photomicrographie optique de l'échantillon n° 02 homogénéisé à 1000 °C pendant une heure puis refroidit dans le four. La structure est ferrito-perlitique de proportions (70% ferrite, 30% perlite).

VI.3.2.3. Broyage de l'acier homogénéisé à 1000 °C et distribution de taille dans la poudre élaborée

A partir des copeaux d'un lingot d'acier mi-dur traité à 1000°C pendant une heure des copeaux ayant une taille moyenne de 318µm ont été fabriqués par tournage. Ces copeaux ont été ensuite broyés à une vitesse de 2000 tr/min pendant des temps allant de 30min jusqu'à 8 heures. Une fois broyés, la poudre obtenue a été caractérisée. Une masse de 250 grammes de poudre est tamisée pendant 10min. Les résultats sont donnés dans les tableaux ci-dessous :

Tamis (µm)	Refus (gr)	Fraction (%)
425	19,0	07,74
315	64,6	26,32
212	94,4	38,46
160	39,4	16,05
106	14,1	05,74
053	09,0	03,66
038	02,6	01,06
assiette	02,3	00,93

Tableau VI.3. Résultats de caractérisation après un broyage de 30minutes.
 $D_m = 274.74 \mu m$

Tamis (µm)	Refus (gr)	Fraction (%)
425	11,9	04,97
315	58,6	24,49
212	96,8	40,46
160	42,4	17,72
106	08,0	03,34
053	16,7	06,98
038	02,6	01,08
assiette	02,2	00,92

Tableau VI.4. Résultats de caractérisation après un broyage d'1 heure.
 $D_m = 262.05 \mu m$

Tamis (µm)	Refus (gr)	Fraction (%)
425	07,0	03,06
315	39,3	17,23
212	88,3	38,71
160	58,3	25,55
106	17,5	07,67
053	11,4	04,99
038	03,1	01,35
assiette	03,2	01,40

Tableau VI.5. Résultats de caractérisation après un broyage de 2 heures.
 $D_m = 241.39$

Tamis (μm)	Refus (gr)	Fraction (%)
425	04,7	02,04
315	29,8	12,97
212	72,8	31,70
160	73,4	31,96
106	17,2	07,49
053	20,1	08,75
038	04,9	02,13
assiette	06,7	02,91

Tableau VI.6. Résultats de caractérisation après un broyage de 4 heures
 $D_m = 218.81 \mu\text{m}$

Tamis (μm)	Refus (gr)	Fraction (%)
425	03,6	02,04
315	21,6	12,97
212	47,9	31,70
160	77,1	31,96
106	22,5	07,49
053	20,1	08,75
038	06,3	02,13
assiette	11,6	02,91

Tableau VI.7. Résultats de caractérisation après un broyage de 8 heures
 $D_m = 197.35 \mu\text{m}$

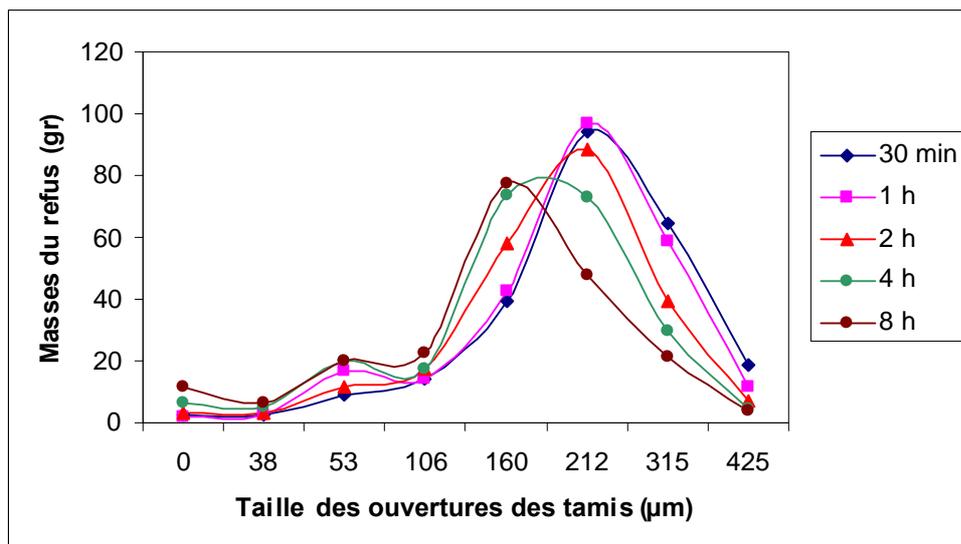


Figure VI.3. Distribution de tailles des particules de poudre après broyage de 30' à 8h. $V_b = 2000 \text{ tr/min}$, $M_b = 250 \text{ grs}$

VI.3.3. Echantillon n° 03 homogénéisé à 1100 °C pendant une heure

VI.3.3.1. Mesure de la dureté moyenne de l'échantillon

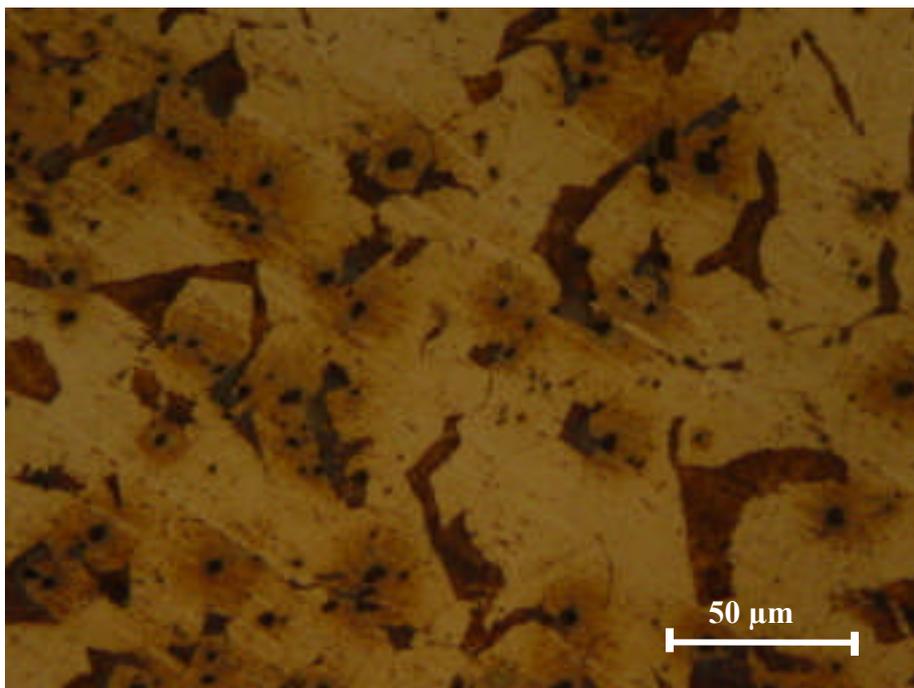
Le tableau suivant montre les résultats obtenus après différents essais de mesure de dureté sur l'échantillon N° 03. Les essais ont été fait sur plusieurs plages dont la moyenne a donnée une dureté de 170 Hv comme le montre le tableau VI.8.

N° essai	1	2	3	4	5	6	7
Microdureté	171,3	158,5	157,6	143,1	174,2	189,2	198,0
(Hv, 01N)	Dureté moyenne = 170,27Hv						

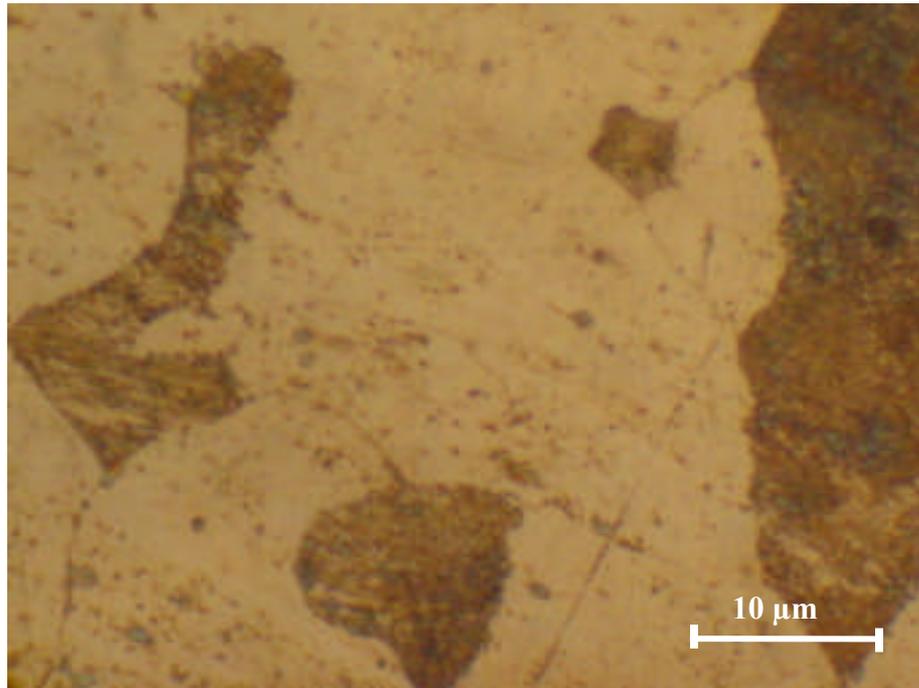
Tableau VI.8. Mesure de la dureté de l'acier homogénéisé à 1100 °C pendant une heure.

VI.3.3.2. Les phases obtenues

Dans ce cas, un traitement thermique d'homogénéisation à 1100°C durant 1 heure de maintien, puis une observation microscopique après une préparation métallographique, donne une structure ferrito-perlitique. Mais cette fois, encor avec un pourcentage différent de ces deux phases et de morphologie encore différentes. Nous estimons les taux de phases à 80% de ferrite et 20% de perlite. La perlite paraît plus fine. Les grains de ferrite et de perlite sont encore plus gros que dans les essais précédents. Les micrographies suivantes montrent cette structure.



(a) G = 200



(b) G = 1000

Figure VI.4. Photomicrographie optique de l'échantillon N° 03 homogénéisé à 1100 °C pendant une heure. La structure est composée de 80% ferrite, 20% perlite.

VI.3.3.3. Distribution de la taille des particules dans la masse de poudre.

A partir des copeaux du lingot traité à 1100°C dans un four tubulaire avec un maintien d'1 heure, des copeaux d'une taille moyenne de 318µm ont été fabriqués par tournage. Ceux-ci ont ensuite subi un broyage à une vitesse de 2000 tr/min pendant des temps allant de 30min à 2 heures. Une fois broyée, la poudre obtenue est caractérisée par tamisage. Les résultats sont donnés dans les tableaux suivants :

Tamis (μm)	Refus (gr)	Fraction (%)
425	41,2	14,09
315	98,1	33,54
212	62,5	21,37
160	42,2	14,43
106	20,8	07,11
053	15,6	05,33
038	04,2	01,43
assiette	07,8	02,66

Tableau VI.9. Résultats de caractérisation après un broyage de 30 minutes.

$$D_m = 282.04 \mu\text{m}$$

Tamis (μm)	Refus (gr)	Fraction (%)
425	31,5	11,11
315	86,6	30,55
212	67,2	23,71
160	46,2	16,30
106	18,6	06,56
053	21,1	07,44
038	04,6	01,62
assiette	07,6	02,68

Tableau VI.10. Résultats de caractérisation après un broyage d'1 heure.

$$D_m = 269.00 \mu m$$

Tamis (μm)	Refus (gr)	Fraction (%)
425	24,3	08,59
315	70,8	25,03
212	71,2	25,17
160	55,4	19,58
106	39,7	14,03
053	04,5	01,59
038	06,0	02,12
assiette	10,9	03,85

Tableau VI.11. Résultats de caractérisation après un broyage de 2 heures.

$$D_m = 253.56 \mu m$$

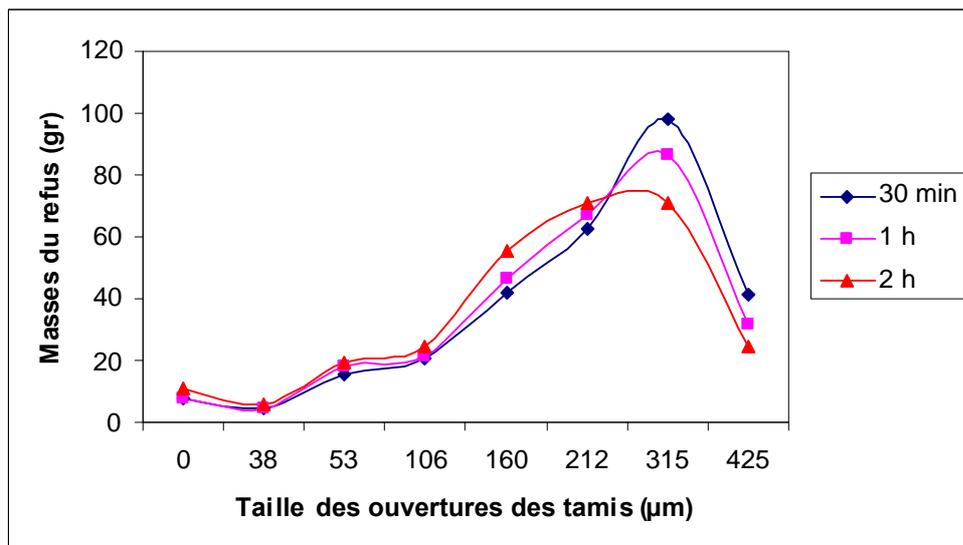


Figure VI.5. Distribution de la taille des particules de poudre après un broyage de 30' à 2h, : $V_b = 2000$ tr/min , $M_b = 250$ gr

VI.3.4. Echantillon n° 04 homogénéisé à 1200 °C pendant une heure

VI.3.4.1. Mesure de la dureté moyenne de l'échantillon

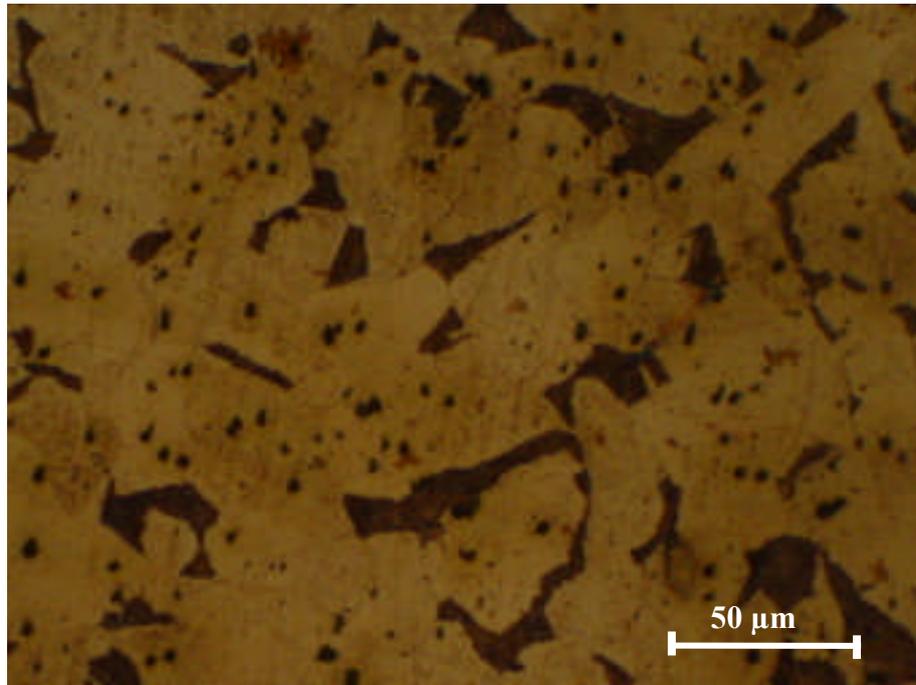
Le tableau suivant montre les résultats obtenus après différents essais de dureté sur l'échantillon 04 qui a été traité à 1200°C avec un maintien à cette température durant 1 heure. Les résultats sont représentés dans le tableau suivant :

N° essai	1	2	3	4	5	6	7
Microdureté (Hv, 01N)	216,0	162,3	149,7	154,9	206,0	161,4	188,1
	Dureté moyenne = 176,91Hv						

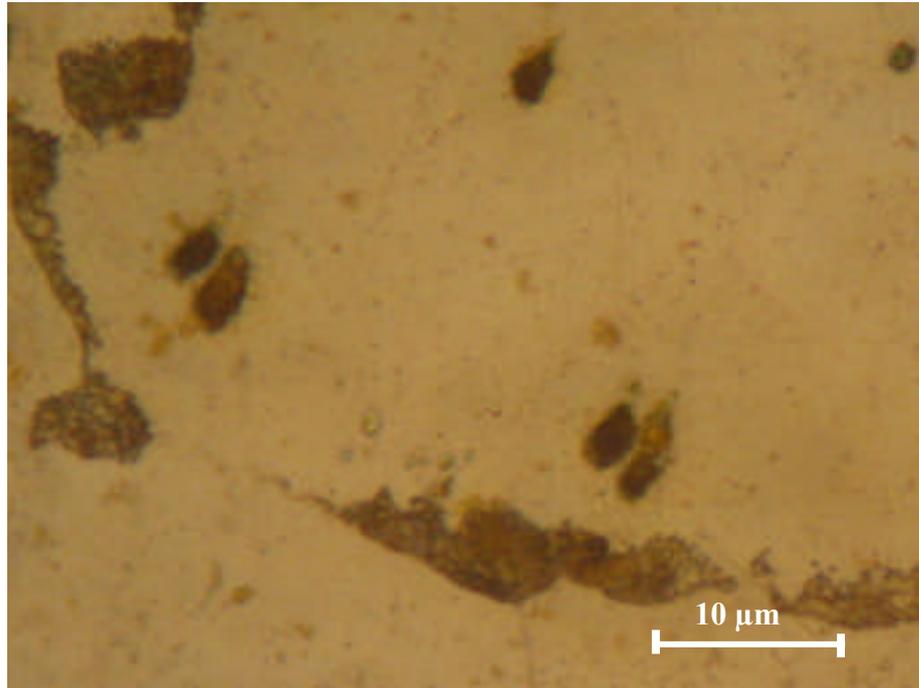
Tableau VI.12. Mesure de dureté sur l'échantillon homogénéisé à 1200 °C pendant une heure.

VI.3.4.2. Les phases obtenues

Dans ce cas, l'acier a subi un traitement thermique d'homogénéisation à 1200°C durant 1 heure de maintien, puis une observation microscopique après une préparation métallographique. Le résultat donne une structure ferrito-perlitique, mais cette fois, avec un pourcentage différent de ces deux phases et de morphologie différentes. Ainsi, nous obtenons les taux de phase suivants : 85% de ferrite et 15% de perlite. La perlite est encore plus fine et plus dispersée que dans les cas précédents, tandis que les grains de ferrite sont encore plus gros. Cette microstructure est montrée dans les micrographies de la figure VI.6 suivante:



(a) G=200.



(b) G = 1000

Figure VI.6. Photomicrographie optique de l'échantillon N° 04 homogénéisé à 1200 pendant une heure, montrant une structure ferrito-perlitique (85% ferrite, 15% perlite)

VI.3.4.3. Distribution de la taille des particules de poudre

A partir du lingot traité à 1200°C dans un four tubulaire avec un maintien durant 1 heure, une masse de copeaux est fabriquée par tournage. Ces copeaux d'une taille moyenne de 318µm ont subi un broyage à une vitesse de 2000 tr/min pendant des temps allant de 30min jusqu'à 2 heures. La poudre obtenue est ensuite tamisée. Les résultats de caractérisation sont donnés dans les tableaux ci-dessous :

Tamis (μm)	Refus (gr)	Fraction (%)
425	054,3	18,22
315	111,0	37,26
212	060,0	20,14
160	025,0	08,39
106	011,8	03,96
053	010,3	03,45
038	002,7	00,90
assiette	004,8	01,61

Tableau VI.13. Résultats de caractérisation après un broyage de 30 minutes.

$$D_m = 311.57 \mu\text{m}$$

Tamis (μm)	Refus (gr)	Fraction (%)
425	042,5	17,51
315	100,1	41,24
212	036,2	14,91
160	028,8	11,86
106	014,2	05,85
053	010,8	04,44
038	003,2	01,31
assiette	006,9	02,84

Tableau VI.14. Résultats de caractérisation après un broyage d'1 heure.

$$D_m = 300.86 \mu\text{m}$$

Tamis (μm)	Refus (gr)	Fraction %
425	37,4	14,12
315	92,5	34,94
212	65,2	24,63
160	29,6	11,18
106	08,2	03,09
053	18,0	06,80
038	03,7	01,39
assiette	10,1	03,81

Tableau VI.15. Résultats de caractérisation après un broyage de 2 heures.

$$D_m = 285.93 \mu\text{m}$$

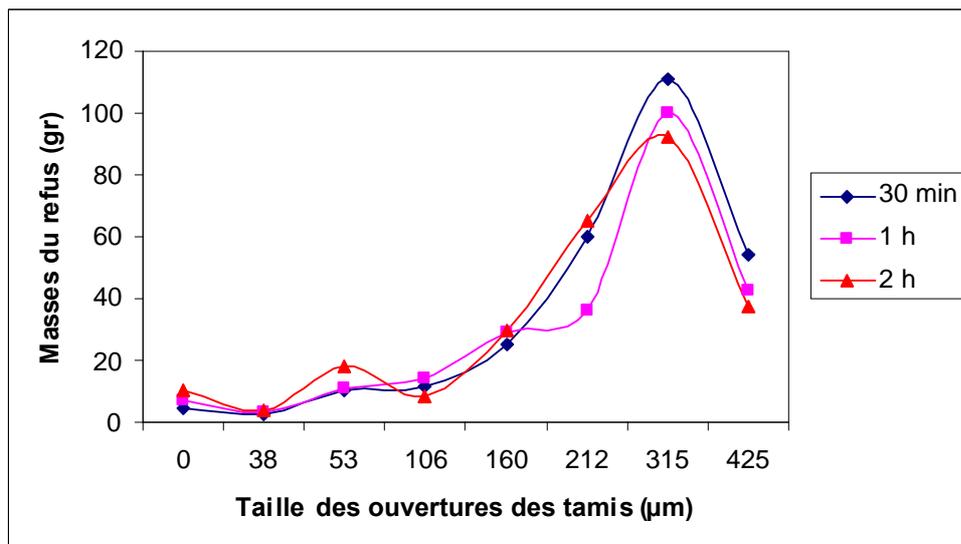


Figure VI.7. Distribution de la taille des particules de poudre après un broyage de 30' à 2h. $V_b = 2000 \text{ tr/min}$, $M_b = 250 \text{ grs}$

VI.4. INFLUENCE DES VARIABLES DE BROYAGE SUR LE PRODUIT BROYE

Dans les sections qui suivent nous allons discuter les résultats obtenus pour comprendre l'effet du traitement thermique sur la croissance des grains et la dureté, ainsi que l'effet de ces grains sur l'aptitude au broyage du matériau considéré. Il en sera de même pour comprendre l'influence des variables de broyage sur le produit broyé.

VI.4.1. Influence de la température sur la dureté

Le tableau ci-dessous montre les duretés Vickers pour les quatre lingots de référence et homogénéisés. Les résultats de mesure sont rapportés par le graphe de la figure VI.16

Température (°C)	NT	1000	1100	1200
microdureté (Hv, 0,1N)	217,61	201,28	170,27	176,91

Tableau VI.16. Résultats de mesure de dureté pour tous les échantillons.

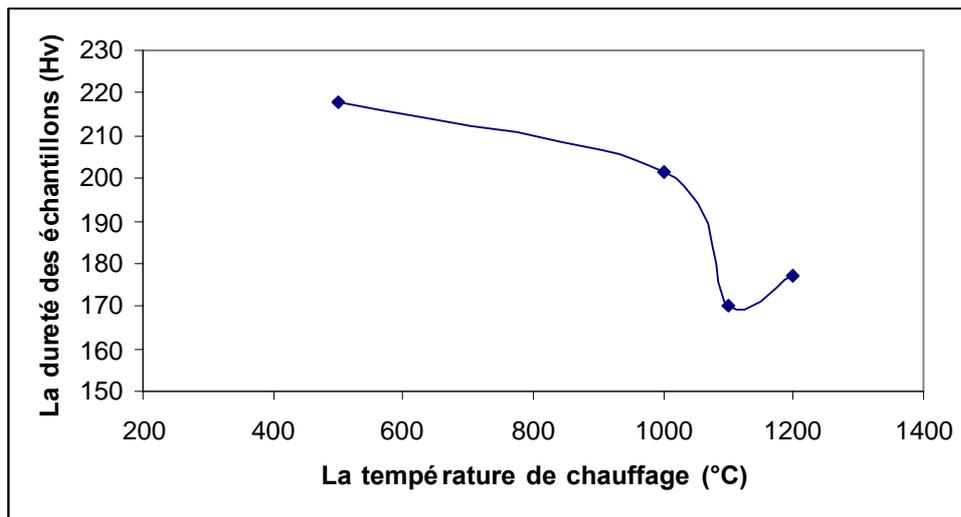


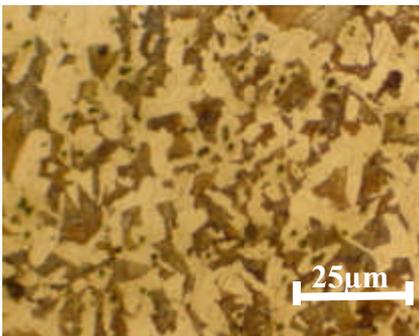
Figure VI.8. Influence de la température sur la dureté de l'acier étudié.

Après avoir préparé la structure par polissage, des mesures de dureté ont été effectuées sur tous les échantillons. Les résultats sont donnés dans la figure VI.8 ci-dessus. D'après ce graphe, nous constatons que la dureté diminue avec l'augmentation de la température d'homogénéisation. Cela est due à la croissance des grains dont la taille augmente avec la température également. En plus, nous avons également constaté une augmentation assez nette de la proportion de ferrite à mesure que la température d'homogénéisation augmente. Ainsi la combinaison d'une structure ferritique majoritaire et ductile à gros grains avec une fraction faible de perlite fait que la dureté diminue avec la température.

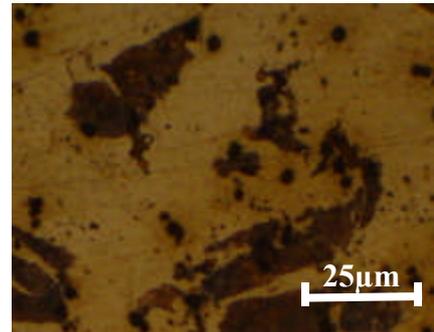
Ce constat est valable pour les trois premiers échantillons de la figure VI.9. Ainsi pour l'échantillon N°02 homogénéisé à 1000 °C, nous avons une dureté presque similaire à celle de l'acier brut, bien que nous ayons ici un taux de ferrite plus élevé (75% ferrite, 25% perlite). Mais cette fois on a une perlite grossière qui rend la dureté un peu élevée.

Concernant l'acier homogénéisé à 1100 °C, nous remarquons ici que la dureté a diminué brusquement avec un léger changement des taux de ferrite et perlite qui sont dans l'ordre de (80% ferrite, 20% perlite). Mais la photomicrographie montre que la perlite est sous forme d'îlots isolés dans la matrice ferritique avec des tailles fines. Cela justifie donc cette baisse de la dureté.

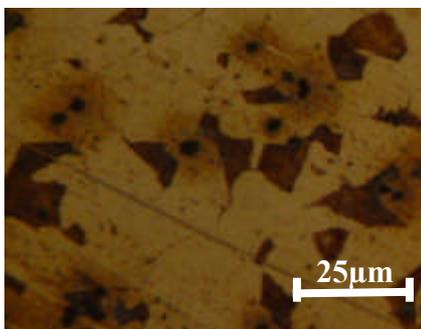
Pour l'acier homogénéisé à 1200 °C, nous avons obtenu des taux de ferrite et perlite de l'ordre de 85% ferrite, et 15% perlite. Ces proportions sont presque les mêmes que précédemment, sauf que la perlite est plus fine, mais cette fois lorsqu'on regarde la structure on voit que la perlite est mieux dispersée dans la matrice que dans les autres échantillons. Nous pensons donc que cette dispersion de la perlite (plus dure que la ferrite) est responsable de ce durcissement observé aussi léger soit-il.



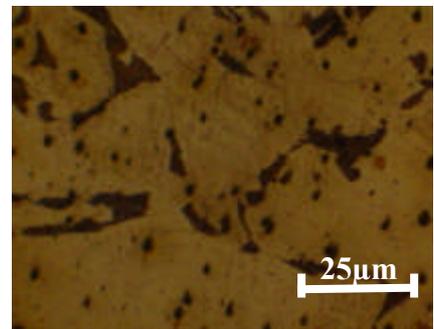
Echantillon N° 01 (NT)



Echantillon N° 02 (1000°C)



Echantillon N° 03 (1100°C)



Echantillon N° 04 (1200°C)

Figure VI.9 Evolution de la microstructure de l'acier avec la température (G=200).

VI.4.2. Influence de la température sur l'évolution de la microstructure

Le traitement thermique effectué a une grande influence sur la microstructure. Les propriétés mécaniques et physiques du matériau sont changées. Lors du chauffage des aciers à bas carbone (acier hypoeutectoïde), au dessus de A_{c3} , nous avons un grossissement des grains de l'austénite. Cela se produit par migration des joints de grains gouvernés par la diffusion qui elle même est une fonction de la température. Le résultat de ce traitement est donné dans le tableau et figure VI.10 ci-dessous.

La température de chauffage (°C)	NT	1000	1100	1200
La taille des grains (μm)	15	65	75	100

Tableau VI.17. Résultats de taille des grains en fonction de la température.

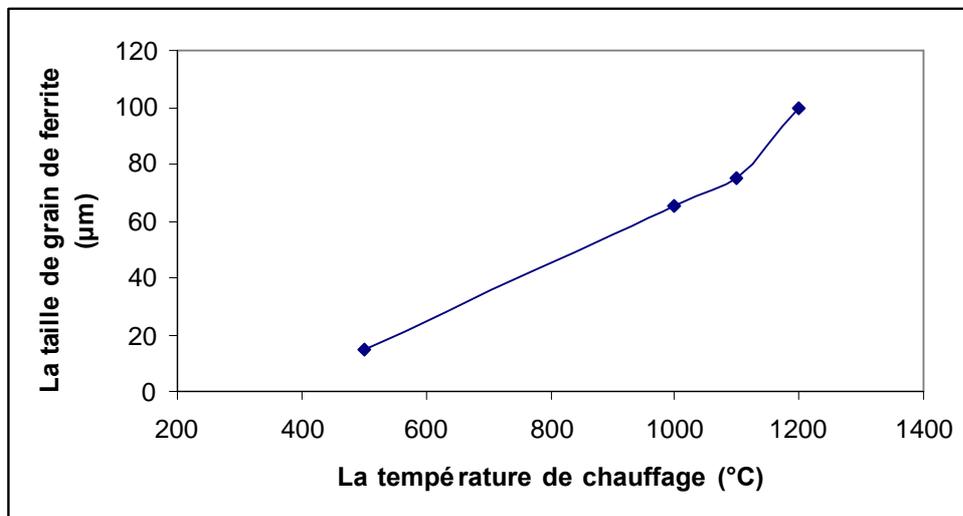


Figure VI.10. Evolution de la taille des grains par croissance durant le traitement d'homogénéisation.

L'acier de référence possède une structure ferrito-perlitique fine qui est due au mode de fabrication des lingots qui sont obtenus par coulée continue suivi par un refroidissement à l'air libre. Au vue de la section relativement faible (diamètre du lingot = 50 mm), il est attendu que le refroidissement soit relativement rapide donnant la structure à la taille du grain observée. La ferrite est constituée sous forme d'un réseau de grains connectés, tandis que la perlite est disconnectée et occupe les joints de grains ferritiques. Un refroidissement rapide limite la croissance des germes de ferrite. Les taux de ferrite et de perlite sont presque les même (50 % pour chaque phase).

Echantillon N°02 :

- ◆ Un maintien d'une heure à 1000°C rend les grains de l'austénite plus gros, et avec un refroidissement lent les grains de ferrite deviennent plus gros comparé à l'échantillon non traité.

♦ On peut expliquer ce phénomène par le fait qu’au cours du refroidissement, la germination de la ferrite se produit aux joints de grains de l’austénite. Cette germination commence à se produire au dessous de A_{c3} , et la croissance de ces germes évolue au cours du refroidissement. Tandis que la perlite devient aussi grosse parce qu’elle est issue de la phase austénitique qui elle est riche en carbone au dessous de A_1 .

Echantillon N°03 :

- ♦ Un maintien à 1100°C rend les grains de l’austénite plus gros, et avec un refroidissement lent cela conduit à avoir une ferrite grossière comparée avec l’échantillon précédent.
- ♦ Ce phénomène ayant le même mécanisme, mais cette fois la température est plus élevée. Cela a conduit à une perlite fine due au grossissement de grains de ferrite.

Echantillon N°04 :

- ♦ Un maintien à 1200°C rend les grains de l’austénite encore plus gros. Avec un refroidissement lent, cela conduit à une ferrite grossière comparée à l’échantillon précédent.
- ♦ Ce phénomène ayant le même mécanisme que précédemment décrit, mais cette fois la température est encore plus élevée qu’avant. Ce qui conduit à un dispersement de la perlite dans la structure, qui est le résultat d’une compétition anti-proportionnelle entre la croissance de la ferrite qui se fait au détriment des grains de perlite.

VI.4.3. Influence de la taille des grains ferritiques sur la taille moyenne des particules de poudre

Les résultats de cette analyse sont récapitulés dans le tableau ci-dessous.

La taille des grains de ferrite (μm)	15	65	75	100
Le Φ_m des particules après 30 (min) de broyage (μm)	241,16	274,74	282,04	311,57
Le Φ_m des particules après 1 heure de broyage (μm)	224,09	262,05	269,00	300,86
La Φ_m des particules après 2 heures de broyage (μm)	209,96	241,39	253,56	285,93

Tableau VI.18. Résultats de la taille des grains de ferrite en fonction des tailles des particules pour chaque échantillon.

Les résultats expérimentaux sont mieux exprimés par les courbes de la figure VI.11 ci-dessous.

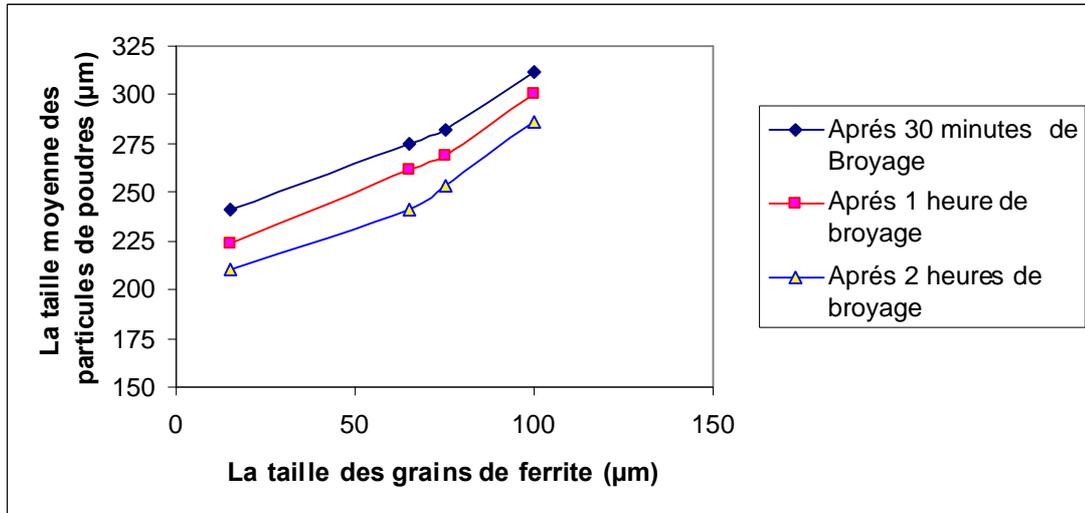


Figure VI.11 Influence de la taille des grains de la structure sur la taille moyenne des particules de poudre.

Lors du chauffage des lingots, plusieurs changements structuraux apparaissent dans le matériau. Ainsi, nous avons un changement dans les fractions volumiques des phases (ferrite, perlite), un changement de la dureté, et une augmentation de taille des grains de la ferrite. Mais les paramètres qui ont une influence certaine sur la taille des particules de poudres, sont les grains de ferrite et de perlite.

Dans cette optique, on peut dire que lors du broyage, la désintégration des copeaux s'effectuera au niveau des interfaces d'entre les phases différentes et au niveau des joints de grains de la même phase (comme la ferrite ou la perlite dans notre cas). On sait par ailleurs qu'un grain est un monocristal, et en tant que tel sa résistance au choc (résilience) est très grande. Par contre, un joint de grain est par définition un défaut structural qui marque un changement d'orientation durant la croissance des germes. Donc durant le broyage mécanique, vu, la faiblesse (basse cohésion) des interfaces, il est attendu que la concentration de contraintes s'effectuera au niveau des interfaces. Lorsque cette contrainte atteindra un seuil critique, le matériau coule plastiquement et la rupture devient inévitable.

VI.4.4. Influence de la structure sur la dureté

Dans tous les cas nous avons une structure ferrito-perlitique avec des taux de phases différents d'une température d'homogénéisation à une autre. Ici, le paramètre primordial qui influe sur la dureté c'est la taille des grains de ferrite (à cause de sa fraction volumique assez

large). En effet comme le montre la figure VI.12 une augmentation de la température provoque une augmentation de la taille des grains de ferrite (ductile HB=100), cela se traduit logiquement par une baisse sensible de la dureté. Cependant à 1200 °C, bien que la taille des grains de ferrite est davantage plus grande, en revanche ceux de la perlite deviennent assez fins et mieux dispersée dans l'espace (voire figure VI.9), et vu sa dureté (perlite) plus grande que celle de la ferrite, on constate une légère augmentation de la dureté.

La taille de grain de ferrite (μm)	15	65	75	100
La dureté (Hv, 0.1N)	217,61	201,28	170,27	176,91

Tableau VI.19. Résultats des tailles de grains de ferrite en fonction de la dureté.

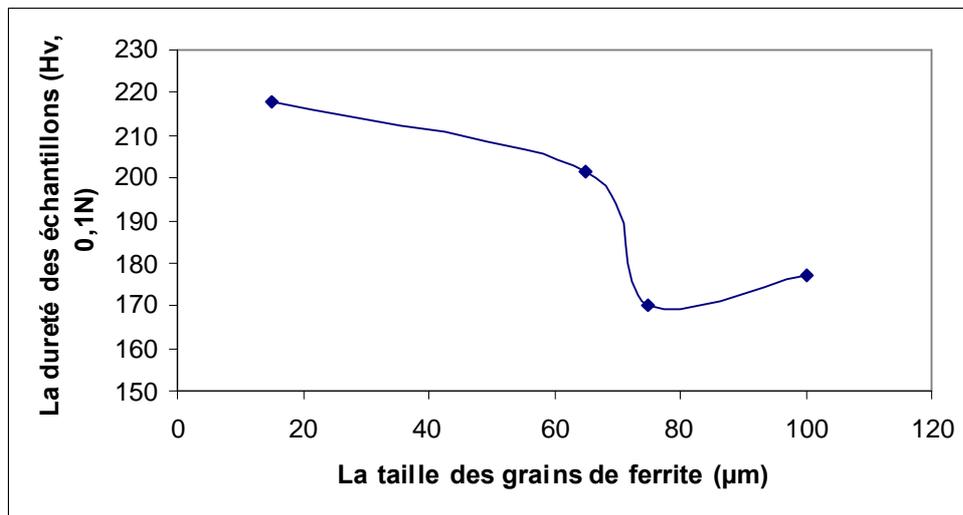


Figure VI.12 Influence de la taille des grains de ferrite sur la dureté de l'acier

VI.4.5. Influence du temps sur la taille des particules

Au cours du broyage nous avons une croissance de la taille des particules lorsque on augmente la température de chauffage, qui est présenté dans la figure VI.13 et tableau VI.20 ci-dessous, qui est du à la désintégration des poudres lorsque on augmente le temps de broyage. Lors du broyage les poudres vont subir un écrasement, cet écrasement provoque une fissuration qui facilite la fraction des poudres aux joints de grains de ferrite, et puisque la taille des grains elle plus élever depuis l'acier non traité jusqu'à celui qui a subit un traitement à (1200°C) a augmentée, influe directement sur la taille des poudres.

Temps de broyage (heure)	0,5	1	2	4	8
La taille des poudres de lingot non traité	241,16	224,09	209,96	194,72	171,38
La taille des poudres de lingot traité à 1000°C	274,74	262,05	241,39	218,81	197,35
La taille des poudres de lingot traité à 1100°C	282,04	269	253,56	—	—
La taille des poudres de lingot traité à 1200°C	311,57	300,86	285,93	—	—

Tableau VI.20 Résultats des tailles des particules de poudres lors du broyage.

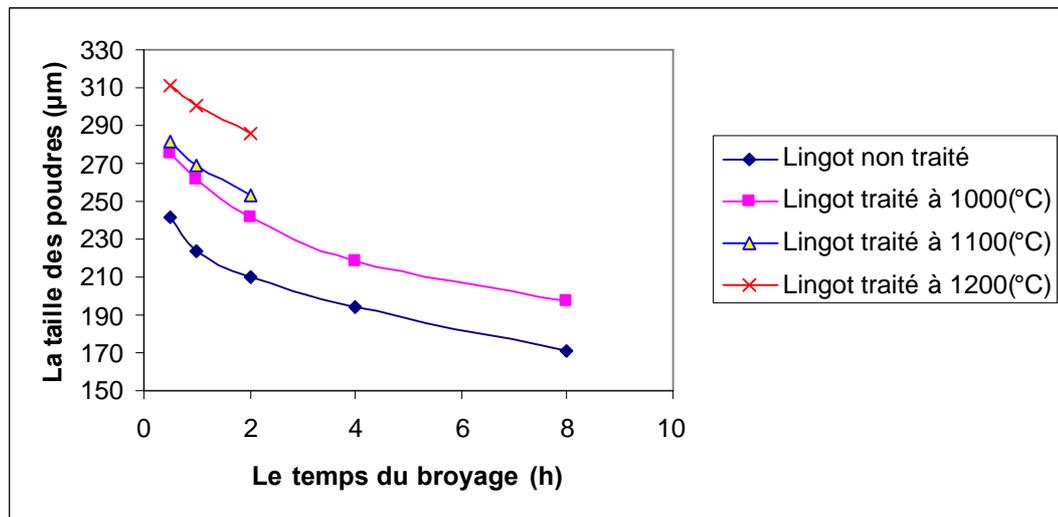


Figure VI.13. La taille des poudres en fonction du temps de broyage.

VI.5. CONCLUSION

Les choix d'une température de traitement thermique, le temps de maintien, et la vitesse de refroidissement, sont d'une importance primordiale dans les changements structuraux des aciers. En effet, ces paramètres sont à l'origine des mécanismes de diffusion et de formation des phases au cours du refroidissement jusqu'à la température ambiante d'un matériau.

D'autres paramètres sont liés au choix du traitement. Par exemple dans le cas de cette étude on s'intéresse à l'influence de la taille des grains de la structure et particulièrement ceux de la ferrite, sur l'aptitude au broyage de l'acier en question. Les résultats ont montré que plus la taille des grains de ferrite augmente plus la taille des particules de poudres augmente aussi.

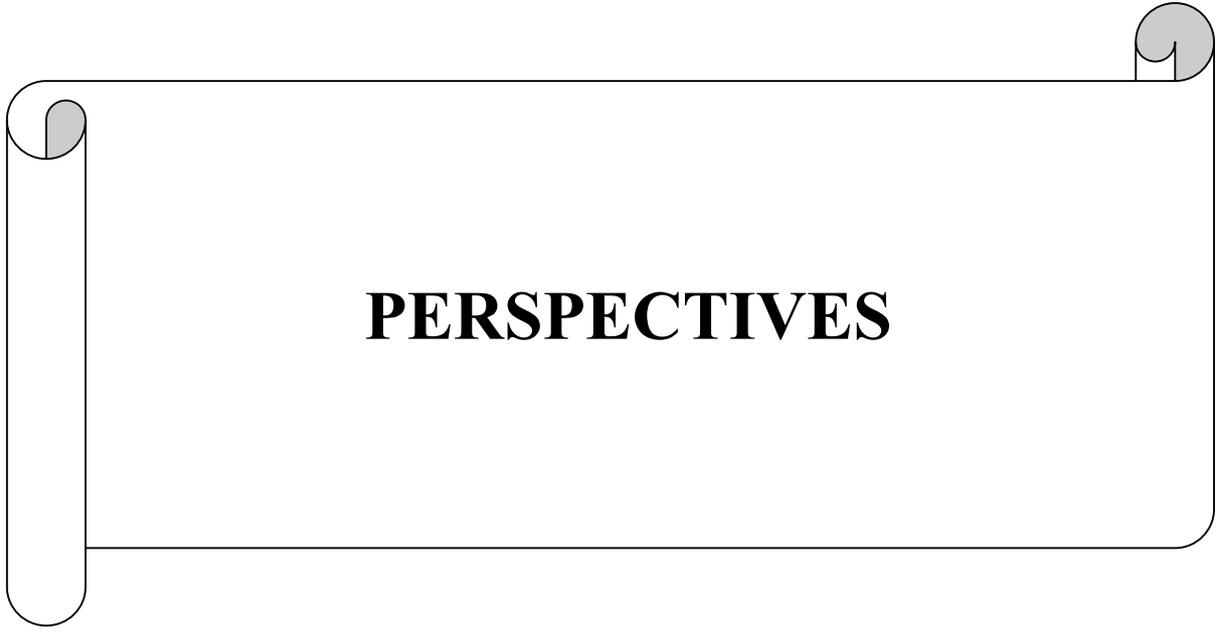


CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Le but principal de ce travail est d'étudier l'influence d'un traitement thermique (d'homogénéisation) sur la taille des particules de poudre obtenus par broyage mécanique à partir des copeaux des usinages d'un acier mi-dur. A l'issue de cette étude et des résultats obtenus, nous pouvons tirer les conclusions suivantes.

1. Plus la température du traitement thermique est élevée, plus la fraction et la taille des grains de la ferrite sont grandes.
2. Comme conséquence du changement structural observé, la dureté moyenne de l'acier baisse, sauf à 1200 °C où l'on enregistre une faible hausse due à la finesse et la bonne distribution de la perlite.
3. Un acier mi-dur avec un taux de carbone élevé (0,4%) lui donne une structure dure ce qui rend le broyage plus facile. Mais un traitement d'homogénéisation rend l'acier ductile, donc moins fragile, ce qui donne une taille des particules de poudre plus grande.
4. Dans les études précédentes on a varié plusieurs paramètres (le milieu, la masse initiale à broyer, le temps de broyage,...), mais cette fois-ci on a introduit la température comme paramètre principal pour changer la structure par un traitement thermique d'homogénéisation. Cela nous permet de conclure que l'on peut contrôler la taille des particules de poudre par la combinaison de plusieurs paramètres externes liés au broyeur et internes, liés au matériau et à sa structure.
5. Finalement on conclut que la taille des particules de la poudre élaborée, est directement influencée par la taille et le taux des grains de ferrite.

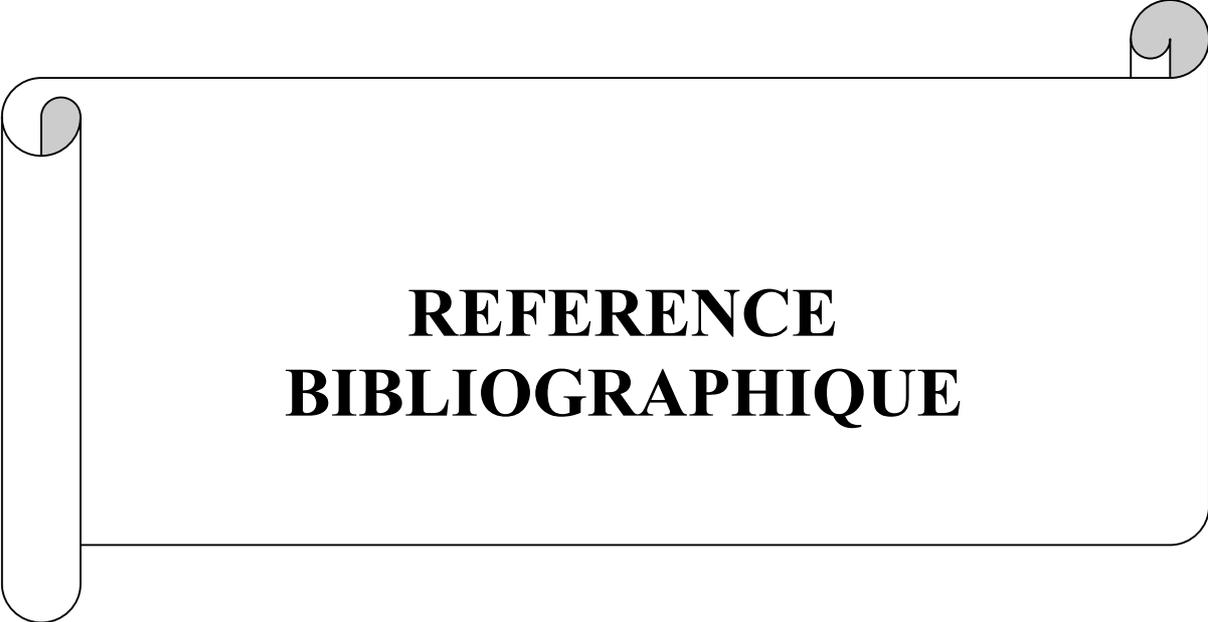


PERSPECTIVES

PERSPECTIVES

Perspectives pour travaux ultérieurs

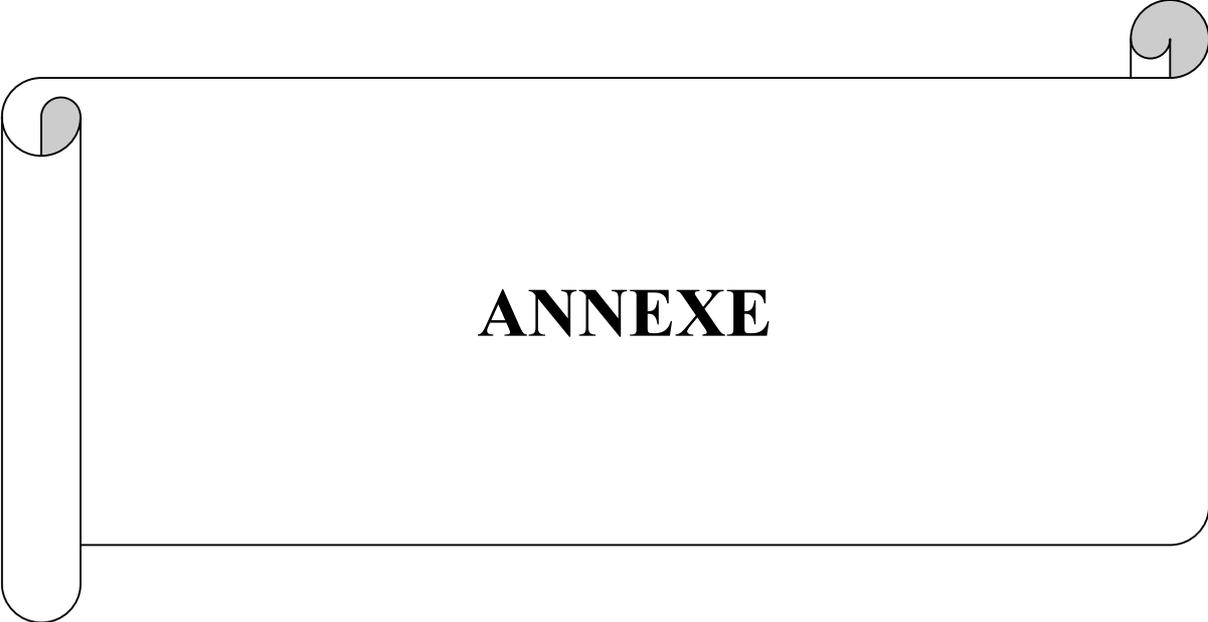
- Un traitement préalable de fragilisation par traitement thermique du matériau à broyer est préconisé notamment par trempe et revenu à différentes températures afin d'obtenir des poudres davantage plus fines.
- Faire une analyse par microscopie électronique de l'état de surface des particules afin d'étudier sa rugosité qui a une influence sur la coulabilité.
- Élimination du phénomène d'agglomération afin d'avoir une caractérisation plus précise.
- Étude de la frittabilité.
- Mise en forme de cette poudre par compactage des particules en flocons.
- Étudier les différents domaines d'utilisation de cette poudre.
- Changer les outils actuels du broyeur par d'autres plus durs en carbures de tungstène.



**REFERENCE
BIBLIOGRAPHIQUE**

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1]. **D.BOUVARD.** «Métallurgie des poudres ». (pages 7-29) Edition Hermes Science Paris (2002).
- [2]. **H.G.DOMAZER.** « New milling process for Fine Grinding of Powder Alloys in a Gas-Tight Attrition Mill », Powder Metall.Int. Vol 10 N° 3. (page150).1978.
- [3]. **A.KASSER.** « Cours de Métallurgie Des Poudres ». 2006.
- [4]. **R.OURAHMOUNE, Dr.A.KASSER.** « Elaboration et Caractérisation d'une Poudre d'Acier Obtenue par Broyage Mécanique des Copeaux d'Usinage ». (pages 33-66), Mémoire de Magistère. ENP (2004).
- [5]. **M.F.ASHBY, D.R.JONES.** « An Introduction to Microstructures, Processing and Design ». (Pages 123-128) Butterworth Heinemann edition. (1999).
- [6]. **G.MURRY.** « Technique de l'Ingénieur », (pages 2-20), 1990, M 1126.
- [7]. **G.MURRY.** « Technique de l'Ingénieur », (pages 2-5), 1990, M 1127.
- [8]. **N.BOUAOUADJA.** « Matériaux tome 1 ». (pages 217-221), Office Des Publications Universitaires, 1992.
- [9]. **M.Z AMAR, Dr A. KASSER.** « Elaboration et Caractérisation d'une Poudre d'Acier Obtenue par Broyage Mécanique de Copeaux des Usinages». (pages 43-70), Mémoire de Projet de Fin d'Etude. ENP (2004).
- [10]. **L.HABARKAN ET J.L.BROUWER.** « Base de la Métallographie ». (page 25)
- [11]. **F.MARNACHE, Dr.A.KASSER.** « Etude De La Frittabilité Des Poudres D'un Acier Mi-dur Obtenus Par Broyage Mécanique. (page 98), Mémoire de Magistère. ENP (2007).



ANNEXE

ANNEXE

I. Analyse chimique de l'échantillon n° 1

L'analyse réalisée sur un échantillon d'acier non traité, a donné les pourcentages massiques de chaque élément comme indiqué dans le tableau 1 ci-dessous.

Eléments	C	Si	Mn	S	Mo	Cu
Fluorescence-X (% massique)	—	0,200	0,480	0,059	0,430	0,160
Analyse CS (% massique)	0,465	—	—	—	—	—

Tableau 1. Analyse de la composition chimique des poudres par fluorescence-X [11].

La balance de nuance est constituée de 98,2% de fer. Un pourcentage de 0,16% Cu venant de la contamination des essais précédents (broyage de bronze), et Mo peut venir de l'équipement d'analyse.

II. Broyage de l'acier non traité et distribution de tailles de la poudre élaborée

Fabriqués à partir d'un lingot non traité, des copeaux d'une taille moyenne de 318 μ m, sont broyés à une vitesse de 2000 tr/min pendant des temps variant de 30 minutes à 8 heures. La masse initiale broyée étant de 250 grammes. Les résultats de tamisage sont donnés dans les tableaux ci-dessous [9].

Tamis (μm)	Refus (gr)	Fraction (%)
425	013,0	05,21
315	025,8	10,35
212	104,9	42,96
150	080,2	32,08
106	011,6	04,65
053	008,2	03,29
038	002,8	01,12
assiette	002,7	01,08

Tableau 2. Résultats de caractérisation après un broyage de 30 minutes.

$$D_m = 241.16 \mu\text{m}$$

Tamis (μm)	Refus (gr)	Fraction (%)
425	09,6	03,84
315	23,6	09,44
212	88,6	35,44
150	88,8	35,52
106	17,6	07,04
053	13,2	05,28
038	03,3	01,32
assiette	04,1	01,64

Tableau 3. Résultats de caractérisation après un broyage d' 1heure.

$$D_m = 224.09 \mu\text{m}$$

Tamis (μm)	Refus (gr)	Fraction (%)
425	006,8	02,72
315	019,1	07,64
212	072,5	29,00
150	108,0	43,20
106	018,9	07,56
053	015,6	06,24
038	003,8	01,52
assiette	006,8	02,72

Tableau 4. Résultats de caractérisation après un broyage de 2heures.

$$D_m = 209.96 \mu\text{m}$$

Tamis (μm)	Refus (gr)	Fraction (%)
425	004,3	01,72
315	014,5	05,80
212	056,6	22,64
150	119,1	47,64
106	021,2	08,48
053	017,4	06,96
038	005,0	02,00
assiette	010,2	04,08

Tableau 5. Résultats de caractérisation après un broyage de 4 heures.

$$D_m = 194,72 \mu\text{m}$$

Tamis (μm)	Refus (gr)	Fraction (%)
425	001,9	00,76
315	009,8	03,92
212	041,5	16,60
150	126,5	50,60
106	019,5	07,80
053	028,5	11,40
038	008,7	03,48
assiette	019,0	07,60

Tableau 6. Résultats de caractérisation après un broyage de 8 heures.

$$D_m = 171,38 \mu\text{m}$$

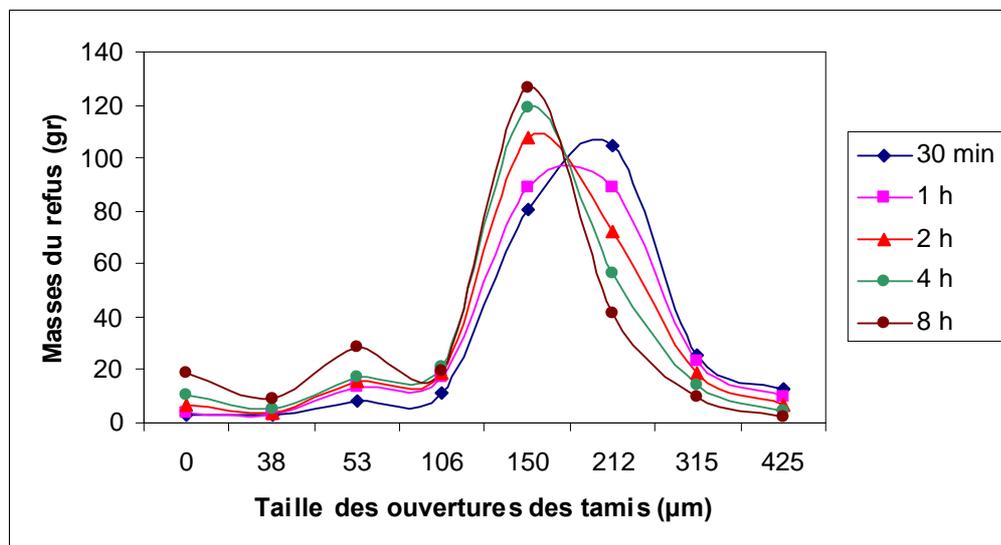


Figure 1. Distribution de tailles des particules de poudre après broyage de l'acier de référence non traité. $V_b = 2000$ tr/min, $M_b = 250$ grs [9].

III. Présentation de la morphologie des particules de poudres obtenues par broyage mécanique.

III.1. Morphologie des copeaux avant le broyage

Un usinage au tour donne une morphologie irrégulière des copeaux, avec une surface rugueuse, et des arrêtes en dents de scie. D'après la photomicrographie des copeaux montrés dans la figure 2 ci-dessous, le matériau est fortement écroui, à cause de l'arrachement de la matière par l'outil de coupe. On peut expliquer ce phénomène par le frottement entre l'outil et le lingot, en plus, un enlèvement d'un petit copeau discontinu avec une augmentation de chaleur due au frottement entre les deux éléments (lingot et outil de coupe) provoquant un écrouissage de la matière.



Figure 2. Photomicrographie optique montrant la forme initiale du copeau [9].

III.2. Evolution de la morphologie des particules de poudre pendant le broyage

a) Forme de grain à café

Au cours du broyage, les copeaux vont être désintégrés en donnant plusieurs morphologies. A cause du cisaillement et du roulement, on obtient au début du broyage des formes de particules dont la majorité ressemble à des grains à café comme le la figure 3 ci-dessous :

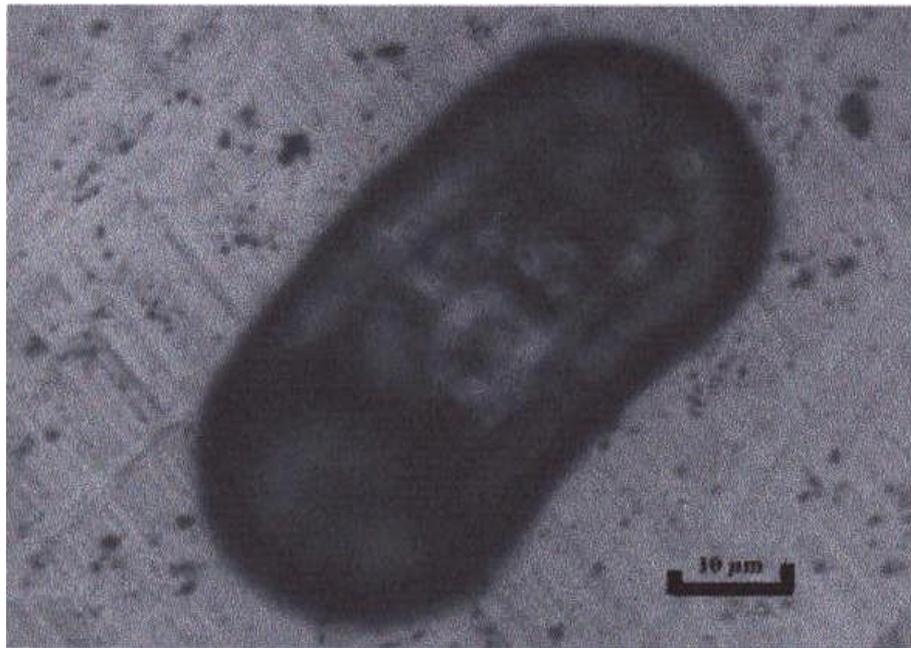


Figure 3. Photomicrographie optique montrant la forme pendant le broyage [9].

Au fur et à mesure que le temps de broyage progresse, la poudre change de morphologie en prenant une forme plus arrondie. Cela est dû au roulement, qu'ont subi les particules ayant la forme de grains à café, entre l'outil de broyage et le fond de la chambre de broyage. La figure 4 ci-dessous montre cette évolution:

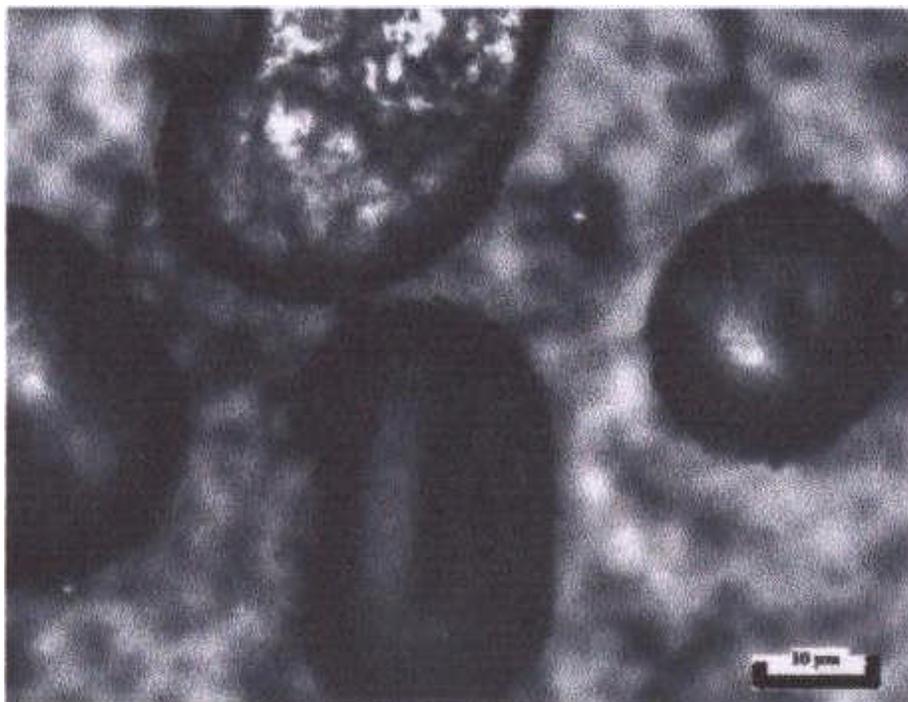


Figure 4. Photomicrographie optique montrant d'autres formes de poudre pendant le broyage [9].

b) Forme d'écaille

D'autres morphologies vont encore apparaître pendant que le broyage progresse. La figure ci-dessous montre une forme d'écaille ou de flocon. Cette forme est le résultat de l'attrition (frottement) et de l'écrasement des grosses particules, qui a lieu durant le broyage. La figure 5 montre cette forme des particules qui sont par ailleurs assez fines comparées aux autres.

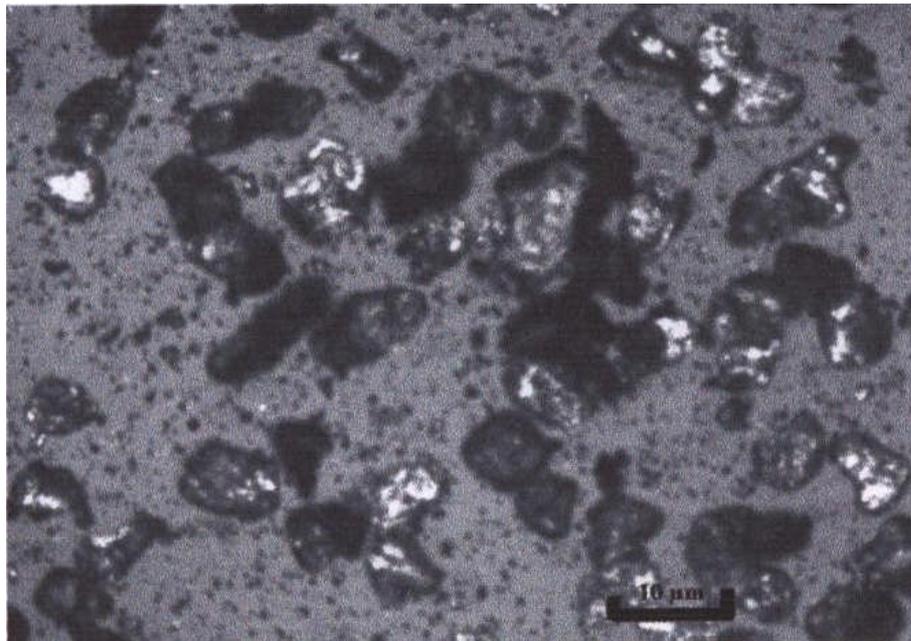


Figure 5. Photomicrographie optique montrant la forme d'écaille [9].

c) Forme d'aggloméré

Certaines particules de poudre sont sous forme d'aggloméré, individuel ou multiples (dendritique). Cette forme est souvent observable dans la poudre obtenue dans l'assiette en majorité. Ce genre de morphologie est montré dans les figures 6 et 7 pour les agglomérés individuel et multiple respectivement.

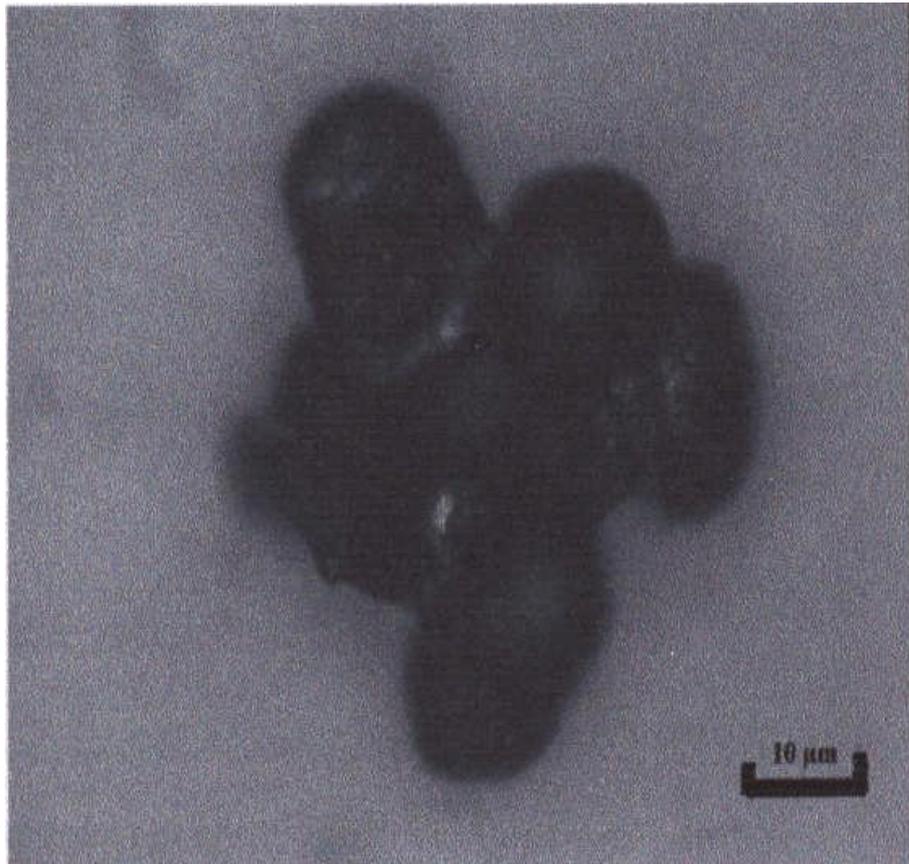


Figure 6. Photomicrographie optique montrant la forme d'aggloméré individuel [9].



Figure 7. Photomicrographie optique montrant la forme d'aggloméré multiple [9].