

10/94

وزارة التربية الوطنية
MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

المدرسة الوطنية للتكنولوجيا
BIBLIOTHEQUE - المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

DEPARTEMENT DE GENIE METALLURGIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

CONSOLIDATION D'UNE POUDRE
METALLIQUE PAR PRESSION
ATMOSPHERIQUE
(TYPE T15)

Proposé par :
A. KASSER (E.N.P)

Etudié par :
M.C. LAMRI

Dirigé par
A. KASSER

PROMOTION

93 / 94

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

CONSOLIDATION D'UNE POUDRE METALLIQUE PAR PRESSION ATMOSPHERIQUE (Type T15)

Proposé par :
A. KASSER (E.N.P)

Etudié par :
M.C. LAMRI

Dirigé par
A. KASSER

PROMOTION

93 / 94

DEDICACE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Je dédie ce travail :

- *A mes chers parents*
- *A mon frère M^d Saïd*
- *A toute ma famille*
- *A mes amis.*

REMERCIEMENTS

Je ne saurai jamais remercier assez, Mr A. KASSER qui a dirigé ce travail et l'a suivi avec beaucoup de bienveillance, qu'il veuille bien trouver ici l'expression de mes plus profonds respects.

Je remercie les responsables et personnel technique du département de génie minier de l'E.N.P., notamment Mr SAADA et Mr NAIT YEHLATEN, chargé des équipements et chef de département respectivement.

Mes remerciements vont aussi à Mr S. HADJI et B. MHAND du centre des matériaux de Draria pour leurs précieuses aide et disponibilité.

Je n'oublierai pas de remercier tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

TABLE DES MATIERES



I - INTRODUCTION	01
II - PRODUCTION DES POUDRES	03
II - 1 - Méthodes physiques	03
II - 2 - Méthodes mécaniques	04
II - 3 - Méthodes chimiques	04
III - CARACTERISATION	06
III - 1 - Introduction	06
III - 2 - Prise d'échantillon	06
III - 3 - Tests chimiques	06
III - 4 - Taille et distribution de taille	07
III - 4 - 1 - Tamisage	07
III - 4 - 2 - Sédimentation	07
III - 4 - 3 - Méthode du compteur Coulter	08
III - 4 - 4 - Diffraction de la lumière laser	08
III - 4 - 5 - Atténuation optique	08
III - 4 - 6 - Microscopie	09
III - 4 - 7 - Distribution de taille	09
III - 5 - Forme et structure des particules	10
III - 6 - Surface spécifique	10
III - 6 - 1 - Perméamétrie	11
III - 6 - 2 - Absorption des gaz	12
III - 7 - Testes spéciaux de comportement des poudres	13
III - 7 - 1 - Coulabilité et densité apparente	13
III - 7 - 2 - Compressibilité et résistance à vert	13
III - 7 - 3 - Retrait	14
IV - COMPACTAGE	15
IV - 1 - Introduction	15
IV - 2 - Mélange et lubrification	15
IV - 3 - Mécanismes de compactage	15
IV - 3 - 1 - Distribution de contraintes	17
IV - 3 - 2 - Relations fondamentales de compactage	17

VI - 4 - Traitement thermique	32
VI - 4 - 1 - Recuit	32
VI - 4 - 2 - Trempe	33
VI - 4 - 3 - Revenu	33
VI - 5 - Applications des aciers rapides	34
VI - 5 - 1 - Coupe	34
VI - 5 - 2 - Usure d'un outil de coupe	34
VI - 6 Métallurgie des poudres des aciers rapides	35
VII - PROCEDURE EXPERIMENTALE	36
VII - 1 - Introduction	36
VII - 2 - Objectif	36
VII - 3 - Présentation du matériau	36
VII - 4 - Séparation granulométrique	37
VII - 5 - Préparation des capsules	37
VII - 6 - Frittage	38
VII - 7 - Préparation métallographique	39
VII - 8 - Etude métallographique	39
VII - 8 - 1 - Observations microscopiques	39
VII - 8 - 2 - Mesures métallographiques	39
VII - 9 - Mesures de dureté	40
VIII - RESULTATS ET INTERPRETATION	41
VIII - 1 - Porosité	41
VIII - 2 - Microstructure	46
VIII - 3 - Dureté	48
VIII - 4 - Pénétration du verre	49
IX - CONCLUSION	50

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Bien que la métallurgie des poudres (M.D.P) est beaucoup plus connue comme une technique du 20eme siècle,des recherches ont révélé que l'homme primitif Africain en avait déjà les rudiments. En effet,à cette époque ,la production des hautes températures était encore mal connue. On présume dès lors,que nos aïeux faisaient recours au forgeage de minerais réduits d'aspect spongieux.Certains chercheurs affirment même que le minerai,une fois réduit,est concassé puis lavé de la gangue donnant ainsi,une poudre qui frittée en un matériau poreux sera forgée pour le densifier.

Aujourd'hui,au crépuscule du 20eme siècle,la M.D.P suscite plus que jamais l'intérêt des chercheurs dans le domaine des matériaux

L'émergence d'une nouvelle génération de matériaux tels que les composites,les cermets etc...et les exigences des nouvelles technologies de l'espace , de l'automobile et de l'électronique,font de la M.D.P une technique prometteuse.

Dans la branche des aciers rapides,la M.D.P a satisfait à un degré considérable les exigences des utilisateurs,avec de meilleures microstructures et propriétés mécaniques.

Comparés aux aciers coulés selon la méthode conventionnelle,les produits de la M.D.P présentent une plus grande homogénéité avec des carbures et des grains fins,ce qui améliore les propriétés de l'outil pendant le service .

L'étape la plus importante dans le processus de production de la M.D.P est le frittage .Le but est d'obtenir des matériaux denses à 100% de la densité théorique et les meilleures propriétés structurales possibles. Les paramètres influant sur le frittage sont essentiellement:Le temps,la température et la taille des particules.

Dans le cas des aciers rapides,le frittage est mené à des températures proches du solidus.Un maintien prolongé à de telles températures provoque un grossissement du grain et la coalescence des carbures,d'où la nécessité d'optimiser les variables temps-température.

Ces dernières années,la M.D.P a connu des progrès continus.Plusieurs techniques de consolidation ont été utilisées,parmis lesquelles on cite la consolidation par pression atmosphérique (C.A.P).

La méthode dite C.A.P est une variante de la technique de compression isostatique à chaud. Elle a été développée par la compagnie Américaine Universal Cyclops Corporation.

La poudre est mise dans des moules en verre ayant une viscosité adéquate à la température de frittage . Les moules sont mis sous vide et soudés.

Pendant le frittage le verre fond et transmet la pression atmosphérique à la poudre permettant ainsi d'accélérer le frittage.

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

Après l'introduction, le chapitre (II) présente les différentes méthodes de fabrication des poudres qui sont subdivisées en trois types: Physiques, mécaniques et chimiques.

Le chapitre trois enchaîne avec la caractérisation des poudres: taille forme, surface spécifique etc... Ces caractéristiques sont déterminantes dans les étapes ultérieures.

Le compactage fait l'objet du chapitre (IV) , c'est l'étape pendant laquelle se fait la majeure partie de la densification.

Le frittage est l'opération ultime du processus de M.D.P , où l'agrégat de poudre atteint la densité théorique et forme un matériau dense.

Plusieurs mécanismes de transport de matière contribuent à la densification.

Nous les avons présenté plus au moins brièvement selon l'importance de chacun . Ceci est traité dans le chapitre (V) .

Le chapitre (VI) , en guise d'introduction à la partie expérimentale est réservé aux aciers rapides.

Dans notre réalisation nous avons étudié le comportement de l'acier rapide T15 pendant le frittage.

Nous avons essayé de voir l'influence du temps, de la température et de la taille des particules sur le processus de densification ainsi que sur la microstructure qui en résulte.

Les résultats sont présentés et discutés dans le chapitre (VIII).

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

Les méthodes de production de poudres peuvent être regroupées en trois principales catégories :

- 1- Méthodes physiques.
- 2- Méthodes chimiques .
- 3- Méthodes mécaniques.

II-1/ Méthodes physiques:

La plus importante méthode physique répandue dans la pratique est désignée sous le nom d'atomisation. Elle consiste à désintégrer en de fines particules, un jet de métal liquide par un flux atomiseur sous pression qui peut être un gaz inerte, un liquide ou une vapeur.

Au cours de la collision fluide-métal, une partie de l'énergie cinétique du fluide est transmise au métal pour former les nouvelles surfaces des particules.

Les caractéristiques de la poudre, à savoir :

- La taille des particules.
- La distribution de tailles.
- La forme des particules.
- La pureté et la structure.

dépendent des paramètres d'atomisation tels que : le type d'atomiseur, sa pression, sa vitesse, la géométrie des jets, la température du métal, sa viscosité.

La finesse des particules est favorisée par une faible viscosité du métal, la surfusion du métal, faibles diamètre et longueur du filet de métal, haute pression d'atomisation, haute vitesse du fluide.

Un refroidissement rapide (cas d'atomisation à l'eau) donne lieu à des particules de formes irrégulières.

On choisit l'agent atomisant selon le degré de pureté requis et la forme désirée. Pour les métaux réactifs (haut point de fusion) on utilise plutôt l'azote ou des gaz rares tels que l'argon et l'hélium notamment dans le cas où l'on recherche un refroidissement rapide.

Une autre gamme de procédés d'atomisation, dite atomisation centrifuge est utilisée sous plusieurs formes, on cite :

- L'électrode tournante :

Une électrode dont le métal sert à produire la poudre est fusionnée par le moyen d'un arc électrique, source à plasma, laser

etc.... En même temps qu'elle est animée d'un mouvement de rotation à grande vitesse. Un film de métal liquide se forme sur les bords de l'électrode et est projeté sous forme de gouttelettes sous l'effet de la force centrifuge.

La chambre d'atomisation est sous atmosphère contrôlée ou sous vide et permet d'obtenir des poudres de haute pureté. Une autre méthode utilisant le même principe consiste à projeter un filet de métal liquide sur un disque ou un cylindre creux tournant à des vitesses de l'ordre de 400 - 600 trs/mn, au contact le métal est projeté et désintégré en fines gouttelettes qui se solidifient dans la chambre d'atomisation.

- Atomisation sous vide : (Hydrogen solubility process) :

Elle consiste à dissoudre dans le métal liquide de l'hydrogène dans une enceinte sous pression et de relier l'ensemble, au moyen d'une vanne, à une chambre sous vide. En ouvrant la vanne, les bulles de gaz dans le métal liquide s'évacuent énergiquement entraînant avec elles des gouttelettes de métal. C'est un procédé qui donne des poudres d'une propreté remarquable.

II-2/ Méthodes mécaniques :

L'une des techniques les plus classiques de moins en moins utilisée est le broyage. Elle est recommandée pour les matériaux fragiles. On broie ainsi les dépôts électrolytiques en une poudre que l'on veut affiner. L'inconvénient est que les poudres obtenues sont écrouies, donc difficiles à compacter. Ce procédé sert aussi à produire des poudres préallées.

Dans des broyeurs à boulets, on met les poudres élémentaires en proportions désirées. Les boulets, animés d'un mouvement de rotation, s'entrechoquent en écrasant les particules de poudre l'une contre l'autre provoquant l'interpénétration des réseaux et leur fragmentation.

On peut aussi ranger dans cette catégorie le procédé dit "cold stream" qui consiste à projeter une poudre au moyen d'un jet de gaz à basse température sur une cible fixe, le choc provoque la fragmentation des particules jusqu'à des tailles de 10 μ m.

Les méthodes donnent des poudres écrouies et des formes-irrégulières.

II-3 Méthodes chimiques :

Ce sont des méthodes qui consistent à produire des poudres par décomposition d'un complexe du métal (sels, carbonyles, oxydes....)

Ainsi, on réduit les oxydes métalliques par l'hydrogène ou le carbone selon le cas. On produit des poudres de tungstène et de Cuivre à partir d'oxydes par réduction par l'hydrogène ; les oxydes de fer sont réduits par le carbone.

La réduction peut se produire en milieu aqueux, c'est le cas de la réduction du sulfate de Nickel aminé par l'hydrogène.

Les poudres réduites présentent un aspect spongieux, un broyage supplémentaire permet d'obtenir des particules adéquates.

Les poudres métalliques peuvent être obtenues par décomposition thermique de carbonyles. On obtient ainsi, des poudres de Nickel par décomposition de carbonyles de Nickel, $Ni(CO)_4$. Le carbonyle est obtenu à partir de la matte de Nickel : Dans une atmosphère de monoxyde de carbone sous une pression de 7000 KPa, on chauffe à $180^\circ C$, il se forme des carbonyles de Nickel, $Ni(CO)_4$ qui s'évaporent. Les vapeurs sont récupérées et décomposées thermiquement donnant de fines particules de Nickel et du monoxyde de carbone (1).

Le dépôt électrolytique d'un métal est une forme de réduction. L'ion M^{n+} est réduit en métal et se dépose sur l'anode. Les particules ont des formes dendritiques.

III-1- Introduction :

Le comportement de la poudre pendant le compactage et le frittage ainsi que les propriétés mécaniques et structurales du produit fritté dépendent des caractéristiques de la poudre qui sont : taille des particules, distribution de tailles, la forme des particules, la structure et la composition chimique. Il est donc impératif de connaître toutes ces caractéristiques afin de prévoir le comportement de la poudre durant le procédé de fabrication ainsi que les propriétés finales du produit.

Cependant, les grandeurs sus-citées, ne permettent pas, à elles seules d'avoir une approche quantitative de ce comportement.

On fait, alors, recours à un certain ensemble de tests de comportement tels que : la coulabilité, la densité apparente, la compressibilité, la résistance à vert et le retrait.

III-2/ Prise d'échantillon :

Le prélèvement d'échantillons est normalisé par l'ASTM(2), l'échantillon doit être statistiquement représentatif du stock.

III-3/ Tests chimiques :

Les tests chimiques ont pour objectif la caractérisation chimique de la poudre : sa teneur en oxygène et le taux des impuretés.

La teneur en oxygène de la poudre est déterminée par le test dit de perte dans l'Hydrogène. Il consiste à chauffer un échantillon de poudre dans un courant d'Hydrogène pendant un temps et à une température donnée.

On mesure alors, la perte de masse qui donne une estimation de la teneur en oxygène. Ce test présente cependant des insuffisances.

Dans le cas de présence de certains oxydes non réductibles dans les conditions opératoires (SiO_2 , Al_2O_3 , CaO) la perte de masse serait inférieure à la valeur réelle. Des erreurs par excès peuvent en revanche, être commises dans le cas d'existence de composés volatils avec l'Hydrogène tels que : soufre, carbone ou d'éléments métalliques volatils à la température de travail.

Pour la détermination des impuretés, on procède à la dissolution de la poudre dans de l'acide (acide chlorhydrique pour l'acier, acide nitrique pour le Cu). Les précipités insolubles constituant les impuretés sont filtrés, séchés puis pesés.

Les précipités sont en général des silicates, alumine, argile et autres matériaux réfractaires qui ont pour effet d'accélérer l'usure des outils de compactage.

III-4/ Taille et distribution de taille :

La taille de particule est définie de différentes manières selon la forme et la méthode de caractérisation utilisée. Pour des particules sphériques on prend la taille comme le diamètre de la sphère.

III-4-1/ Tamissage :

Une colonne verticale de tamis est arrangée du haut vers le bas dans l'ordre décroissant des calibres. Les tamis sont mis en vibration de telle sorte que les particules plus petites que les ouvertures du tamis passe à travers, au tamis de calibre inférieur.

La taille des particules est comptée comme le calibre du tamis qui les retient. Les différentes fractions de chaque tamis sont pesées pour déterminer ainsi la distribution de taille en masse.

III-4-2/ Sédimentation :

C'est une méthode basée sur la loi de stocks. Elle est applicable aux particules fines de 0,05 à 60 μm . Elle consiste à mesurer la vitesse de sédimentation des particules dans un liquide en connaissant la hauteur parcourue et le temps nécessaire pour la sédimentation. D'autre part, la vitesse de sédimentation est donnée par :

$$V = \frac{g (\rho - \rho_f) D^2}{18 \eta}$$

où : ρ : densité de la particule.
 ρ_f : Densité du fluide.
D : diamètre de la particule.
 η : viscosité du fluide.
g : pesanteur.

Ayant donc mesuré la vitesse V on peut tirer le diamètre D de l'équation (III-1).

Cette méthode présente des limitations, elle est plutôt utilisée pour les poudres sphériques, les tailles mesurables doivent être telle que le nombre de Reynolds soit inférieur à 0,2.

III-4-3/ Méthode du compteur Coulter :

Elle est basée sur la mesure de la variation de la résistance électrique lorsque des particules, en suspension dans un électrolyte, passent une par une à travers une petite ouverture joignant les 2 électrodes. Au passage d'une particule à travers l'ouverture, la résistance augmente se traduisant par des pics de tension proportionnels au volume de la particule.

La taille de particule est calculée comme la racine cubique du volume mesuré.

III-4-4/ Diffraction de la lumière Laser :

Les particules de poudre sont mises en suspension dans un liquide en écoulement à travers une cellule traversée par un faisceau laser qui est alors diffracté. L'angle de diffraction dépend de la taille des particules. Plus la taille est petite, plus l'angle de diffraction est grand.

Le rayon diffracté est localisé sur un disque tournant à 13 ouvertures correspondant à des positions angulaires bien définies. Le rayon tombe sur un photo-détecteur relié à un système électronique qui donne par simple lecture les tailles des particules, tout en faisant le comptage qui permet de déduire la distribution de taille en nombre. Cette méthode permet de mesurer des tailles allant de 1,9 à 176 μm .

III-4-5/ Atténuation optique :

Un échantillon de poudre est dispersé dans un liquide et mis dans une cellule en verre. Les particules dans leur descente interceptent un faisceau lumineux qui traverse la cellule à une distance déterminée de la surface du liquide. La lumière passante tombe sur une cellule photo-électrique branchée sur un millivoltmètre.

La loi de Beer-Lambert donne la relation entre l'intensité du faisceau de lumière et l'aire projetée de la particule :

$$\ln \frac{I_0}{I} = \frac{K.S.C.l}{4} \quad (\text{III-3})$$

où I_0 : Intensité de lumière passant à travers le liquide limpide.

I : Intensité de lumière passant à travers la suspension.

S : Surface projeté par unité de masse.

C : Concentration de la suspension (unité de masse/unité de volume).

l : Longueur du faisceau lumineux.

K : Facteur d'extinction.

La taille est donnée par la loi de stocks :

$$t_D = \frac{18 \eta h}{(\rho - \rho_f) g \cdot D^2} \quad (\text{III-4})$$

t_D : Temps de sédimentation d'une particule de taille D .
La distribution de taille est donnée par :

$$D m_{1-2} = \frac{x_1 + x_2}{2} (\ln I_{x_1} - \ln I_{x_2}) \quad (\text{III-5})$$

$D m_{1-2}$: Masse des particules dans l'intervalle x_1-x_2 .
 I_{x_1} , I_{x_2} : Intervalle d'intensité correspondant à l'intervalle de taille x_1-x_2 .

On peut remplacer le faisceau de lumière par les rayons x mais dans ce cas l'atténuation des rayons x est proportionnelle à la masse des particules et non à l'aire projetée.

III-4-6/ Microscopie :

Elle est considérée comme la méthode standard à partir de laquelle s'inspirent les autres méthodes.

On dispose les particules de poudre sur la platine, une caméra TV balaie la surface recouverte de poudre. Il est mesuré ainsi la taille et la distribution de taille par enregistrement du nombre de particules interceptés par le spot. (3). Pour des particules très fines, on utilise la microscopie électronique.

III-4-7/ Distribution de taille :

Selon la méthode de production utilisée, la distribution de taille peut être plus ou moins large. Pour les poudres métalliques, la taille varie de 20 μm à 150 μm ; pour les matériaux réfractaires, elle va de 1 à 10 μm (4).

Les résultats sont présentés sous forme de tableaux ou de graphes. Sur les tableaux on écrit en colonne les intervalles de taille et les pourcentages correspondant en masse ou en nombre de particules.

Sur les graphes, on adopte en général, la méthode suivante :
On porte sur l'axe des ordonnées le pourcentage en masse ou en nombre, tandis qu'en abscisse, on porte les tailles des particules.
Dans le cas où la distribution est très large on choisit l'échelle semi - logarithmique.

Une autre façon de présenter les résultats et de porter en ordonnées le pourcentage cumulé (en masse ou en nombre) plus petit ou plus gros, la courbe prend alors l'allure en cloche dite distribution de Gauss (fig III-1).

III-5/ Forme et structure des particules :

La norme 3252 de l'International Standards Organisation a dénombré et défini les formes de particules comme suit (fig III-2).

- | | |
|--------------|--------------|
| Aciculaire. | Cranulaire. |
| Dendritique. | Irrégulière. |
| Fibreuse. | Nodulaire. |
| En flaque. | Sphéroïdale. |
| Angulaire. | |

Les particules sont soit monocristallines, soit polycristallines. Quelque fois, les particules présentent une porosité que l'on mesure en utilisant plusieurs méthodes.

III-6/ Surface spécifique :

On définit la surface spécifique comme la surface totale des particules par unité de masse. Elle est mesurée en m²/kg ou en cm²/g.

Pour des poudres sphériques, la surface spécifique est donnée par l'équation.

$$S = \frac{6}{\rho \cdot D} \quad (II-6)$$

où

- D : Taille.
 ρ : Densité.

pour des poudres irrégulières, on fait intervenir un facteur (θ > 1) dit facteur de forme :

$$\sigma = \frac{y_1 \cdot \sigma_0}{100} + \frac{600 \theta}{\rho} \left(\frac{w_1}{1,2x_1} + \frac{w_2}{1,2x_2} + \dots + \frac{w_n}{1,2x_n} \right) \quad (II-7)$$

x₁, x₂ , x_n : Tailles des particules telle que :

$$\frac{x_n}{x_{n-1}} = \sqrt{2}$$

w₁, w₂ , w_n : Fractions massiques correspondant aux tailles

x₁, x₂ , x_n.

y₁ : Fraction massique de taille inférieure à x₁.

σ₀ : Surface spécifique des particules de taille inférieure à x₁

Connaissant la surface spécifique (mesurée), on peut déterminer la taille moyenne en assumant la forme sphérique des particules :

Si y_1 est faible, on néglige le premier terme de l'équation (III-7)

$$\sigma = \frac{600 \theta}{\rho} \left(\frac{w_1}{1,2x_1} + \frac{w_2}{1,2x_2} + \dots + \frac{w_n}{1,2x_n} \right) \quad (\text{III-8})$$

Les méthodes principales de détermination de la surface spécifique sont : la perméamétrie et l'adsorption de gaz.

III-6-1/ Perméamétrie :

Cette méthode est décrite par la norme B 330 de l'ASTM.

La mesure est aisée et reproductible. L'une des méthodes les plus usuelles est celle de Fisher (4).

Un échantillon de poudre est placé dans un tube à travers lequel passe un courant d'air sec sous une pression constante. Le débit d'air traversant l'échantillon est déterminé par la pression indiquée par le manomètre.

En assumant un écoulement visqueux de l'air, l'équation de Carman (5) donne la surface spécifique :

$$S_w = \frac{1}{\rho} \sqrt{\frac{1}{5\alpha} \frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2}} \quad (\text{III-9})$$

où S_w : Surface Spécifique (cm^2/g).
 ρ : Densité du matériau.
 α : Coefficient de perméabilité.
 ϵ : Porosité de la poudre.

ϵ est définie comme $\epsilon = \frac{\text{Volume du vide}}{\text{Volume total de la poudre}}$.

qui est donné par la loi d'Arey.

$$Q_v = \alpha \cdot \Delta P/L \cdot 1/\eta \quad (\text{III-10})$$

Q_v : débit volumique du gaz à travers la section de l'échantillon
 P/L : gradient de pression par unité de longueur.
 η : viscosité du gaz.

ou Comme suit :

$$S_v = \sqrt{\frac{1}{5\alpha} \frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2}} = 0,45 \sqrt{\frac{\Delta P}{L} \frac{1}{Q \eta} \frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2}} \quad (\text{III-11})$$

III-6-2/ Adsorbtion de Gaz (B.E.T):

Cette méthode souvent désignée par les initiales B.E.T (Brunauer, Emmut et Teller) mesure la surface spécifique avec comme données la quantité de gaz adsorbée en une monocouche et l'aire occupée par une molécule de gaz.

L'adsorbé le plus utilisé est l'azote, mais pour des surfaces spécifiques inférieures à $1\text{m}^2/\text{g}$ on préfère le Krypton. Le volume de gaz adsorbé en une monocouche V_m , est obtenu après une série de mesure du volume absorbé en faisant varier la pression, à partir de la relation de Brunauer. (6)

$$\frac{p}{V(p_0 - p)} = \frac{1}{V_m \cdot C} + \frac{(C - 1) P}{V_m \cdot C P_0} \quad (\text{III-12})$$

où:

p_0 : Pression de vapeur du gaz absorbé à la température d'absorption.

C : Cste

V_m : Volume de gaz absorbé par une monocouche.

V : Volume absorbé.

P : Pression partielle du gaz absorbé.

Cette relation est sous forme:

$$\frac{p}{V(p_0 - p)} = A \cdot \frac{P}{p_0} + B \quad \text{Tel que } V_m = 1/A+B$$

En faisant varier P , on trace la droite $\frac{P}{V(p_0 - p)} = f(P/p_0)$

puis on détermine graphiquement la pente A et l'ordonnée à l'origine B donnant ainsi V_m .

Le schéma de l'appareil B.E.T est représenté sur la fig (III-3) et décrit par Allan.

Le nombre de molécules correspondant au volume V_m est :

$$n = \frac{V_m}{V_{molaire}} \times N \quad \text{Tel que } V_m = 1/A+B$$

Avec N : nombre d'Avogadro = $6,02 \times 10^{23}$

et la surface total est : $S = n \cdot A$

où: A : aire d'une molécule de gaz absorbé.

d'où la surface spécifique : $S_m = S/m$.

où m : masse de l'échantillon de poudre.

REMARQUE :

La surface spécifique calculée par cette méthode , inclue la surface interne des pores pouvant exister dans la poudre. C'est ainsi que, ayant mesuré la surface spécifique par perméamétrie (ne tenant pas compte de la porosité), l'on peut déterminer la porosité en faisant la différence entre les deux mesures.

III-7/ Tests Spéciaux de comportement des poudres:

III-7-1/ Coulabilité et densité apparente:

La coulabilité et la densité apparente sont déterminées en utilisant le même appareil de Hall.(fig.III-4).

Pour mesurer la coulabilité, l'opérateur bouche de son doigt le trou de l'entonnoir et y verse 50 g de poudre (8) puis retire son doigt laissant couler la poudre et déclencher en même temps un chronomètre pour mesurer la durée de l'écoulement.

Le temps enregistré donne la vitesse d'écoulement.

Pour mesurer la densité apparente, on place sous l'entonnoir de Hall un conteneur cylindrique d'un volume de 25 cm³, une fois celui-ci rempli, on nivelle la poudre à même les bords du cylindre.

La masse de la poudre sans le cylindre multipliée par 0,04 est égale à la densité apparente en g/cm³.

Les poudres sphériques présentent de bonnes coulabilité et densité apparente mais elles ne sont pas souvent utilisées vu les inconvénients qu'elles présentent durant le compactage. Les poudres fines et irrégulières ont de faibles coulabilité et densité apparente à cause de l'importance des forces de frottement entre les particules et souvent de grandes surfaces spécifiques.

Les meilleurs résultats s'obtiennent en utilisant des mélanges de poudre fines et grossières dans des proportions bien choisies.

L'usage de lubrifiant améliore la coulabilité et densité apparente en diminuant les forces de frottement.

III-7-2/ Compressibilité et résistance à vert :

La compressibilité est généralement exprimée comme la densité à vert du comprimé compacté sous une pression déterminée dans une matrice aux dimensions déterminées et sous des conditions déterminées par la norme B331 de L'ASTM. On utilise des échantillons rectangulaires avec une section transversale de $1\frac{1}{4}'' \times \frac{1}{2}''$ ou cylindriques avec un diamètre de $1''$

La pression appliquée par deux poinçons supérieur et inférieur, est de 414 MPa (8). Dans le cas où l'on comprime à différentes pressions on obtient une courbe donnant la densité en fonction de la pression (fig-III-5) (10).

Le rapport de compression est défini comme le rapport du volume de la poudre libre au volume du comprimé.

Ce rapport doit être connu pour dimensionner la matrice de compactage.

Le comprimé doit être suffisamment résistant pour pouvoir l'éjecter de la matrice et le manipuler sans risque de cassure.

La résistance à vert est déterminée par un test de flexion sur une éprouvette rectangulaire normalisée.

Des comprimés à base de poudres sphériques ont de faibles résistances à vert.

Les lubrifiants facilitent l'éjection et élèvent la densité à vert. Mais, mélangés à la poudre, ils abaissent la résistance du comprimé.

IV-7-3/ Le retrait :

Le retrait est le changement de volume durant le frittage.

Le retrait dépend des caractéristiques de la poudre et des conditions opératoires telles que : la densité à vert, la cinétique de chauffage et de refroidissement, le temps, la température de frittage... etc.

Le test de retrait est défini par la norme B 610 de l'ASTM.

On utilise des comprimés rectangulaires de section transversale 1/4" x 1/2" d'épaisseur 1/4" qu'on fritte à une densité spécifiée.

Les résultats sont comparés aux normes standards suite à quoi, il sera décidé si oui ou non la poudre utilisée est appropriée.

IV-1/ Introduction :

Avant le compactage, certaines opérations de préparation de la poudre sont nécessaires. Souvent la poudre présente des hétérogénéités granulométriques à cause du phénomène de ségrégation qui peut se produire durant le transport ou les opérations de transvasion. La lubrification est souvent nécessaire pour faciliter l'éjection du comprimé et améliorer la densification.

Le compactage est l'étape durant laquelle la majeure partie de densification a lieu. Le comprimé doit avoir une résistance telle qu'il puisse être éjecté et manipulé sans risque de cassure. Cette résistance dépend de la pression appliquée et du type de poudre.

IV-2/ Mélange et lubrification :

L'appareil le plus utilisé pour le mélange des poudres est le mélangeur à double cônes. Cet appareil est conçu de telle manière à éviter la chute libre des particules durant le mélange et qui est à l'origine de la ségrégation.

Les lubrifiants les plus utilisés sont l'acide stérique, les stéarates métalliques ou les résines synthétiques. Ils sont rajoutés dans des proportions de 0,5 à 1% selon la forme des particules.

IV-3/ Les mécanismes de compactage :

Durant le compactage, on observe plusieurs phénomènes :

En première étape la densification est surtout expliquée par le réarrangement des particules, il y a élimination des grands pores par effondrement des ponts.

La deuxième étape est caractérisée par la déformation élastique et plastique des particules. Il se produit un aplatissement de surface de contact entre particules. Pour des pressions élevées les films d'oxydes rompent et s'établissent une soudure à froid entre les particules.

Pendant la déformation plastique, la poudre durcit par écrouissage rendant difficile la déformation ultérieure.

La troisième étape s'annonce par la fragmentation des particules sous l'effet de l'écrouissage.

Plusieurs approches théoriques ont été faites pour trouver la relation mathématique entre la pression appliquée et la densité à vert. Pour de basses pressions M. Vu. Balshin (10) propose la relation suivante :

$$\boxed{\ln P = A.V + B} \quad (IV-1)$$

où P : Pression appliquée.

V : Volume relatif.

A.B : Constantes. A est homogène au module d'élasticité.

La relation la plus utilisée est proposée par R.W. Heckel : (11)

$$P = \frac{1}{K} \left[\ln \frac{1}{1-D} + B \right] \quad (IV-2)$$

où D : Densité du comprimé.
P : Pression appliquée.
K.B : Constantes.

K et B sont déterminés graphiquement à partir de la courbe
 $\ln \frac{1}{1-D} = (B)$ avec K comme pente et B ordonnée à l'origine.

IV-3/ Distribution de contraintes et de densité :

Les poudres métalliques ne se comportent pas de la même manière que les liquides où la pression appliquée est répartie isotropiquement.

Dans les poudres métalliques, elle dépend de la forme du comprimé et du mode de compactage.

IV-3-1/ Compactage uniaxial :

En compression uniaxial, la pression n'est transmise que dans le volume sous les poinçons, ce qui limite les formes des comprimés que l'on peut obtenir. Malgré la lubrification qui améliore considérablement la densité du comprimé, il subsiste toujours des forces de frottement qui donnent lieu à des gradients de pression à travers le comprimé Fig (IV-1).

IV-3-2/ Relations fondamentales du compactage :

Si l'on considère un comprimé de forme cylindrique de diamètre D et de hauteur H soumis à la pression P (fig IV-2), on a :

$$F_f = u \cdot F_N$$

où u : Coef. de friction entre les parois et la poudre.

$$dP = P - P_b$$

à l'équilibre : $\Sigma F = 0 \iff A (P - P_b) + u F_N = 0$

où A : Section du comprimé :

$$F_N = \pi \cdot Z \cdot P \cdot dH$$

$$F_t = u \pi \cdot Z \cdot P \cdot D \cdot dH$$

$$A = \frac{\pi D^2}{4}$$

Avec : Z = contrainte radiale ou axiale.

d'où

$$dP = P - P_b = \frac{F_f}{A} - 4 u Z.P \frac{dH}{D}$$

après intégration pour une hauteur x :

$$\frac{P_x}{P} = \exp [- 4 u . Zx/D] \quad (IV-3)$$

Pour une compression unidirectionnelle (un seul poinçon) la contrainte moyenne de compression est donnée par :

$$\sigma = P (1-2 u Z H/D) \quad (IV-4)$$

Pour une compression bidirectionnelle

$$\sigma = P (1-u ZH/D) \quad (IV-5)$$

La densité d est donnée par :

$$d = -A \frac{\text{aire des parois}}{\text{aire de la section}} + B.$$

où A et B sont des constantes qui dépendent du type de poudre, de la pression et du lubrifiant utilisé. Il faut noter que le gradient de densité ne se manifeste pas uniquement dans la direction de compactage mais aussi dans la direction qui lui est perpendiculaire (radiale) (fig IV-3).

IV-4/ Relations entre les paramètres de compactage :

IV-4-1/ Densité, pression :

La densité du comprimé augmente avec la pression appliquée dans l'intervalle 100 - 700 MPa selon Heckel (11).

$$\ln \frac{\epsilon}{\epsilon_0} = - K.P \quad (IV-6)$$

où P : Pression appliquée.
ε : Porosité initiale.
K : Constantes.

Une relation plus rigoureuse, tenant compte du phénomène de réarrangement des particules s'écrit comme suit (12)

$$\ln \epsilon = B - K1. P - K2. P.$$

K1, D2 : constantes caractéristiques de mécanismes de densification.
B : Facteur relatif au réarrangement.

Sur le graphe de la fig (IV-4), on voit l'effet de la pression sur la densification pour diverses poudres de dureté variable, il est clair que les poudres plus dures sont plus difficiles à compacter.

IV-4-2/ Résistance, densité :

Les pores constituent des sites favorables à l'amorce de fissures et réduisent dès lors, la résistance du comprimé. La résistance de l'aggloméré varie avec la densité selon la relation suivante (13).

$$\sigma = C. \sigma_0 f(\rho)$$

où C : Constantes.
 σ_0 : Résistance du matériau dense.
f(ρ): Une fonction de la densité.

On prend en général, $\sigma = C \sigma_0 \rho^m$ avec $m > 1$.

IV-4-3/ Résistance, pression de compactage :

Pour de faibles et moyennes pressions, la résistance augmente avec la pression comme la décrit la relation suivante :

$$\sigma = \sigma_0 P.B$$

où B : une Constante qui dépend du matériau.

Pour de hautes pressions, les résultats expérimentaux s'écartent des valeurs théoriques, car la ductilité du comprimé baisse d'autant que l'on augmente la pression du fait de l'écrasement.

IV-4-4/ Influence des caractéristiques de la poudre :

Les poudres grossières et lisses présentent, en général, une meilleure densification durant le compactage à l'inverse des poudres fines qui sont caractérisées par une grande surface spécifique qui implique d'importantes forces de frottement interparticules, ce qui influe négativement sur la résistance à vert.

Mais il faut remarquer que la densité n'est pas toujours un critère suffisant pour juger de la résistance de l'aggloméré.

IV-5/ Techniques de compactage :

IV-5-1/ Compression axiale :

Le compactage se fait dans des matrices en acier ou en carbure de tungstène. La pression est appliquée par le moyen d'un ou plusieurs poinçons. Les comprimés atteignent en général 85 à 90% de la densité théorique. La compression dans les matrices rigides a pour avantages de donner des comprimés à hautes tolérances dimensionnelles et des rythmes de production rapides. Mais il se pose toujours des problèmes de transmission isostatiques de la pression.

IV-5-2/ Compression isostatique :

La poudre est scellée dans une enveloppe flexible immergée dans un fluide sous pression. Les surfaces externes de la poudre sont soumises à une pression isotropique. Cette méthode présente l'avantage de donner une meilleure uniformité de la densité, et une facilité d'obtention des formes complexes. Elle présente aussi des inconvénients tels que : la difficulté de contrôle des dimensions, production lente etc ...

IV-5-3/ Autres techniques de compactage :

IV-5-3-1/ Laminage :

La poudre est introduite, verticalement entre les cylindres du laminoire, qui sont en position horizontale. On obtient, alors des bandes de 2 à 6 mm d'épaisseur, que l'on passe dans le four de frittage. Le produit ainsi obtenu est suffisamment résistant, on effectue d'autres passes avec recuits successifs jusqu'à l'obtention des propriétés désirées.

IV-5-3-2/ Extrusion :

La poudre mélangée à un liant (matière plastique, graisse) est extrudée à froid. Le liant est ensuite, volatilisé par un préfrittage. On obtient par ce procédé des tubes minces, des tubes poreux en inox sans soudure... etc.

IV-5-3-3/ Moulage par injection :

La poudre mélangée à un liant organique est injectée dans un moule à une température de 135° à 205°C (14) et une pression de 140 MPa.

Après refroidissement, le liant durcit, on retire alors la pièce ainsi faite et on la débarrasse du liant par un préfrittage, puis on fritte d'une façon similaire à la méthode conventionnelle.

V-1/ Introduction :

Le frittage peut être défini comme un traitement thermique permettant d'obtenir à partir d'un comprimé de poudre un matériau solide, dense sans faire recours à la fusion.

Le frittage s'accompagne d'une densification, d'un retrait dimensionnel et d'un changement de propriétés mécaniques, physiques et structurales.

Ces changements sont gouvernés par un nombre de mécanismes de transport de matière en surface et en volume, avec comme force motrice la tension de surface ou les forces capillaires.

V-2/ Théorie du frittage :

Durant le frittage on distingue 3 stades :

V-2-1/ Stade initial :

L'étude expérimentale du frittage a été faite sur des modèles tels que le frittage de deux sphères juxtaposées ou une sphère avec une surface plane.

Le stade initial est défini comme celui pour lequel le rapport $X/R < 0,3$ (x rayon du cou de frittage, R rayon de la particule). Les pores sont interconnectés et de formes irrégulières.

V-2-1-1/ Forces motrices :

Les forces de tension superficielle, engendrent des contraintes dans les solides liés aux courbures des surfaces selon l'équation de Laplace :

$$\sigma = \gamma \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) \quad (V-1) \quad (15)$$

où σ : Contrainte.
 γ : Tension superficielle ($1J/m^2$).
 r_1, r_2 : Rayons de courbure.

Cette contrainte est à l'origine d'un gradient de potentiel chimique $\Delta \mu$ entre les surfaces ayant différents rayons de courbure.

$$\Delta \mu = \sigma \Omega$$

où Ω : Volume atomique.

tenant compte des signes des courbures de la fig (V-1) le gradient de potentiel chimique s'écrit :

$$\mu - \mu_0 = \sigma \Omega = \Omega \gamma \left(\frac{1}{\rho} + \frac{1}{x} \right) \quad (V-2)$$

où μ : Potentiel chimique de la surface couverte ()
 μ_0 : Potentiel chimique de la surface plane
adjacente.

Durant le stade primaire de frittage, d'autres forces peuvent rentrer en contribution telles que les forces de gravité et les forces dues aux contraintes résiduelles.

V-2-1-2/ Mécanismes de transport de matière :

Selon les conditions de frittage, on distingue plusieurs mécanismes de transport de matière qui sont :

- Evaporation et condensation.
- Ecoulement visqueux.
- Ecoulement diffusionnel.
- Ecoulement plastique.

A)- Evaporation et condensation :

Le gradient de courbure que l'on observe entre le cou et la surface des particules voisines donne lieu à un gradient de potentiel chimique comme expliqué en (V-2-1-1) qui, à son tour, se traduit par un gradient de pression de vapeur, tel que, au dessus de la surface concave (cou) la pression de vapeur est inférieure à la pression d'équilibre. Tandis que sur la surface convexe (surface des particules) la pression de vapeur est supérieure à la pression d'équilibre.

Ceci est interprété par l'équation du Gibbs-Thomson qui s'écrit comme suit :

$$\mu - \mu_0 = RT (\ln P - \ln P_0)$$

où R : constantes des gaz.
T : Température en °K.

C'est ainsi qu'il y a évaporation de matière de la surface des particules vers le cou provoquant ainsi la croissance du cou et la sphéroidisation des pores.

L'évaporation et condensation joue un rôle mineur dans le cas des métaux. Ce mécanisme prédomine surtout dans le cas des solides à haute pression de vapeur.

B)- Ecoulement visqueux :

C'est un mécanisme qui a été suggéré par le physicien russe, J.Frenkel (16) et il l'attribue à la présence de lacunes, chose que réfute Nabarro (17). Frenkel a proposé une équation décrivant la cinétique de la croissance du cou entre deux sphères de verre de rayon a, qui s'écrit :

$$\frac{x^2}{a} = 3/2 \cdot \frac{\gamma}{n} t \quad (V-4)$$

où
 x : Rayon du cou.
 γ : Tension superficielle.
 n : Viscosité.
 t : temps.

Cette équation s'applique plus rigoureusement au cas des verres

C)- Ecoulement diffusif :

C'est un mécanisme basé sur la présence de lacunes dans le réseau cristallin. La concentration en lacunes dépend de la température et du potentiel chimique. Comme il existe un gradient de potentiel chimique entre le cou et la surface des particules de rayons de courbures différents tel que décrit par l'équation (V-2), il s'en suit un gradient de concentration de lacunes qui est donné par l'équation de Gibbs-Thomson.

$$\mu - \mu_0 = RT (\ln C - \ln C_0) = - \frac{\gamma \Omega}{e} \quad (V-5).$$

où
 C, C₀ : Concentration de lacunes sur la surface courbée (cou) et la surface des particules respectivement.
 γ : Tension superficielle.
 Ω : Volume atomique.

Ce gradient de concentration de lacunes, provoque un flux d'atomes de la surface des particules vers le cou et un flux de lacunes dans le sens inverse.

Johnson (D.L.G) (18) sera le premier à proposer une formule qui tient compte de chacun de ces mécanismes, cette formule est sous la forme :

$$\frac{dx}{dt} = C_s f(x)_s + C_v f(x)_v + C_g f(x)_g \quad (V-6).$$

$\frac{dx}{dt}$ est la vitesse de croissance de cou.

C : constantes physiques (tension superficielle, coefficient de diffusion).

f(x) : Fonction géométrique des 3 itinéraires de diffusion (S : surface, V, Volume, g : joint de grain). pour déterminer le mécanisme de transport de matière en action selon Exner et Bross (19), (20) il suffit de calculer les coefficients m et n dans

l'équation (V-7) qui lie les rayons x du cou et a des particules au temps t et qui s'écrit comme suit :

$$\frac{x^n}{a^n} = Ct \quad (V-7)$$

Pour l'écoulement visqueux $n = 1$.
 évaporation condensation $n = 2$.
 diffusion en surface $n = 4$.

La théorie de Kuczynski n'explique pas non plus le retrait observé pendant le frittage. Le retrait est expliqué par la diffusion de lacunes des pores, qui jouent le rôle de sources de lacunes, vers les joints de grains comme puits de lacunes. Kuczynski (21) a établi une équation décrivant la cinétique de croissance du cou pour le modèle de deux sphères et s'écrit comme suit :

$$\frac{x^5}{a^2} = 40 \frac{\gamma \Omega \cdot D}{P \cdot T} t \quad (V-8)$$

où x, a : rayons du cou et des particules respectivement.
 γ : Tension superficiels.
 D : Coefficient de diffusion.
 Ω : Volume atomique.
 t : Temps.

Kuczynski, dans l'équation (V-8), considère que la diffusion a lieu seulement en volume. Au fait, il existe plusieurs itinéraires de diffusion. Fig (V-2) :

- a- A travers la phase gazeuse (évaporation-condensation).
- b- Diffusion en surface.
- c- Diffusion en volume.

Nabarro (22) et Herring (23), dans un de leurs travaux soutiennent qu'il existe un autre itinéraire de diffusion le long des joints de grains, s'appuyant sur l'idée que les joints de grains jouent le rôle de puits de lacunes. Ils conçoivent qu'un flux de lacunes va des joints de grains en compression vers les joints de grains en extension (fig V-3).

C'est pour celà que l'équation (V-8) de Kuczynski est considérée comme approximative dans la mesure où elle ne tient pas compte de tous les mécanismes de transport de matière qui rentrent en jeux.

D)- Écoulement plastique :

Pour voir l'importance de l'écoulement plastique en tant que mécanisme de transport de matière durant le frittage, il convient de revoir la notion du fluage. L'écoulement plastique durant le fluage peut avoir lieu soit par mouvement de dislocation soit par écoulement diffusionnel tel que décrit par Nabarro et Herring.

Cela dépend de la température et l'état de contrainte. Le fluage par mouvement de dislocation est basée sur le concept de montée des dislocations.

Les dislocations sont générées sous l'action de contraintes appliquées sur le cristal. En présence de plusieurs sources de dislocations, celles-ci s'enchevêtrent, gênant ainsi leur glissement. Les dislocations de différents plans de glissement interagissent et montent les unes vers les autres en s'annulant. Dès qu'une autre régénère maintenant ainsi, un état d'équilibre dit dynamique. Pour que ce mécanisme ait un rôle important dans le transport de matière durant le frittage, il faut qu'il y ait continuellement régénération de dislocation par des sources telles que les sources de Frank-Reed.

Mais pour activer ce genre de mécanisme, d'importantes contraintes sont nécessaires. Il en est le cas durant le compactage à chaud, où l'écoulement plastique devient le mécanisme prédominant. Néanmoins, pour des surfaces ayant des rayons de courbures suffisamment petits, exemple 40 nm (24), la tension superficielle peut être assez élevée pour activer les mécanismes de génération de dislocations. Ceci n'est envisageable que pour les tout premiers stades de frittage où les rayons de courbures au niveau des cous sont suffisamment petits.

V-2-2/ Stade intermédiaire :

Ce stade est caractérisé par une importante densification qui s'accompagne d'un grossissement de grain. On observe les même mécanismes de transport de matières que dans le stade initial en particulier la diffusion volumique. D'après le modèle de Coble (25), (26) les pores prennent une forme cylindrique de taille uniforme et se localisent au niveau des joints de grains de forme polyédrique à 14 côtés. La densification est liée à la diminution des pores en taille et en nombre. En partant de l'équation de la vitesse de densification en fonction de la taille des grains d'une part, et de l'équation de la vitesse du grossissement du grain d'autre part, Coble a aboutit à une relation logarithmique entre la porosité P et le temps t, telle que :

$$P = P_0 - C \ln \frac{t}{t_0} \quad (V-9)$$

où :

- P₀ : est la porosité au temps t₀ au début du stade intermédiaire.
- C : constantes physique qui dépend de la tension superficielle, diffusionité, volume atomique, et du grossissement du grain.

Cependant, dans le modèle de Coble on néglige certains paramètres qui sont tout aussi importants à savoir :

- La supposition que tous les pores sont de même taille est invraisemblable. Les pores sont souvent de tailles variables. Il s'en suit une interaction entre les pores, tels que les plus gros croissent au détriment des plus petits.

La croissance des grains et le retrait ont été traités comme deux mécanismes indépendants, alors qu'ils sont forcément liés.

A la lumière de cette critique, Kuczynski développa une théorie statistique du frittage. Il aboutit à une équation pour le stade intermédiaire et qui s'écrit comme (27).

$$P = L_v \bar{x}^2 \quad (V-10).$$

où P : porosité.
 L_v : Longueur de pore par unité de volume.
 \bar{x}^2 : Moyenne des carrés des rayons des pores.

En utilisant l'équation de Zener relative à la taille des grains comme fonction du rayon moyen des pores et de la fraction volumique de la porosité P Kuczynski mit au point une équation décrivant la cinétique de densification pour le stade intermédiaire:

$$\left(\frac{P_0}{P}\right)^{3/2x_1} = \left(\frac{a}{a_0}\right)^{3x_1/1+x_1} = \left(\frac{r}{r_0}\right)^{3x_1/x_1-1} = 1+B_1t \quad (V-11)$$

où

P_0, a_0, r_0 : Fraction volumique de la porosité, taille moyenne des grains, rayons moyen des pores au début du stade intermédiaire.

P, a, r : Fraction volumique de la porosité, taille moyenne des grains, rayon moyen des pores à un temps t du frittage.

x_1 : Paramètre dépendant de la distribution des tailles des grains et des pores.

B_1 : Paramètre dépendant de la température.

Vers la fin du stade intermédiaire, les pores s'arrondissent de plus en plus et commencent à se séparer des joints de grains, s'isolant à l'intérieur des grains. C'est alors que s'annonce le début du stade final.

V-2-3/ Le stade final :

Le stade final est un processus très lent où les pores, complètement sphériques, retrécissent au fur et à mesure par un mécanisme de transport en volume (diffusion). Ils se localisent au niveau des points triples des joints des grains avant de s'isoler complètement à l'intérieur des grains.

Un temps de frittage prolongé provoque la coalescence des pores par le phénomène dit d'Oswald-Ripening.

Kuczynski, dans sa théorie statistique, de la même manière que pour le stade intermédiaire, a suggéré une équation calculant la porosité P pour le stade final:

$$P = 4/3 \pi Nv \bar{r}^3$$

où: Nv : nombre de pores sphériques par unité de volume.
 \bar{r}^3 : Moyenne de cube des rayons des pores.

Prenant les mêmes considérations citées dans le paragraphe précédent, Kuczynski a établi l'équation décrivant la cinétique de la diminution de la porosité telle que :

$$\left[\frac{P_0}{P} \right]^{x_2 + 3/2} = \left(\frac{a}{a_0} \right)^{3x_2 + 2} \left(\frac{r}{r_0} \right)^{3x_1 + 2} = 1 + B_2 t \quad \text{]] (V-12)$$

Durant ce stade les mécanismes de transport de matière en surface demeurent actifs donnant des pores sphériques. Par un maintien suffisamment long, on peut atteindre la densité théorique.

V-3/ Frittage d'un mélange de poudre :

C'est une méthode importante que l'on utilise dans la fabrication des alliages à partir des poudres métalliques élémentaires.

En plus de l'auto-diffusion que l'on observe dans le cas du frittage d'une poudre élémentaire homogène, il se superpose un autre mécanisme qui est l'interdiffusion. L'interdiffusion et la différence de diffusivité des éléments en présence, donnent lieu au phénomène de Kirkandall où l'on assiste à l'accumulation de lacunes du côté de l'élément qui a le plus grand coefficient de diffusion. Il en résulte une germination des pores pour résorber cet excès de lacunes ce qui se traduit par un gonflement. La vitesse d'homogénéisation dépend de la taille des particules, du temps et de la température de frittage.

L'effet de la température apparait à travers le coefficient de diffusion comme l'exprime l'équation suivante: (28)

$$D = D_0 \exp. -Q / RT \quad (V - 13)$$

D : Coefficient de diffusion.
 D₀ : Constante indépendante de la température.
 Q : Energie d'activation de la diffusion.
 R : Constante des gaz.
 T : Température en °K.

L'influence de la taille des particules du soluté est aussi l'interprétée par l'équation suivante :

$$t = K.l^2 / D \quad (V - 14)$$

t : temps d'homogénéisation.
 l : diamètre des particules du soluté.
 K : constante.

V-4/ Frittage activé:

Le frittage activé indique l'ensemble des techniques visant à diminuer l'énergie d'activation des mécanismes de diffusion et à accélérer le processus de frittage par des additions chimiques à la poudre et l'utilisation d'atmosphères spéciales.

On utilise souvent comme activateurs le Nickel ou le palladium ainsi que certains métaux de transition. L'agent activant doit avoir une température de fusion inférieure à celle de la poudre.

L'additif doit être peu soluble dans la poudre de manière à rester segregué aux joints des particules en une couche mince pour faciliter la diffusion.

Le frittage peut être activé également par l'usage d'atmosphères spéciales. Ainsi l'addition d'un halogène à l'atmosphère de frittage facilite le transport de matière en surface, on utilise ainsi le traitement avec des radiations pour stimuler le frittage par création de lacunes. Un chauffage cyclique autour de la transformation polymorphique (exemple $\alpha \rightarrow \beta$) accélère le frittage, en créant des contraintes internes.

V-5/ Consolidation à chaud :

Ceci désigne un ensemble de procédés de frittage sous pression on cite :

- Compactage à chaud.
- Extrusion à chaud.
- Compression isostatique à chaud.
- Forgeage à chaud.

Ces méthodes permettent d'atteindre des densités très élevées tout en conservant un grain fin.

Dans un premier stade, la densification a lieu par réarrangement des particules et effondrement des ponts. Les mécanismes de transport de matière prédominants sont : fragmentation et glissement des joints de grains et la déformation plastique (29). Les stades intermédiaires et finals sont caractérisés par la contraction des pores et leur sphéroïdisation.

Les mécanismes de transport de matière ont pour force motrice, l'action combinée de la tension superficielle et de la pression extérieure. Cependant, pendant le stade final où prédomine la diffusion intergranulaire et intragranulaire, la pression extérieure cesse d'avoir toute influence (30).

Murray et Co (31) ont élaboré une équation décrivant la densification pour tous les stades de frittage, elle s'écrit comme suit :

$$\frac{d\theta}{dt} = - \frac{3}{4} \left(\frac{2\gamma}{r_p} + \sigma \right) p \left(1 + \frac{\sqrt{2} \tau_c}{2 \left(\frac{2\gamma}{r_p} + \sigma \right)} \right) \text{Ln}\theta \quad (V-15)$$

où γ : Tension superficielle.
 σ : Contrainte.
 τ_c : Contrainte de cisaillement.
 r_p : Rayon du pore.

La compression isostatique à chaud est généralement utilisée dans la production de céramiques, cermet et métaux réfractaires. Elle est utilisée aussi, de nos jours, dans l'élaboration des superalliages et aciers à outils. L'appareillage consiste en une enceinte refroidie, à l'intérieur de laquelle se trouve un four à résistance électrique isolé de l'enceinte soumise à une pression de l'ordre de 100 MPa (25).

Une variante de la compression isostatique à chaud appelée "CAP" (Consolidation par Pression Atmosphérique) a été mise au point par "Universal Cyclops Corporation" (32). La poudre est encapsulée dans des moules en verre sous vide. Le verre est choisi tel qu'à la température de travail, il devient visqueux et transmet ainsi, la pression atmosphérique à la poudre et nul besoin d'appliquer une pression extérieure.

V-6/ Atmosphères de frittage :

L'objet d'utilisation d'atmosphères contrôlées de frittage et le contrôle ou la prévention des réactions chimiques pouvant se produire entre le comprimé et le milieu environnant telles que les réactions d'oxydation, carburisation et de décarburisation.

La seconde raison est de chasser les produits de décomposition des lubrifiants quand il y a lieu.

Les atmosphères les plus courantes sont :

- L'hydrogène - Argon (5% H₂, 25% Ar).
- Ammoniac dissocié (75% H₂ + 25% N₂).
- Hydrocarbures partiellement brûlés.
- Azote.
- Argon et autres gaz inertes.
- Vide.

VI-1/ Introduction :

les aciers rapides tiennent leur appellation de leur capacité de conserver une dureté élevée pendant les opérations de coupe à grandes vitesses. Ils atteignent des duretés allant jusqu'à 1000 Hv sans adoucissement appréciable jusqu'à 600°C (33).

La découverte des aciers rapides fut accidentelle, lorsque Robert.F. Mushet découvrit en 1868, qu'un acier contenant du Tungstène, durcit par simple refroidissement à l'air. Depuis, des études intensives ont été menées et ont permis de connaître certains comportements des aciers rapides notamment le durcissement secondaire.

Aujourd'hui, on compte plusieurs variétés d'aciers rapides selon l'utilisation.

La méthode conventionnelle de production d'aciers rapides, implique : fusion, moulage, travail à chaud et traitement thermiques.

L'émergence de la M.D.P a apporté beaucoup de progrès à la technologie des aciers rapides, avec des microstructures très fines, évitant ainsi la ségrégation et la coalescence des carbures qui a généralement lieu lors de la coulée.

VI-2/ Eléments d'alliage :- Le carbone :

Comme il est le cas dans les autres aciers, le carbone est l'élément le plus important dans le mécanisme de durcissement.

Durant l'austénitisation, le carbone se dissout dans la matrice et provoque la transformation martensitique au refroidissement.

Après revenu, la majeure partie du carbone forme des carbures en se combinant avec d'autres éléments d'alliage.

Le carbone est un élément gammagène qui stabilise l'austénite pendant la trempe et abaisse le solidus.

- Chrome :

On trouve souvent le Cr comme élément d'alliage dans les aciers rapides dans l'ordre de 4%. Il améliore la trempabilité, les propriétés de coupe et diminue la formation de tapures.

Au dessus de 5% le chrome augmente la quantité d'austénite résiduelle.

- Tungstène et molybdène :

Ce sont deux éléments qui ont les mêmes propriétés métallurgiques et sont interchangeableables selon une équivalence atomique. En poids, 1% de molybdène est équivalent à 1,6-2% tungstène. Le tungstène et le molybdène améliorent la résistance à l'adoucissement au revenu et augmentent l'efficacité de coupe. Ce sont des éléments alphas et forment une boucle dans le diagramme d'équilibre avec le Fer. Ils se combinent avec le carbone pour donner des carbures.

Les carbures les plus prédominants sont sous forme de M_6C tels que : Fe_3W_3C ou plus généralement $(Fe, Mo, W)_6C$, dits carbures éta (η).

- Vanadium :

Cet élément est toujours présent dans les aciers rapides en proportions variant de 1 à 5%. Son rôle principal est de former des carbures de vanadium très stables du type MC qui améliorent la résistance à l'abrasion.

Le vanadium déplace vers la droite le diagramme de phase. Il affine le grain en agissant comme barrière à l'avancement des joints de grains.

Autres éléments :

- Niobium et tantal :

Le Niobium a le même effet que le Vanadium mais avec une plus grande affinité pour le carbone. Le tantal confère à l'acier une bonne dureté dans les limites de 5% et améliore l'aptitude au durcissement secondaire.

- Titane :

C'est un élément fortement carburigène, il précipite sous forme de TiC et réduit la quantité de ledeburite.

- Cobalt :

C'est un élément qui se dissout dans la matrice et augmente l'austénite résiduelle à la trempe. Il élève la température du Solidus, réduit la ductilité et améliore la résistance à chaud.

- Soufre :

Il est intéressant dans les limites de 0,17%. Il améliore l'usinabilité. Au delà de cette limite, il agit en réduisant la résistance à la fatigue et la ductilité.

Silicium :

On tolère jusqu'à 0,30% de silicium dans les aciers rapides. Le silicium s'insère dans la matrice, élève la solubilité du carbone et accroît la dureté après trempe.

Nickel :

C'est un élément gammagène favorisant la retenue de l'austénite. De ce point de vue le nickel est indésirable, on le trouve jusqu'à 2% dans les aciers rapides.

VI-3/ Classification des aciers rapides :

Les aciers rapides font partie de la grande famille des aciers à outils. Ils sont répartis en 3 groupes, portant en général le nom de l'élément d'alliage prédominant.

VI-3-1/ Groupe du tungstène :

Ce groupe est bien représenté par l'acier T1 dont la composition est des plus ancienne. Prenant T1 comme référence, l'addition de vanadium et de carbone donne T2 T3 et T9, la diminution de la teneur en tungstène et l'addition de vanadium donne T7, l'addition de cobalt donne T8, T4, T5, T6 (tableau IV-1).

Le vanadium et le carbone augmentent la dureté et la résistance au rouge permettant ainsi de grandes vitesses de coupe.

VI-3-2/ Groupe du Molybdène :

En partant de la composition de l'acier M1, on obtient l'acier M7 par addition de vanadium et de carbone. L'addition de cobalt à M1 donne M30, M3 avec plus de carbone on obtient M42. L'addition de cobalt et de vanadium donne M34 qui, avec addition de carbone, donne M43 (tableau IV).

VI-3-3/ Groupe de Tungstène - Molybdène :

Cette série est représentée par l'acier M2. L'addition de vanadium donne M3 classe 2 et M4. L'addition de Co à M2 donne M35 et M36 (tableau IV-3) avec plus de cobalt on obtient M6 et M44.

VI-4/ Traitement thermique :

Le traitement thermique des aciers rapides est beaucoup plus complexe que celui des autres aciers à cause du large intervalle de température et le besoin de recuits répétés. Pour obtenir les meilleurs propriétés mécaniques, le recuit est généralement mené à des températures voisines du solidus.

Après trempe, le revenu s'impose souvent, il est connu pour provoquer le durcissement secondaire caractéristique des aciers rapides.

VI-4-1/ Recuit :

Le recuit est le premier des traitements thermiques des aciers rapides, on distingue essentiellement le recuit d'austénitisation et le recuit de détente.

Le recuit d'austénitisation se fait au dessus de A_{c1} (tableau IV-) pour une bonne homogénéité de l'austénite la température doit être maintenue aussi élevée que possible, souvent voisine du solidus bien qu'à 900°C , les aciers rapides sont en général, déjà austénitiques. La transformation perlitique est obtenue par refroidissement dans le four à une vitesse de $10 - 20^{\circ}\text{C/h}$. Le recuit de détente a pour objectif de minimiser les contraintes internes. Il implique un chauffage à $650^{\circ}\text{C} - 700^{\circ}\text{C}$ suivi d'un refroidissement à l'air.

VI-4-2/ Trempe :

La trempe consiste en un refroidissement rapide à partir du domaine austénitique. Il a été constaté que les propriétés de coupe et la dureté augmentent d'autant plus que la température de trempe s'approche du solidus.

A 900°C les aciers rapides sont déjà austénitiques, mais à cette température la matrice est pauvre en carbone et les carbures sont indissolubles. Les carbures M_3C ne se dissolvent qu'à partir de 1150°C. Les carbures du type MC restent indissolubles même à la température du solidus. (fig IV-1).

En élevant la température d'austénitisation, la taille des grains augmente et ce, en raison de la dissolution des carbures. Cela fait que la matrice s'enrichit en éléments d'alliage, ce qui provoque une augmentation de l'austénite résiduelle après trempe.

Le refroidissement se fait à l'air, à l'huile ou dans un bain de sel. Il y a d'abord précipitation des carbures proeutectoides jusqu'au point M_s , où commence la transformation martensitique. A la température ambiante, la matrice constituée d'environ 80% de martensité et 20% d'austénite résiduelle dans le cas de l'acier M2 (34).

VI-4-3/ Revenu :

Désigne, en général le traitement thermique post-trempe à une température inférieure à $A_c 1$. Il a pour objectif d'adoucir la martensite et de provoquer le durcissement secondaire par précipitation (fig IV-2). La précipitation de carbures à partir de l'austénite résiduelle, peut déstabiliser celle-ci et déclencher la transformation martensitique au refroidissement. Ce qui suggère un deuxième revenu qui, par le même mécanisme, peut donner lieu à une nouvelle martensité. Ainsi plusieurs revenus successifs peuvent être nécessaires. C'est le cas de figure qui se présente souvent dans le cas des aciers rapides fortement alliés ou riches en carbone. (fig IV-3).

VI-5/ Applications des aciers rapides :

Les aciers rapides ont diverses applications notamment dans les opérations de mise en formes des métaux, mais on les utilise beaucoup plus exclusivement dans les opérations de coupe.

VI-5-1/ La coupe :

Parmi les opérations de coupe on cite : le tournage, l'alésage, le perçage, le tronçonnage et le fraisage. Le tournage occupe la place la plus importante dans les opérations de coupe. Nous allons nous intéresser particulièrement à cette opération pour voir les sollicitations auxquelles est soumis l'outil. Sur la (fig IV) sont schématisées, les différentes contraintes qui s'appliquent à l'outil. On montre donc des forces de compression qui agissent sur la face d'attaque. La face de dépouille subit une contrainte de flexion. La pointe de l'outil est siège à de hautes températures, générées par la formation de nouvelles surfaces et les frottements. Les particules enlevées, viennent coller sur la pointe de l'outil formant ainsi un empilement de matière (built-up edge) favorisant l'échauffement de l'outil. Au niveau de l'arête de coupe de hautes températures sont créées par frottement, ce qui réduit la résistance de l'outil dans cette zone et provoque la formation d'un cratère réduisant, alors la section de l'outil et pouvant finir par une rupture sous l'effort de flexion.

VI-5-2/ Usure d'un outil de coupe :

Les différents types d'usure des outils de coupe peuvent être classés comme suit (35).

- Abrasion :

C'est l'enlèvement de matière de la surface de l'outil par des particules dures en inclusions dans l'ébauche à usiner. Une dureté élevée est exigée pour résister à ce type d'usure.

- Attrition :

Les coupeaux, sous de forte pressions, se soudent à l'outil, puis s'arrachent sous les contraintes de cisaillement en enlevant des particules de l'outil. Ce type d'usure est favorisé par de faible vitesse de coupe où l'adhérence de l'outil à l'ébauche est optimale.

- Diffusion :

A de grandes vitesses de coupe qui s'accompagnent de grands échauffements, il peut se produire une diffusion de matière de l'outil vers les coupeaux, ce qui est à l'origine de formation de cratères.

- Usures par glissement :

Aux zones sièges de glissements entre l'outil et l'ébauche, l'usure est provoquée par l'atmosphère ou les réactions avec le lubrifiant.

Ce phénomène est plus accentué à de faibles vitesses de coupes.

La relation entre la vitesse de coupe V et le temps, dite équation de Faylor. (36), est du type :

$$V \cdot t_n = K$$

où n, K : Constantes dépendant du matériau de l'outil, du matériau usine et des conditions de coupe.
 La fig (IV-4) montre la variation de ces paramètres en fonction du temps.

VI-6/ Métallurgie des poudres des aciers rapides :

Comme évoqué dans l'introduction, la M.D.P a ouvert de nouveaux horizons dans la technologie des aciers rapides.

Elle offre l'avantage de contrôler avec facilité, la composition de l'acier sans limitations.

L'acier T15 fritte, présente une résistance à l'usure exceptionnelle grâce à une structure homogène et des carbures fins et distribués isotropiquement.

Le tableau qui suit résume les avantages de la M.D.P, par rapport au procédé conventionnel.

M.D.P	Métallurgie conventionnelle
Avantages économiques	
<ul style="list-style-type: none"> - Appareillage simple. - Moins d'opérations à effectuer. - Obtention de formes précises. - Haute productivité. 	<ul style="list-style-type: none"> - Appareillage et machines chers - Processus long et compliqué. - Machines de mise en forme, compliquée. - Faible productivité.
Avantages de structure	
<ul style="list-style-type: none"> - Pas de macroségrégation. - Structure homogène. - Distribution aléatoire des carbures. 	<ul style="list-style-type: none"> - Importantes macroségrégation lors de la coulée. - Structure souvent hétérogène. - Microségrégation des carbures.
Propriétés mécaniques	
<ul style="list-style-type: none"> - Propriétés isotropiques vue la structure homogène. - Meilleures propriétés de broyage. 	<ul style="list-style-type: none"> - Propriétés anisotropique. - Mauvaises propriétés de broyage.

**PARTIE
EXPERIMENTALE**

VII-1/ Introduction :

Dans notre projet, nous avons utilisé la technique de consolidation par pression atmosphérique (C.A.P) où l'on combine l'effet de la pression atmosphérique et de la température pour consolider la poudre métallique.

Nous nous sommes penchés particulièrement sur l'influence des divers paramètres : temps, température, taille des particules sur le processus de densification, car il s'agit évidemment et avant tout, d'obtenir un matériau dense.

Nous nous sommes également intéressés à la microstructure obtenue après frittage et l'évolution de celle-ci avec le temps et la température. Nous avons suivi notamment la variation de la fraction en carbures, de leur taille, taille de grain ...etc. L'ensemble des résultats obtenus et mesurés ont été discutés et interprétés dans le chapitre 9.

VII-2/ Objectif :

L'objectif de notre travail est la connaissance du comportement de l'acier rapide T15 pendant le frittage pour dégager les conditions optimales de frittage donnant la meilleure densification et les meilleures propriétés requises pour ce genre de matériaux.

VII-3/ Présentation du matériau :

Le matériau, objet de notre étude est l'acier rapide T15. Il se présente sous forme de poudre atomisée au gaz, dont les particules sphériques ont une taille moyenne de 37 μm . L'analyse chimique de la poudre a donné la composition suivante (37) :

C	S	Cr	V	W	Mn	Si	Mo	Co	Cu	Ni
1,6	0,018	5,12	5,25	13,1	0,35	0,47	0,59	4,92	0,10	0,18

Les travaux de J.V. Bec et son équipe (38) sur un acier T15 de composition très voisine ont permis de déterminer les températures du solidus et du liquidus :

	Solidus °C	Liquidus °C
Chauffage	1265	1450
Refroidissement	1230	1415

L'acier T15 est très connu pour sa résistance au ~~rupture~~ en raison de la présence de 5% de cobalt et pour sa haute résistance à l'abrasion qui s'explique par le fort pourcentage de tungstène et de vanadium.

Généralement, l'acier T15 est trempé à partir de 1260°C. A cette température, la majorité des carbures sont dissouts dans la matrice.

Après trempe, comme nous l'avons déjà vu, on pratique un revenu dans le but de diminuer les contraintes internes qui résultent de la trempe.

La température idéale pour le revenu de l'acier T15 est 540°C fig (VII-1) qui provoque un durcissement secondaire important.

Les propriétés de l'acier T15 et d'autres aciers rapides sont résumées dans le tableau (VII-1).

VII-4/ Séparation granulométrique :

Comme il a été déjà signalé, la poudre en notre possession était d'une taille moyenne de 37 µm.

Dans le but d'étudier l'influence de la taille des particules sur le frittage, nous avons pensé à séparer un échantillon de cette poudre en trois lots de granulométries différentes pour cela, nous nous sommes servi d'une colonne de trois tamis de calibres respectifs: 150 µm, 50 µm, 20 µm.

Les tamis sont placés dans cet ordre de haut vers le bas.

Les tamis sont mis en mouvements de vibration pendant environ un quart d'heure. Nous avons obtenu donc trois lots de poudre de granulométries suivantes :

lot 1		$\Phi > 150 \mu\text{m}.$
lot 2	50 µm	$\Phi < \Phi < 150 \mu\text{m}.$
lot 3		$\Phi < 50 \mu\text{m}.$

VII-5/ Préparation des capsules :

Le frittage a été réalisé selon la technique C.A.P. Pour cela, nous avons préparé des capsules à partir de tubes en verre pyrex donc la température de fusion avoisine les 900°C. Le verre a été choisi de telle manière à ce que la température de frittage, les parois soient suffisamment ramollies pour transmettre la pression atmosphérique à la poudre. Le traitement du verre est fait avec la flamme d'un bec benzène. Nous avons préparé ainsi, des capsules d'environ 4 cm de longueur, qui se terminent par un cou fig (VII-2) pour introduire la poudre.

Une fois la poudre introduite, le tube est relié à la pompe à vide à l'aide d'un dispositif étanche que nous avons fabriqué par nos propres soins à l'atelier de mécanique fig (VII-3). La pompe peut aller jusqu'à un vide secondaire de l'ordre de 10^6 torr. La machine est mise en marche pendant 30 mn. Pendant ce temps on chauffe la capsule à la flamme du bec benzène à environ 300°C. Le chauffage est prévu pour aider la dégazéification de l'enceinte de la capsule et l'évaporation des vapeurs d'eau pouvant exister dans la poudre. En effet, au court de cette opération, on a remarqué la formation d'une buée de vapeur dans la région du cou que l'on chasse à chaque fois par un balayage à la flamme. Dans cette zone (cou), la poudre prend en général une coloration noire révélatrice d'un dépôt d'impureté dues aux vapeurs dégagées.

Au bout de 30 mn, la capsule sous vide est soudée au niveau du cou en chauffant intensivement à la flamme bleu du bec benzène. Sous l'effet du vide, les parois de verre s'effondrent et se soudent. Fig (VII-4).

VII-6/ Frittage :

Le frittage est réalisé dans un four à moufle sous atmosphère libre. Les capsules sont placées dans des creusets en argile réfractaire, que nous avons fabriqués aussi nous même et dans lesquels nous avons étalé au préalable une couche de sable siliceux. On recouvre ensuite par une autre couche tel que la capsule soit entourée de sable de chaque côté dans sa position horizontale fig (VII-4B). Le sable est prévu pour éviter l'écoulement du verre pendant le frittage et de maintenir la forme cylindrique de l'échantillon.

En effet, à la température de travail, le verre utilisé fond et perd sa rigidité permettant alors de transmettre la pression atmosphérique à la poudre.

Nous avons réalisé ainsi des essais à des températures de 1200°C à 1250°C et pendant des temps variant de 30 mn à 4h temps effectif.

Le temps effectif est calculé en tenant compte de l'évolution de la température à travers la section de l'échantillon. D'après les travaux de Smallshaw (39) il faut une heure de chauffage pour que le coeur de l'échantillon atteigne la température du four. Pendant le chauffage jusqu'à l'homogénéité totale de la température, il se produit un frittage que Smallshaw a trouvé équivalent à 12 mn à la température de travail, dit, temps compensé.

Les échantillons, une fois retirés du four sont refroidis à l'air calme puis débarrassés du sable.

La couche mince de verre qui reste adhérente à l'échantillon casse d'elle même pendant le refroidissement à cause des coefficients de dilatation différents du verre et de l'acier.

VII-7/ Préparation métallographique :

- Polissage :

Les échantillons sont d'abord découpés dans la direction transversale, à l'aide d'une tronçonneuse à disque abrasif, sous haute lubrification d'eau. Les bavures qui restent après le découpage sont éliminées à la meule. Les échantillons sont ensuite polis en utilisant le papier Emeri. Le finissage est fait sur un velour imbibé d'une suspension d'alumine de granulométrie décroissante.

- Attaque chimique :

L'attaque chimique est faite à l'aide d'une préparation de nital à 4% HNO_3 et 96% d'alcool.

VII-8/ Etude métallographique :

VII-8-1/ Observations microscopiques :

Les observations ont été faites dans un premier temps au microscope optique. Avant l'attaque chimique au nital, la microscopie révèle des carbures sombres sur un fond de matrice blanche. Les pores apparaissent en noir très contrastés. Les photos prises au M.E.B sans attaque chimique montrent les carbures blancs très brillants et une matrice noire fig (VII-5).

L'attaque chimique révèle les joints de grains bien contrastés et des carbures qui se distinguent par la couleur et la forme fig (VII-6) , on peut entrevoir également les aiguilles de martensité qui constituent la matrice.

VII-8-2/ Mesures métallographiques :

Les mesures de porosité ont été faites au microscope optique en utilisant la méthode d'interception linéaire.

Elle consiste à tracer sur du papier calque, un carré de 9 cm de côté et à le partager en de petits carreaux de 1 cm de côté. Cela nous donne un réseau de 100 noeuds produits par l'intersection des lignes verticales et horizontales. Le papier calque est ensuite superposé à l'écran fluorescent du microscope, sur lequel est projetée l'image de la surface de l'échantillon en investigation. Il suffit alors de compter le nombre de coïncidences des noeuds et des pores : chaque noeud qui coïncide avec un pore compte comme 1% de porosité. Le résultat final est calculé comme la moyenne arithmétique de plusieurs mesures effectuées sur différentes plages.

Pour mesurer la taille des grains, nous avons utilisé également la même méthode qui consiste dans ce cas là, à mesurer le nombre N de grains interceptés par une droite dans une direction quelconque. La taille mesurée sera alors :

$$dg = \frac{L \times 1000}{N \times G} \quad [\mu m]$$

où
dg : Taille des grains.
N : Nombre de grains interceptés.
G : Le grossissement.
L : Longueur du segment.

Pour ce qui est des tailles des carbures et de leurs fractions volumiques, elles ont été mesurées à l'analyseur d'image.

Cette méthode informatique consiste à saisir sur l'écran d'un ordinateur, l'image de la surface de l'échantillon au moyen d'une caméra T.V couplée à un microscope optique. En se basant sur la différence de contraste entre les différentes couleurs, le logiciel peut mesurer l'aire d'une phase quelconque.

Nos mesures ont été réalisées au centre des matériaux à Draria, en utilisant le logiciel GRANIX version A.1.1.

Les résultats donnés par ce logiciel se présentent comme montré sur la fig (VII-8).

Quant à la profondeur de pénétration du verre, elle a été mesurée directement sur l'écran du M.E.B.

VII-9/ Mesures de dureté :

Les mesures de dureté ont été effectuées sur un duromètre à affichage digital. A cet effet, les échantillons ont été enrobés à chaud à la bakélite. Nous avons appliqué des charges de 150 kgf et les résultats sont affichés en H.R.C et en H.V.

Les résultats sont présentés dans trois tableaux :

Le tableau (VIII-1A) regroupe l'ensemble des résultats obtenus à 1250°C pour différents temps variant de 30mn à 2h.

Le tableau (VIII-1B) a été obtenu à 1200°C , tandis que le troisième tableau (VIII-1C) rassemble les résultats obtenus à 1200°C pour différentes tailles des particules des poudres.

Dans cette étude nous avons comme variables : le temps , la température et la taille des particules. Nous avons essayé à travers le travail qui a été fait , de mettre en évidence l'influence de ces paramètres sur :

- Le processus de densification.
- La microstructure:
 - . taille des grains.
 - . fraction des carbures et leur taille.
- La dureté.
- La pénétration du verre.

VIII-1 Porosité:

Les résultats montrent que la porosité diminue au fur et à mesure que l'on augmente le temps de frittage et ce aussi bien à 1250° qu'à 1200°C fig (VIII-1). La porosité est réduite à zéro,

pratiquement après une heure et demi de frittage à 1200°C. On remarque aussi nettement fig.(VIII-1) que la majeure partie de la densification, a lieu dès les premiers temps de frittage puis évolue de plus en plus lentement. Ainsi à 1250°C, pour une demi-heure de frittage la porosité mesurée est de 8,55% en partant d'une densité initiale (Poudre à l'état libre) d'environ 64%.

Les essais réalisés sur la poudre de taille moyenne de 37 µm à 1200°C, montrent que la densification évolue lentement. Après une heure de frittage à cette température, on constate qu'aucun frittage n'a eu lieu. On discerne bien, les contours des particules disjointes les unes par rapport aux autres fig (VIII-2). La densification observée pendant ce temps, n'est due, à rien d'autre, qu'au réarrangement des particules.

Au bout de deux heures de frittage, il s'établit des ponts entre les particules fig (VIII-3) et se forme des cous. Dans la zone des cous, les joints interparticules ne peuvent être distingués des joints de grains, qui forment un réseau continu fig (VIII-4). Les pores restent interconnectés et de formes irrégulières, ce qui correspond au stade initiale de frittage.

Le stade intermédiaire s'annonce après 4h de frittage où les pores commencent à se fermer et à prendre des formes plus au moins arrondies tout en restant localisés au niveau des joints des particules fig (VIII- 5).

En augmentant la température de frittage jusqu'à 1250°C, la porosité diminue plus rapidement. Après 1h de frittage, les pores prennent des formes sphéroïdales et se localisent surtout, aux points triples des joints de grains fig (VIII-7), ce qui caractérise le début du stade final. A 1h 1/2 de frittage, les pores sont complètement sphéroïdisés et s'isolent à l'intérieur des grains fig (VIII-8).

D'après les conditions de frittage, plusieurs mécanismes de transport de matière sont possibles :

- Ecoulement plastique.
- Diffusion en surface.
- Diffusion en volume (intergranulaire, intragranulaire).

Etant donné la faible pression appliquée à la poudre ($P=1 \text{ atm} = 0,1 \text{ MPa}$) dans notre cas et qui est bien inférieure à la limite d'écoulement de notre acier, l'écoulement plastique ne peut pas être suspecté. Il ne peut intervenir que dans le cas d'application de pressions suffisantes ou à fortiori pour des tailles de particules très faibles, point sur lequel nous reviendrons plus tard dans la discussion sur l'influence de la taille des particules. C'est la diffusion interparticules qui est à l'origine de l'établissement des ponts (cous) entre les particules. Une fois les liaisons interparticules sont établies, la diffusion en surface et en volume rentre en action. Sous l'effet des tensions superficielles et des gradients de courbures entre les surfaces des particules et du cou, les lacunes quittent la région du cou pour migrer vers la surface des particules ce qui est équivalent à un mouvement d'atomes dans le sens inverse. D'après le concept de F.R.N Nabarro et C Herring (22, 23), un flux de lacunes va du cou, qui est sous des contraintes de tensions, vers les joints de grains qui sont en compression, ce qui correspond à un flux d'atomes dans le sens inverse, par diffusion intragranulaire et intergranulaire. Ceci provoque donc l'élargissement des cous et la tendance progressive des pores vers des formes plus arrondies vers un stade avancé du frittage, le gradient de courbure entre les surfaces des particules et le cou diminue et la diffusion en surface devient moins importante pour laisser place à la diffusion en volume. Rappelons que la diffusion en surface n'est pas responsable du retrait observé pendant le frittage, elle provoque seulement les changements géométriques des pores. C'est donc la diffusion en volume qui explique le phénomène de densification, par la diminution des pores en taille et en nombre. Les pores jouent le rôle de sources de lacunes qui vont se noyer au niveau des joints de grains qui deviennent des puits de lacunes et un flux d'atomes va dans le sens opposé pour remplir les pores de plus en plus jusqu'à fermeture totale de ceux-ci (40).

Mais ce processus devient lent de plus en plus. La densification se fait plus vite pendant les premiers temps de frittage. Cela suggère que plusieurs mécanismes de transport de matière rentrent en contribution. En plus de la diffusion, un autre mécanisme de transport de matière peut être tout aussi important. Il s'agit du fluage par le mécanisme de Nabarro, Herring et Coble. Pour une taille de grain G inférieure à la taille des particules ($2R$), il peut se produire une densification par fluage, la cinétique de ce mécanisme est décrite par les équations suivantes :

$$D = 24,9 \frac{\Omega}{K T G^2} (D^2 D_0)^{1/3} \frac{X}{R} \left[Dv + \frac{\delta D_b}{G} \right] P_1 \quad (D \leq 0,9)$$

$$D_0 = 31,5 \frac{\Omega}{K T G^2} (1 - D) \left[Dv + \frac{\delta D_b}{G} \right] P_2 \quad (D > 0,9)$$

où D : Vitesse de densification.
 Ω : Volume atomique.
 T : Température de frittage.
 Dv : Coefficient de diffusion.
 P_1, P_2 : Pression effective au stade 1 et stade 2.
 δD_b : Epaisseur des joints de grains par le coefficient de diffusion intergranulaire.

A. Kasser (41) après un calcul fait pour une poudre de 36 Mm, montre qu'à partir d'une densité relative de 0,7, le fluage de Nabarro Herring devient le mécanisme prédominant jusqu'à densité théorique fig (VIII-8).

Au début du frittage, le nombre de coordinances de chaque particule (premiers proches voisins) est petit, ce qui implique de grandes pressions au niveau des zones de contact, entre les particules, qui se réduisent à des points.

Les contraintes générées peuvent être suffisantes, notamment pour les particules fines, pour activer les mécanismes de formations des dislocations et leur mouvement provoquant ainsi, l'écoulement plastique. Loin d'être prédominant, l'écoulement plastique peut avoir lieu en certain points de l'échantillon où il y a assemblément de particules fines.

Du tableau (VIII-2C) on déduit qu'une taille de particules plus petite accélère la densification.

Pour la poudre de taille supérieure à 150 μm , il n'y a pas eu pratiquement de densification. Nous avons mesuré 13% de porosité au bout de 4h de frittage à 1200°C fig (VIII-9), tandis que pour une taille inférieure à 50 μm la porosité est réduite à 2,69% au bout de 4h de frittage.

Nous avons vu précédemment dans la partie théorique, qu'une surface sphérique est siège d'une contrainte telle que décrit par l'équation de Laplace :

$$\delta = \gamma \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right)$$

où δ : Contrainte.
 γ : Tension superficielle.
 r_1, r_2 : Rayon principaux de courbure.

Ce qui, comme nous l'avons aussi vu, provoque un gradient de potentiel chimique

$$\Delta \mu = \sigma \Omega$$

On voit que quand r_1, r_2 tendent vers zéro, ce qui veut dire des tailles de particules décroissantes, la contrainte due aux tensions superficielles augmente ; le gradient de potentiel chimique croît aussi à son tour. Or le gradient de potentiel chimique est lié à la concentration en lacunes par l'équation de Gibbs-Thomson :

$$\Delta \mu = RT (\ln c - \ln c_0)$$

Il est clair que quand la concentration en lacune croît, la diffusion est plus activée et implique une densification plus rapide.

Sur la fig (VIII-1), on voit que la température influe énormément sur la vitesse de densification un frittage à 1250°C permet d'atteindre l'état complètement dense après 1 h 30 mn de frittage, alors qu'à 1200°C, 4 h de frittage sont insuffisantes pour réduire à zéro la porosité.

Ceci est aisément compréhensible du fait que le coefficient de diffusion dépend de la température selon l'équation :

$$D = D_0 \exp \left[\frac{-Q}{RT} \right]$$

- où
- D : Coefficient de diffusion à la température T°K.
 - D₀ : Facteur de fréquence (cm²/s).
 - Q : Energie d'activation de la diffusion (cal/mole).
 - R : Constante des gaz.

On voit que quand la température augmente le coefficient de diffusion augmente aussi et les différents mécanismes de transport de matière deviennent plus actifs (mouvement des lacunes, des dislocations).

VIII - 2 - MICROSTRUCTURE :

Taille des grains :

La taille initiale des grains est d'environ $5\mu\text{m}$. Les résultats montrent que la taille des grains augmente avec le temps de frittage pour une température donnée.

A $1250\text{ }^\circ\text{C}$, les grains grossissent d'abord lentement puis de plus en plus vite. Après une heure de frittage à $1250\text{ }^\circ\text{C}$, la taille moyenne des grains mesurée est de $13,22\ \mu\text{m}$; au bout de 2 h, elle atteint $25\ \mu\text{m}$ fig. (VIII - 10).

A $1200\text{ }^\circ\text{C}$, la taille des grains est insensible au temps de frittage fig. (VIII - 11). A cette température, on peut nettement distinguer entre les joints de grains et les joints des particules, même après 4 h de frittage fig. (VIII - 12).

Le grossissement des grains a lieu par le mouvement des joints de grains. Les gros grains croissent au détriment des plus petits et ce pour diminuer l'énergie totale d'interface.

La figure (VIII - 13) montre l'interaction entre les joints de grains et les pores. On voit que les grains grossissent d'autant plus vite que la porosité diminue, ce qui montre que les pores constituent des obstacles à l'avancée des joints de grains.

Les carbures sont aussi connus comme des barrières au grossissement des grains (42). On voit cet effet sur la fig. (VIII - 14), la taille des grains augmente pendant que la fraction volumique des carbures diminue.

La figure (VIII - 15) montre la zone du cou, où l'on remarque un affinement de grains par rapport à l'intérieur de la particule. Cela laisse penser à la probabilité d'une recristallisation à ce niveau. En effet, la température étant suffisamment élevée, les contraintes générées en ce point par la pression extérieure peuvent provoquer la formation des dislocations et activer, ainsi, le mécanisme de recristallisation.

La température a une influence majeure sur le grossissement des grains. A $1200\text{ }^\circ\text{C}$, le grossissement du grain, est peu notable même après 4 h de frittage. A $1250\text{ }^\circ\text{C}$ par contre un fort grossissement du grain est observé, pour 2 h de frittage. Le grossissement du grain a lieu par diffusion d'atomes et de lacunes. La température accroît la mobilité des atomes et accélère ainsi, le mouvement des joints de grains. Ce qui explique l'important grossissement du grain à $1250\text{ }^\circ\text{C}$ par rapport à $1200\text{ }^\circ\text{C}$.

- Carbures :

Nous avons observé et distingué deux types de carbures. L'attaque chimique au nital, révèle des carbures blancs et brillant et d'autres virant vers le gris fig. (VIII - 16). Le premier type de carbures, prennent généralement, des formes anguleuses, les autres sont plus au moins arrondis. On remarque aussi, que ces deux types de carbures sont souvent juxtaposés fig. (VIII - 17). Une analyse qualitative de ces carbures, a montré que les carbures blancs et anguleux sont des carbures de tungstène tandis que les autres carbures sont plutôt riche en vanadium. Les carbures de tungstène sont du type M_6C , tandis que les carbures de vanadium sont du type MC .

Les carbures se concentrent beaucoup plus au niveau des joints des grains, mais on observe aussi des carbures intragranulaires qui ont des formes sphéroïdales et de taille plus petite fig. (VIII - 18).

Les carbures qui, dans un premier temps, sont de taille uniforme commencent à coalescer en prolongeant le temps de frittage. Cela est très claire à 1250 °C fig. (VIII - 18).

On démarre d'une taille initiale de 1 μm pour atteindre 6 μm après 2 h de frittage. A 1200 °C pas de changement sensible de la taille des carbures. Cette coalescence des carbures est constatée plus particulièrement au niveau des joints de grains. Les carbures intragranulaires ne subissent pas de changement appréciable. fig (VIII - 19)

Le phénomène de coalescence des carbures s'explique par la dissolution des carbures les plus fins pour reprécipiter sur les plus gros.

Les carbures intragranulaire sont les moins stables, du fait qu'il créent une énergie supplémentaire d'interface avec la matrice. On peut concevoir qu'il y a dissolution des carbures intragranulaires et reprécipitation au niveau des joints de grains.

La fraction volumique des carbures va en décroissant avec le temps aussi bien à 1250 °C qu'à 1200 °C fig. (VIII - 20).

Les carbures M_6C sont les premiers à commencer à se dissoudre dès 1200 °C. Les carbures MC sont très stables et ne se dissolvent pas même à la température

du solidus et il subsiste une petite quantité de carbures M_6C . Malkiewicz (43) a dessiné un graphe qui donne l'évolution de la dissolution des carbures en fonction du temps et de la température fig. (VIII - 21) (44). La dissolution des carbures est indésirable pour diverses raisons. Les carbures sont à l'origine de la résistance à l'abrasion des aciers rapides, quand ils sont fins et d'une distribution uniforme sont des inhibiteurs du grossissement des grains, ceci d'une part. D'autre part la dissolution des carbures provoque l'enrichissement de la matrice en éléments d'alliages ce qui se traduit par l'augmentation du taux d'austénite résiduelle après trempe.

VIII - 3 - DURETE :

Les mesures de dureté effectuées sur les échantillons frittés à 1200 °C, sont pratiquement insignifiantes pour un acier rapide, car très inférieures à la limite connue dans ce cas et ce malgré des taux de porosité faibles. La bille du poinçon du duromètre, provoque l'effondrement des joints interparticules, c'est pourquoi nous avons ignoré ces mesures.

A 1250 °C la dureté croît jusqu'à 681 HV pour un temps de frittage de 1 h 1/2, ce qui correspond à une porosité nulle. Au delà de ce temps, la dureté décroît pour atteindre 640 HV après 2 h de frittage. En somme, on distingue un intervalle de croissance de la dureté qui est suivie d'une nouvelle diminution fig. (VIII - 22).

L'augmentation initiale de la dureté est due à la diminution de la porosité et la progression de la poudre vers un état de plus en plus dense, jusqu'à densification totale, la chute de dureté que l'on observe après 1 h 1/2 de frittage peut avoir plusieurs raisons. Comme nous l'avons souligné précédemment, pendant le frittage, il y a la dissolution progressive des carbures et enrichissement de la matrice en éléments d'alliages. Ce qui augmente l'austénite résiduelle après trempe, ce qui est déjà une raison pour baisser la dureté. Comme il a été également discuté auparavant, un maintien de 2 h à 1250 °C provoque un fort grossissement du grain ce qui est une seconde raison ~~fig. VIII - 22~~. Manifestement, les carbures n'ont pas d'influence notable sur la dureté puisque entre 1 h et 1 h 1/2 de frittage la dureté a augmenté au moment où la fraction volumique des carbures a baissé. Les carbures contribuent certainement à l'élévation de la dureté, mais dans notre cas et particulièrement pour les résultats obtenus, l'effet des carbures est voilé par l'évolution de la porosité qui est le facteur le plus déterminant pendant le processus de densification.

VIII - 4 - PENETRATION DU VERRE :

La pénétration du verre est l'un des inconvénients de la méthode utilisée.

A 1200 °C, on remarque que l'épaisseur investie par le vers augmente avec le temps de frittage. Pour 1250 °C, la pénétration du verre semble stabilisée autour de 1,5 mm. Il y a une véritable concurrence entre l'avancée du verre vers le coeur de l'échantillon et le frittage.

A 1250 °C, le frittage étant rapide, il se forme un véritable barrage devant le mouvement du verre dès le premiers temps.

A 1200 °C, le frittage se fait lent, le verre alors assez fluide, est aspiré par le vide, il s'infiltré ainsi à travers les pores ouverts fig. (VIII - 23).

La taille des particules influent énormément sur la pénétration du verre. Sur le tableau (VIII - 2 c) pour 4 h de frittage à 1200 °C, la pénétration du verre varie selon la taille des particules de 1,10 mm à 3 mm. On voit que la pénétration du verre augmente avec la taille des particules. Pour la poudre de taille supérieure à 150 µm, le verre a été vu au coeur même de l'échantillon.

Pour les pores cylindriques, l'équation de Washburn donne la relation entre le diamètre du pore, de la pression et des propriétés physiques du matériau en infiltration, cette équation s'écrit :

$$p = \frac{-\gamma \cos\theta}{d}$$

où :

P : Pression

γ : Energie de surface du corps visqueux

d : Diamètre des pores

θ : Angle de contact

Cette équation donne la limite du diamètre du pore d, pour des conditions de pression et de température données, pour qu'il y ait infiltration.

Une taille de particules plus fine signifie des pores plus réduits, ce qui exige de plus fortes pression pour provoquer l'infiltration.

CONCLUSION

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

- A 1250 °C, la densification est rapide. La porosité est réduite à zéro après 1 h 1/2 de frittage. A 1200 °C, le frittage est beaucoup plus lent. Une porosité subsiste même après 4 h de frittage. Ce qui montre que l'intervalle de température pour le frittage de l'acier T15 est très étroit et doit rester au voisinage de 1250 °C.
- Plusieurs mécanismes de transport de matière participent à la densification, mais le mécanisme, probablement, le plus prédominant reste la diffusion.
- Un maintien au delà d'une heure et demi à 1250 °C, provoque la coalescence des carbures et le grossissement du grain. Le phénomène de coalescence est d'autant plus rapide que la porosité s'approche de zéro. Ce maintien provoque une chute de dureté.
- La taille des particules influe directement sur la cinétique de densification. Une taille plus fine accélère toujours le frittage.
- La pénétration du verre est préjudiciable à l'échantillon quand elle est importante. La pénétration du verre peut être réduite en utilisant de faibles granulométries.
- La température a aussi une influence sur la pénétration du verre. A 1250 °C, la pénétration est plus faible qu'à 1200 °C en raison du phénomène de concurrence qu'il y a entre le frittage et l'infiltration du verre.

La technique CAP semble convenir à l'acier T15 et donne surtout de bons résultats de densification. Reste posé le problème de la pénétration du verre et de la coalescence de la microstructure.

Pour contourner ces problèmes et améliorer les propriétés de l'acier T15 fritté avec cette méthode, on propose de faire une déformation à chaud telles que l'extrusion ou le laminage. Ce traitement a pour objectif, d'une part, d'accélérer le frittage en fermant les pores mécaniquement et d'éjecter, ainsi, le verre s'y

trouvant vers l'extérieur. Ce verre peut, alors, servir de lubrifiant pendant le travail à chaud notamment l'extrusion. Cette déformation à chaud permettra d'autre part, d'affiner la structure par le phénomène de recristallisation.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) : F.V. LENEL, P.M. principes and application, page 40 - 41.
- (2) : F.V. LENEL, P.M. principes and application, page 60.
- (3) : F.V. LENEL, P.M. principes and application, page 79, page 63.
- (4) : J.H. AERTLEIN and J.F. SACHSE, the fisher subsieve sizer, handbook of metal powders page 63 - 67.
- (5) : P.C. CARMAN, J. Soc. Chem. Ind. (London) Vol. 58, page 1.
- (6) : S. BRUNAUER, P.H. Emmett and E. Teller, J. Amer. Chem. Soc., Vol 60, Page 309.
- (7) : T. ALLEN, Particle size measurement, London 1968.
- (8) : F.V. LENEL, P.M. principes and application, page 93.
- (9) : F.V. LENEL, P.M. principes and application, page 95.
- (10) : F.V. LENEL, P.M. principes and application, page 96.
- (10) : M. Vu. BALSHIN, Theory of compacting, Vestnik metalloprom, Vol. 18, page 127 - 137, 1958.
- (11) : R.W. HECKEL, An analysis of powder compaction phenomena, Trans. Aime, Vol. 221, page 1001 - 1008, 1961.
- (12) : R.M. GERMAN, Powder metal science, page 127, 1984.
- (13) : R.M. GERMAN, Powder metal science, page 131.
- (14) : F.V. LENEL, P.M. principes and application, page 173.
- (15) : F.V. LENEL, P.M. principes and application, page 244.
- (16) : J. FRENKEL, J. Phys USSR, Vol. 9, page 385, 1985.
- (17) : F.R.N. NABARRO, report on a conference on the strength of materials, the physical soc., London, page 75, 1948.
- (18) : D.L. JOHNSON, New methode of obtaining volum, grain boundary and surface diffusion coefficients from sintring data, J. appl. phys., Vol 40, page 192 - 200, 1969.
- (19) : H.E. EXVER, pples of single phase sintring, reviews on powder metallurgy and physical ceramics, Vol. 1, page 32 - 39 et 205, 210, 1979.
- (20) : H.E. EXVER and E. BROS, Material transport rate and stress distribution during grain boundary diffusion driven by surface tension, acta., met., Vol. 27, page 1007 - 1012, 1979.
- (21) : G.C. KUCZYNSKI, self diffusion in sintring of metallic partiel, trans. aime, Vol. 185, page 169 - 178, 1949.
- (22) : F.R.N. NABARRO, report on a conference on the strength of materials, the physical soc., London, 1948.

- (23): C. HERRING, diffusionnal viscosity of a polycrystalline solid., J. Appl. phy. Vol. 21, page 437-445, 1950.
- (24): F.V. LENEL, P.M. principales and application, page 257.
- (25): R.L. COBLE, sintring cristalline solids, I, intermediate and final stage diffusion models, J. App. Phys. Vol. 32, page 787-792, 1961.
- (26): R.L. COBLE, sintring cristalline solids, II, Experimental tests of diffusion models in powder compacts, Ibid, page 793-799.
- (27): F.V. LENEL, P.M. principales and application, page 259.
- (28): Metal hand book, page 315.
- (29): A. KASSER, Ph.O Thesis, university of Sheffield, 1992, p 25.
- (30): A. KASSER, Ph.O Thesis, university of Sheffield, 1992, p 27.
- (31): P. MURRAY, E.P. Rodgers and A.E Williams, trans., Br. Cer., society, Vol. 53, page 474, 1954.
- (32): U.S. patent 3, 704, 508, V.N. di Giambattista, process for compacting metallic powders, Dec. 1972.
- (33): G. HOYLE, high speed steels, page 1, 1988.
- (34): G. HOYLE, high speed steels, page 66, 1988.
- (35): Trent, E.M., Tools and dies for industry, metals society book, N° 185, page 374, 1977.
- (36): Matériaux et sciences, N° 12, page 463, 1984.
- (37): B.H. ALEXANDER et R.W. BALUFFI, the mecanism sintring of copper, acta. meta., Vol. 5, page 666-667, 1957.
- (37): A. KASSER, Ph.O Thesis, university of Sheffield, 1992.
- (38): J.V. Bec, P.R. Bernin, P.D. Northern, J.V. Woode, Sintring mecanisms invacum sintred M 2 and T 15 H.S.S powders, MPR March 1988.
- (39): Smallshaw C.P.S, final year report, university of sheffield, 1990.
- (40): B.H. ALEXANDER et R.W. BALUFFI, the mecanism sintring of copper, acta. meta., Vol. 5, page 666-667, 1957.
- (41): A. KASSER, Ph.O Thesis, university of Sheffield, 1992.
- (42): G. HOYLE, high speed steels, page 112, 1988.
- (43): Malkiewicz. T et al, I. Iron steel inst, 136, 25. 1959.
- (44): G. HOYLE, high speed steels, page 59, 1988.

Specification	C	V	W	Mo	Cr	Co	Ratio R*
T1	.7 (3.6)	1 (1.2)	18 (6.1)	-	4 (4.7)	-	3.1
T2	.8 (4.1)	2 (2.4)	18 (6.0)	-	4 (4.7)	-	3.1
T3	1.05 (5.4)	3 (3.5)	18 (6.0)	-	4 (4.7)	-	2.6
T9	1.2 (6.1)	4 (4.8)	18 (6.0)	-	4 (4.6)	-	2.5
T4	.75 (3.9)	1 (1.2)	18 (6.0)	-	4 (4.8)	4	3.1
T7	.75 (3.7)	2.0 (2.4)	14 (4.6)	-	4 (4.6)	5	3.1
T8	.75 (3.8)	2 (2.4)	14 (4.6)	-	4 (4.6)	5	3.1
T15	1.5 (7.2)	5 (5.6)	12 (3.7)	-	4 (4.4)	5	1.9
T5	.8 (4.1)	2 (2.4)	18 (6.0)	-	4 (4.7)	8	3.2
T6	.8 (4.2)	1.5 (1.8)	20 (6.8)	-	4.5 (5.4)	12	3.4
BT20	.8 (4.2)	1.5 (1.9)	22 (7.6)	-	4.5 (5.5)	-	3.5
BT21	.75 (3.8)	.7 (8)	14 (4.6)	-	4 (4.6)	-	2.7
BT42	1.3 (6.2)	3 (3.4)	9 (2.8)	1 (1.8)	4 (4.4)	10	2.2

*R = $\frac{\Sigma (\text{atomic \% carbide formed})}{\text{atomic \% carbon}}$

tableau (VI-1): Aciers au tungstène
(G. Hoyle, High speed steels)

Specification	C	V	W	Mo	Cr	Co	Ratio R*
M1	.8 (3.8)	1 (1.1)	1.5 (0.4)	8 (4.7)	4 (4.4)	-	2.8
M10	.9 (4.2)	2 (2.2)	-	8 (4.1)	4 (4.3)	-	2.7
M10 (high C)	1 (4.6)	2 (2.2)	-	8 (4.6)	4 (4.3)	-	2.4
M7	1 (4.7)	2 (2.2)	1.75 (0.5)	8.75 (5.1)	4 (4.3)	-	2.6
M30	.8 (3.8)	1.25 (1.4)	2 (6)	8 (4.7)	4 (4.4)	5	2.9
M33	.9 (4.3)	1.15 (1.3)	1.5 (5)	9.5 (5.6)	4 (4.4)	8	2.8
M47	1.1 (5.2)	1.25 (1.4)	1.5 (5)	9.5 (5.6)	3.75 (4.1)	5	2.2
M42	1.1 (5.2)	1.15 (1.3)	1.5 (5)	9.5 (5.6)	3.75 (4.1)	8	2.2
M34	.9 (4.2)	2 (2.2)	2 (6)	8 (4.7)	4 (4.4)	8	2.8
M43	1.25 (5.8)	2 (2.2)	1.75 (5)	8.75 (5.1)	3.75 (4.1)	8.25	2.0

*R = $\frac{\Sigma (\text{atomic \% carbide formed})}{\text{atomic \% carbon}}$

tableau (VI-2): Aciers au molybdène
(G. Hoyle, High speed steels)

Specification	C	V	W	Mo	Cr	Co	Ratio R*
M2	.85 (4.1)	2 (2.3)	6 (1.9)	5 (3.0)	4 (4.4)	-	2.8
M2 (High C)	1.0 (4.8)	2 (2.2)	6 (1.9)	5 (3.0)	4 (4.4)	-	2.4
M35	.8 (3.8)	2 (2.3)	6 (1.9)	5 (3.0)	4 (4.4)	-	3.0
M41	1.1 (5.2)	2 (2.2)	6.75 (2.1)	3.75 (2.3)	4.25 (4.7)	5	2.2
M15	1.5 (7.0)	5 (5.5)	6.5 (2.0)	3.5 (2.0)	4 (4.3)	-	2.0
M36	.8 (3.8)	2 (2.3)	6 (1.9)	5 (3.0)	4 (4.4)	8	3.0
M6	.8 (3.8)	1.5 (1.7)	4 (1.2)	5 (3.0)	4 (4.4)	12	2.7
M44	1.15 (5.6)	2.25 (2.6)	5.25 (1.7)	6.25 (3.8)	4.25 (4.8)	-	2.2
M3 class 2	1.2 (5.7)	3 (3.3)	6 (1.9)	5 (3.0)	4 (4.4)	-	2.2
M4	1.3 (6.1)	4 (4.4)	5 (1.5)	4.5 (2.6)	4 (4.3)	-	2.1

*R = $\frac{\Sigma (\text{atomic \% carbide formed})}{\text{atomic \% carbon}}$

tableau (VI-3): Aciers au tungstène-molybdène
(G. Hoyle, High speed steels)

AISI Grade	Tensile Strength MPa ^c	Yield Strength (0.2% Offset), MPa	Elongation, %	Hardness, Rockwell B
301	758	276	60	85
302	620	276	50	85
302B	655	276	55	85
303 ^b	620	241	50	76
303Su ^b	620	241	50	76
304	586	241	55	80
304L	517	193	55	79
304N	620	331	50	85
305	586	262	50	80
308	586	241	50	80
309	620	310	45	85
309S	620	310	45	85
310	655	310	45	85
310S ¹	655	310	45	85
314	690	345	40	85
316	620	276	50	79
316F	586	241	60	85
316L	517	220	50	79
316H	620	311	48	85
317	620	276	45	85
317L	586	241	55	85
321	620	241	45	80
330 ^b	586	310	40	80
347	655	276	45	85
348	655	276	45	85
384	517	241	55	70

^a Annealed sheet and strip.

^b Annealed bars.

^c 1 MPa = 145.03 psi.

Source: Source Book on Stainless Steels, American Society for Metals, 1976.

tableau (VII-1): Propriétés mécaniques des aciers rapides

Ech N°	dp (μm)	Température (°C)	Temps t (h)	Porosité P (%)	dg (μm)	Carbure (% C)	dc (μm)	Pénétration du verre h (mm)	HV
1	37	1250	0,5	8,55	6,31	18,8	1,05	1,7	
2	"	1250	0,75	5,35	7,10	25,37	1,83	1,2	570
3	"	1250	1	2,5	13,22	16,10	3,9	1,3	613
4	"	1250	1,25	1	19,73	17,5	4,2	1,4	561
5	"	1250	1,5	0,1	22	14,25	5,65	0,5	681
6	"	1250	2	0	25	13,68	6,46	0,7	640

- A -

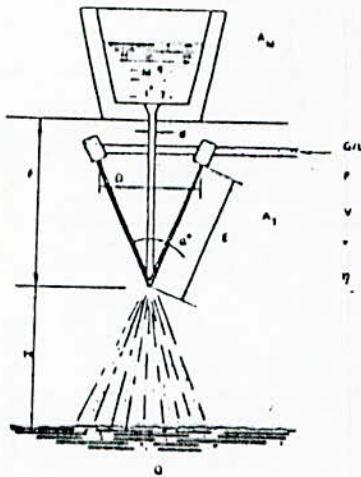
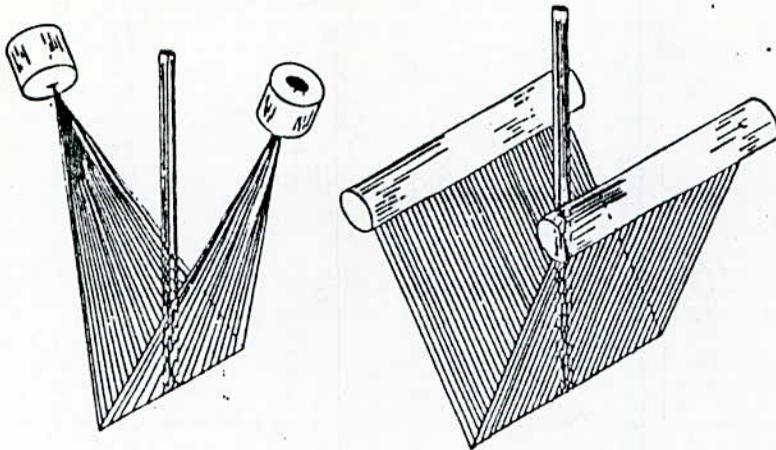
7	37	1200	0,5	24,4	4,20		0,740	1,2	
8	"	1200	1	15,4	3,7	23,34	0,919	1,8	
9	"	1200	1,5	9,3	4,35	19,6	0,913	1,6	
10	"	1200	2	7,6	4,27	17,13	0,726	1,7	
11	"	1200	3	4,4	4,41	20,11	1,05	1,8	
12	"	1200	4	3,6	4,72	15,84	0,986	1,6	

- B -

Ech N°	dp (μm)	Température (°C)	Temps t (h)	Pénétration du verre h (mm)	Porosité P (%)
13	dp < 50 μ	1200	1	0,35	24,57
14	"	1200	2	0,87	8,67
15	"	1200	4	1,10	2,69
16	50 < dp < 150	1200	1	0,9	18,18
17	"	1200	2	1,4	9,46
18	"	1200	4	1,65	4,94
19	dp > 150	1200	1	3	27
20	"	1200	2	3	13,01
21	"	1200	4	3	13,69

- C -

Tableau (VIII - 1) : Résultats du frittage de l'acier T15 à 1250 ° C et 1200 ° C



- | | |
|------------------------|---|
| ATMOSPHERE | During melting (A_M)
In atomizing tank (A_1) |
| MOLTEN METAL | Chemistry (M)
Viscosity (η)
Surface tension (γ)
Melting temperature range (ΔT_m)
Superheat (ΔT^*)
Metal feed rate (V_M)
Nozzle diameter (d) |
| ATOMIZING AGENT | Gas or liquid (G/L)
Pressure (P)
Flow rate, volume (V)
Velocity (v)
Viscosity (η) |
| JET GEOMETRY | Spread (θ)
Length (L)
Metal stream length (L)
Jet apex angle (α) |
| TANK PARAMETERS | Flight path (H)
Quenching medium (Q) |

Fig.(II-1) : Paramètre d'atomisation et géométrie des jets
(P.V. LENEH, P.M. principale and application)

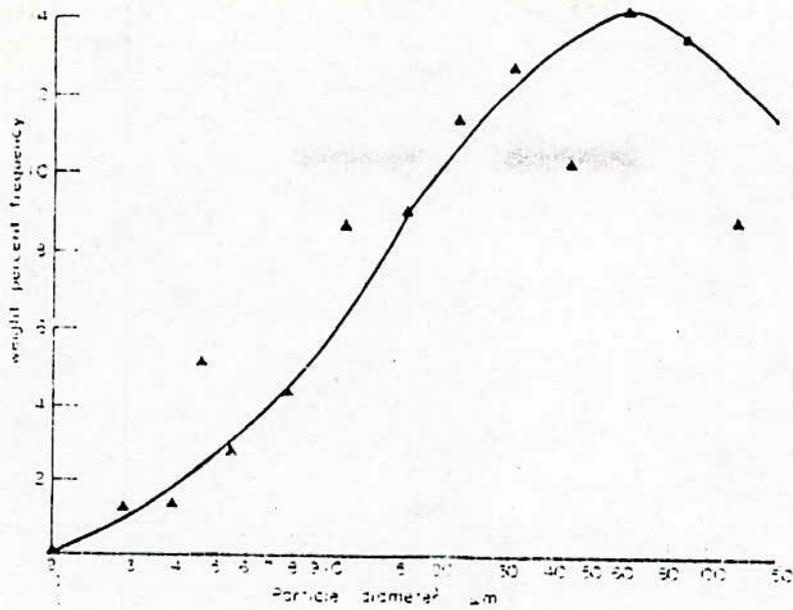


Fig. (III-1) : Distribution de tailles en pourcentage cumulé.
 (R.M. German, Powder metal science)

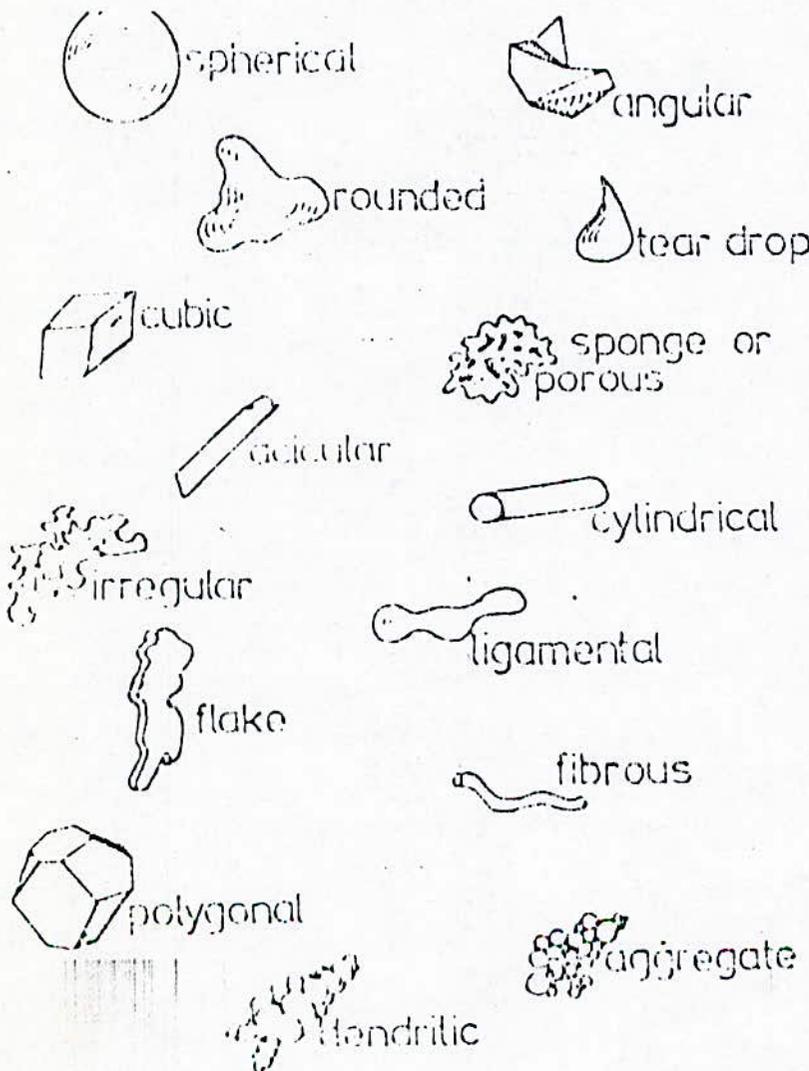


Fig. (III-2) : Différentes formes des particules.

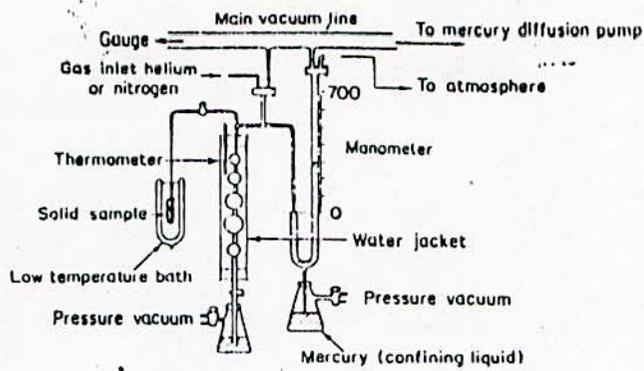


Fig. (III-3) : Schéma de l'appareil B.E.T.

(F.V. LENEL, P.M. principales and application)

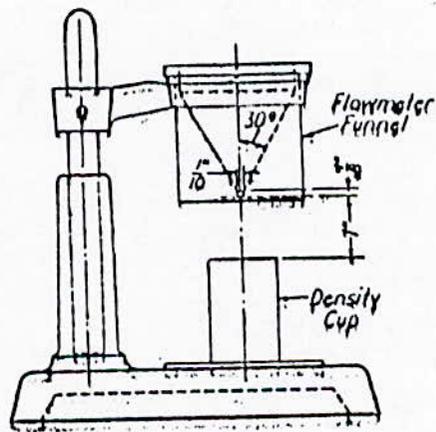


Fig. (III-4) : Appareil de Hall.

(F.V. LENEL, P.M. principales and application)

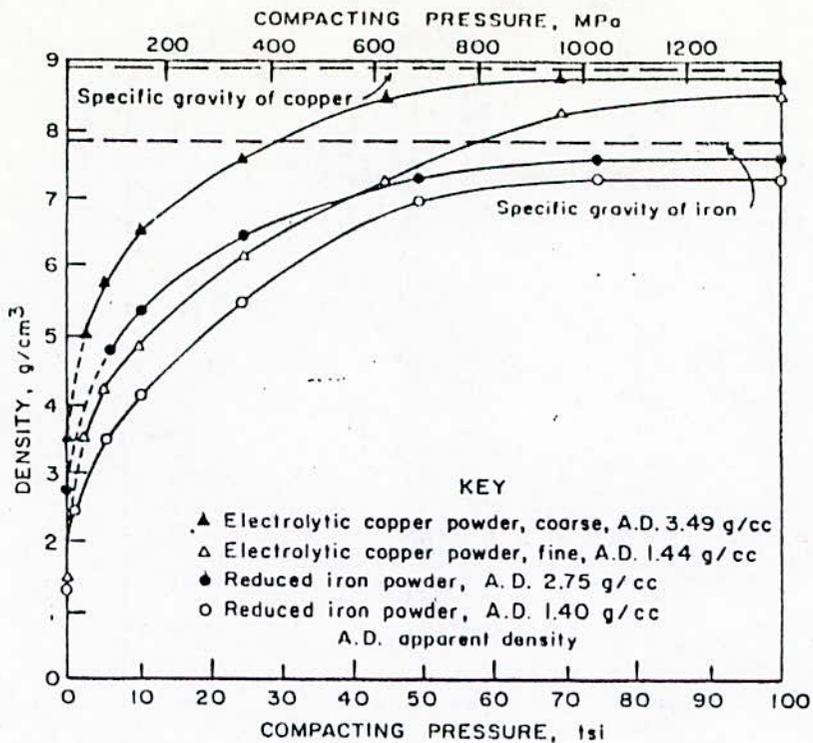


Fig. (III-5) : Densité verte en fonction de la pression.

(F.V. LENEH, P.M. principes and application)

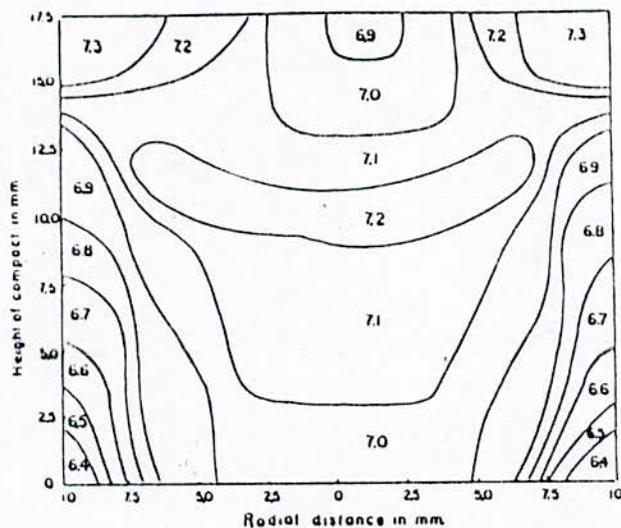


Fig. (IV-1) : Distribution de la densité à travers un comprimé cylindrique pendant le compactage uniaxial.

(F.V. LENEH, P.M. principes and application)

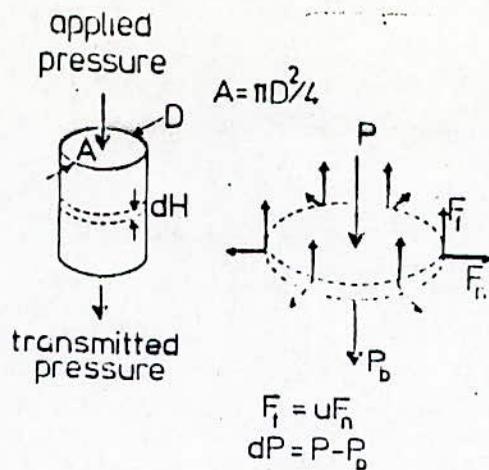


Fig. (IV-2) : Compactage uniaxial d'un comprimé cylindrique.
 (R. M. German, Powder metal science)

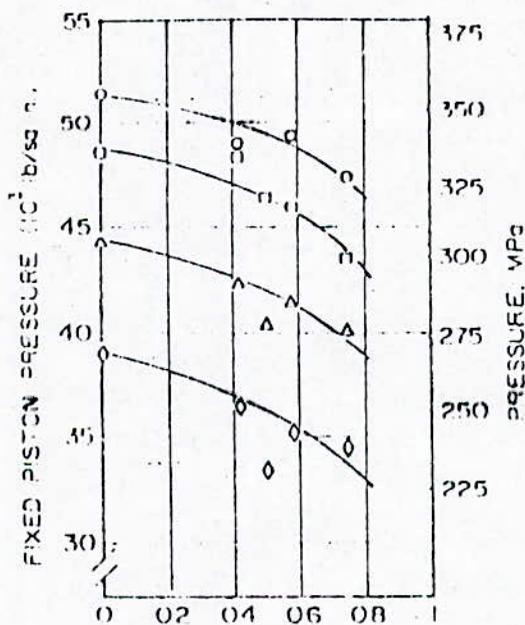


Fig. (IV-3) : Distribution de la densité dans la direction radiale.
 (F.V. LENEL, P.M. principes and application)

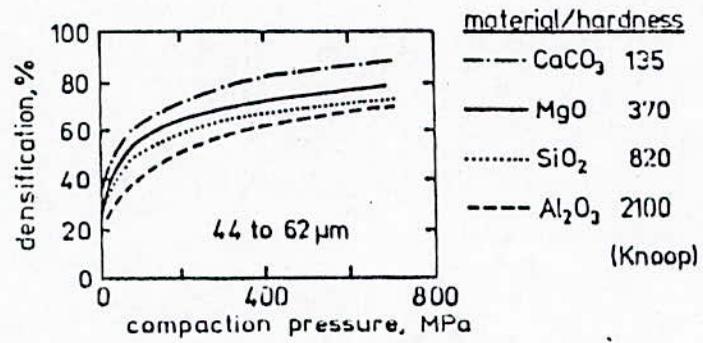


Fig. (IV-4) : Variation de la densité verte en fonction de la pression pour différentes poudres.

(R. M. German, powder metal science)

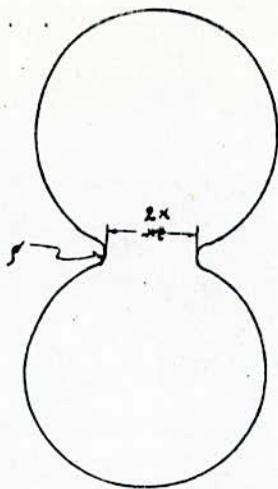


Fig. (V-1) : géométrie du cou entre deux sphères lors du frittage.
 (F.V. LENEEL, P.M. principales and application)

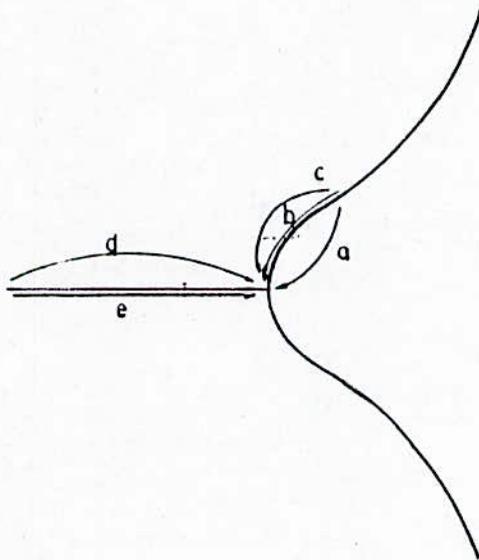


Fig. (V-2) : Différents chemins de diffusion.
 (F.V. LENEEL, P.M. principales and application)

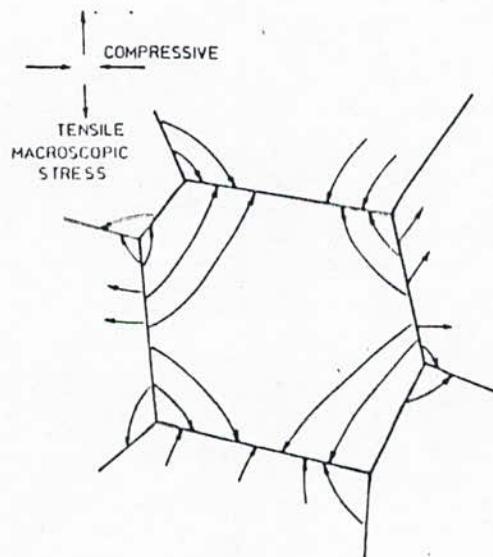


Fig. (V-3) : Diffusion de F.R.N Nabarro et Herring.

(F.V. WENZEL, P.M. principes and application)

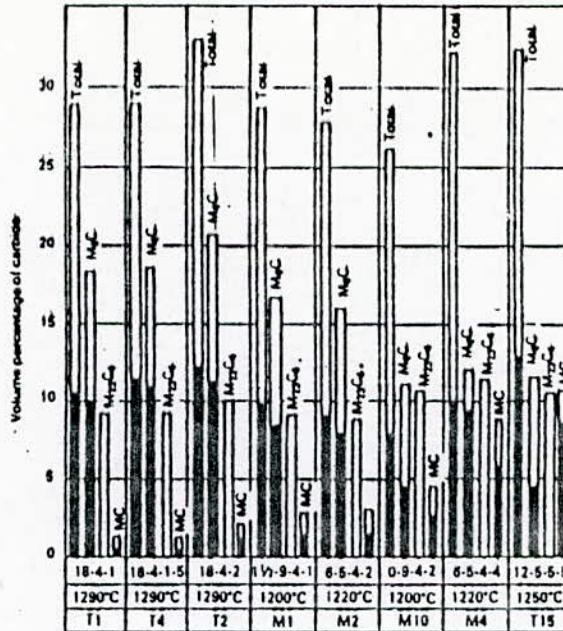


Fig. (VI-1) : Fractions et types de carbures restants après trempe à la température indiquée.

(G. Hoyle, High speed steels)

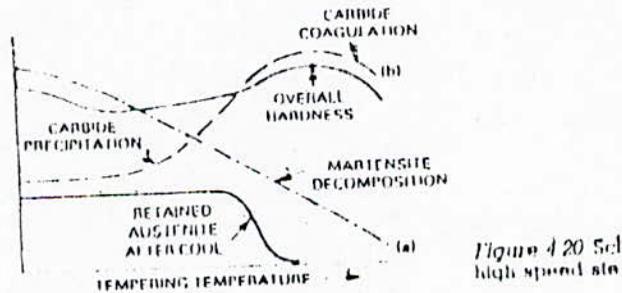


Fig. (VI-2) : Effet du revenu sur le durcissement secondaire.

(G. Hoyle, High speed steels)

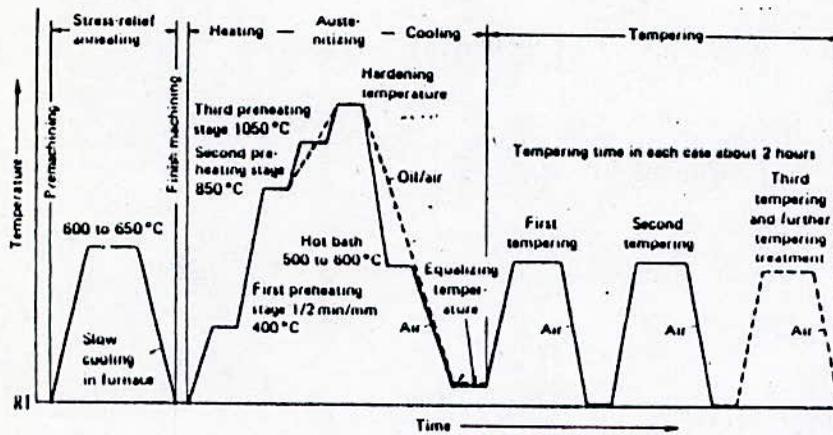


Fig. (VI-3) : Cycle de traitements thermiques des aciers rapides.
 (G. Hoyk, High speed steel)

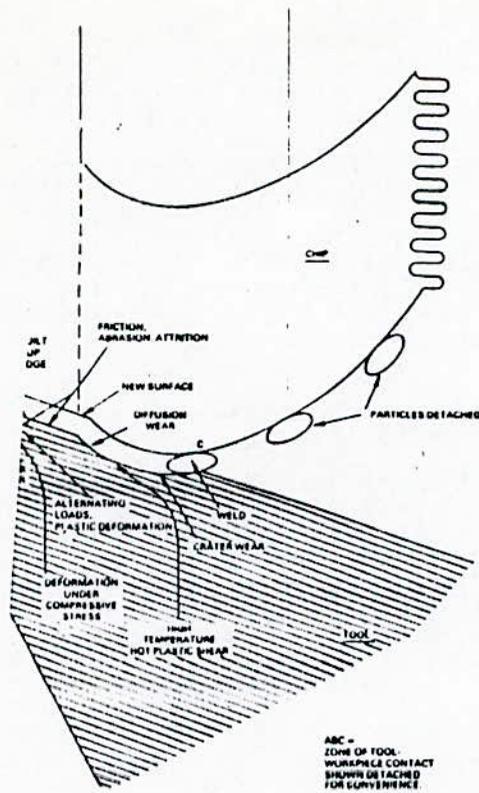


Fig. (VI-4) : Conditions en service d'un outil de coupe.
 (G. Hoyle, High Speed Steels)

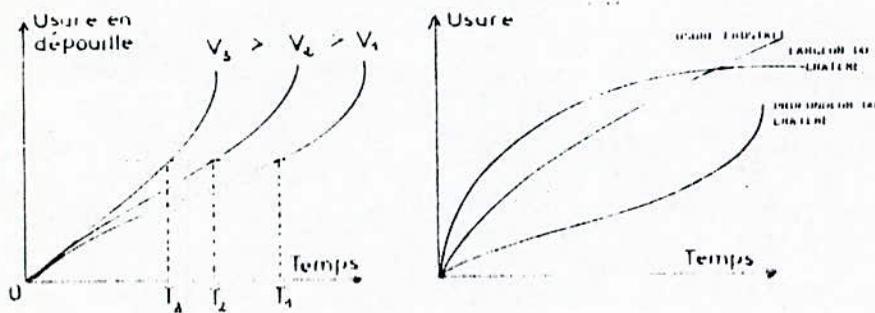


Fig. (VI-5) : Evolution de l'usure d'un outil de coupe en fonction du temps.

(Revue Matériaux et science, N° 12)

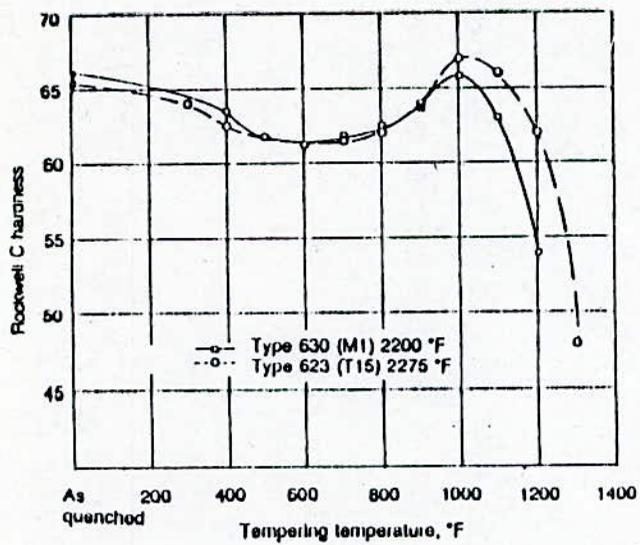


Fig. (VII-1) : Variation de la dureté en fonction de la température de revenu de l'acier T15.

(A. KASSER. Ph.D Thesis, university of Sheffield, 1992)

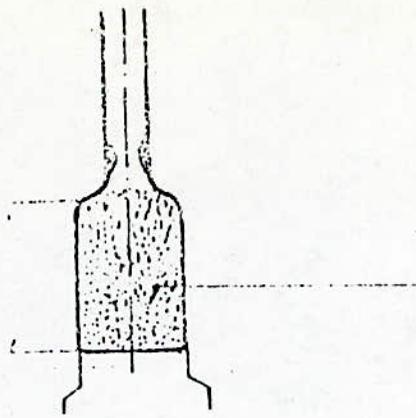


Fig. (VII-2) Capsule.

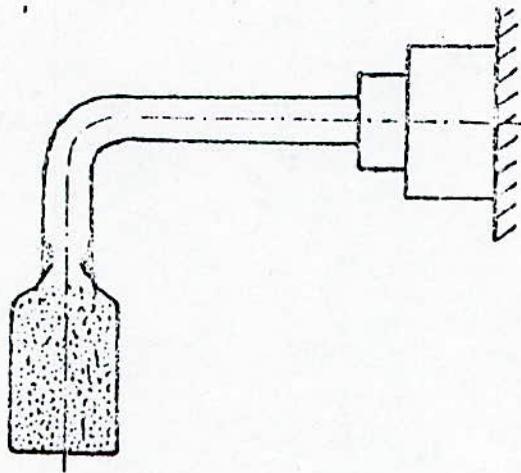
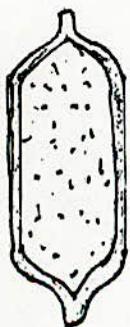
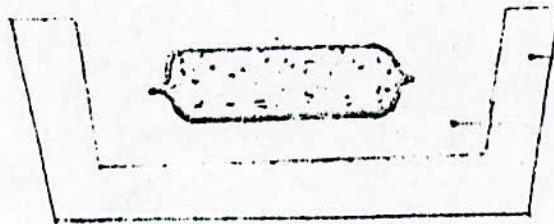


Fig. (VII-3) : Capsule avec système d'évacuation.



capsule sous
vide



Creuset
sable

fig (VII-4) : La capsule dans le creuset.

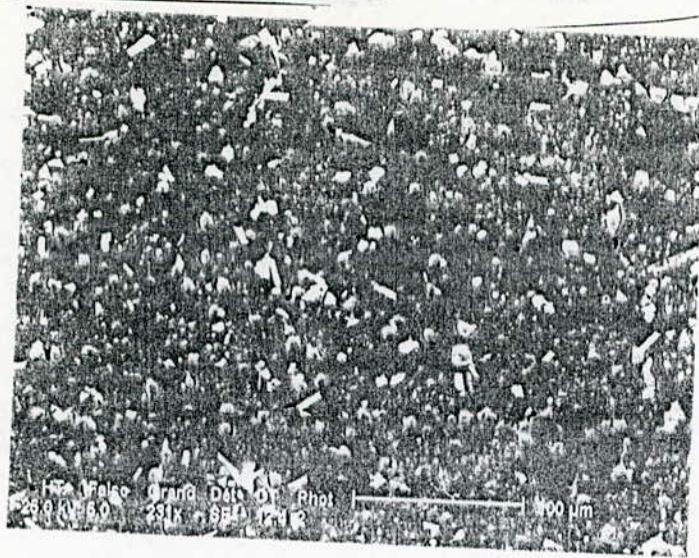


Fig. (VII-5) : Image vue sur M.E.B sans attaque chimique (x231)

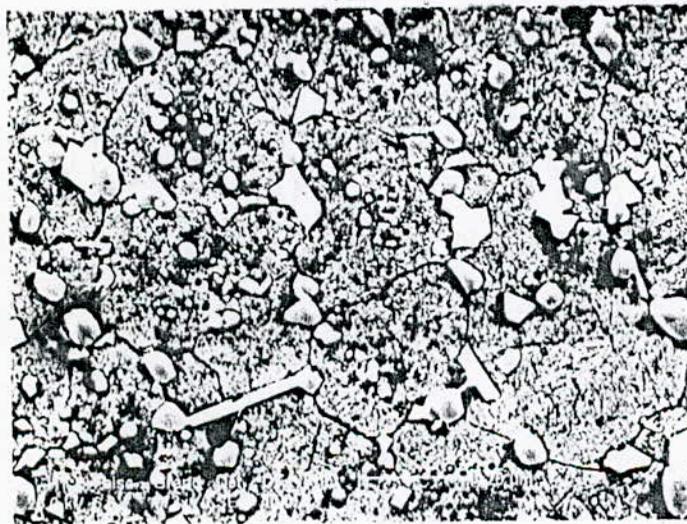
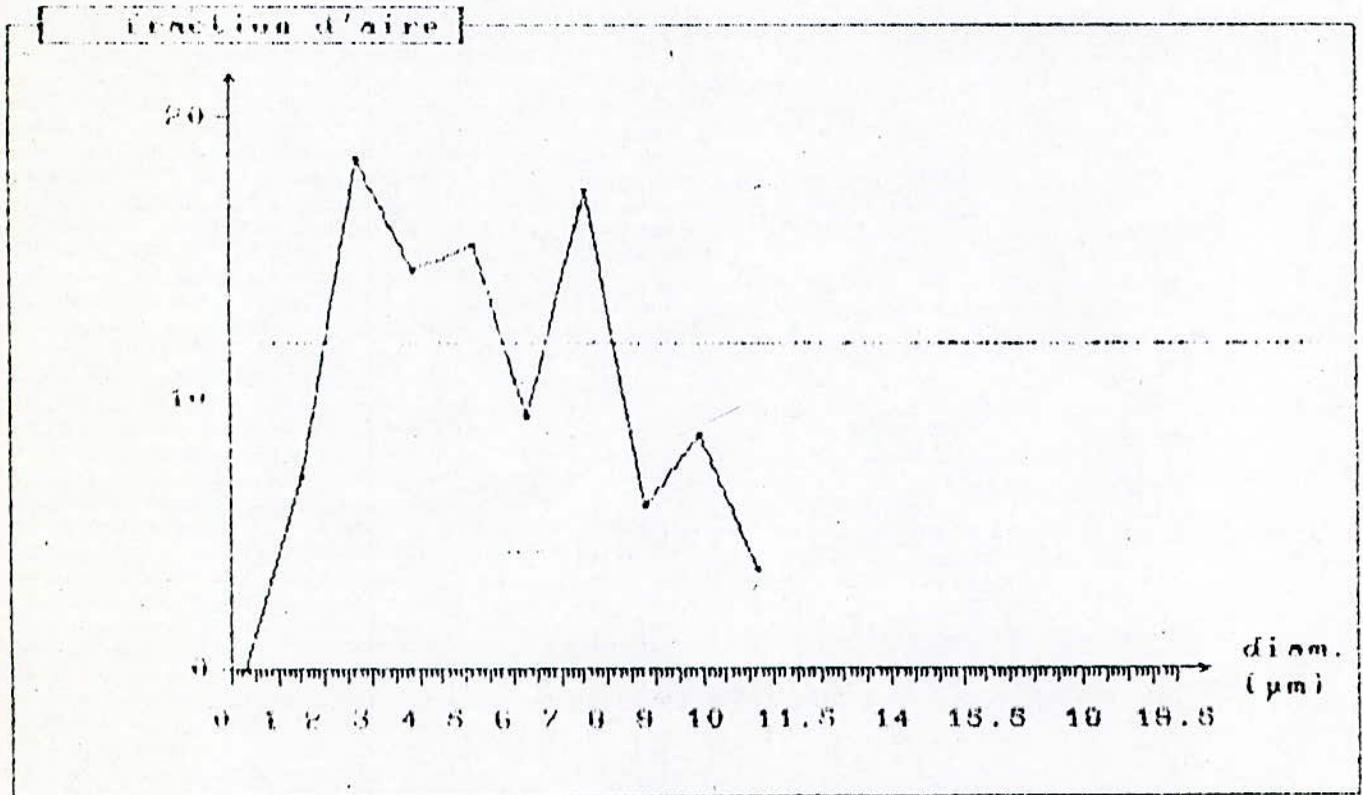


Fig. (VII-6) : Attaque chimique au nital d'un échantillon fritté à 1250°C. (x700)

le 08-04-1994 à 15:13:47

facteur de calibration : 1.933372 μm / pixel
 pas de l'analyse : 1.308409 μm

acquisition d'image :
 * seuil bas : 152 seuil haut : 255
 * fermeture : 29063056 pixel
 * ouverture : 29063056 pixel



valeurs stat. (μm)	
exploration :	
1 champ	d moyen : 5.65
27600 μm^2	ec. type : 2.69
	d mini : 0
surf. acquise	d maxi : 11.2
14.26 4	d 25 : 2.69
	d 50 : 4.73
	d 75 : 7.68
	d mode : 2.72

Fig. (VII-8) : Mesures fournies par l'analyseur d'images NS 15000.

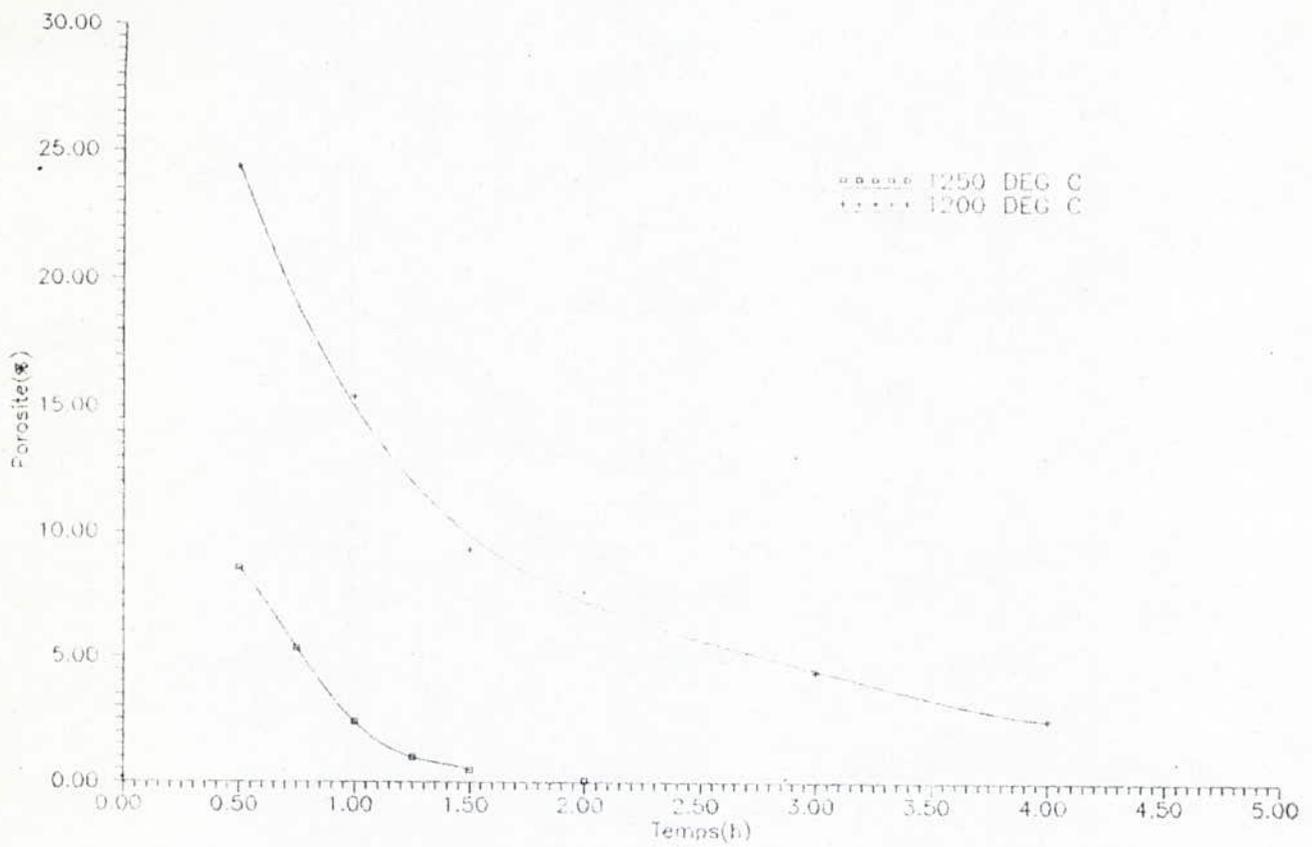


Fig. (VIII-1) : Influence du temps de frittage sur la porosité.

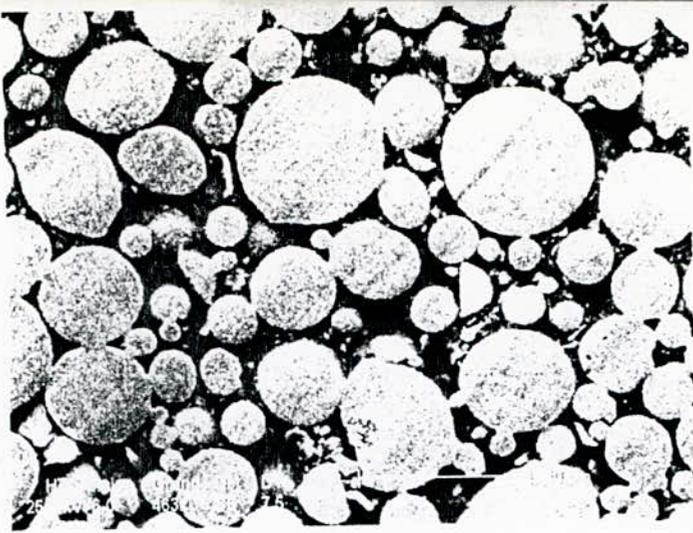


Fig. (VIII-2) : Echantillon d'acier T15 fritté pendant 1 h à 1200°C.
(x 463)

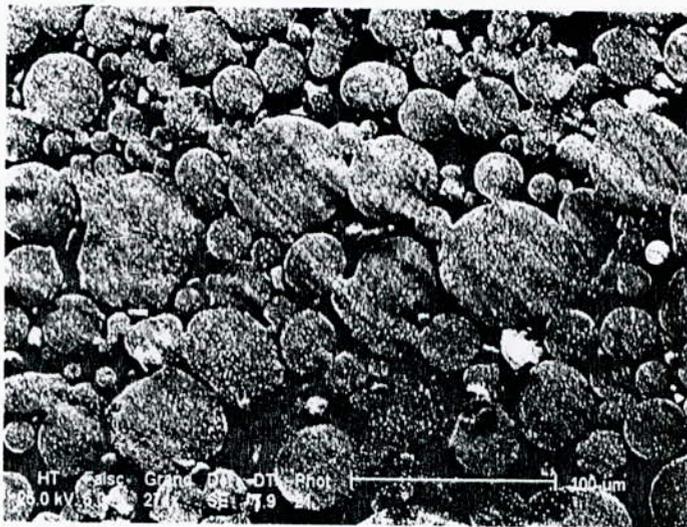


Fig. (VIII-3) : Echantillon d'acier T15 fritté pendant 2 h à 1200°C.(x 270)

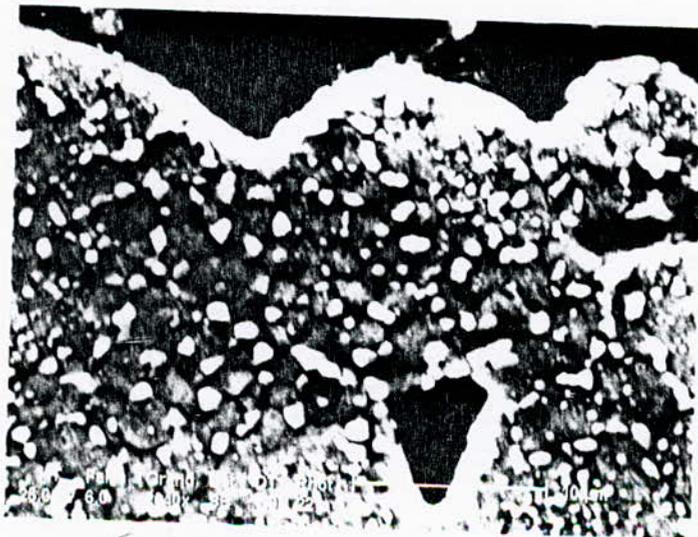


Fig. (VIII-4) : Echantillon d'acier T15 fritté pendant 2 h à 1200°C
(Ici, on voit le cou).



Fig. (VIII-5) : Echantillon d'acier T15 fritté pendant 4 h à 1200°C.
(x 120)



Fig. (VIII-6) : Echantillon d'acier T15 fritté pendant 1h $\frac{1}{2}$ à 1250°C.
(x 600)

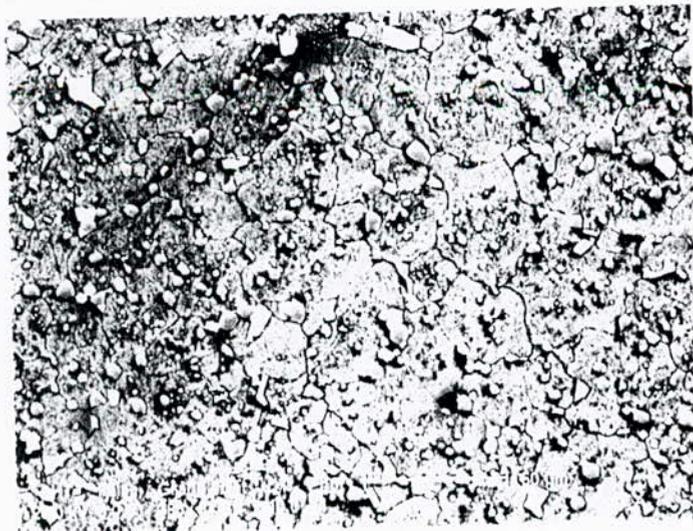


fig (VIII-7): Echantillon d'acier T15 fritté pendant 1h à 1250°C
(x 400)

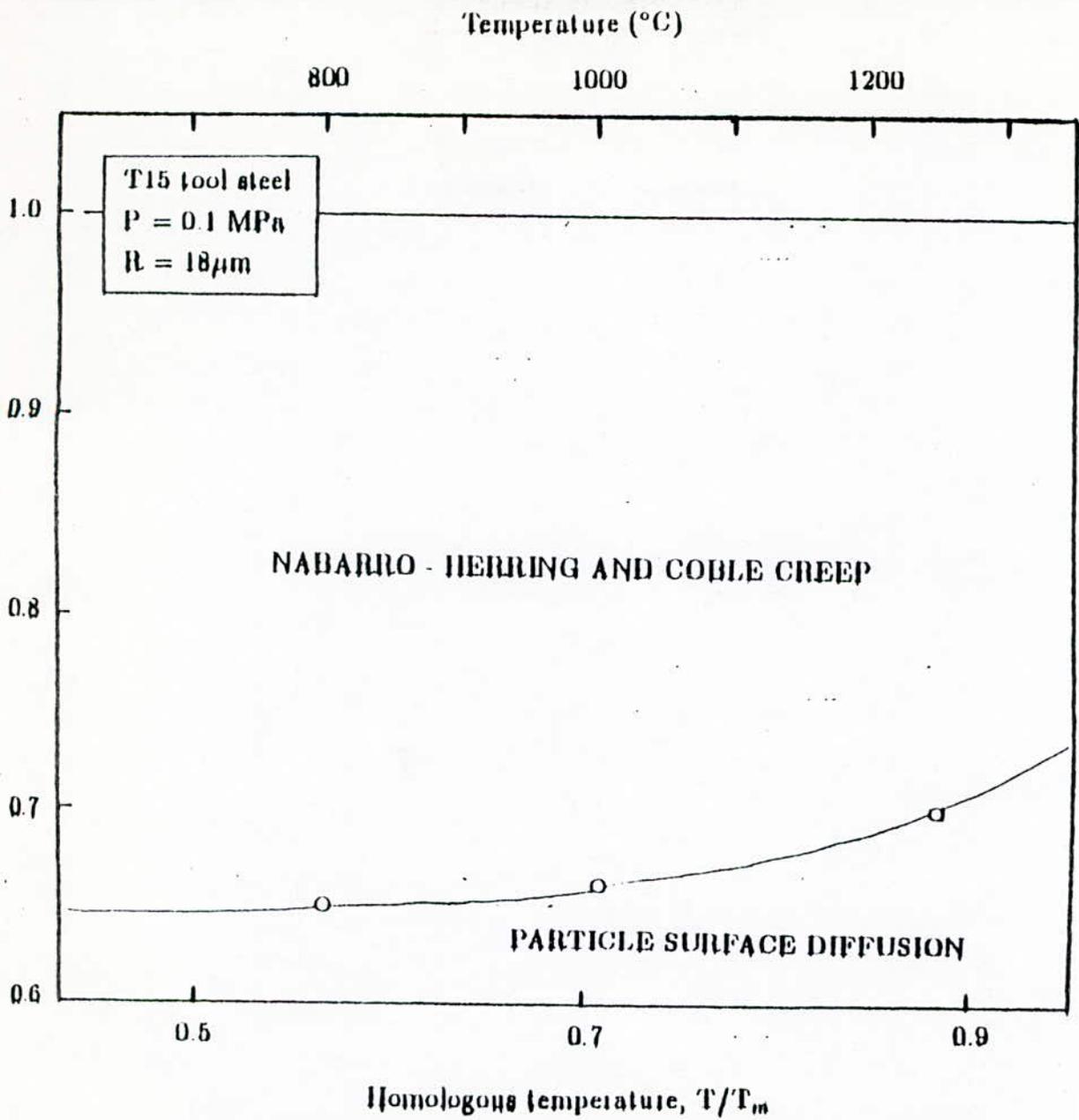


Fig (VIII-8) : densité en fonction du rapport T/T_m (A. Kasser)

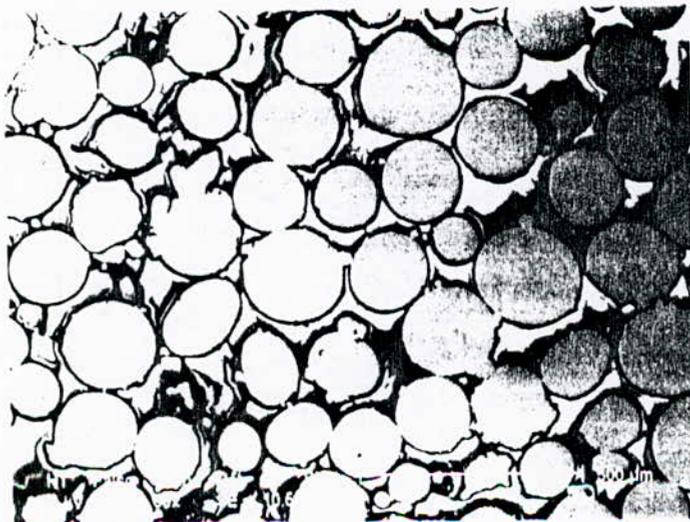
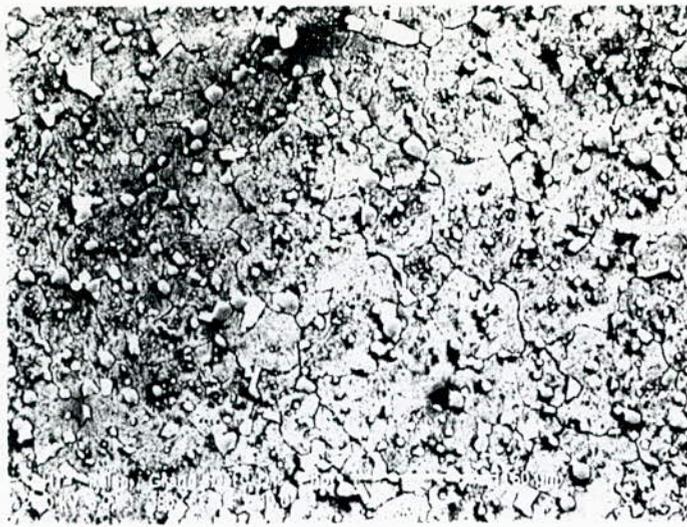
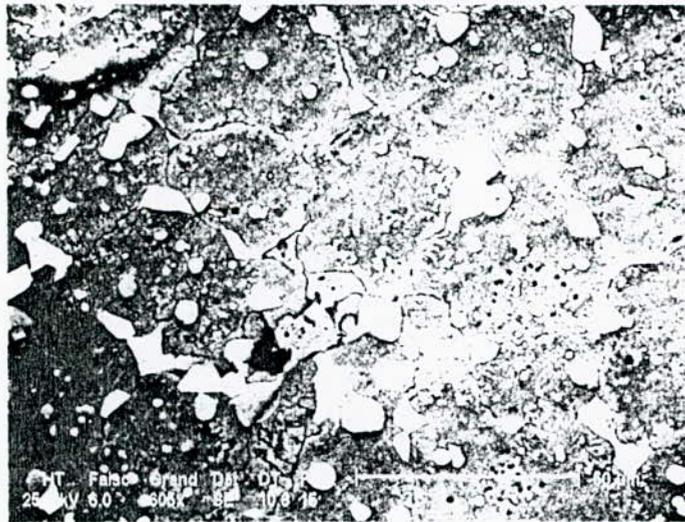


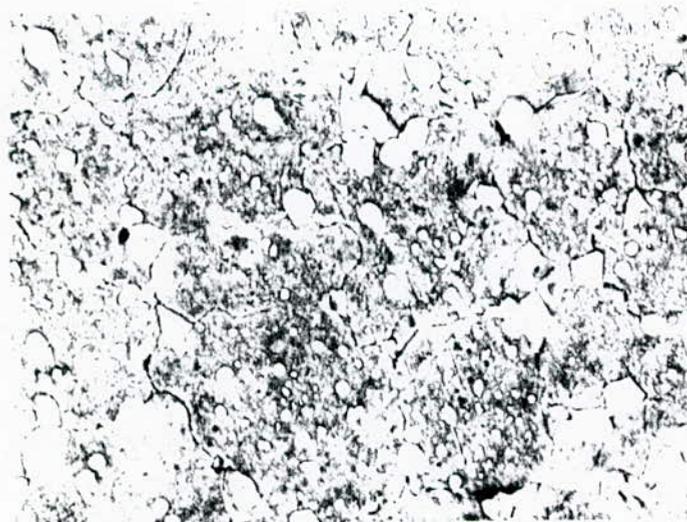
Fig. (VIII-9) : Poudre frittée pendant 4 h à 1200°C dp > 150 μm.



1h
(x600)

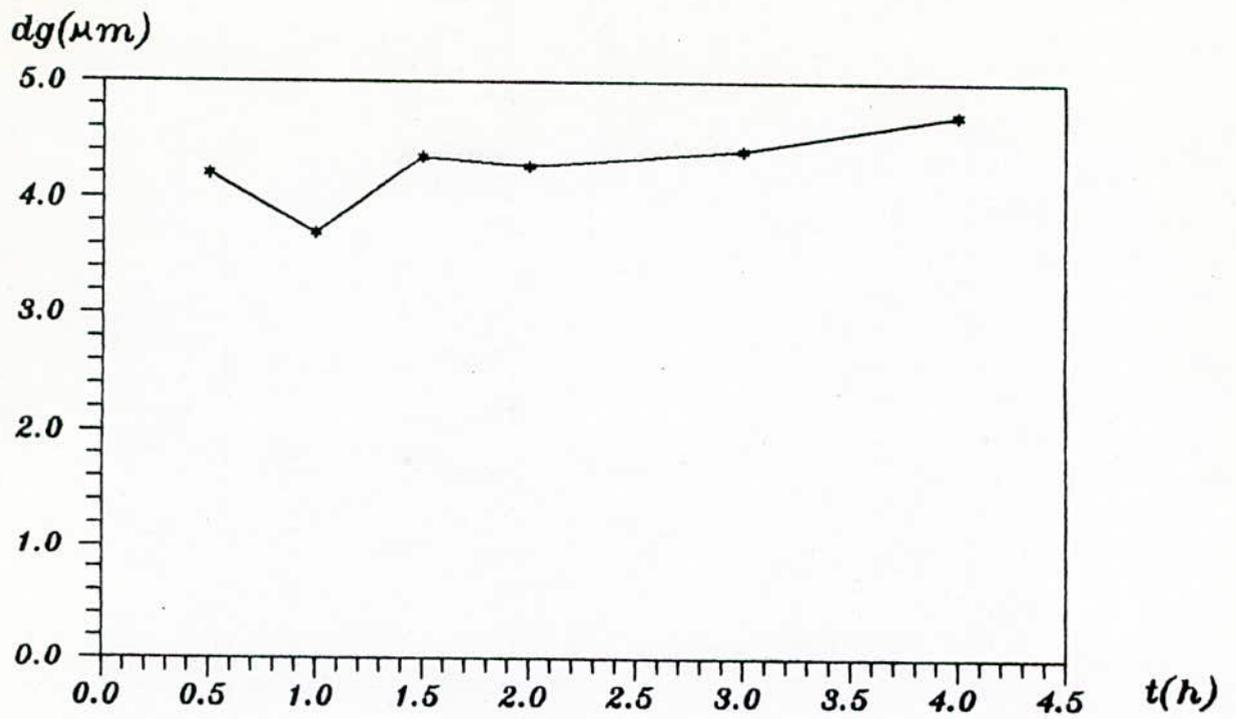


1h $\frac{1}{2}$
(x 600)



2h
(x 600)

Fig. (VIII-10) : Evolution de la taille des grains à 1250°C.



Fig(VIII-11): Evolution de la taille de grains avec le temps a 1200 C

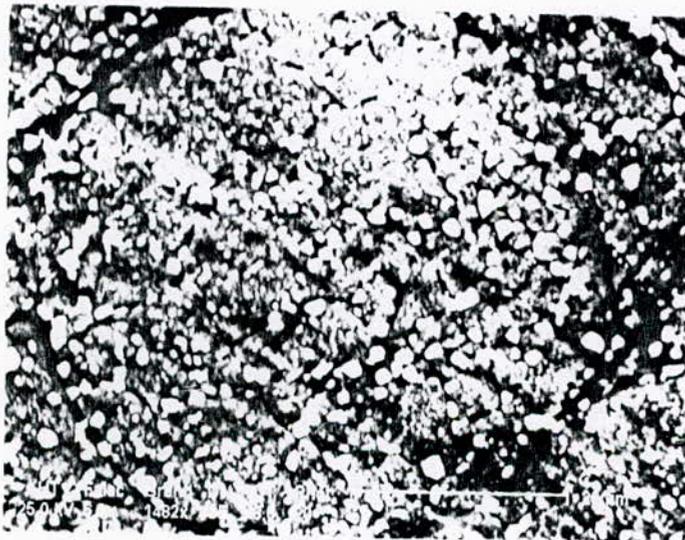
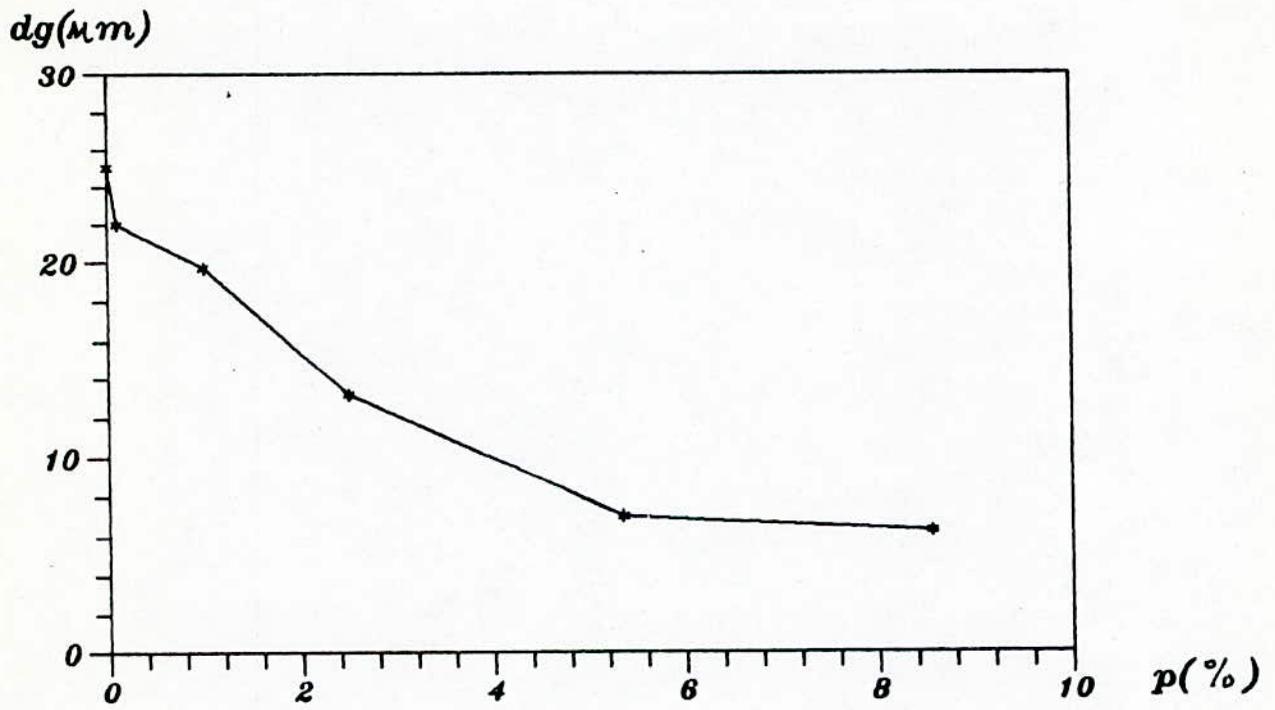


Fig. (VIII-12) : Echantillons frittés à 1200°C. (x 1500)



Fig(VIII-13): Evolution de la taille de grains avec la porosité

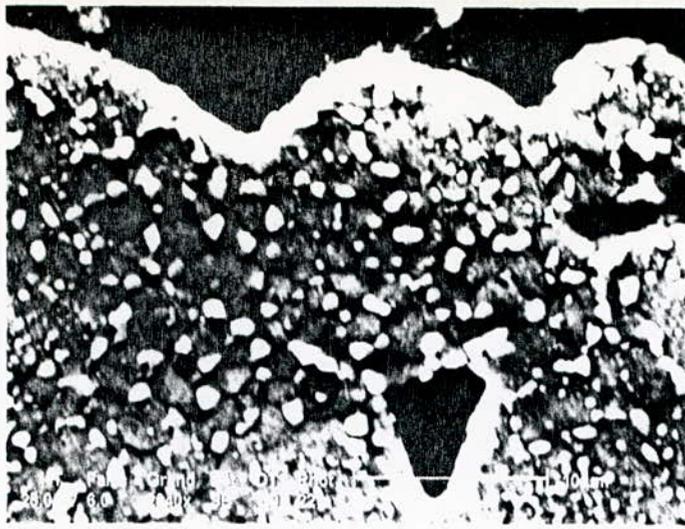


Fig. (VIII-15) : Zone du cou avec grain fin.

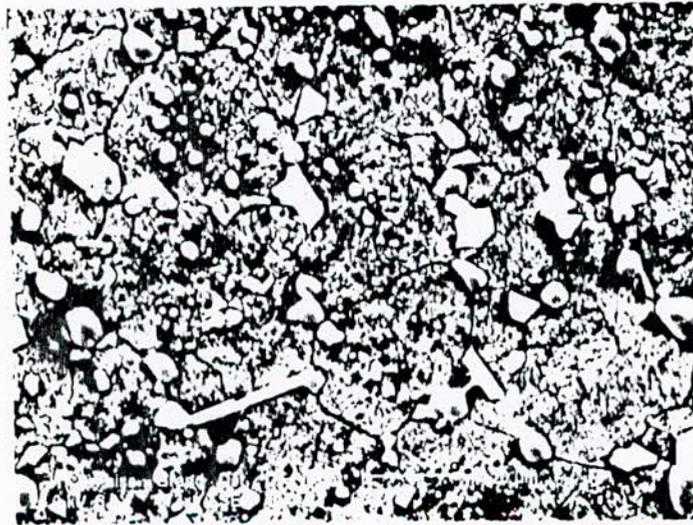


Fig. (VIII-16) : Carbures blancs et gris révélés par l'attaque au nital.(x700)

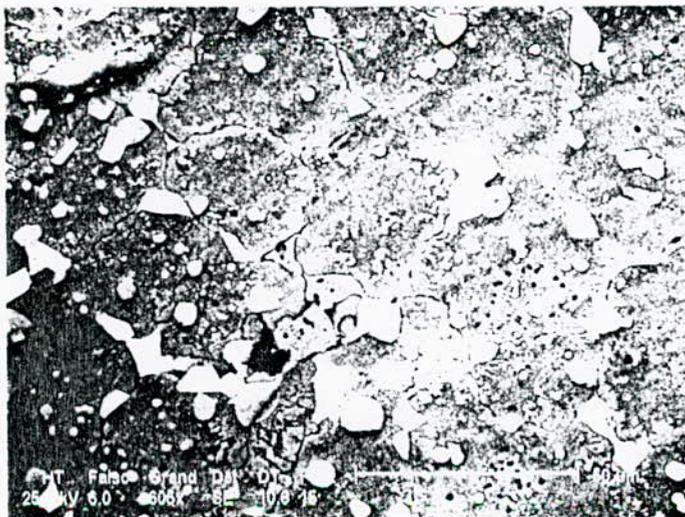
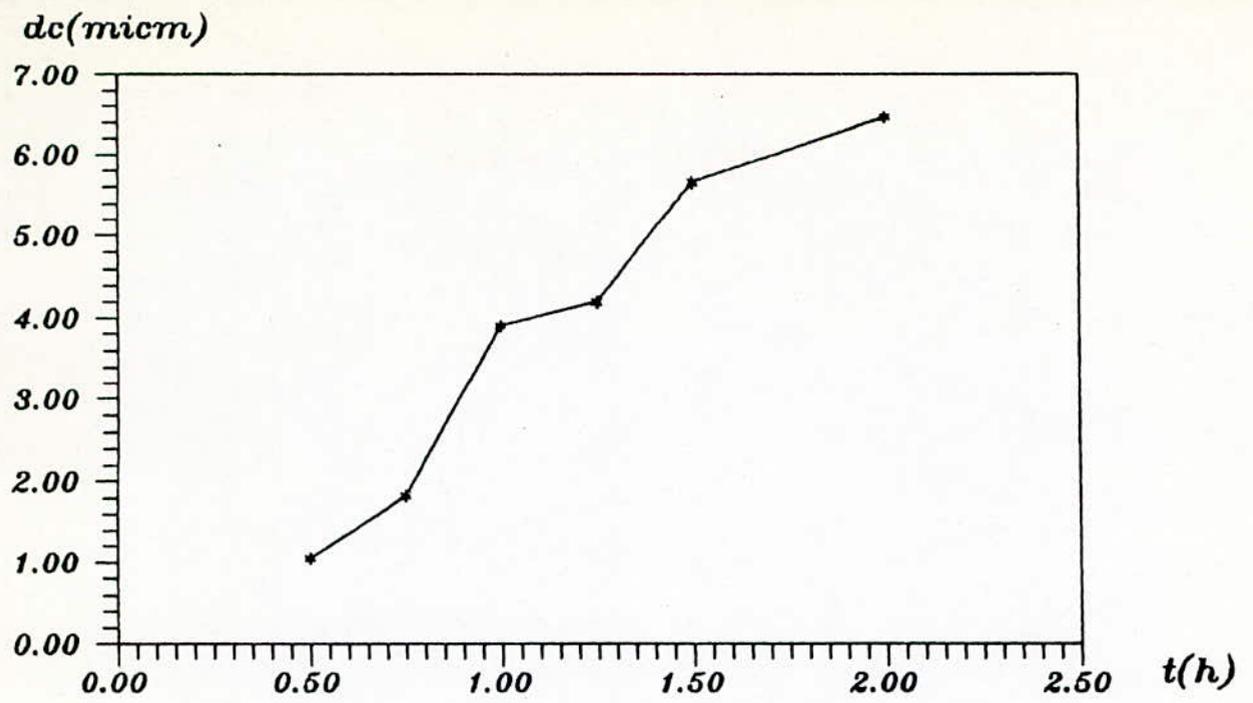
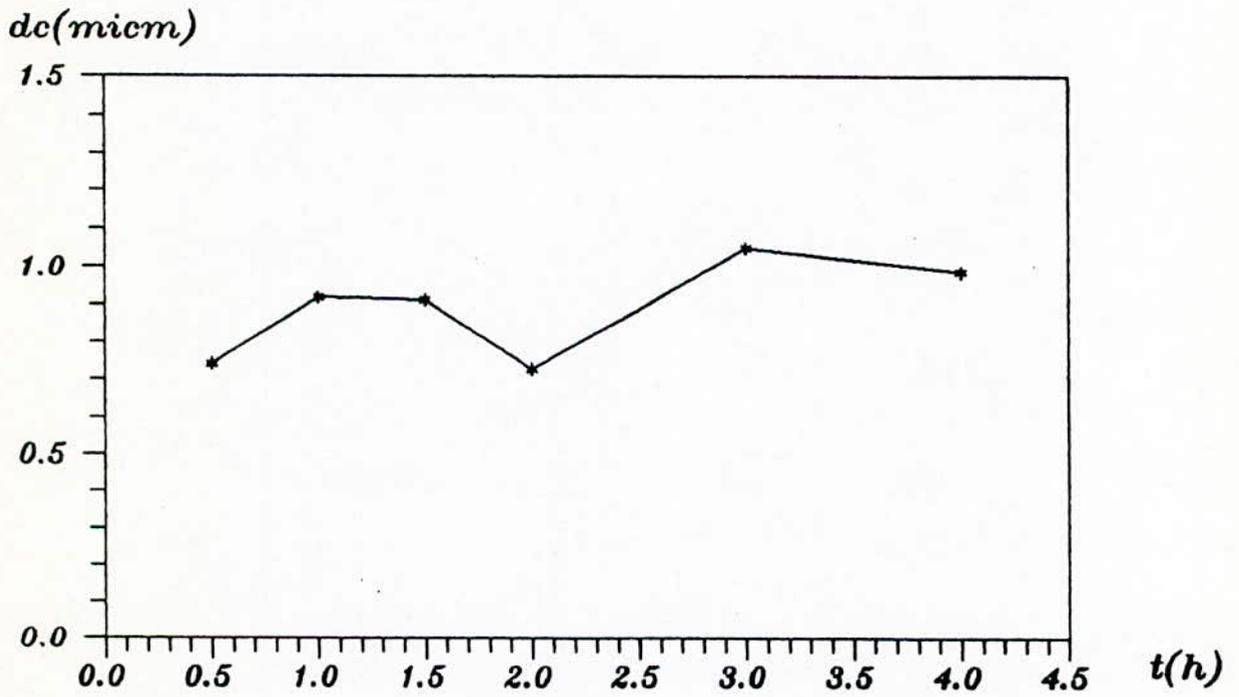


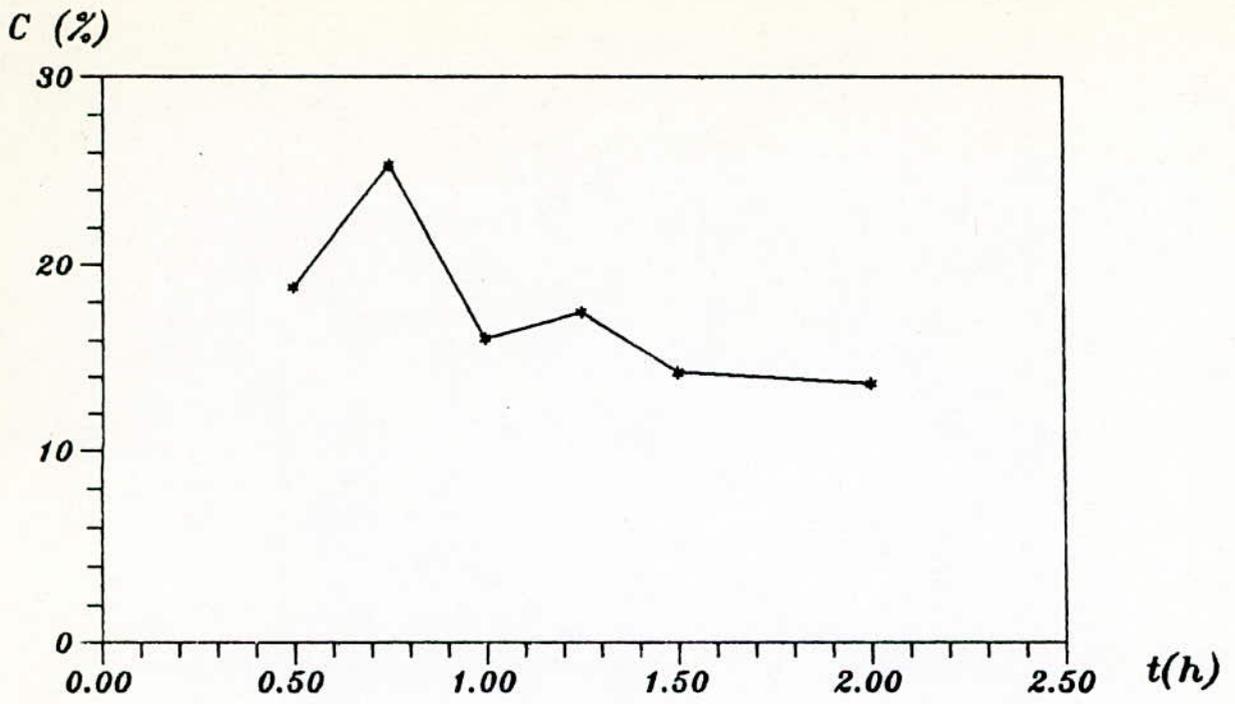
Fig. (VIII-17) : Echantillon fritté à 1250°C pendant 1 h 30. avec des carbures intragranulaires sphéroïdisés.(x600)



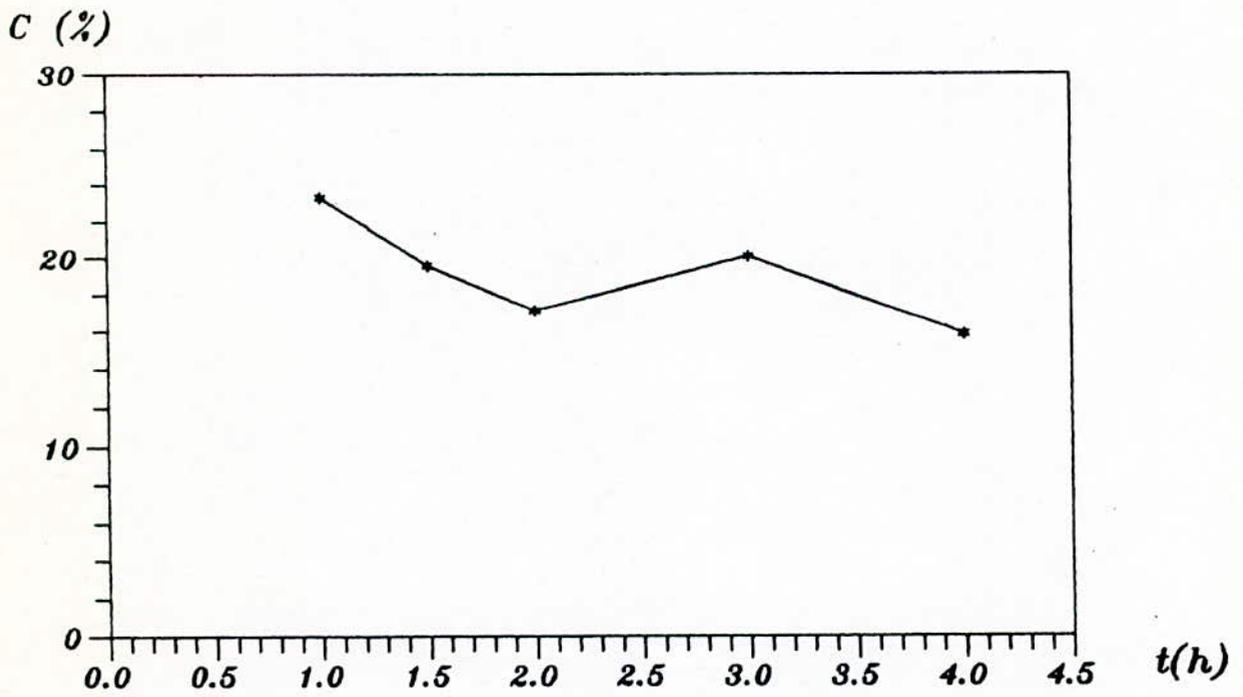
Fig(18) : Taille des carbures en fonction du temps a 1250 °C



Fig(19) : Taille des carbures en fonction du temps a 1200 °C



Fig(VIII -20): Fraction des carbures en fonction du temps a 1250 °C



Fig(VIII-21): Fraction des carbures en fonction du temps a 1200 °C

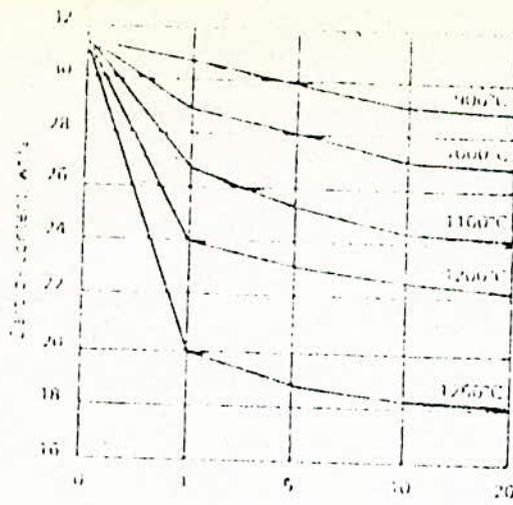
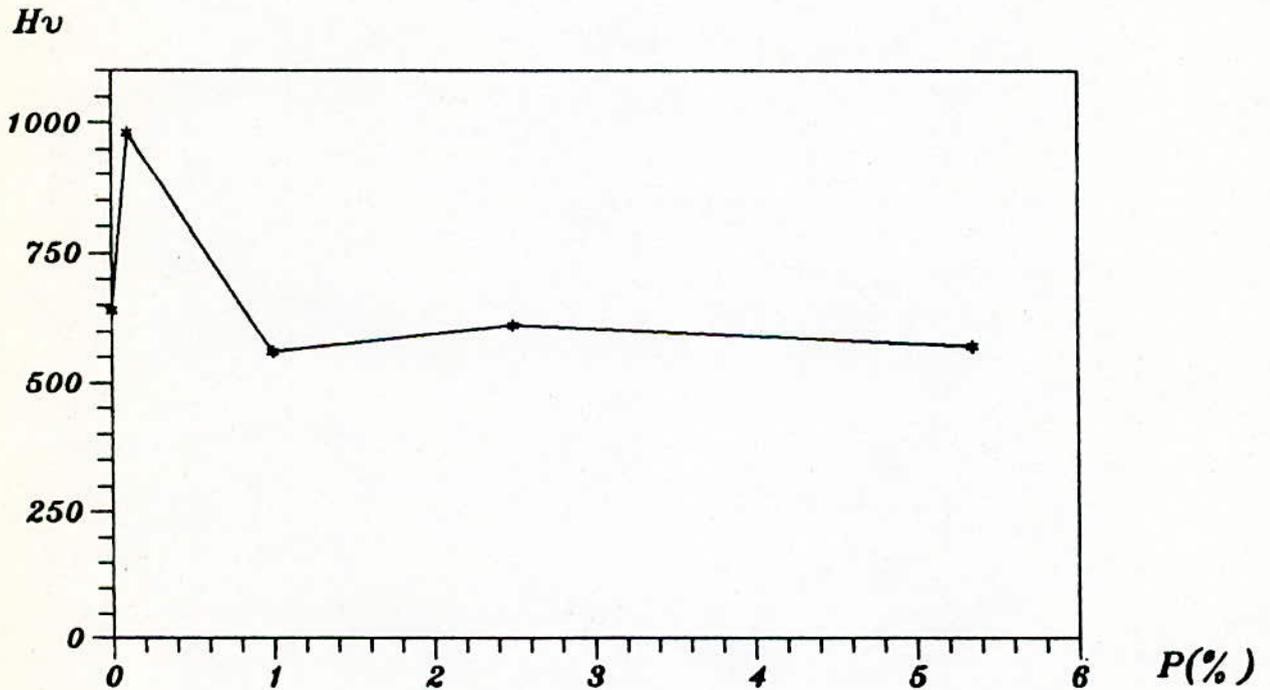
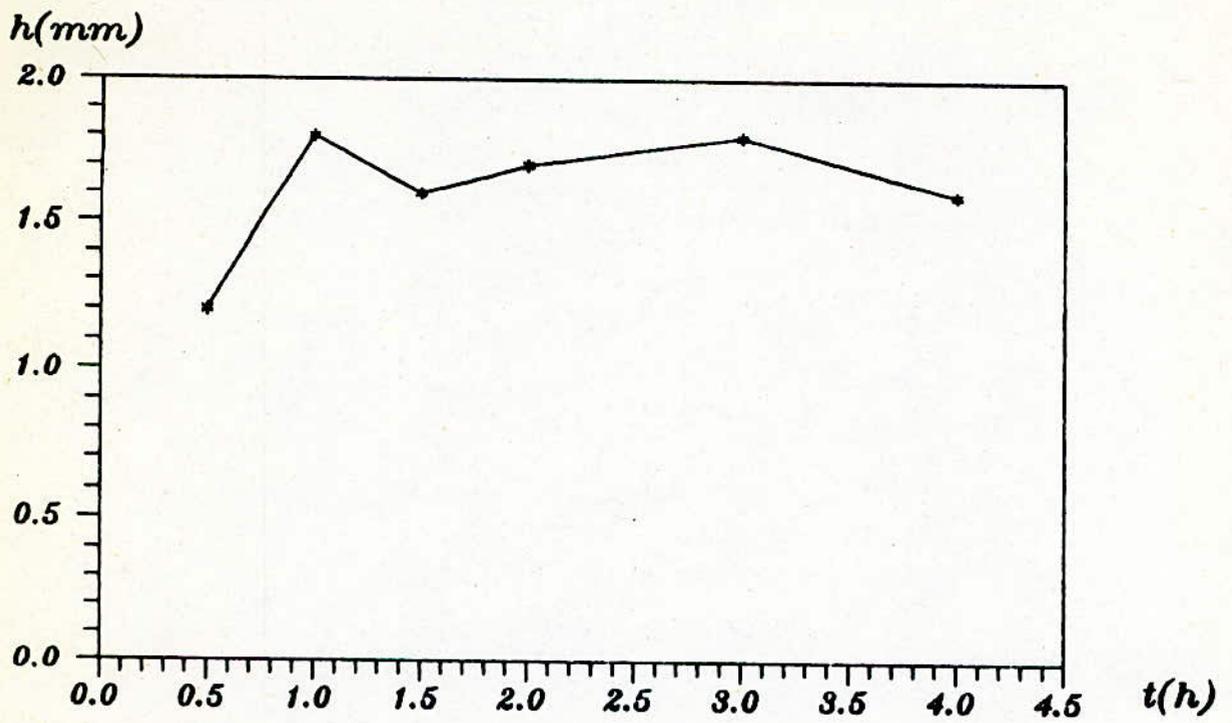


Fig. (VIII-21) : Variation de la fraction des carbures en fonction du temps de chauffage.
(G. Hoyle, High speed steels)



Fig(22) : Variation de la durete en fonction de la porosite a 1250 °C



Fig(VIII-23): Penetration du verre en fonction du temps a 1200°C