



Département de métallurgie

Mémoire de master en génie des matériaux

***Influence de la forme des particules
sur la cinétique du frittage
d'un acier à outils T15***

Étudier par : MOKHTARA Soheib

Dirigé par : Dr. KASSER Abdelmadjid

Soutenu le : 03/07/2017

Composition du Jury :

| | | | |
|-----------|-----------------|-------------------------|-----|
| Président | Mr.M.E.DJEGHLAL | Professeur | ENP |
| Promoteur | Mr.A.KASSER | Maître de conférences A | ENP |
| Examineur | Mr.K.ABADLI | Docteur | ENP |



Département de métallurgie

Mémoire de master en génie des matériaux

***Influence de la forme des particules
sur la cinétique du frittage
d'un acier à outils T15***

Étudier par : MOKHTARA Soheib

Dirigé par : Dr. KASSER Abdelmadjid

Soutenu le : 03/07/2017

Composition du Jury :

| | | | |
|-----------|-----------------|-------------------------|-----|
| Président | Mr.M.E.DJEGHLAL | Professeur | ENP |
| Promoteur | Mr.A.KASSER | Maître de conférences A | ENP |
| Examineur | Mr.K.ABADLI | Docteur | ENP |

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études,

A ma grand-mère

A mon grand -père

A mes frères : Abdennour , Abdennafïaa, et Lokman

A mes sœurs : Lina, Amane, Doha

A mes tantes et mes oncles

A tous mes amis et tous mes collègues

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

Soheib MOKHTARA

Remerciements

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

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

Nos vifs remerciements vont également aux membres du jury: **Mr.M.E.DJEGHLAL** et **Mr.K.ABADLI** pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre recherche en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions.

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

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

ملخص :

الهدف من هذا البحث هو دراسة تأثير خلط مسحوق كروي الشكل مع مسحوق غير منتظم الشكل لفلاذ الأدوات "T15" على حركية التلييد. لهذا الغرض قمنا باستخدام نسب مختلفة من المسحوق الكروي الشكل في صناعة المساحيق المضغوطة. نسب المسحوق الكروي الشكل المستخدمة هي : 5%، 10%، 15% و 20%. بعد ذلك يطبق على العينات المكونة من الخليط ضغط مقداره 100 Mpa. تلبد المضغوطات الناتجة في درجة حرارة تقدر ب 1200 درجة مئوية. تظهر النتائج المتحصل عليها أن نسبة المسحوق الكروي الشكل تؤثر بدرجة كبيرة على انضغاطية الخليط. وهذا ما يفسر عدم حصولنا على كثافة جيدة عند استعمال نسبة 30% من المسحوق الكروي الشكل في الخليط. تزداد الكثافة بعد التلييد كلما نقصت نسبة جزيئات المسحوق الكروي. بينما ينقص حجم الحبيبات كلما زادت نسبة جزيئات المسحوق الكروي في الخليط. تنقص الصلابة كلما زادت نسبة المسحوق الكروي الشكل بسبب ارتفاع المسامية الناتج عن الانضغاطية السيئة للخليط.

الكلمات المفتاحية : تعدين المساحيق , فلاذ الأدوات , الانضغاطية , الكثافة , خليط المسحوق.

Abstract :

The objective of our research is to evaluate the effect of a powder mixture of spherical and irregular shape of tool steel T15 on the kinetic of sintering. For this purpose, powder compacts with different proportions of spherical powder have been produced. The proportions used are: 5%, 10%, 15% and 20%. The mixing samples are then cold-pressed at a pressure of 100 MPa. The compacts obtained are then sintered by atmospheric pressure at a temperature of 1200 ° C. The results obtained show that the percentage of the particles of spherical shape greatly affects the compressibility of the mixture. Thus, a 30% mixture of spherical particles did not give good results in terms of green density because the compacts crumbles immediately after ejection for lack of inter-particle locking. Sintered density increases with decreasing percentage of spherical particles. While grain size decreases with increasing percentage of spherical particles. The hardness decreases proportionally with the increase in the percentage of spherical particles due to the increase in the porosity rate caused by the poor compressibility of the mixture.

Keywords : Powder Metallurgy, High Speed Tool Steel T15, Porosity, Compressibility, powder mixture.

Résumé :

L'objectif de notre travail de recherche consiste à évaluer l'effet d'un mélange de poudre de forme sphérique et irrégulière d'acier à outils T15 sur la cinétique de frittage. Pour cela, des comprimés de poudre avec différentes proportions de poudre de forme sphérique ont été réalisés. Les proportions utilisées sont : 5 %, 10 %, 15 % et 20 %. Les échantillons de mélange sont ensuite comprimés à froid à une pression de 100 MPa.

Les comprimés ainsi obtenus sont alors frittés par pression atmosphérique à une température de 1200 °C. Les résultats obtenus montrent que le pourcentage des particules de forme sphérique influence beaucoup sur la compressibilité du mélange. C'est ainsi qu'un mélange à 30 % de particules sphériques n'a pas donné de bons résultats en terme de densité à vert car le comprimé s'effrite immédiatement après éjection pour manque de verrouillage inter particules. Les densités frittées augmentent avec la diminution du pourcentage des particules sphériques. Tandis que la taille des grains diminue avec l'augmentation du pourcentage des particules de forme sphérique. La dureté diminue proportionnellement avec l'augmentation du pourcentage en particules sphériques à cause de l'augmentation du taux de porosité provoqué par la mauvaise compressibilité du mélange.

Mots clés : Métallurgie des poudres, Acier à outils T15, Porosité, compressibilité, mélange de poudre.

TABLE DES MATIÈRES

| | |
|--|-----------|
| Liste des figures | |
| Liste des tableaux | |
| Introduction générale..... | 9 |
| Chapitre1: Les aciers à outils: production, propriétés mécaniques et applications.... | 10 |
| 1.1 Introduction..... | 10 |
| 1.2 Élaboration de la poudre d'aciers à outils..... | 10 |
| 1.2.1 Atomisation à l'eau..... | 10 |
| 1.2.2 Atomisation à gaz..... | 11 |
| 1.3 Mise en forme de la poudre d'acier à outils..... | 11 |
| 1.3.1 Le compactage uni-axial à double actions..... | 11 |
| 1.4 Frittage et consolidation de la poudre d'acier à outils..... | 12 |
| 1.4.1 Compactage isostatique à chaud (HIP)..... | 12 |
| 1.4.2 Frittage par procédé CAP..... | 14 |
| 1.5 Les propriétés mécaniques des aciers à outils rapides..... | 15 |
| 1.5.1 Les propriétés mécaniques des gammes M et T..... | 16 |
| 1.5.2 Les propriétés mécaniques de l'acier à outils rapide T15..... | 17 |
| 1.6 Les applications des aciers à outils rapides..... | 18 |
| 1.7 Conclusion..... | 18 |
| Chapitre2: Procédures expérimentales..... | 19 |
| 2.1 Matériaux utilisés..... | 19 |
| 2.2 Caractérisation de la poudre..... | 19 |
| 2.2.1 Caractérisation de la taille..... | 19 |
| 2.2.2 Caractérisation de la morphologie de la poudre..... | 20 |
| 2.3 Décapage de la poudre..... | 20 |
| 2.4 La mise en forme des comprimés..... | 21 |
| 2.5 Élaboration des échantillons..... | 21 |
| 2.6 Frittage sous pression atmosphérique..... | 23 |
| 2.7 Préparation métallographique des échantillons..... | 24 |
| 2.8 Traitement des micrographies..... | 27 |
| 2.8.1 Mesure du taux de porosité..... | 27 |
| 2.8.2 Mesure de la taille moyenne des grains..... | 27 |
| 2.9 Mesure de la dureté..... | 28 |
| Chapitre3: Résultats et interprétations | 29 |
| 3.1 La caractérisation de la poudre utilisée..... | 29 |
| 3.1.1 La distribution granulométrique..... | 29 |
| 3.1.2 Caractérisation de la morphologie..... | 30 |
| 3.1.3 La composition chimique..... | 31 |
| 3.2 Effet du temps de frittage sur le taux de porosité des comprimés en acier à outil T15 pressés à 100 Bar..... | 31 |
| 3.3 Effet du pourcentage de poudre sphérique sur la densité..... | 32 |
| 3.4 Effet du pourcentage de poudre sphérique sur la taille moyenne des grains..... | 33 |
| 3.5 Effet du pourcentage de poudre sphérique sur la dureté..... | 35 |
| Conclusion générale..... | 36 |
| Références bibliographiques..... | 37 |

LISTE DES FIGURES

Chapitre1: Les aciers à outils: production, propriétés mécaniques et applications

| | |
|--|----|
| Figure 1.1 :Le principe de l'atomisation à gaz..... | 12 |
| Figure 1.2 : Les étapes du compactage uni-axial..... | 13 |
| Figure 1.3: Le compactage isostatique à chaud..... | 14 |
| Figure 1.4 : Consolidation par pression atmosphérique..... | 16 |
| Figure 1.5 : Comparaison entre les aciers rapides frittés et d'autres matériaux..... | 17 |

Chapitre2: Procédures expérimentales

| | |
|---|----|
| Figure 2.1 : Tamiseuse utilisée pour la caractérisation..... | 21 |
| Figure 2.2: presse hydraulique..... | 22 |
| Figure 2.3 : Capsule à une des extrémités d'un tube en verre..... | 23 |
| Figure 2.4 : Le dispositif de l'encapsulation..... | 23 |
| Figure 2.5 : le comprimé de poudre encapsulé à l'intérieur d'un tube en verre | 24 |
| Figure 2.6 : Four à moufle..... | 24 |
| Figure 2.7 : Meule de tronçonnage..... | 25 |
| Figure 2.8 : Papiers abrasifs de pré-polissage..... | 25 |
| Figure 2.9 Feutre (drap) de finition..... | 26 |
| Figure 2.10 : OP-S..... | 26 |
| Figure 2.12 : l'interface du logiciel imageJ..... | 28 |

Chapitre3: Résultats et interprétations

| | |
|---|----|
| Figure 2.13 : Photo d'un microduromètre..... | 29 |
| Figure 3.1 : La distribution des tailles des particules de poudre d'acier à outils T15..... | 30 |
| Figure 3.2: La distribution des tailles des particules de poudre d'acier à outils T15..... | 30 |
| Figure 3.3: Photo de la poudre irrégulière prise par microscope optique..... | 31 |
| Figure 3.4:Photo de la poudre sphérique prise par MEB..... | 31 |
| Figure 3.5: Variation du taux de porosité en fonction du temps de frittage des comprimés en acier T15 frittés à 1200°C..... | 32 |
| Figure 3.6: Variation du taux de porosité en fonction du pourcentage de poudre sphérique dans les échantillons frittés pendant 4h..... | 33 |
| Figure 3.7: Variation de la taille moyenne des grains en fonction du pourcentage de poudre sphérique des comprimés d'acier à outils T15 frittés à 1250°C pendant 4 h..... | 34 |
| Figure 3.8 :Comparaison entre les microstructures des échantillons de poudre sphérique et irrégulière d'acier à outils T15 fritté à 1200°C pendant 4h..... | 35 |
| Figure 3.9: Variation de la dureté en fonction du pourcentage de poudre sphérique des comprimés d'acier à outils T15 frittés à 1250°C pendant 4 h..... | 36 |

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre1: Les aciers à outils: production, propriétés mécaniques et applications

| | |
|--|----|
| Tableau 1.1 : Températures et pressions typiques de HIP pour des métaux et des céramiques..... | 14 |
| Tableau 1.2 : Les principales gammes d' aciers à outils..... | 17 |
| Tableau 1.3. Classification et composition nominale de l'acier à outils T15 d'après ASTM..... | 18 |

Chapitre2: Procédures expérimentales

| | |
|---|----|
| Tableau 2.1 : Des informations sur le matériau utilisé..... | 19 |
| Tableau 2.2 : Les paramètres de pré-polissage..... | 25 |
| Tableau 2.2 : Les paramètres de polissage (finition)..... | 26 |

Chapitre3: Résultats et interprétations

| | |
|---|----|
| Tableau 3.1: composition chimique de poudre d'acier à outils T15 de forme irrégulière déterminé par fluorescence..... | 31 |
| Tableau 3.2: composition chimique de la poudre d'acier à outils T15 de forme sphérique déterminé par spectrométrie..... | 31 |
| Tableau 3.3: Résultats du taux de porosité des comprimés d'acier à outils T15 fritté à 1200°C..... | 31 |
| Tableau 3.4: Résultats du taux de porosité des comprimés d'acier T15 fritté à 1200°C pendant 4h.. | 32 |
| Tableau 3.5: Résultats de la taille moyenne des grains des comprimés d'acier à outils T15..... | 33 |
| Tableau 3.6: Résultats de la dureté Vickers des comprimés d'acier à outils T15..... | 35 |

Introduction générale

La métallurgie des poudres (MDP) est l'une des procédés de production des pièces la plus favorable car elle a apportées des solution concurrentielles et innovantes pour des divers secteurs industriels. Généralement la production des pièces par MDP commence par l'élaboration de la poudre et sa caractérisation, ensuite son mise en forme en des comprimés et enfin ces derniers sont frittés à une température et pendant un temps précises.

La morphologie des particules de la poudre possède une influence sur le choix des techniques de mise en forme et de frittage. Notamment la compressibilité de la poudre de particules de forme sphérique est faible, contrairement à sa bonne frittabilité. Ces propriétés et autres exigent l'utilisation des méthodes de frittage sans compactage préalable pour la production des pièces comme le procédé de consolidation par pression atmosphérique (CAP). Alors que les propriétés de compressibilité et de frittabilité sont inversées pour la poudre de particules de forme irrégulière ce qui exige cette fois le compactage préalable des pièces à produire pour avoir une meilleur densité.

La poudre des aciers à outils rapides peut être de forme sphérique comme elle peut être de forme irrégulière selon la méthode d'élaboration par atomisation à gaz ou à l'eau respectivement.

Dans ce travail de recherche nous allons essayer de combiner les caractéristiques de ces deux types de poudre pour voire l'influence sur la cinétique de frittage et sur les propriétés mécaniques.

Le présent travail est composé des chapitres suivants :

Chapitre 1 : Les aciers à outils : production, propriétés et domaines d'application.

Chapitre 2 : Procédures expérimentales.

Chapitre 3 : Résultats et discussion

À la fin de ce mémoire nous présenterons les différents résultats obtenus lors de ce travail de recherche, suivi d'une conclusion générale illustrant les points importants acquis.

Chapitre 1: Les aciers à outils: production, propriétés mécaniques et applications

1.1 Introduction

Les aciers à outils sont les aciers utilisés dans l'usinage des pièces métalliques. Pour cela, ils sont caractérisés par leurs dureté et résistance mécanique élevées. Les aciers à outils diffèrent selon leurs compositions en éléments d'alliages, et selon leur utilisation principale, ils sont classés en plusieurs gammes. Les deux chemins principaux de production des aciers à outils sont : la coulée en lingots et la métallurgie des poudres (MDP). Le choix entre les deux revient à celle qui donne une microstructure fine et une distribution homogène des carbures dans les pièces produites. Le processus dans la MDP commence par la production de la poudre dont le procédé le plus utilisé dans ce cas est l'atomisation à l'eau ou à gaz. Dans ce chapitre, nous traiterons uniquement les techniques et les méthodes qui ont des relations directes avec le sujet de ce travail de recherche.

1.2 Élaboration de la poudre d'aciers à outils

Les méthodes principales d'élaboration de la poudre d'acier à outils sont : l'atomisation à l'eau et à gaz.

1.2.1 Atomisation à l'eau

Aujourd'hui la principale technique d'atomisation pour les poudres métalliques est l'atomisation à l'eau- essentiellement les métaux ferreux. La production mondiale de poudre de fer est de 60-70 % par atomisation à l'eau. Cette technique est aussi utilisée pour la production de poudres de cuivre, de nickel et leurs alliages, des aciers inoxydables, des aciers à outils et des poudres magnétiques douces pour compactage et frittage [1]. Généralement l'atomisation à l'eau donne des poudres irrégulières et légèrement oxydées. Par conséquent, elle exige un recuit ultérieur dans une atmosphère réductrice. Le traitement de recuit sert également pour les poudres des métaux ferreux destinées au compactage et frittage à adoucir les particules et de les rendre plus compressibles [2] . La technique est habituellement moins coûteuse que les autres techniques d'atomisation en raison du faible coût du fluide, la faible énergie utilisée pour la pressurisation par rapport aux gaz et la très forte productivité qui peut être obtenue (jusqu'à 30 tonnes/heure). Ces principales limitations se situent au niveau de la pureté de la poudre et de la forme des particules, en particulier pour les métaux et alliages les plus réactifs [1].

1.2.2 Atomisation à gaz

L'atomisation à gaz est la deuxième technique la plus importante dans les procédés d'atomisation. Dans cette technique, le jet de gaz remplace celui de l'eau dont l'effet trempant est nettement supérieur à celui du gaz [2]. De ce fait, la forme des particules est sphérique ou proche de sphérique [3]. La technique appropriée pour consolider telle forme de particule est le compactage isostatique à chaud (HIP) [2]. Le gaz utilisé dans l'atomisation peut être l'air, l'azote, l'argon, ou l'hélium. Le choix est fait selon les exigences déterminées par le métal à atomiser, par exemple, l'atomisation à l'air est utilisée dans la production d'aluminium et ses alliages, de cuivre et ses alliages, des métaux précieux, d'étain et de poudres de plomb, alors que l'atomisation par un gaz inerte s'applique surtout pour les produits fortement alliés tels que l'acier inoxydable, les aciers à outils, les superalliages à base de nickel ou de cobalt..etc[3]. La figure 1.1 montre le principe de l'atomisation à gaz.

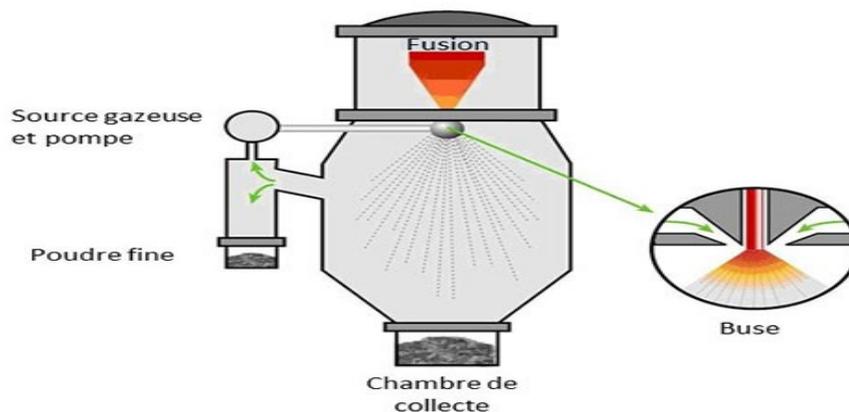


Figure 1.1 :Le principe de l'atomisation à gaz [4].

1.3 Mise en forme de la poudre d'acier à outils

Dans le cas où la poudre est irrégulière, il est recommandé de la compacter en utilisant des techniques de mise en forme comme le compactage uni-axial à simple ou à double action.

1.3.1 Le compactage uni-axial à double actions

C'est la technique la plus utilisée dans la production à cause des raisons économiques. L'opération commence par le remplissage de la matrice par la poudre suivi par le pressage ensuite l'éjection comme il est montré dans la figure 1.2. Son principe consiste à presser la poudre dans une matrice rigide par un poinçon (simple action) ou deux (double action) à l'aide d'une presse mécanique ou hydraulique. Quand la pression est appliquée par un seul poinçon, la densité du comprimé varie le long de l'axe de compression. L'utilisation des deux poinçons améliore l'uniformité de la densité

verte mais elle reste faible au milieu du comprimé. Ceci limite le rapport diamètre / longueur des comprimés à un maximum d'environ trois [5].

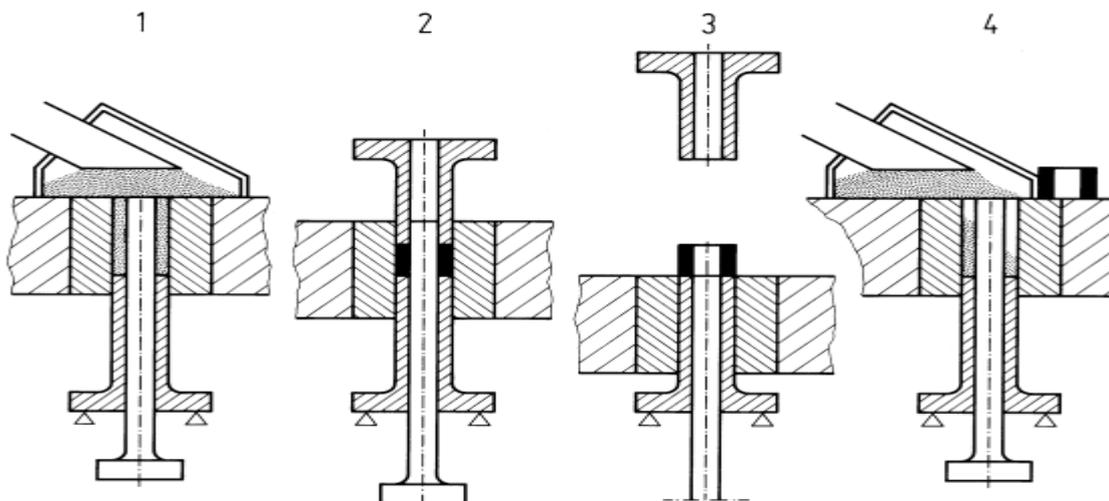


Figure 1.2 : Les étapes du compactage uni-axial : (1) Remplissage du cavitée.,(2) Pressage,(3) Éjection, (4) préparation d'une autre cycle [6].

Les poudres utilisées doivent être irrégulières pour assurer le verrouillage mécanique des particules adjacentes lors du compactage ou elles peuvent contenir des liants organiques en grands pourcentages. Les poudres sans liant ont besoin d'une certaine quantité de lubrifiant sous forme de micro-flocons en cire, de savons, d'amide ou de mélanges de ceux-ci. Généralement la quantité totale des lubrifiants ne dépasse pas 1 % [6]. Les comprimés produits ont une densité comprise entre 85 et 90% de densité théorique [7].

1.4 Frittage et consolidation de la poudre d'acier à outils

1.4.1 Compactage isostatique à chaud (HIP)

Le compactage isostatique à chaud est une technique de mise en forme et de consolidation des poudres, dont le but est d'atteindre une densité de 100 % à celle théorique des comprimés en poudres métalliques. Cette technique repose sur l'application simultanée de la pression hydrostatique et de la température à une préforme en poudre. La presse utilisée dans le HIP est constituée d'un récipient sous pression à paroi épaisse qui contient un four de chauffage électrique à l'intérieur d'une chambre dans laquelle est placée la préforme de poudre. Pendant le pressage, la chambre est pressurisée avec un gaz inerte, le plus souvent de l'argon. Après le temps requis à la température et la pression maximales, la température est abaissée à celle de l'ambiante et la pression restante est déchargée [5].

Le processus est illustré dans la figure 1.3. Pour décrire le phénomène de consolidation des poudres métalliques et donc l'élimination des pores, on admet généralement que le processus HIP est similaire au frittage où trois mécanismes physiques sont présents, ces mécanismes sont [8] :

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

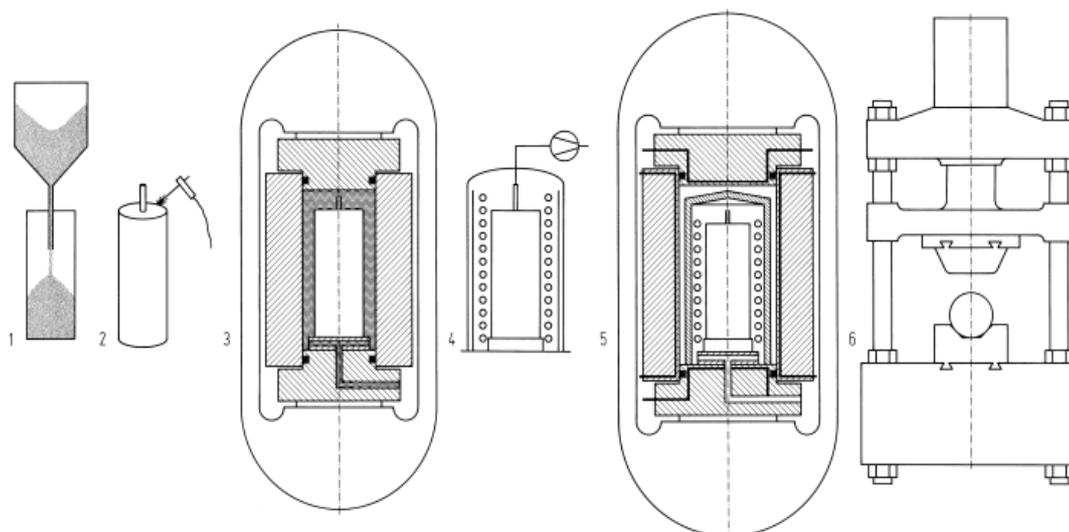


Figure 1.3: Le compactage isostatique à chaud :(1) remplissage du canon ; (2) fermeture du canon par soudage ; (3) Compactage isostatique à froid facultatif pour une meilleur transfert de chaleur ; (4) échauffement et évacuation ; (5) consolidation isostatique à chaud ; (6) travail à chaud [6].

Le choix des paramètres du compactage isostatique à chaud est généralement basé sur des considérations métallurgiques et économiques. Le bon déroulement de la technique nécessite le contrôle de certains paramètres tels que : les caractéristiques de la poudre, la pression, la température, le temps de pressage, l'encapsulation, l'atmosphère réactionnelle...etc. En tant qu'un matériau de départ, les poudres atomisées à gaz sont préférées en raison de leur forte densité tassée (environ 65% de la densité théorique) et généralement, elles sont gardées dans l'azote sec et pur ou sous vide pendant toute la séquence de processus pour éviter la contamination par l'oxygène ou par vapeur d'eau [6].

La température et la pression dans la technique HIP sont généralement choisies pour atteindre une densité totale dans un temps de traitement de l'ordre d'une à quelques heures [3]. Les presses de HIP commerciales sont capables à des températures jusqu'à 2000°C et des pressions jusqu'à 280MPa [5]. La pression est assurée par un fluide, et par comparaison avec le milieu de pression liquide utilisé dans la pression isostatique à froid, les gazes sont beaucoup plus compressibles et ont donc une énergie beaucoup plus élevée sous pression[3]. Alors que la température est assurée par un four électrique comme indiqué précédemment.

L'encapsulation des poudres est une étape indispensable dans le HIP, son outillage doit être conçu pour être plastiquement déformable à la température de pressage sans réagir avec le compact ou pénétrer dans les pores. L'acier à faible teneur en carbone, l'acier inoxydable austénitique et le titane sont des matériaux typiques d'encapsulation pour les poudres métalliques. Alors que le verre est le matériau d'encapsulation principal pour la consolidation à chaud des céramiques et des composés réfractaires, où

les températures de traitement élevées ne permettent pas l'utilisation des capsules en matériaux métalliques [3]. Des exemples de paramètres de compactage isostatique à chaud sont regroupés dans le tableau 1.1.

Le compactage isostatique à chaud est la méthode de consolidation des aciers à outils car il améliore la microstructure par la conservation de la taille fine des grains et par la distribution des carbures présents dans la poudre atomisée durant le processus de consolidation[8].

Tableau 1.1 : Températures et pressions typiques de HIP pour des métaux et des céramiques [3].

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

1.4.2 Frittage par procédé CAP

La poudre atomisée à gaz est mélangée avec une quantité prédéterminée d'acide borique H₃BO₃ qui est dissous dans l'alcool. Après mélange, l'alcool est évaporé par la chaleur et la pression réduite, laissant derrière lui un film uniforme et mince d'acide borique sur chaque particule de poudre. La quantité de H₃BO₃ dépend de la teneur en oxygène dans la poudre : Idéalement, les oxydes sur les surfaces des particules de la poudre devraient se transformer totalement en méta-borates à des températures élevées lors d'un traitement ultérieur [6].

La poudre séchée pré-traitée est remplie dans des moules en verre borosilicate de la géométrie requise et dégazée sous vide à des températures d'environ 450°C. Le moule en verre est fermé sous vide, placé dans des creusets en mélange argile-graphite et incorporé dans du graphite granulaire ou du sable dont il évolue librement à haute température. Les creusets sont recouverts et chargés dans un four à air standard où ils sont maintenus jusqu'à 16h à des températures comprises entre 1150 et 1200°C pour le fer et le nickel [6].

À la température de travail, le verre ramollit et transmet la pression atmosphérique vers la poudre dans le moule évacué. Cette pression externe relativement faible est suffisante pour consolider le matériau à une densité d'environ 95 à 99% qui dépasse la valeur limite de la porosité interconnectée d'environ 93%. En refroidissant, le verre s'écoule dans la plage de température de 300°C [6]. La figure ci-dessous illustre les étapes de cette technique :

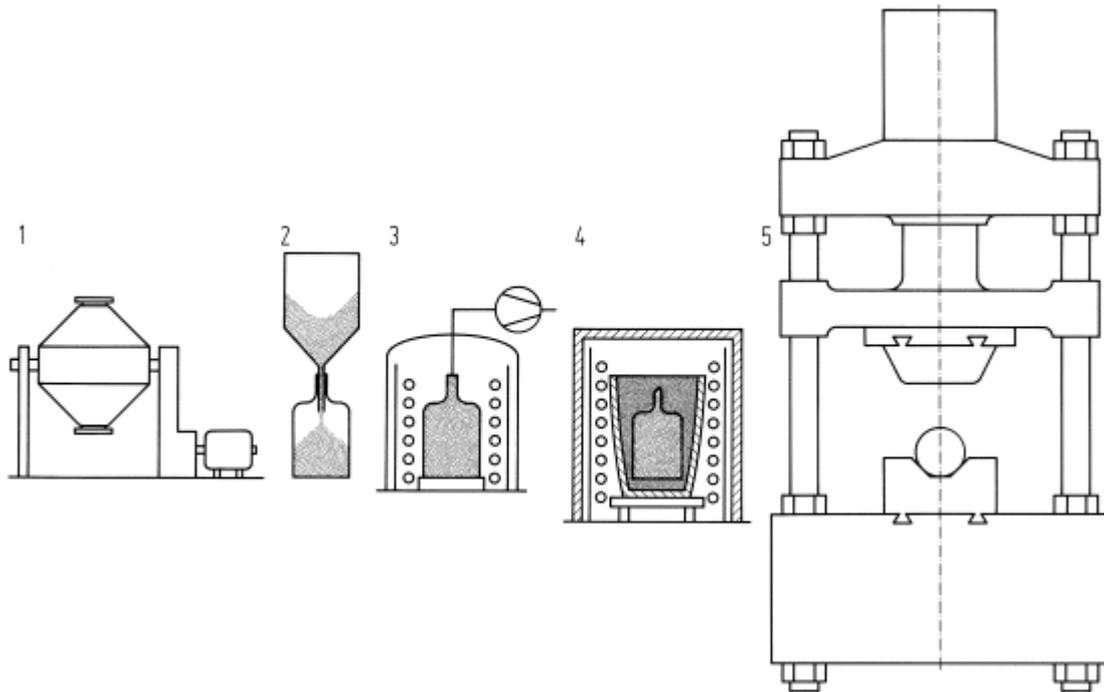


Figure 1.4 : Consolidation par pression atmosphérique :
 (1) Mélange avec le H_3BO_3 dessous dans l'alcool, et séchage.
 (2) Remplissage du moule en verre.
 (3) chauffage et dégazage.
 (4) Travail à chaud [6].

1.5 Les propriétés mécaniques des aciers à outils rapides

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

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

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

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

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

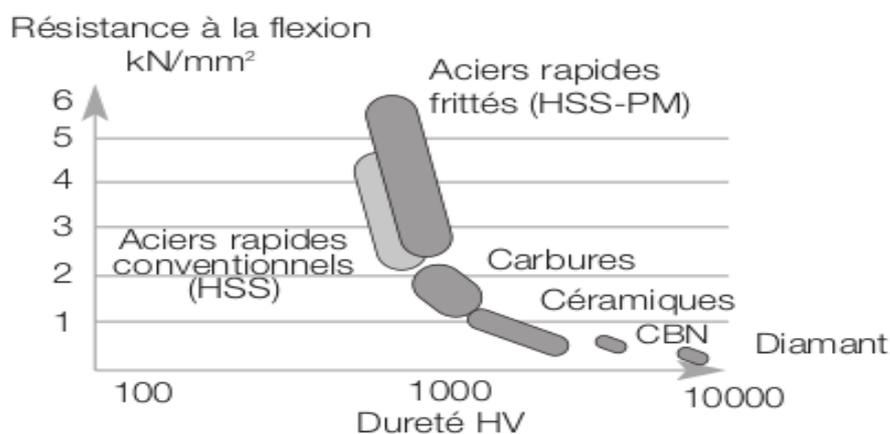


Figure 1.5 : Comparaison entre les aciers rapides frittés et d'autres matériaux[9].

1.5.1 Les propriétés mécaniques des gammes M et T

Les aciers à coupe rapides sont un groupe d'alliages à base de fer contenant principalement 20 à 30 % d'éléments carburigènes comme le tungstène, le molybdène, le vanadium, et le chrome [10]. Les aciers à coupe rapides contiennent un pourcentage de carbone qui varie de 0.7% dans des nuances comme T1 à 1.6% dans des nuances comme T15 [11]. Les propriétés les plus remarquables de ce type d'acier sont la dureté à chaud et la résistance à l'usure à haute température. La dureté à chaud typique des aciers à coupe rapide est de ≈ 52 HRC à 540°C et de ≈ 48 HRC à 595°C [12].

Les aciers à coupe rapides ont une microstructure typique formée d'une matrice martensitique et des carbures alliés (principalement M_6C et MC) [13]. Les deux gammes principales dans ce groupe d'alliages sont : la gamme M et la gamme T.

La première contient principalement du molybdène, alors que la deuxième contient principalement du tungstène. Les deux gammes sont essentiellement équivalentes en termes de performance [14]. Cela peut être expliqué par la similarité des carbures formés par les deux éléments, car ils ont le même rayon atomique. Par exemple le remplacement de 1,6 à 2,0% en poids de W avec seulement 1% en poids de Mo a permis de produire une microstructure et des propriétés nettement similaires dans les aciers à coupe rapides [15]. Le tableau 1.2 présente les gammes principales et ses propriétés.

Tableau 1.2 : Les principales gammes d' aciers à outils [16].

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

1.5.2 Les propriétés mécaniques de l'acier à outils rapide T15

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

- **Une grande dureté**

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

- **Une limite d'élasticité élevée**

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

- **Une bonne ténacité**

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

- **Une bonne résistance aux chocs**

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

- **Une bonne résistance à l'usure**

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

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

Tableau 1.3. Classification et composition nominale de l'acier à outils T15 d'après ASTM [17].

| Type | UNS No | Pourcentage en éléments chimiques (%) | | | | | | | | | |
|------|--------|---------------------------------------|------|------|----|---|----|----|----|------|------|
| | | C | Mn | Si | Cr | V | W | Mo | Co | P | S |
| T15 | T12015 | 1.5 | 0.15 | 0.15 | 4 | 5 | 12 | 1 | 5 | 0.03 | 0.03 |

1.6 Les applications des aciers à outils rapides

Les aciers rapides frittés ont beaucoup d'avantages dans les applications hautes performances comme les outils de taillage d'engrenages, l'ébauche en fraisage, le brochage, et aussi dans les cas de taraudage difficiles, et pour les opérations de perçage et d'alésage. Les aciers rapides frittés sont utilisés aussi en sciage, pour les couteaux industriels, les outils de travail à froid, les cylindres de laminoir....etc [11].

1.7 Conclusion

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

Chapitre2: Procédures expérimentales

Notre projet consiste à étudier la cinétique de frittage d'une mélange de poudre (sphérique et irrégulière) d'aciers à outils T15 compacté par la technique de compactage à double action et fritté par la méthode de consolidation par pression atmosphérique (CAP). Les techniques expérimentales utilisées pour réaliser ce projet sont détaillée dans ce chapitre.

2.1 Matériaux utilisés

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

Tableau 2.1 : Des informations sur le matériau utilisé.

| <i>Matériau</i> | <i>Désignation(ASM)</i> | <i>Forme</i> | <i>Méthode d'élaboration</i> |
|-------------------------------|-------------------------|--------------------|------------------------------|
| <i>Poudre d'acier à outil</i> | <i>T15</i> | <i>sphérique</i> | <i>Atomisation à gaz</i> |
| <i>Poudre d'acier à outil</i> | <i>T15</i> | <i>irrégulière</i> | <i>Atomisation à l'eau</i> |

2.2 Caractérisation de la poudre

2.2.1 Caractérisation de la taille

La taille moyenne et la distribution en taille de la poudre de l'acier T15 sont déterminées par la technique de tamisage, à l'aide de la tamiseuse représenté sur la figure 3.1, (Au niveau de laboratoire LSGM) .cette dernière opération est effectuée au moyen d'une série des tamis qui sont disposés dans l'ordre croissant de la taille des mailles de bas en haut. Une masse de 200gr de la poudre sphérique (99.8515g de la poudre irrégulière) est placée au-dessus de tamis supérieur, puis les autres tamis choisis, dont les tailles des ouvertures sont respectivement (200µm, 140µm, 112µm, 75µm, 56µm, 40µm), et l'assiette, qui sert à retenir les particules très fines. Une fois que tout est mis en place, l'opération de tamisage est lancée en sélectionnant la fréquence du vibration et sa durée fixée à 20min. Lorsque le temps s'écoule et la masse de la poudre se sépare en plusieurs fractions appelées refus, on arrête la machine et on procède à la pesée du refus retenu de chaque tamis à l'aide d'une balance électronique de haute précision.

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

$$\bar{D}_m = O_1 \cdot X_1 + \frac{O_1 + O_2}{2} \cdot X_2 + \frac{O_2 + O_3}{2} \cdot X_3 + \frac{O_3 + O_4}{2} \cdot X_4 + \frac{O_n + O_{n+1}}{2} \cdot X_{n+1} \dots (2.1)$$

Où :

\varnothing_m : Le diamètre moyen de la poudre ;

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

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



Figure 2.1 : Tamiseuse utilisée pour la caractérisation.

2.2.2 Caractérisation de la morphologie de la poudre

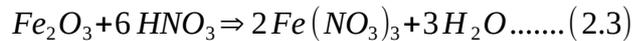
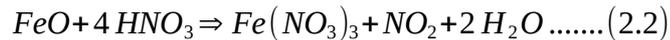
Après la caractérisation de la taille moyenne et la distribution en taille de la poudre utilisée, nous avons caractérisé la morphologie de la poudre par le microscope électronique à balayage (MEB) et par microscope optique.

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

2.3 Décapage de la poudre

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

Les équations possibles de désoxydation sont les suivantes :



2.4 La mise en forme des comprimés

le compactage est effectué en utilisant un système matrice-poinçon. Les deux composantes du système sont fabriquées en acier à outil pour supporter la charge appliquée et bien résister au frottement issu du contact matrice-poinçon. De plus, un lubrifiant est utilisé pour réduire les forces de frottement et assurer la transmission de toute la charge vers la poudre à compacter. Le type de compactage qui nous avons utilisé est dit compactage uni-axial à double action dont la charge est transmis à travers deux poinçons, supérieure et inférieure, dans le but est d'avoir une distribution uniforme de la densité. Nous avons utilisé une presse hydraulique « JONNESWAY » d'une capacité de pressage maximale de 30 tonnes pour appliquer une charge égale à 100 bar (10 Mpa) (figure 2.2). La pression utilisée est suffisante pour avoir des comprimés à bonne densité verte.



Figure 2.2: presse hydraulique.

2.5 Élaboration des échantillons

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

résistance aux chocs mécaniques importante.

L'opération commence par le remplissage d'une capsule se trouvant à une des extrémités d'un tube en verre (figure 2.3) par le comprimé obtenu par compactage. Ensuite, le tube est soudé et attaché à un dispositif (figure 2.4) pour faire le dégazage dont le but est de chasser l'air, les produits volatils, et l'humidité retenus dans le comprimé. Le dispositif utilisé est composé d'un manomètre, une source de N_2 , et une pompe à vide. Le rôle du nitrogène est d'aider à l'élimination des molécules d'oxygène. Après faire rentrer et sortir le nitrogène 5 fois, une bec-benzène est placée sous la capsule pendant une 20 min pour assurer l'absence de tout sort d'humidité. La capsule est enfin soudée par chalumeau au niveau du cou qui elle la relie avec le tube.



Figure 2.3 : Capsule à une des extrémités d'un tube en verre.

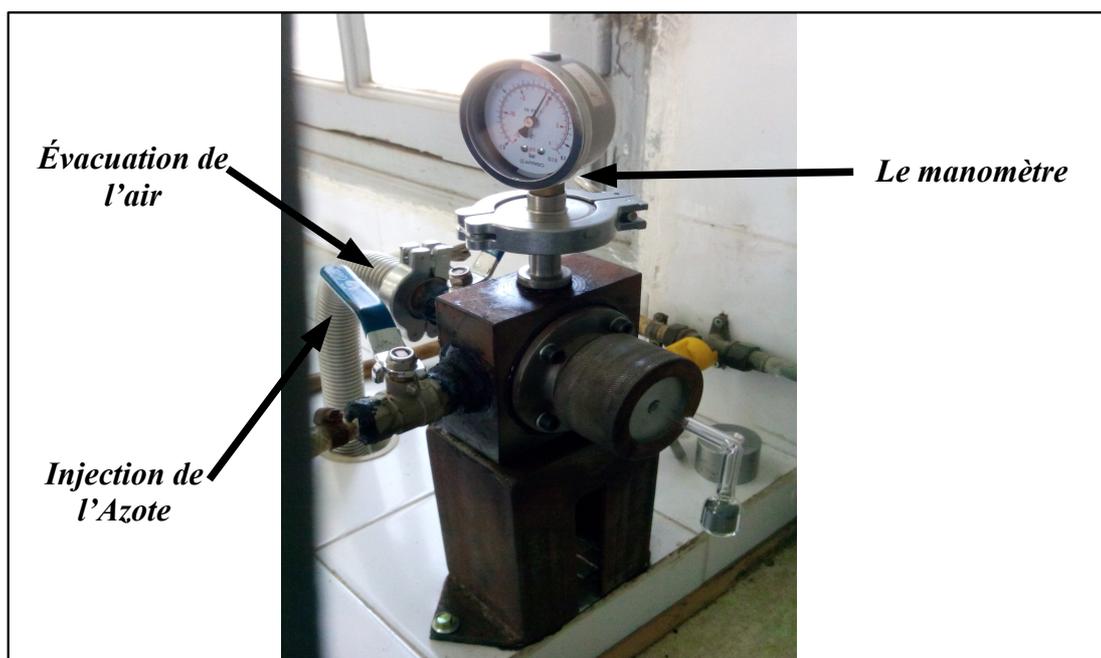


Figure 2.4 : Le dispositif de l'encapsulation.

Les capsules obtenues sont présentées dans la figure ci-dessous



Figure 2.5 : le comprimé de poudre encapsulé à l'intérieur d'un tube en verre .

2.6 Frittage sous pression atmosphérique

Les capsules ainsi produites sont introduites dans des creusets en brique réfractaire et entourées de tous les côtés par du sable siliceux dont il est utilisé pour les raisons suivantes : maintenir la forme de l'échantillon par la prévention de l'écoulement du verre pendant le frittage , un milieu de transport de la pression atmosphérique vers l'échantillon. Le creuset est ensuite mis dans un four à moufle (figure 2.6) à 1200 °C pendant des différentes durées selon la taille des particules. Les creusets doivent avoir certaines propriétés telles que la résistance au choc thermique et la température de fusion élevée. Après le creuset est échappé du four, il est laissé se refroidir à l'air libre, ensuite l'échantillon fritté est débarrassé du sable et il devient prêt à utiliser.



Figure 2.6 : Four à moufle.

2.7 Préparation métallographique des échantillons

Le but de l'examen métallographique des métaux et alliages est de définir leur microstructure avec précision, c'est à dire de déterminer qualitativement la nature, la forme, la répartition de leurs constituants. Les échantillons obtenus subissent une chaîne d'opération qui sont :

- **Tronçonnage**

Le tronçonnage métallographique sert à prélever un échantillon représentatif. Le meule de tronçonnage est présenté dans la figure ci-dessous.



Figure 2.7 : Meule de tronçonnage.

- **Enrobage**

L'enrobage permet d'éviter l'endommagement et l'altération des caractéristiques des échantillons lors du polissage. Nous avons utilisé l'enrobage à froid car les résines d'enrobage à froid constituent une solution économique, rapide et simple à mettre en œuvre.

- **Pré-polissage**

Le pré-polissage se fait sur un plateau tournant garni de disques de papier abrasif de granulométrie de plus en plus fine sous arrosage d'eau (figure 2.8) :

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



Figure 2.8 : Papiers abrasifs de pré-polissage.

Les paramètres de pré-polissage sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 2.2 : Les paramètres de pré-polissage.

| | |
|--------------------------|--|
| <i>Support</i> | Papier SiC #80,#120,#180,#240,#320,#400, #600,#800,#1200 |
| <i>Lubrifiant</i> | Eau |
| <i>Tour/min</i> | 375 |

- ***Polissage (finition)***

La finition s'effectue avec un disque de feutre (drap) (figure 2.9), lequel est soumis à une rotation de 550 à 1200 tr/min. Le feutre est ensuite garni de OP-S on la dépose par petits tas sur le feutre, ou l'OP-S est une suspension colloïdale de silice (figure 2.10).



Figure 2.10 : OP-S.



Figure 2.9 Feutre (drap) de finition.

Les paramètres de finition sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 2.2 : Les paramètres de polissage (finition).

| | |
|---------------------------|----------------------------------|
| <i>Support</i> | Feutre |
| <i>Lubrifiant</i> | /// |
| <i>Suspension</i> | OP-S Suspension Alumine + Eau |
| <i>Tour/min</i> | 550 |
| <i>Temps (min)</i> | 7 – 8 |

- ***Nettoyage et séchage***

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

- ***Attaque chimique***

Pour révéler la structure, on peut utiliser les solutions d'attaque chimique ordinaires, employées pour les métaux et leurs alliages et qui sont recommandées dans les ouvrages spécialisés. Nous avons utilisé le ***NITAL (4%)*** :

Pour préparé 100 ml du solution d'attaque :

4 ml Acide nitrique HNO_3

96 ml Éthanol $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$

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

2.8 Traitement des micrographies

Nous avons utilisé le logiciel de traitement d'image « imageJ » dont son interface est présenté dans la figure ci-dessous

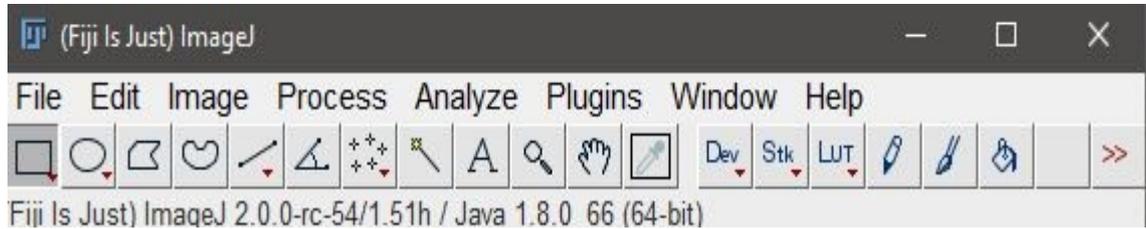


Figure 2.11 : l'interface du logiciel imageJ

2.8.1 Mesure du taux de porosité

Le taux de porosité est calculé en utilisant le contraste crée par la différence en couleurs entre la matrice et les pores en utilisant les fonctions de l'image J.

2.8.2 Mesure de la taille moyenne des grains

La taille moyenne des grains donne une information sur les propriétés mécaniques du matériau. Ces propriétés sont bonnes lorsque la taille des grains est petite et vice-versa. Nous avons utilisé la technique d'interception linéaire dont Le principe est de compter le nombre d'interception des grains avec une ou plusieurs segments test traversant la microstructure. Lorsque deux grains sont consécutifs nous comptons l'interception et lorsque ne sont pas nous comptons ½ interception. La norme exige que la longueur de la ligne doit être choisie de façon d'avoir au minimum 50 interception par ligne [2], donc pour remplir cette condition, nous avons ajusté le grossissement des micrographies. La taille moyenne des grains est donnée par l'équation suivante :

$$\varnothing_m = \frac{L \times 1000}{N \times G} X_v \dots \dots (2.5)$$

Où :

\varnothing_m : La taille moyenne des grains en μm .

L : Longueur de la ligne en mm.

G : Le grossissement.

X_v : La fraction volumique des grains.

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

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

2.9 Mesure de la dureté

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



Figure 2.12 : Photo d'un microduromètre.

Chapitre 3: Résultats et interprétations

Dans ce chapitre nous présentons les résultats de notre travail de recherche concernant l'étude de la cinétique de frittage d'un mélange de poudre d'acier à outils T15 compacté par le compactage uni axial à double action. Les résultats sont ensuite interprétés et expliqués par la théorie de frittage de mélange de poudre.

3.1 La caractérisation de la poudre utilisée

3.1.1 La distribution granulométrique

Nous avons utilisé deux poudres d'acier à outils T15, l'une de forme sphérique et l'autre de forme irrégulière. La distribution de chaque poudre est montrée ci-dessous.

- *La poudre de forme irrégulière*

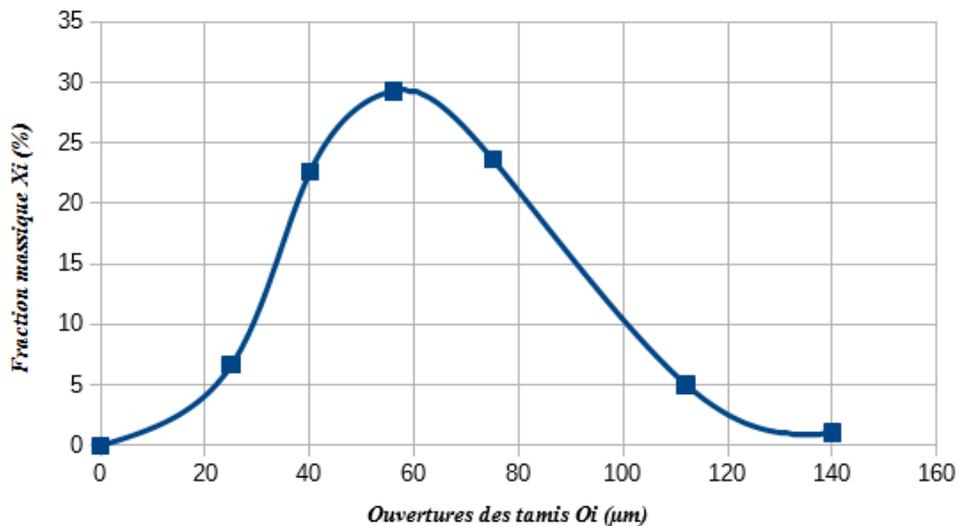


Figure 3.1 : La distribution des tailles des particules de poudre d'acier à outils T15.

Le Diamètre moyenne des particules est : $\Phi_m = 62\mu\text{m}$

- *La poudre de forme sphérique*

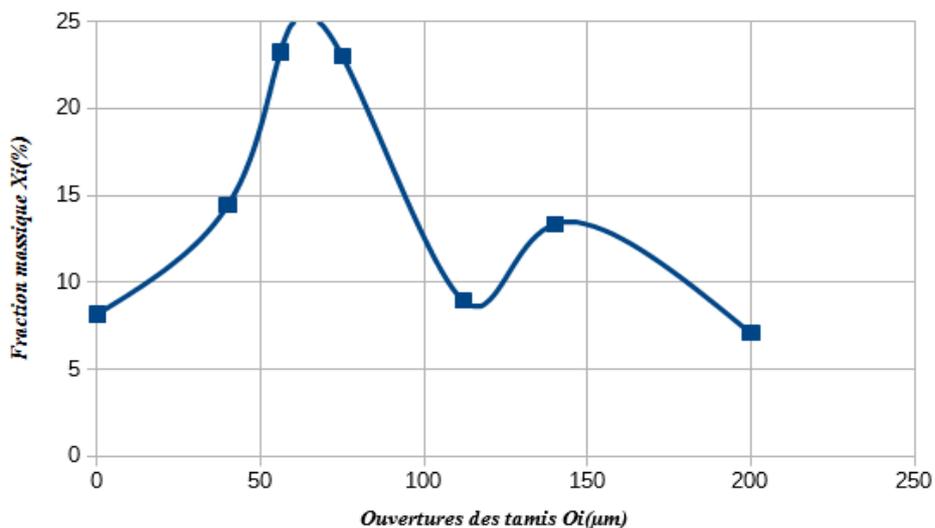


Figure 3.2: La distribution des tailles des particules de poudre d'acier à outils T15

Le Diamètre moyenne des particules est : $\phi_m = 95 \mu\text{m}$.

On remarque une augmentation dans la distribution de la taille des particules après environ 110 μm à cause du phénomène d'agglomération de la poudre.

3.1.2 Caractérisation de la morphologie

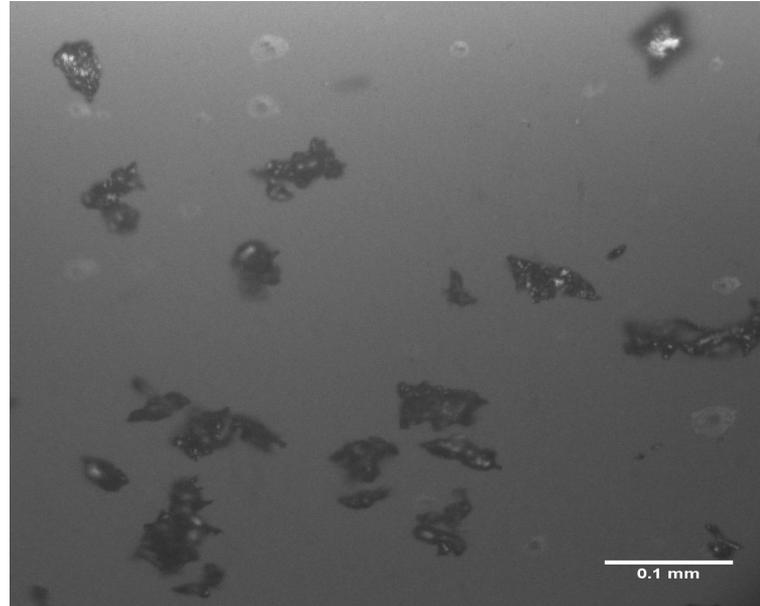


Figure 3.3: Photo de la poudre irrégulière prise par microscope optique.

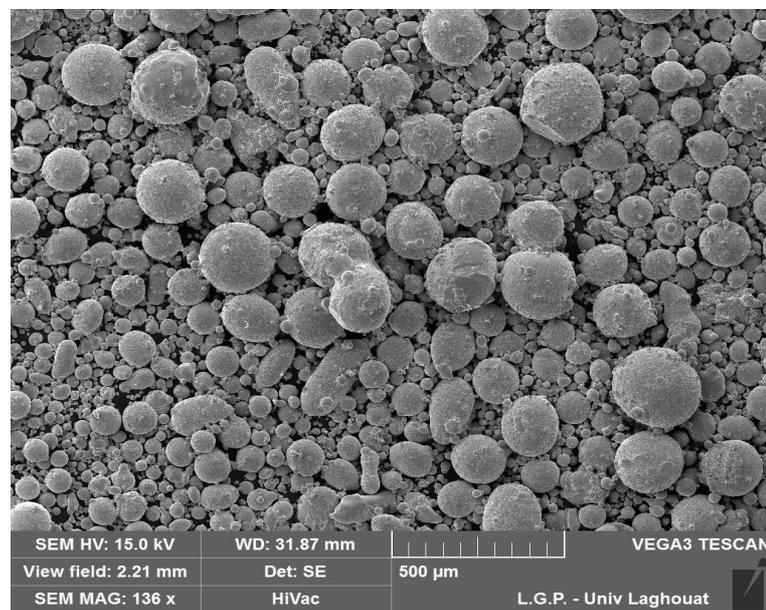


Figure 3.4:Photo de la poudre sphérique prise par MEB.

La figure 3.3 est une photo de la poudre irrégulière prise par microscope optique, les particules de la poudre apparues dans cette figure montrent que la forme de la particule de la poudre est irrégulière. Alors que les particules de la poudre montrées dans la photo prise par MEB de la figure 3.4 possèdent une forme sphérique.

3.1.3 La composition chimique

Nous avons utilisé deux poudres d'acier à outils rapide T15, l'une de forme sphérique et l'autre de forme irrégulière. La composition chimique de chaque poudre est donnée dans les tableaux suivants:

Tableau 3.1: composition chimique de poudre d'acier à outils T15 de forme irrégulière déterminé par fluorescence [18]

| <i>W</i> | <i>Cr</i> | <i>Co</i> | <i>V</i> | <i>Mo</i> | <i>C</i> | <i>Mn</i> | <i>Si</i> | <i>Ni</i> |
|----------|-----------|-----------|----------|-----------|----------|-----------|-----------|-----------|
| 10.6 | 6.5 | 6.4 | 4.8 | 3.9 | 1.55 | 0.31 | 0.31 | 0.08 |

Tableau 3.2: composition chimique de la poudre d'acier à outils T15 de forme sphérique déterminé par spectrométrie.

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

3.2 Effet du temps de frittage sur le taux de porosité des comprimés en acier à outils T15 pressés à 100 Bar

Tableau 3.3: Résultats du taux de porosité des comprimés d'acier à outils T15 fritté à 1200°C.

| <i>Temps de frittage(h)</i> | <i>1</i> | <i>2</i> | <i>4</i> |
|-----------------------------|----------|----------|----------|
| <i>Taux de porosité(%)</i> | 19.66 | 3.48 | 1.40 |

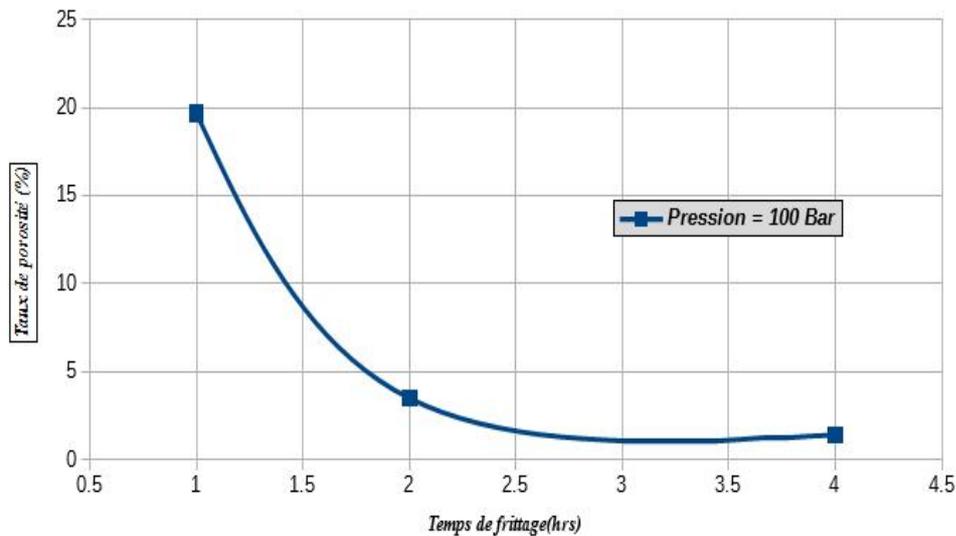


Figure 3.5: Variation du taux de porosité en fonction du temps de frittage des comprimés en acier T15 frittés à 1200°C.

On remarque que le taux de porosité possède un comportement décroissant

lorsque le temps de frittage augmente comme montre la courbe de la figure 3.5. Cette diminution est une conséquence des phénomènes de formation et croissance des cous entre les particules de la poudre pendant les stades de frittage. Par comparaison avec les résultats du taux de porosité des échantillons d'acier à outil T15 consolidés directement par procédé CAP sans compactage à 1250 °C. Nous constatons que le taux de porosité dans les échantillons compactés est moindre que celui dans les échantillons non compactés. Cela est due à la densification supplémentaire apporté par les forces de pression appliquées sur les échantillons compactés.

3.3 Effet du pourcentage de poudre sphérique sur la densité

Tableau 3.4: Résultats du taux de porosité des comprimés d'acier T15 fritté à 1200°C pendant 4h.

| Pourcentage de poudre sphérique(%) | 5 | 10 | 15 | 20 |
|--|-------------|-------------|-------------|-------------|
| Taux de porosité(%) | 2.57 | 4.17 | 5.15 | 7.20 |

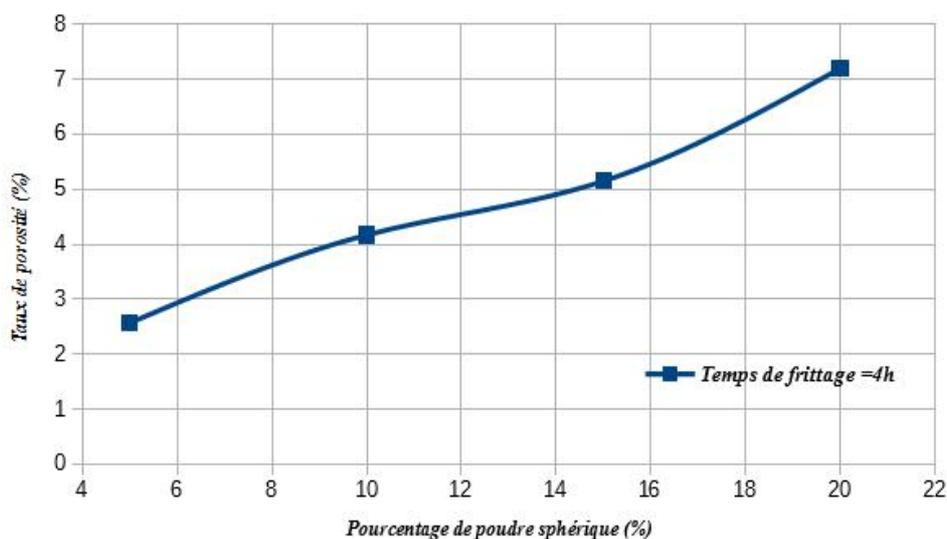


Figure 3.6: Variation du taux de porosité en fonction du pourcentage de poudre sphérique dans les échantillons frittés pendant 4h.

Nous observons que le taux de porosité augmente lorsque le pourcentage des particules de forme sphérique dans les comprimés de poudre d'acier à outil T15 augmente comme le montre la figure 3.6. Cela peut être expliqué par la croissance préférentielle des cous entre les particules au sein de la matrice à cause de la différence de courbure qui entraîne des transferts de matière non symétrique de part et d'autre du pont ce qui provoque des gradients de vitesse de densification locale. Une autre raison à considérer c'est la compressibilité faible de la poudre de particules de forme sphérique contrairement à celle de la poudre de particules de forme irrégulière. Cette différence de compressibilité engendre des pores avec des tailles importantes ce qui rends la fermeture de ces pores par les mécanismes de transport de matière difficile et lente.

3.4 Effet du pourcentage de poudre sphérique sur la taille moyenne des grains

Tableau 3.5: Résultats de la taille moyenne des grains des comprimés d'acier à outils T15

| Pourcentage de poudre sphérique(%) | 5 | 10 | 15 | 20 |
|--|-------|-------|-------|-------|
| Taille moyenne des grains(μm) | 17.58 | 15.96 | 14.34 | 10.12 |

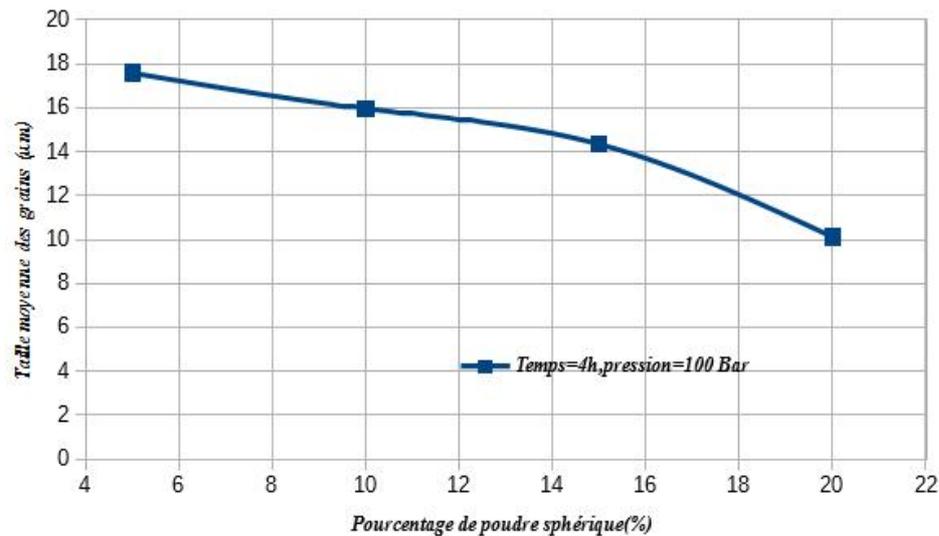
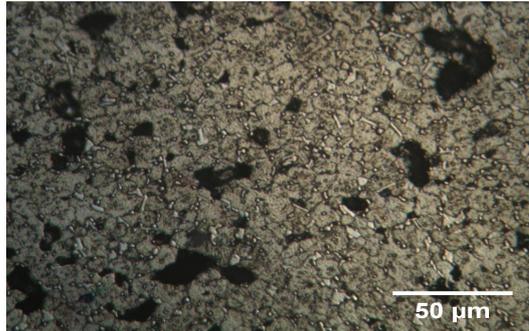
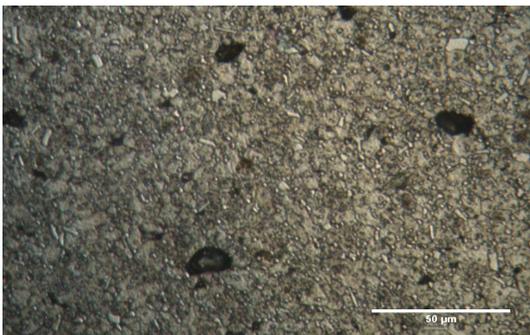


Figure 3.7: Variation de la taille moyenne des grains en fonction du pourcentage de poudre sphérique des comprimés d'acier à outils T15 frittés à 1250°C pendant 4 h.

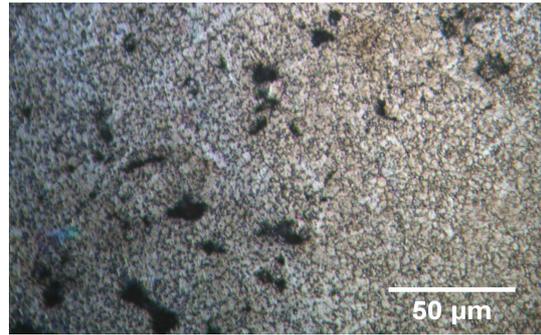
La courbe de la figure ci-dessus nous indique que l'augmentation du pourcentage des particules de forme sphérique engendre une diminution de la taille moyenne des grains. Nous remarquons aussi que la taille moyenne des grains dans tous les échantillons formés par des particules de différentes formes est petite par comparaison à celles des échantillons formés par une seule forme de particule comme le montre les microstructures dans la figure 3.8, l'énergie de germination dans les échantillons composés de mélange de poudre de particules de forme irrégulière et sphérique est importante. La source de cette énergie est l'écrasement du matériau résultant de la déformation plastique des particules lors du compactage à froid, et aussi à cause de la grande hétérogénéité causée par la différence de la façon de réaction à la compression des poudres de forme irrégulière et sphérique. Cette différence de réaction provoque la formation des défauts en lacunes et des dislocations au sein du matériau produisant une grande énergie ce qui explique la taille fine des grains.



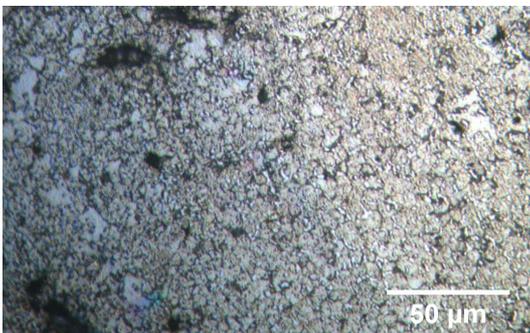
Poudre irrégulière 4h



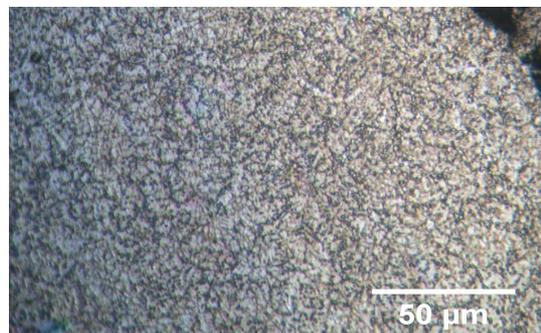
5% sphérique 4h



10% sphérique 4h



15% sphérique 4h



20% sphérique 4h

Figure 3.8 : Comparaison entre les microstructures des échantillons de poudre sphérique et irrégulière d'acier à outils T15 fritté à 1200°C pendant 4h.

3.5 Effet du pourcentage de poudre sphérique sur la dureté

Tableau 3.6: Résultats de la dureté Vickers des comprimés d'acier à outils T15

| Pourcentage de poudre sphérique(%) | 5 | 10 | 15 | 20 |
|-------------------------------------|--------|-------|--------|-------|
| Dureté HV | 659.26 | 500.4 | 472.12 | 310.7 |

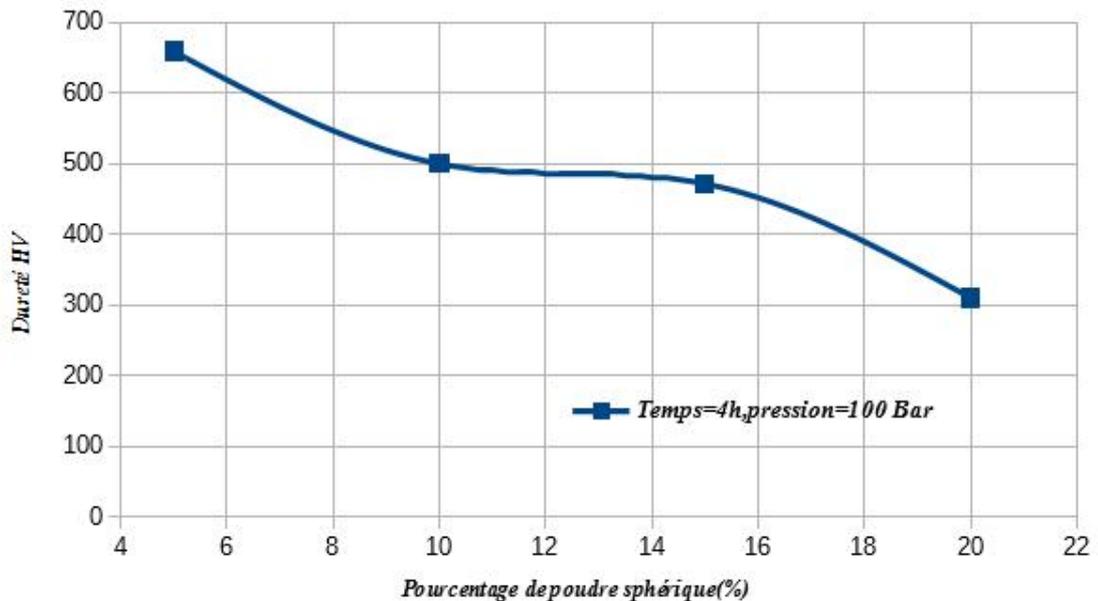


Figure 3.9: Variation de la dureté en fonction du pourcentage de poudre sphérique des comprimés d'acier à outils T15 frittés à 1250°C pendant 4 h.

D'après la figure ci-dessus nous constatons que la dureté diminue lorsque le pourcentage de la poudre sphérique dans les comprimés augmente. Cette chute de dureté est liée directement au taux de porosité donc à la densité des échantillons. Les pores sont distribués dans toute la matrice de l'échantillon ce qui facilite la pénétration de la tête du micro-duromètre dans ces pores. Le nombre élevé des pores est justifié dans la paragraphe 3.3.

Conclusion générale

On peut résumer les résultats de recherche aux quels nous avons abouti comme suit :

L'Augmentation du temps de frittage entraîne une diminution du taux de porosité donc une augmentation de la densité. Alors, un temps de frittage assez long tends à diminuer la porosité vers des valeurs presque nulle.

Le compactage préalable des échantillons dans le cas où la poudre est de forme irrégulière améliore la densité fritté du matériau.

Le pourcentage de poudre de forme sphérique influe sur la compressibilité. Plus ce pourcentage est élevé, plus la compressibilité est faible. Ce qui explique la densité à vert faible dans le cas où nous avons utilisé un pourcentage de poudre de forme sphérique égale à 30 %.

L'augmentation du pourcentage de poudre de forme sphérique entraîne une augmentation du taux de porosité donc une diminution de la densité du matériau.

La taille des grains varie inversement avec le pourcentage de poudre de forme sphérique. Lorsque le pourcentage des particules de forme sphérique augmente, la taille des grains diminue. Nous avons obtenu une taille des grains d'environ 10 μm pour un pourcentage de poudre de forme sphérique égale à 20 % .

La dureté de la matrice diminue lorsque le pourcentage de poudre de forme sphérique augmente. La dureté maximale qui nous avons obtenu est d'environ 670 HV pour un pourcentage de particules de forme sphérique de 5 % fritté pendant 4H à 1200 °C.

Références bibliographiques

- [1]. D. BOUVARD. « *Métallurgie Des Poudres* ». Édition Hermes Science . Paris .2002.
- [2]. Josef M.CAPUS. « *Metals Powder : A Global Survey Of Production , Applications And Markets To 2010* ». 4th Edition. Elsevier advanced technology. 2006.
- [3]. F. THUMMLER. « *An Introduction to Powder Metallurgy* ».The Institute of Materials .Cambridge UK. 1993. ISBN 0-901716-26-X.
- [4].<http://www.lpwtechnology.com/fr/technical-library/powder-production/>.
- [5]. J. BEDDOES & M. J. BIBBY. « *Principles of Metal Manufacturing Processes* ».(Pages 181-188). Edition Elsevier Butten North-Heinemann 1999,2003 .
- [6]. P. BEISS. « *Powder Metallurgy Data. Part 1 : Metals And Magnets* ». Springer-Verlag Berlin Heidelberg .2003.
- [7].Squire.A. « *Density Relationship of Iron powder compacts* » (pages 487-503), Trans. AIME, vol 171 . 1947.
- [8].« *ASM handbook Powder Metal Technologies and Applications* » Volume 7, ASM International. USA.1998. ISBN 0-87170-387-4.
- [9].Christian Højerslev. « *Tool Steels* ».Risø National Laboratory, Roskilde January. 2001.
- [10].WAHLING, R., BEIS, P. and HUPPMANN, W.J. « *Sintering Behaviour and Performance Data of High Speed Components* », Powder Metallurgy, 29, (1), 53. 1986.
- [11].BRATTI, R.W. « *Effect of Material Characteristics on Performance of High Speed Steel Cutting Tools* », ibid.
- [12].Michel EUDIER. « *Fabrication des produits frittés* ». Techniques de l'ingénieur. M864.
- [13].Philippe Beaulieu. Thèse: « *Développement de nouvelles poudres d'acier à outils pour des applications de résistance à l'usure à haute température* ».École polytechnique de Montréal. Août 2012.
- [14].Martinez, V., Palma, R. & Urcola, J. J. (1990). « *Relation of hardness to toughness and retained austenite content in N₂ -H₂ -CH₄ sintered T6, T15 and T42 high-speed steels* ». Journal of Materials Science, 25(7), 3359-3367.
- [15]. Roberts, G. A., Krauss, G. & Kennedy, R. L. (1998). « *Tool steels* ». 5th edition . Materials Park, Ohio ASM International.
- [16]. Ricardo H. R. Castro. «*Sintering Mechanisms of Convention Nanodensification and Field Assisted Processes* » (page 85). Springer. Berlin. 2013.
- [17]. « *Standard Specification for Tool Steel High Speed* ». A600 .ASTM .2004.
- [18].SHISSEH.Abdelaziz Thèse: « *Contribution à l'étude du frittage d'une poudre d'acier à outils rapide T15 par le procédé CAP et modélisation* ».École Nationale Polytechnique . Juin 2000.