

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI DE TIZI OUZOU
FACULTE DE GENIE DE LA CONSTRUCTION
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE



Mémoire en vue de l'obtention
Du diplôme de master en
électromécanique



Spécialité maintenance industrielles

Thème :

*Etude de l'influence du temps de broyage
et de la température de frittage sur le
Zamak*

Préparé par :

- ❖ HARET Lyes
- ❖ BOUKHERROUB Noureddine

Dirigé par :

- ❖ M^{me} ARAR Ouiza.
Maitre de conférences "B"

Co-encadreur :

- ❖ M^{me} RACELMA Ghania
Maitre assistante

Présenté devant le jury composé de :

- ❖ Président : SAIT Smail Maitre de conférences "A" . UMMTO
- ❖ Examinatrice : IMADOUCHE Noura Maitre de conférences "B". UMMTO

Promotion : 2021-2022

REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier notre promotrice

«M^{me} ARRAR Ouiza» pour ses encouragements,

Ses conseils judicieux et sa disponibilité.

Si ce travail a pu aboutir c'est grâce à son soutien.

Nous adressons notre gratitude aux membres

de jury d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Nous tenons également à remercier

Tous les enseignants qui ont contribué à

Notre formation et tous ceux

Qui nous ont aidé et encouragé de près ou de loin.

Merci

DEDICACE

Je dédie ce modeste travail, particulièrement,

À mes parents, qui sont très chers,

Et qui n'ont jamais cessé de me soutenir

Tout au long de mon cursus scolaire et universitaire.

À mes frères et sœurs,

À toutes les personnes qui sont très chères à mes yeux.

LYES

DEDICACE

Tout d'abord, je remercie le dieu qui m'a donné le courage et la volonté pour réaliser cet humble travail.

Je dédie ce modeste travail à mes chers parents, pour leurs patiences, leurs soutiens, leurs encouragements, tout au long de mon parcours scolaire ;

A mes chers frères et sœurs qui ont contribué à m'encourager d'atteindre mon objectif, à qui je leur souhaite un avenir radieux plein de réussite.

NOUREDDINE

Sommaire

Remerciements	
Dédicaces	
Liste des figures et tableaux	
Introduction générale.....	01

Chapitre I :

Le Zamak et la métallurgie des poudres

Introduction	04
1. Etude de l'alliage du zamak par la métallurgie classique.....	05
1. 1 Composition du zamak	06
1. 2 Propriété chimique du zinc.....	06
1. 3 Courbe de refroidissement du zinc	08
1. 4 Caractéristiques de l'aluminium pur	09
1. 5 Courbe de refroidissement de l'aluminium	11
1. 6 Caractéristiques du cuivre pur.....	11
1.7 Courbe de refroidissement du cuivre.....	13
1.8 Caractéristiques du magnésium pur	14
1. 9 Courbe de refroidissement du magnésium.....	16
1.10 Phénomènes de solidification.....	17
2. Métallurgie des poudres.....	20
2.1 Domaines d'application de la métallurgie des poudres.....	21
2.2 Les avantages de la métallurgie des poudres.....	21
2.3 Les inconvénients de la métallurgie des poudres.....	22
2.4 Elaboration des poudres métalliques	22
2.5 Propriétés des poudres métalliques	27
2.6 Densité d'une poudre métallique.....	29
2.7 Le mélange de poudres.....	29

2.8 Compressibilité des poudres.....	31
2.9 Les différentes méthodes de compression.....	33
2.10 Le frittage.....	35
2.11 Domaines d'application de la métallurgie des poudres.....	41
Conclusion.....	42

Chapitre II :

Matières premières et techniques expérimentales

Introduction.....	44
1. Matières premières	44
2. Techniques expérimentales.....	44
2.1 peser du mélange.....	44
2.2 Mélange des poudres	45
3. Préparation des échantillons (Pastilles).....	46
3.1 La compression.....	46
3.2 Le frittage.....	48
3.3 Le polissage.....	49
3.4 Morphologie des particules.....	50
4. Tests mécaniques	51
4.1 Test de dureté de Vickers.....	52
4.2 Test de résistivité électrique.....	53
4.3 Test de densité	54
4.4 Test de compression.....	55
Conclusion.....	56

Chapitre III :

Résultats et interprétations

1. Compression des poudres	58
2. Microstructure de l'alliage zamak	59
2.1 Analyse microscopique avant le traitement thermique.....	59
3. Le Frittage	60
3.1 Analyse microscopique après traitement thermique à 400°C.....	61
3.2 Analyse microscopique après traitement thermique à 350°C.....	62
4. Test de dureté VICKERS	63
5. Test de conductivité électrique	66
6. Test de densité.....	67
7. Test de compression	68
8. Discussions des résultats	71
Conclusion générale	73
Références bibliographiques.....	75

Liste des figures

N°	Titre de la figure	Numéro de page
01	Structure cristalline du zinc blende	07
02	Zinc blende	07
03	Courbe de refroidissement du zinc	08
04	Aluminium pur.	09
05	Courbe de refroidissement de l'aluminium	11
06	Cuivre pur	12
07	La courbe de refroidissement du cuivre	14
08	Structure cristalline du cuivre.	14
09	Courbe de refroidissement du magnésium	16
10	Courbe de refroidissement d'un métal pur	17
11	Evolution des grains lors de la solidification	18
12	Forme de l'interface solide/liquide en fonction de la vitesse de l'avancement	19
13	Représentation d'une dendrite	19
14	Les différents processus de la métallurgie des poudres	20
15	Les domaines d'application de la métallurgie des poudres	21
16	Procédé de production des poudres	22
17	Exemple de broyeur mécanique à billes	24
18	Deux types de broyeurs	24
19	Elaboration de poudres métalliques par atomisation gazeuse	25
20	Les différentes étapes de fabrication de la poudre par électrolyse	26
21	Porosités granulaires	28
22	Les formes des grains de poudres métalliques.	28
23	Compression uni axiale.	34
24	Différentes phases à suivre pour la compression	35
25	Stade1 du frittage	37
26	Image au microscope électronique à balayage de la formation de ponts entre les particules	38

27	Formation et croissance des ponts	38
28	Stade 2 du frittage	39
29	Stade 3 du frittage	40
30	Evolution de la densité relative au cour des étapes de densification	40
31	Balance (KERN) ABJ-NM/ABS-N avec une précision de 0,01mg.	45
32	Le broyeur	46
33	Presse hydraulique de type oehlgass.	47
34	Pastilleuse cylindrique en acier	47
35	Le four	48
36	Polisseuse mécanique avec papier abrasif Polisseuse de finition avec feutre imbibé d'eau contenant de l'alumine.	50
37	Microscope optique	51
38	Appareil de mesure de la dureté de Vickers	52
39	Principe de l'essai de dureté de Vickers.	52
40	Appareil de mesure de la résistivité électrique.	54
41	Appareil de mesure de la densité	55
42	Machine hydraulique a compression «EXCELDIDACTIC».	56
43	Pastille avant frittage	58
44	Microstructure de la pastille avant le frittage obtenue avec un microscope optique (zoom X200)	59
45	Microstructure de la pastille avant le frittage obtenue avec un microscope optique (zoom x400)	59
46	Pastille après frittage à 400°C	60
47	Pastilles frittées à 400°C : a) broyée 1h, b) broyée 3h, c) broyée 4h	61
48	Pastilles frittées à 350°C : a) broyée 1h, b) broyée 3h, c) broyée 4h	62
49	Graphe de compression de la pastille fritté à 400°C : a) broyée 1h, b) broyée 3h, c) broyé 4h	68
50	Graphe de compression de la pastille fritté à 400°C : a) broyée 1h, b) broyée 3h, c) broyé 4h	69
51	Graphe de compression pastille broyé 4h sans frittage	69

Liste des tableaux

N°	Titre du tableau	Numéro de page
01	Caractéristiques du zinc.	06
02	Caractéristiques de l'aluminium.	10
03	Caractéristiques du cuivre pur	13
04	caractéristique du magnésium pur.	16
05	Propriétés des poudres	44
06	Broyage et Températures de frittage des pastilles traitées	49
07	Mesures dimensionnelles des échantillons	58
08	Mesures dimensionnelles des échantillons après le frittage.	60
09	Résultats du test de dureté de VICKERS.	66

Introduction générale

Connue depuis la plus haute antiquité, la fonderie (la métallurgie classique) fait partie des premiers métiers de l'homme. L'évolution de la coulée des métaux, que l'on peut faire remonter au moins à 3 000 ans avant J-C, présente une grande importance technique et culturelle. La coulée est une opération fondamentale dans la mise en forme des métaux. De nombreux objets de l'histoire de la culture n'auraient pas vus le jour sans une maîtrise très ancienne de la coulée en moule, tels les outils, les armes, les cloches et les sculptures. Jusqu'à ce jour, cette technique reste la plus utilisée dans le domaine de l'industrie contemporaine. Néanmoins, ce procédé est très coûteux en terme d'énergie consommée, mais aussi peu pratique dans la production en grande série.

Depuis quelques décennies, la métallurgie des poudres a révolutionné le marché de l'industrie, car elle apporte des solutions techniques concurrentielle ou innovante pour divers secteurs industriels, c'est un procédé d'élaboration direct sans fusion des pièces métalliques mais elle est plus développée comparativement à la fonderie, car elle permet de créer un large éventail de pièces en grande série tout en restant économiquement favorable. Dans la plupart des procédés d'élaboration par métallurgie des poudres, on distingue deux étapes essentielles. La première est la mise en forme de la poudre par compression à froid, soit de manière uni-axiale ou isostatique. La deuxième consiste en un traitement thermique de densification par frittage. Ce traitement thermique a pour objet la densification du matériau par frittage des particules à une température inférieure à la température de fusion de l'un des constituants au moins. Ce processus thermique vise à « souder » les grains les un aux autres et permet d'éliminer, en même temps, une grande partie de la porosité.

Notre étude porte sur l'influence du temps de broyage et de la température du frittage sur le Zamak

La question principale à laquelle nous tenterons de répondre est:

« Quelle serait l'influence du temps de broyage et de la température du frittage sur le Zamak? »

Dans l'analyse de notre problématique ressort des questions secondaires qui sont :

- Comment le temps de broyage et la température de frittage influencent-ils le Zamak ?

- Comment peut-on mesurer l'influence du temps de broyage et de la température du frittage sur le Zamak?

Afin de répondre aux questions posées nous avons formulé deux hypothèses :

Hypothèse n° 1 : La durée du temps de broyage influence le Zamak.

Hypothèse n° 2 : La température de frittage influence le Zamak.

Afin de réaliser notre travail de recherche, nous avons adopté d'une part, une démarche descriptive ; Pour cela, nous avons réalisé une étude bibliographique.

Pour ce faire, on a organisé notre travail comme suit :

Une partie théorique composée d'un seul chapitre :

Le premier chapitre est consacré à la description de l'alliage par la métallurgie classique, la définition, les principes, sa composition et les caractéristiques...

- La partie empirique portera sur deux chapitres :

Le premier chapitre permet de définir les matières premières et techniques expérimentales utilisées.

Le deuxième chapitre sera consacré à l'étude et à l'analyse des données recueillies à travers une enquête menée sur le terrain.

Pour finir, quelques suggestions et recommandations sont mises en exergue. Enfin, nous terminerons par une conclusion générale.

CHAPITRE I : Le zamak et la métallurgie des poudres

Introduction

Dans ce chapitre nous décrivons d'abord dans la première partie une étude sur l'alliage du zamak par la métallurgie classique, suivi d'une présentation générale de la métallurgie des poudres, ses avantages et les domaines d'utilisation. Nous présenterons aussi les diverses méthodes utilisées pour l'élaboration des poudres métalliques ainsi que les techniques de mise en forme des poudres (frittage en phase solide et liquide).

1. Etude de l'alliage du zamak par la métallurgie classique :

Le zamak est un alliage de plusieurs métaux, dont le zinc, l'aluminium, le magnésium et plus rarement le cuivre. Il est apparu entre 1926 et 1929. L'appellation commerciale « Zamak » date du premier brevet (1926) déposé par August Heckscher et Stephen S. Palmer, dirigeants de la New Jersey Zinc Company, future Horsehead Corporation.

Il tire son nom de l'acronyme en allemand de chaque élément entrant dans sa composition : Zinc, Aluminium, Magnesium et Kupfer (cuivre).

Sa masse volumique est de $6\,700\text{ kg/m}^3$ et sa température de fusion de 385 °C .

Le zamak est connu par ses caractéristiques mécaniques remarquable, en effet la très bonne coulabilité sous pression, sa stabilité dimensionnelle et sa résistance à la corrosion (la première fonction du zinc est de protéger l'acier) en font de un alliage propice à la fabrication de pièces très minces, de forme complexe, permettant des cadences de production élevées, faisant de cet alliage un composant techniquement fiable et économiquement très compétitif pour les concepteurs de technologies.

Les alliages de zinc sont réutilisables à 100 %, sans perte de caractéristiques par le recyclage des produits en fin de vie. Ils contribuent ainsi à la consommation raisonnée des matières premières.

L'utilisation du Zamak dépasse aujourd'hui l'industrie du jouet et la bimbeloterie. Des pièces en Zamak sont privilégiées dans l'automobile, le bâtiment, la décoration, l'électricité et l'électronique, l'habillement, le sport et le médical.

Et si, comme le soulignait à juste titre la définition d'avant, le Zamak est plébiscité pour la fabrication des charnières de lunettes WC, il sert aussi la créativité des designers de bouchons de parfums et spiritueux.

CHAPITRE I : Le zamak et la métallurgie des poudres

1. 1 Caractéristique du zinc :

Le zinc est un métal non ferreux extrait de minerais contenant du blende (sulfate de zinc). Ce métal lourd est malléable à haute température et idéal pour la réalisation d'alliages. Excellent conducteur électrique et thermique, il est également connu pour sa grande résistance à la corrosion et son entretien facilité. Sa texture cristalline est nette, le cristal a une maille hexagonale compacte, sa densité avoisine 7,14.

Selon les normes AFNOR (association française de normalisation) A 55-102 "Alliages de zinc en lingots" et A 55-010 "Pièces moulées sous pression en alliages de zinc"

1. 2 Propriété chimique du zinc :

Numéro atomique	30
Masse atomique	65,37 g.mol ⁻¹
Electronégativité de Pauling	1,6
Masse volumique	7,11 g.cm ⁻³ à 20°C
Température de Fusion	420 °C
Température de d'ébullition	907 °C
Rayon atomique (Vander Waals)	0,138 nm
Rayon ionique	0,074 nm (+2)
Isotopes	5
Configuration électronique	[Ar] 3d ¹⁰ 4s ²
Energie de première ionisation	904,5 kJ.mol ⁻¹
Energie de deuxième ionisation	1723 kJ.mol ⁻¹
Potentiel standard	- 0,763 V
Découverte	Connu dès l'antiquité.

Tableau n° 01: Caractéristiques du zinc.

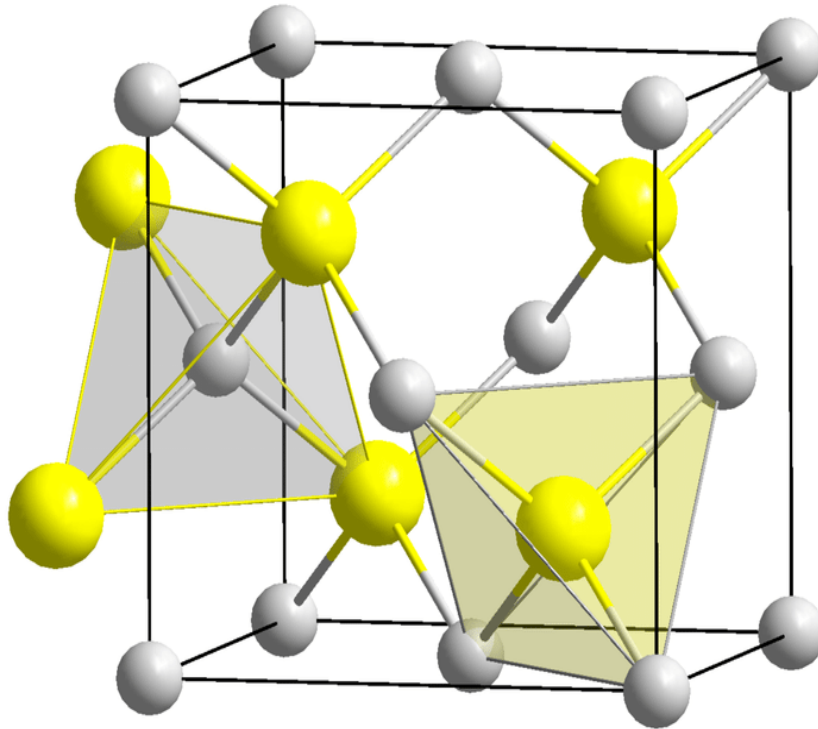


Figure 01 : Structure cristalline du zinc blende [01]



Figure 02 : Zinc blende [01]

1. 3 Courbe de refroidissement du zinc :

La courbe de refroidissement est une courbe qui représente le changement de l'état de la matière, généralement d'un gaz à un solide ou d'un liquide à un solide. La variable indépendante (axe des abscisses) est le temps et la variable dépendante (axe des ordonnées) est la température.

Le point initial de la courbe est la température de départ de la matière. Lorsqu'un changement de phase se produit, la température reste constante. Le taux de refroidissement est la pente de la courbe de refroidissement en tout point.

Suivant la solidification d'un métal pur soumis à un refroidissement lent grâce à un thermocouple, la courbe 'analyse thermique (variation de la température avec le temps), présente un palier qui correspond à une période de coexistence du liquide et des cristaux de solide et définit la température de solidification du métal [01]. Le passage du liquide au solide est la transformation structurale la plus importante de la métallurgie. La plupart des métaux et des alliages, ainsi que les cristaux semis conducteurs, sont élaborés par cette voie. L'assemblage par soudage met en jeu la succession d'une fusion et d'une solidification.

Pour comprendre la microstructure résultante de la solidification, il faut étudier l'évolution du système avec la température. Ces diagrammes tirent leurs origines des propriétés thermodynamique des systèmes. L'approche thermodynamique est cependant insuffisante, c'est en effet la cinétique de la solidification qui, par les conditions de vitesse du front de solidification, de gradient de température,...etc, impose la morphologie des produits, les ségrégations chimiques à divers échelles et autres défauts de coulés [01].

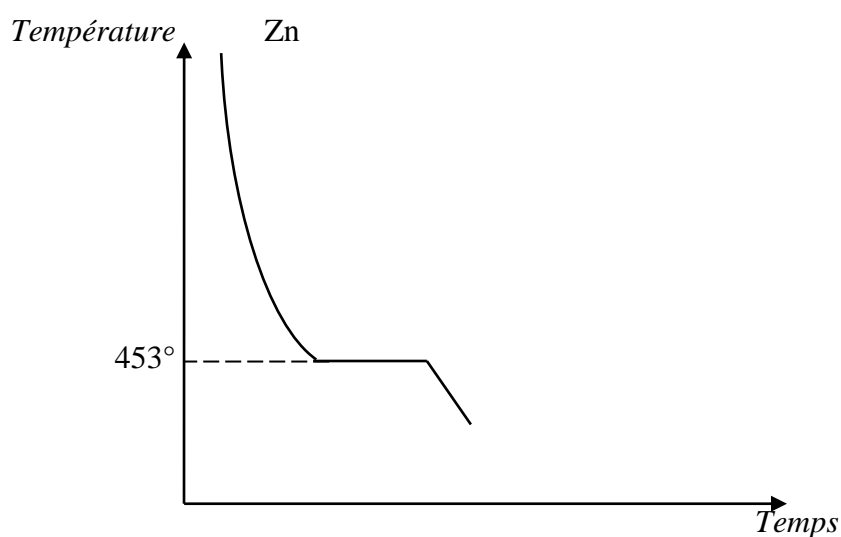


Figure 03 : Courbe de refroidissement du zinc [01]

1. 4 Caractéristiques de l'aluminium pur :

L'aluminium est un élément chimique, de symbole Al et de numéro atomique 13. C'est un métal pauvre, malléable, de couleur argentée (voir figure 02), qui est remarquable pour sa résistance à l'oxydation et sa faible densité.

C'est le métal le plus abondant de l'écorce terrestre et le troisième élément le plus abondant après l'oxygène et le silicium ; il représente en moyenne 8 % de la masse des matériaux de la surface solide de notre planète.

L'aluminium est trop réactif pour exister à l'état natif dans le milieu naturel : on le trouve au contraire sous forme combinée dans plus de 270 minéraux différents, son minerai principal étant la bauxite, où il est présent sous forme d'oxyde hydraté dont on extrait l'alumine.

Les principales propriétés de l'aluminium sont : Bon conducteur de la chaleur et de l'électricité faible masse volumique : 2,7 kg/dm³. Point de fusion : 658° C.



Figure 04 : Aluminium pur [02].

Numéro atomique	13
Masse atomique	26,98154 g.mol ⁻¹
Electronégativité de Pauling	1,5
Masse volumique	volumique 2,7 g.cm ⁻³ à 20 °C
Structure cristalline	Cubique faces centrées
Température de Fusion	660,4 °C
Température de d'ébullition	2467 °C
Rayon atomique (Van der Waals)	0,143 nm
Rayon ionique	0,05 nm
Isotope naturel	1
Isotope artificiel	16
Configuration électronique	1s ² 2s ² 2p ⁶ 3s ² 3p ¹
Energie de première ionisation	577,4 kJ.mol ⁻¹
Energie de deuxième ionisation	1816,1 kJ.mol ⁻¹
Energie de troisième ionisation	2744,1 kJ.mol ⁻¹
Potentiel standard	- 1,67
Découverte	L'aluminium était connu depuis l'antiquité mais ne fut isolé indépendamment qu'en 1854 par Deville et Bunsen.
Abondances	représente à peu près 7,40% en poids de l'écorce terrestre.
Minerais	<ul style="list-style-type: none"> ▪ bauxite, Al₂O₃,3 H₂O ▪ gibbsite : Al(OH)₃ ▪ diaspore : HAlO₂ ▪ cryolithe, Na₃AlF₆ ▪ Kaolin ▪ micas, ▪ feldspaths(orthose, albite) ▪ zéolithes ▪ grenats

	<ul style="list-style-type: none"> ▪ oxydes : corindon, émeri, rubis, saphir ▪ spinelle
--	---

Tableau 02 : Caractéristiques d'aluminium.

1. 5 Courbe de refroidissement de l'aluminium :

La figure 04 représente la courbe de refroidissement de l'aluminium ou nous observons une baisse de température dans un laps de temps donné jusqu'à une température dite de changement de phase, c'est à ce moment que la cristallisation des molécules de l'aluminium commence à se faire. Ce changement de phase se fait à une température de 660°C.

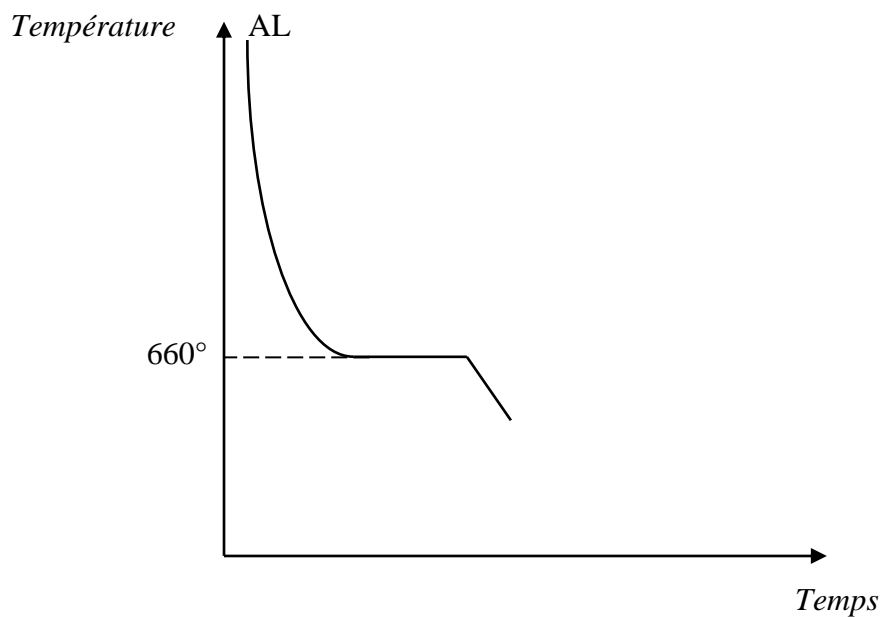


Figure 05 : Courbe de refroidissement de l'aluminium [02]

1. 6 Caractéristiques du cuivre pur :

Le cuivre de symbole chimique Cu, de couleur rouge ou orangée (figure 5) est l'un des rares métaux qui existe à l'état natif. C'est un élément de période 4 et du groupe 11 de la classification périodique, il appartient à la famille des métaux de transition.

Le cuivre de configuration électronique [Ar] 3d¹⁰ 4s¹ possède un nombre atomique Z=29 et une masse atomique 63,54 ua, sa structure cristalline est cubique à faces centrées

avec quatre atomes par maille élémentaire comme le montre la figure 7. Dans le tableau périodique de Mendeleïev, le cuivre est de la même famille que l'argent et l'or car chacun possède une orbitale occupée par un seul électron sur des sous-couches p et d totalement remplies, ce qui permet la formation de liaisons métalliques. Les trois métaux de ce groupe ont un caractère denoblesse et de rareté accru, du cuivre semi-noble à l'or véritablement noble. Le premier caractère s'explique par leurs rayons atomiques faibles (135pm), leurs compacités d'empilement atomique, leurs potentiels d'ionisation plus importants à cause des sous-couches de leurs points de fusion relativement élevés et enfin leurs faibles réactivités [03].

Le cuivre est un métal ductile possédant une conductivité électrique et thermique particulièrement élevée qui lui confèrent des usages variés, par exemple il est utilisé comme matériau de construction, il rentre dans la composition de nombreux alliages notamment dans la fabrication des radiateurs et les échangeurs de chaleur. Sa bonne conductivité électrique (la meilleure parmi les métaux non précieux) et thermique a fait de lui un matériau de choix en télécommunications, les transports ou encore le domaine de l'énergie. Les caractéristiques physico-chimiques et mécaniques du cuivre sont résumées dans le tableau03.



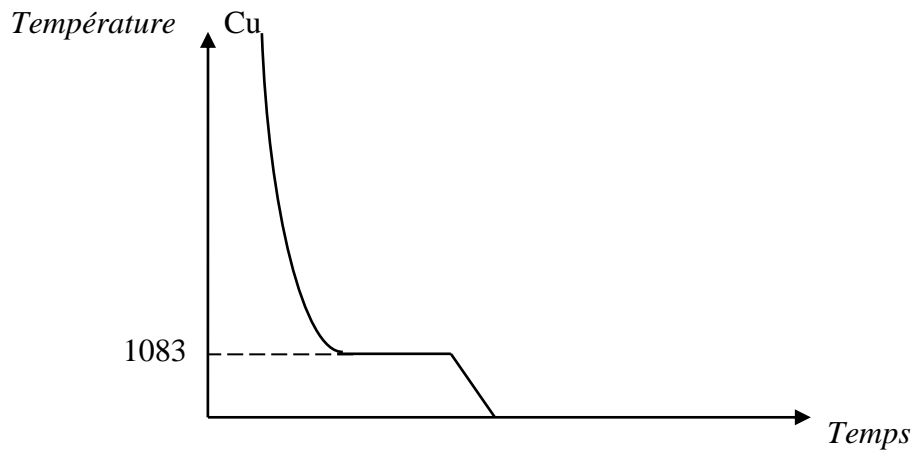
Figure 06: Cuivre pur [03]

Masse atomique	63,65
Numéro atomique	29
Masse volumique à 20° C	8,98 a 8,9 Kg /Dcm ³
Résistivité électrique a 20° C	1,7241 à 1,76 $\mu\Omega$ cm ² /cm
Coefficient de variation de résistance par degrés entre 10 et 30° C	0,00393
Conductibilité thermique	384 W/m .deg.,330 kCal/m.h.deg
Conductivité électrique	59,6 \times 10 S \cdot m ⁻¹
Chaleur latente de fusion	180KJ/kg,43 kCal/kg
Chaleur massique de 0 a 100°C	0.380 KJ/kg deg.,0.0912Kcal/kg.deg
Température de fusion	1083 °C
Température de recuit	De 375 a 650°C
Température de forgeage	7510 a 900 °C
Point 'ébullition	2595 °C
Dilatabilité linéique entre 10 à 100°C	17 \times 10 ⁽⁻⁶⁾ /deg
Coefficient de poisson	0.33
Module d'élasticité transversale	4300 daN / mm ²
Resistance à la corrosion	Moyenne
Attitude aux déformations à froid	Très bonne
Attitude aux déformations à chaud	Bonne

Tableau 03 : Caractéristiques du cuivre pur.

1.7 Courbe de refroidissement du cuivre :

La figure 06 représente la courbe de refroidissement du cuivre ou nous observons une baisse de température dans un laps de temps donné jusqu'à une température dite de changement de phase, c'est à ce moment que la cristallisation des molécules de cuivre commence à se faire. Ce changement de phase se fait à une température de 1083°C. Figure 06 : Courbe de refroidissement du cuivre pur [03].



La figure 07 : la courbe de refroidissement du cuivre [03]

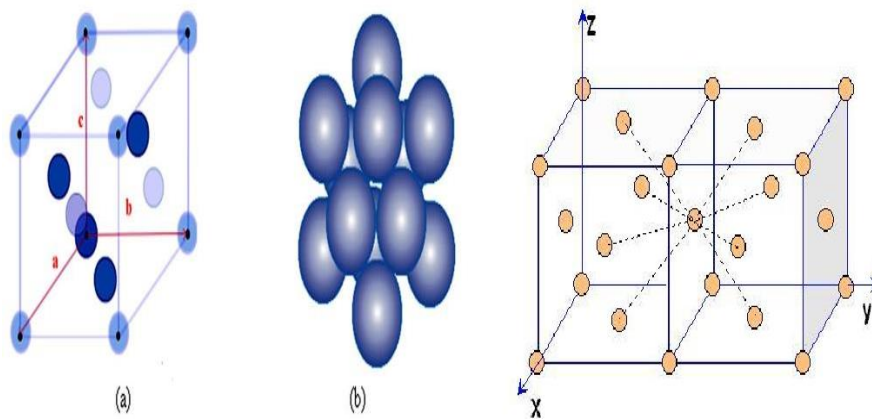


Figure 08: Structure cristalline du cuivre. [03]

1. 8 Caractéristiques du magnésium pur :

Le magnésium est un élément chimique métallique de symbole Mg et de numéro atomique 12. C'est le plus léger des métaux structuraux. Le nom de magnésium vient probablement de celui d'une bourgade d'Asie Mineure, Magnesia, bien connue plusieurs siècles avant notre ère pour sa magnésie blanche.

Le magnésium a pour masse atomique 24,312 ua. Il existe trois isotopes naturels, stables, de nombres de masse 24 (78,99 p. 100), 25 (10,00 p. 100) et 26 (11,01 p. 100). Seize isotopes artificiels radioactifs et de nombres de masse allant de 19 à 23 et de 27 à 37 ont été synthétisés. La structure électronique à l'état fondamental est $1s^2 ; 2s^2, 2p^6 ; 3s^2$; le rayon atomique vaut 0,160 nm.

CHAPITRE I : Le zamak et la métallurgie des poudres

Le tableau (partie droite) présente les caractéristiques physiques principales du magnésium commercial à 99,8 p. 100 et de quelques alliages.

La conductibilité thermique est relativement élevée. Le magnésium vient au quatrième rang des métaux industriels derrière l'argent, le cuivre et l'aluminium et avant le zinc, le nickel, le fer et le titane. Les alliages et notamment ceux au zinc, zirconium et thorium conservent une conductibilité thermique relativement élevée qui favorise les utilisations à chaud.

La section de capture des neutrons thermiques est particulièrement favorable pour le magnésium. Seul le béryllium présente un coefficient plus faible. Le zirconium et l'aluminium sont trois fois plus absorbants, le fer neuf fois plus. Cette propriété a été largement exploitée dans la fabrication des gaines de combustibles de la filière uranium naturel-graphite-dioxyde de carbone.

Le magnésium appartient au groupe 2 période 3 ; il est caractérisé par le seul degré d'oxydation + II ; l'ion Mg^{2+} est incolore et de saveur amère

Numéro atomique	12
Masse atomique	24,305 g.mol ⁻¹
Electronégativité de Pauling	1,2
Masse volumique	1,74 g.cm ⁻³ à 20 °C
Température de Fusion	650 °C
Température d'ébullition	1107 °C
Rayon atomique (Van der Waals)	0,16 nm
Rayon ionique	0,065 nm
Isotopes	3
Configuration électronique	[Ne] 3s ²

Energie de première ionisation	737,5 kJ.mol ⁻¹
Energie de deuxième ionisation	1450 kJ.mol ⁻¹
Potentiel standard	- 2,34 V
Découverte	Le magnésium était déjà connu dans l' antiquité . Davy l' isola en 1808 et lui donna son nom

Figure n° 04 : caractéristique du magnésium pur.

1. 9 Courbe de refroidissement du magnésium :

La figure 08 représente la courbe de refroidissement du magnésium ou nous observons une baisse de température dans un laps de temps donné jusqu'à une température dite de changement de phase, c'est à ce moment que la cristallisation des molécules du magnésium commence à se faire. Ce changement de phase se fait à une température de 650°C.

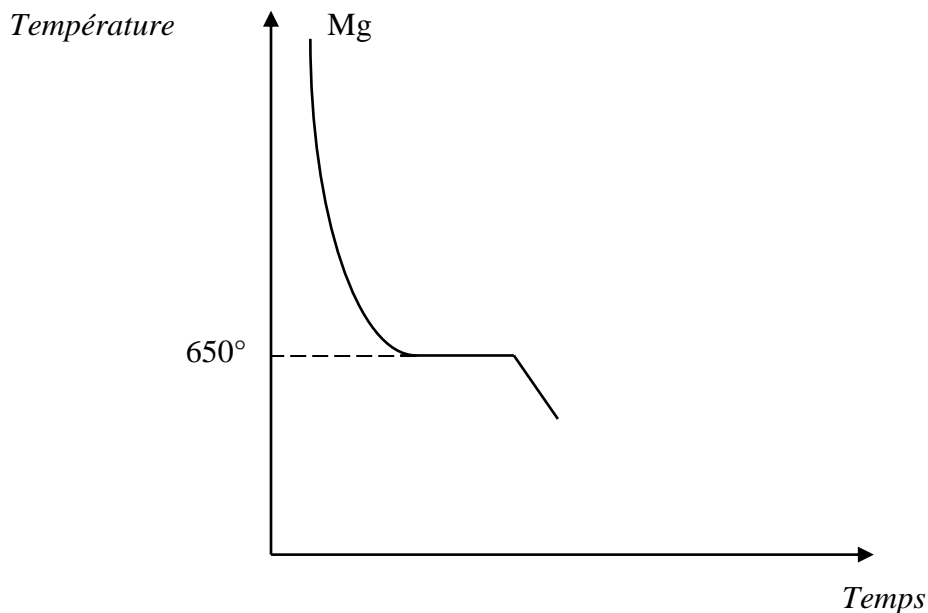


Figure N° 09 : courbe de refroidissement du magnésium [04]

1. 10 Phénomènes de solidification (frittage):

A l'exception du mercure, lorsqu'on refroidit un métal ou un alliage en fusion à température ambiante entraîne une solidification [05]. Le passage de la phase liquide à la phase solide s'appelle un changement de phase. Lorsqu'un métal pur en fusion est refroidi, sous pression constante (pression atmosphérique par exemple), le changement de phase s'effectue toujours à une température fixe qui est le point de fusion. Au point de fusion, les deux phases liquide et solide coexistent. La détermination de ce point s'effectue en enregistrant la courbe de refroidissement (température en fonction du temps). La cristallisation étant un phénomène exothermique, au passage par le point de fusion, la chaleur perdue par le refroidissement de l'alliage est temporairement compensée (voir figure 08). Ce palier isotherme est d'autant plus marqué que le refroidissement est lent et que la masse de l'alliage est plus grande.

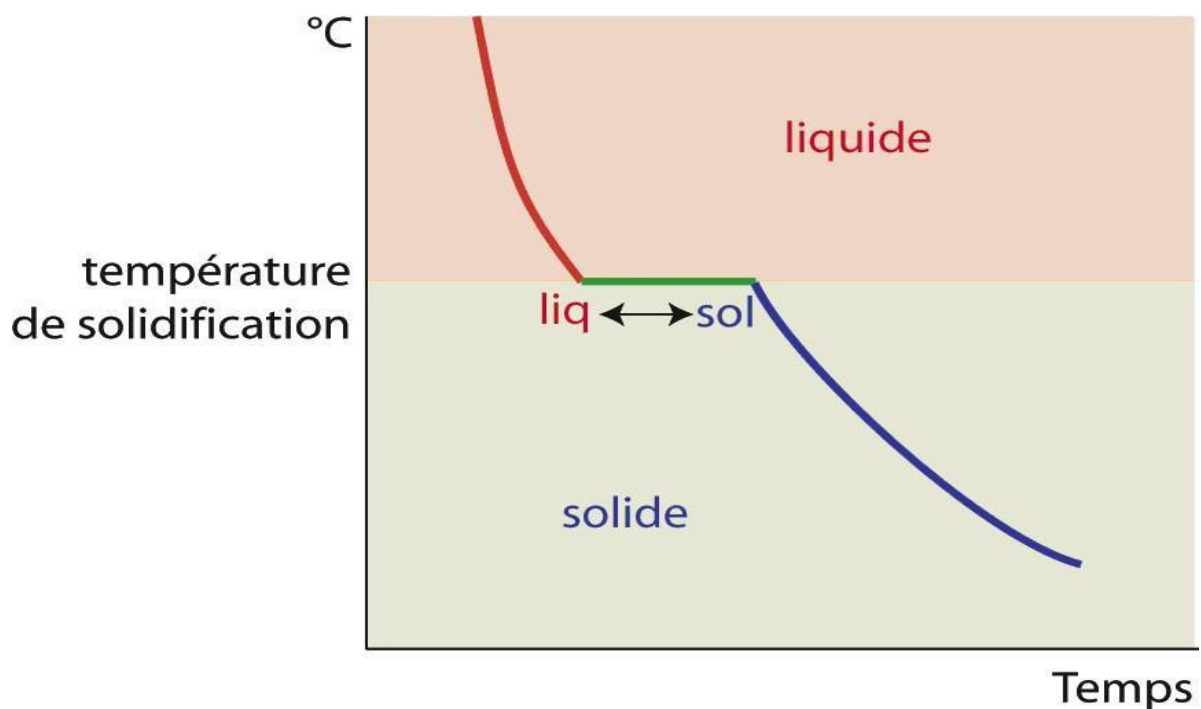


Figure 10: Courbe de refroidissement d'un métal pur [05]

La solidification se fait en général par cristallisation à partir de la formation de germes de phase solide au sein du métal liquide puis par la croissance de ces germes. On parle ainsi de germination ou croissance comme le montre la figure 10.

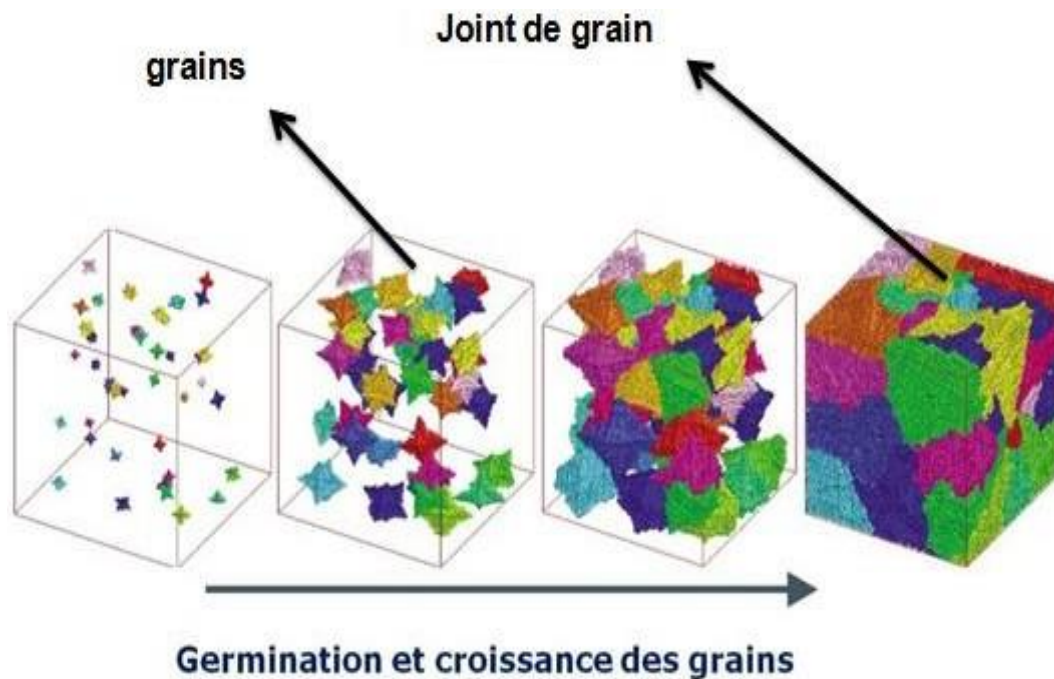


Figure 11: Evolution des grains lors de la solidification [05]

La germination :

La première étape de la solidification est la germination de particules solides dans le liquide. On distingue deux types de germination à savoir:

- La germination homogène, c'est la solidification d'un noyau d'atomes du liquide grâce à des fluctuations statistiques dues à l'agitation thermique.
- La germination hétérogène c'est en général celle qui se produit car dans ce cas, la barrière d'enthalpie de germination est plus faible, celle-ci peut se faire sur des particules présentes dans le liquide que l'on appelle affinant, ou sur les parois du moule en fonderie. Celles-ci vont augmenter le nombre de sites de germination et donc permettre d'avoir une taille de grains plus faible [06].

La croissance :

Au fur et à mesure que la solidification s'effectue, l'interface solide/liquide se déplace. Le front Solide/liquide peut être plan, cellulaire ou dendritique en fonction de la composition et de la vitesse de refroidissement comme indiqué sur la (figure 11). Par exemple les alliages d'aluminium se solidifient sous forme de dendrites (figure 12). Il est important de noter que, les bras dendritiques se forment selon des directions cristallographiques déterminées [07].

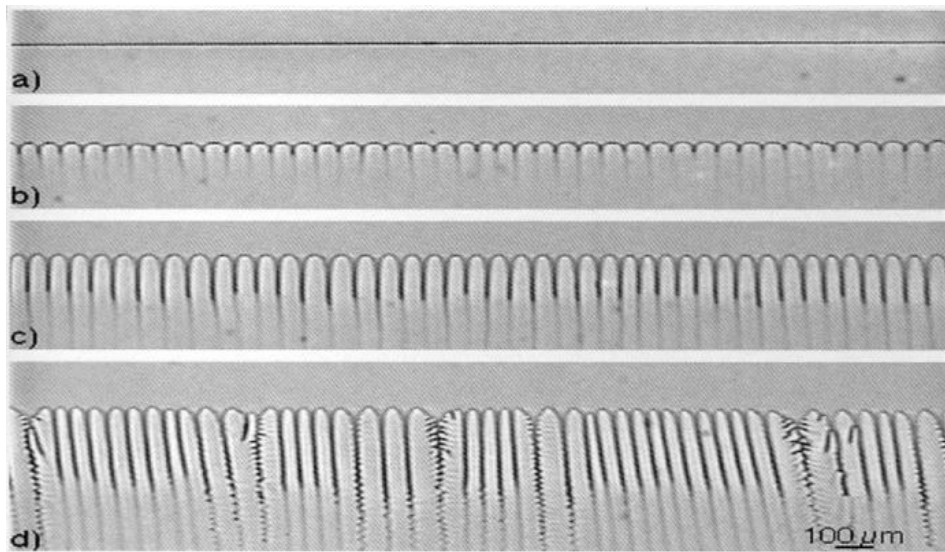


Figure 12 : Forme de l'interface solide/liquide en fonction de la vitesse de l'avancement [07]

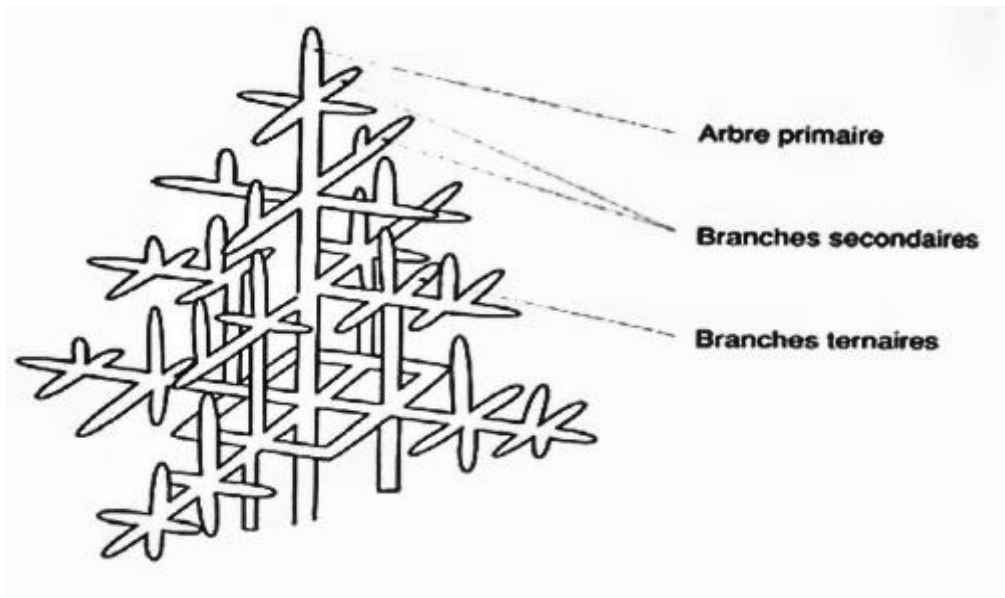


Figure 13 : Représentation d'une dendrite [05].

2. Métallurgie des poudres :

La métallurgie des poudres est l'une des techniques tout à fait originales de mise en forme d'objet métallique et totalement différente des autres techniques c'est un terme générique couvrant plusieurs procédés utilisés lors de la fabrication de composants métalliques à partir de poudres métalliques, ce qui permet de créer un large éventail de pièce tout en restant économiquement favorable. C'est l'ensemble des sciences et techniques de fabrication des pièces métalliques par frittage de poudres.

Comme il n'y a pas de fusion (le frittage consiste globalement en un soudage des grains par diffusion et fusion locale), cette technique permet de moins chauffer (donc de faire des économies d'énergie), et d'avoir un retrait très faible au refroidissement. On peut donc avoir des surfaces fonctionnelles brutes de frittage, ne nécessitant pas d'usinage ultérieur, ce qui permet d'économiser du matériau et de la main d'œuvre, donc de réduire les coûts ainsi que l'impact environnemental [08].

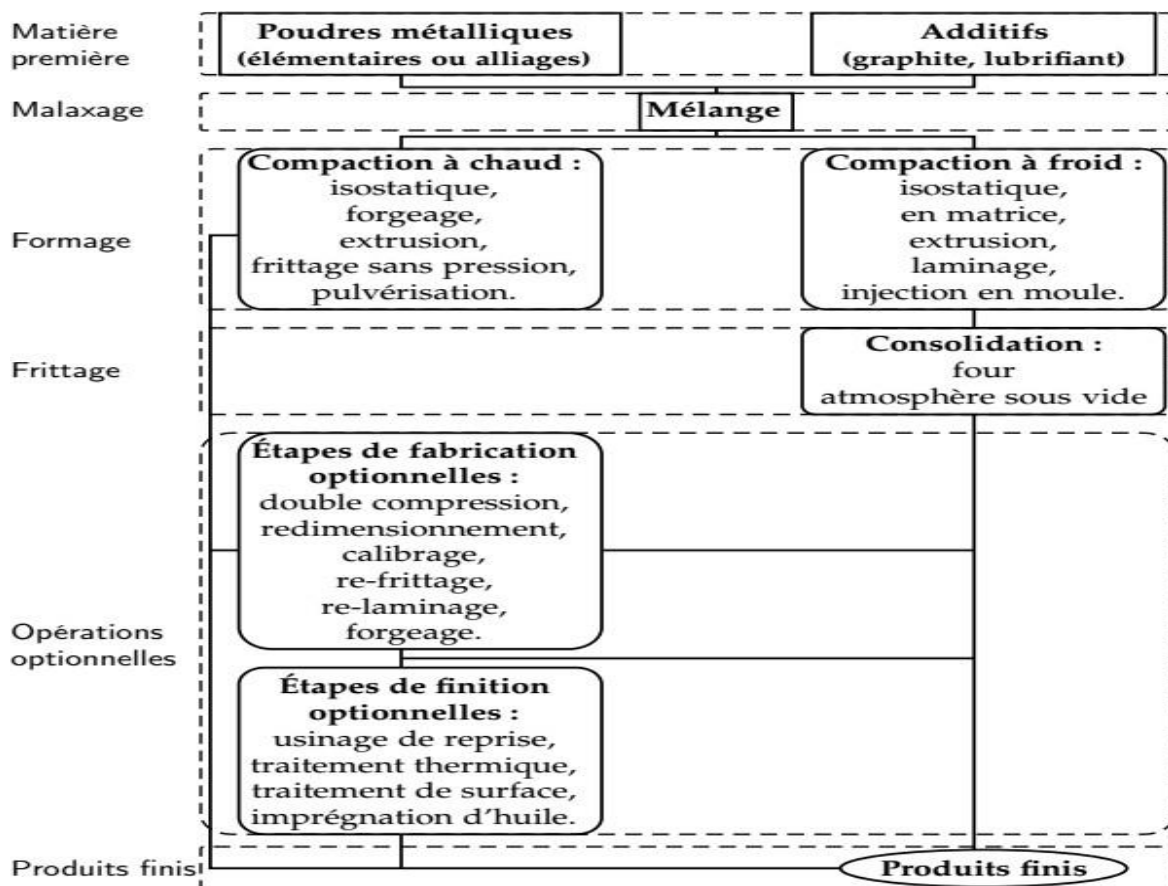


Figure 14 : Les différents processus de la métallurgie des poudres [08]

2.1 Domaines d’application de la métallurgie des poudres :

La métallurgie des poudres, qui consiste à travailler le métal sous forme de poudre, au lieu de le fondre, connaît aujourd’hui un regain d’intérêt. Elle concerne en effet la fabrication de pièces pour la plupart des secteurs industriels, L’utilisation de poudres dans le domaine de la métallurgie des poudres se concentre dans le domaine de l’automobile, qui représente une part de 74 %. Pour les autres utilisations, on trouve 13 % dans les domaines conjoints des transports et de l’espace et 13 % pour les loisirs, Figure (08).

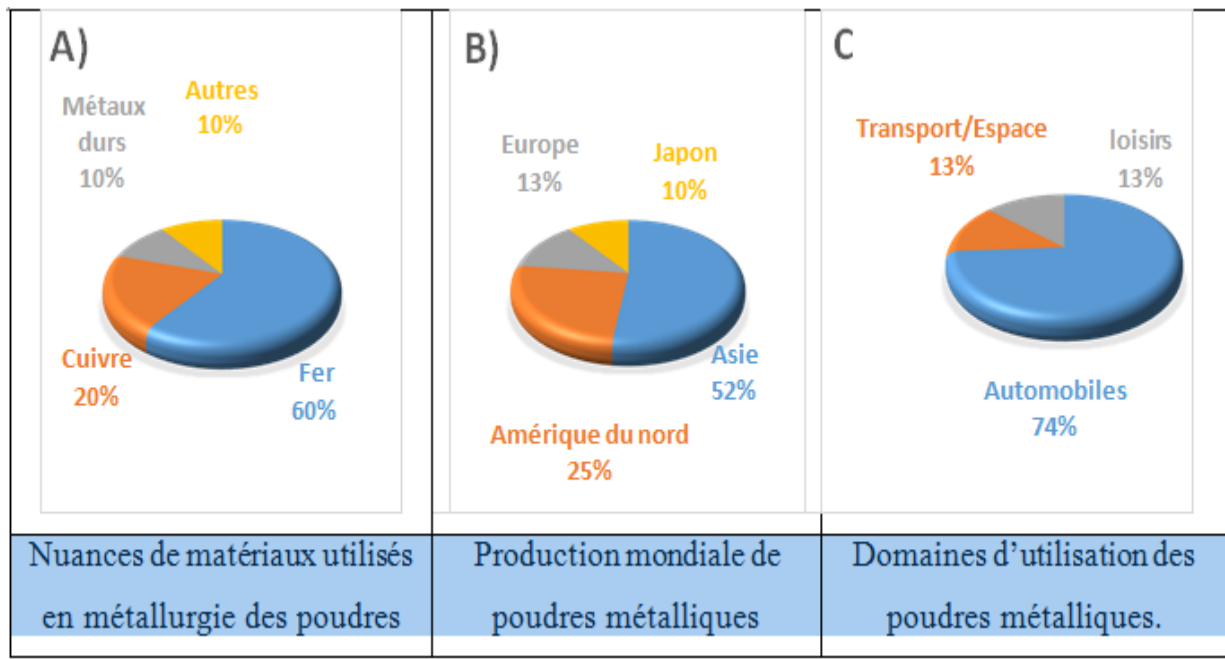


Figure 15 : Les domaines d’application de la métallurgie des poudres [08]

2.2 Les avantages de la métallurgie des poudres :

Les avantages de la fabrication de pièces par le procédé de la métallurgie des poudres sont nombreux. Les autres avantages du procédé sont décrits ci-dessous :

- Diminution des pertes de matières premières.
- Diminution ou élimination de l’usinage.
- Contrôle précis de la composition et des propriétés physiques et mécanique.
- Contrôle précis des dimensions et du fini de surface.
- Fabrication de pièces complexes.
- Possibilité de combiner des matériaux qui ne peuvent l’être par d’autres méthodes.
- Possibilité de remplacer des assemblages de plusieurs pièces par une seule pièce.

2.3 Les inconvénients de la métallurgie des poudres :

Il existe bien sûr certaines limitations associées au procédé. Parmi celles-ci, signalons certaines contraintes quant à la forme et à la géométrie des pièces. Il est impossible, par exemple, de faire des trous filetés, des ressorts ou des pièces avec des trous transversaux en utilisant le procédé de la métallurgie des poudres. De plus, dans le cas de certaines pièces à géométrie complexe, il est parfois difficile d'obtenir une densité distribuée de façon homogène dans la pièce. Cette non-uniformité de la distribution de la densité peut amener des problèmes de formes finales et de faiblesses dans certaines parties de la pièce [08]. Finalement, il est à noter que la taille maximale des pièces qu'il est possible de faire par métallurgie des poudres est directement liée à la pression maximale que les presses sont capables d'appliquer.

2.4 Elaboration des poudres métalliques :

C'est un ensemble des particules dont la taille est généralement comprise entre 1 et 500 µm [22]. Les procédés de fabrication des poudres sont nombreux et s'appliquent en fonction de la nature des métaux, quantités, prix de revient caractéristiques, pureté et application des poudres, dans ce qui suit, on essaye de donner un aperçu sur les méthodes de fabrication des poudres[08].

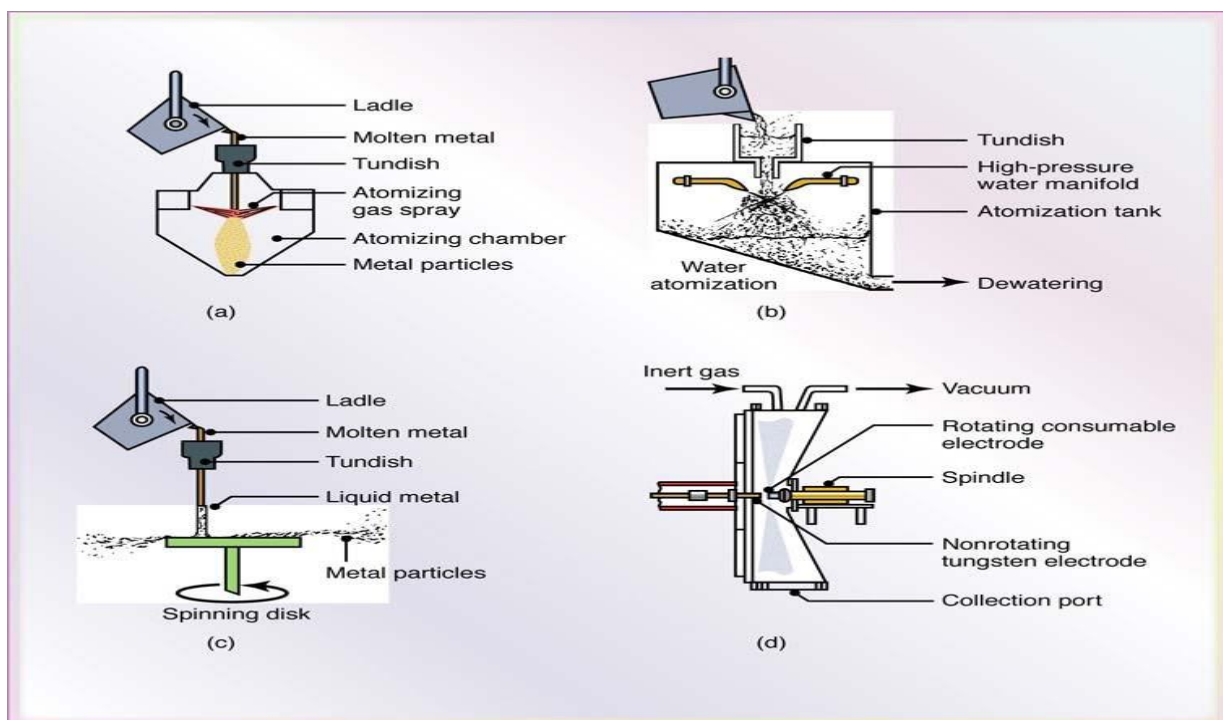


Figure 16: Procédé de production des poudres [08]

Les méthodes mécaniques s'appliquent essentiellement aux poudres métalliques. La plus utilisée est le broyage à l'aide d'appareils à marteaux ou à boulets. Les métaux liquides peuvent être dispersés en fines gouttelettes qui sont ensuite solidifiées rapidement dans l'air ou dans l'eau. Dans la plupart des méthodes utilisées, un flux de métal liquide est soumis à un jet d'air (ou d'eau) qui refroidit ou gèle les gouttes de métal. Une autre méthode consiste à faire tomber le jet de métal fondu sur un disque rotatif qui est simultanément refroidi par de l'air ou de l'eau. Ces procédés, appelés atomisation sont applicables à n'importe quel métal ou alliage qui peut être facilement fondu.

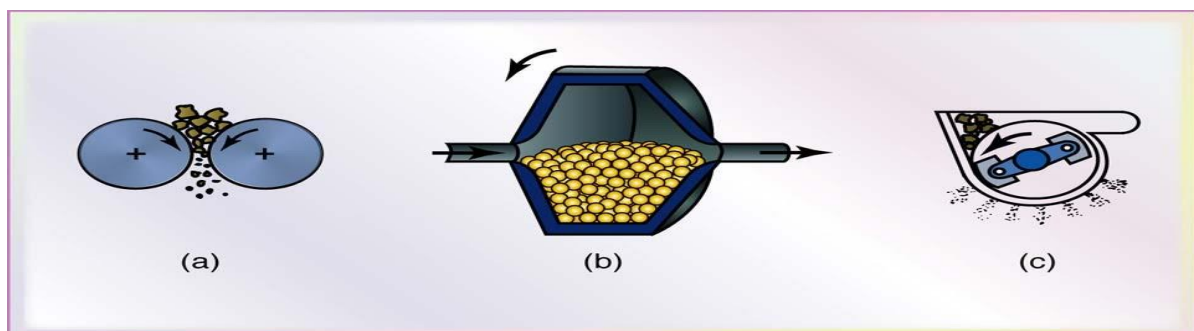
2.4.1 Procédés mécaniques :

Parmi les procédés mécaniques on cite [09]:

A. Broyage :

1. Opération consistant à réduire une matière à une dimension donnée, correspondant à son emploi, ou facilitant la séparation de constituants hétérogènes.
2. Mise en dispersion, par action mécanique, de pigments et de matières de charge dans un liant en vue d'obtenir une pâte aussi homogène que possible.

En minéralurgie, le broyage se fait jusqu'à la maille de libération. La maille de libération d'un minéral est la taille au dessous de laquelle une particule de minerai est parfaitement libérée, c'est à dire constituée uniquement de poudres introduites



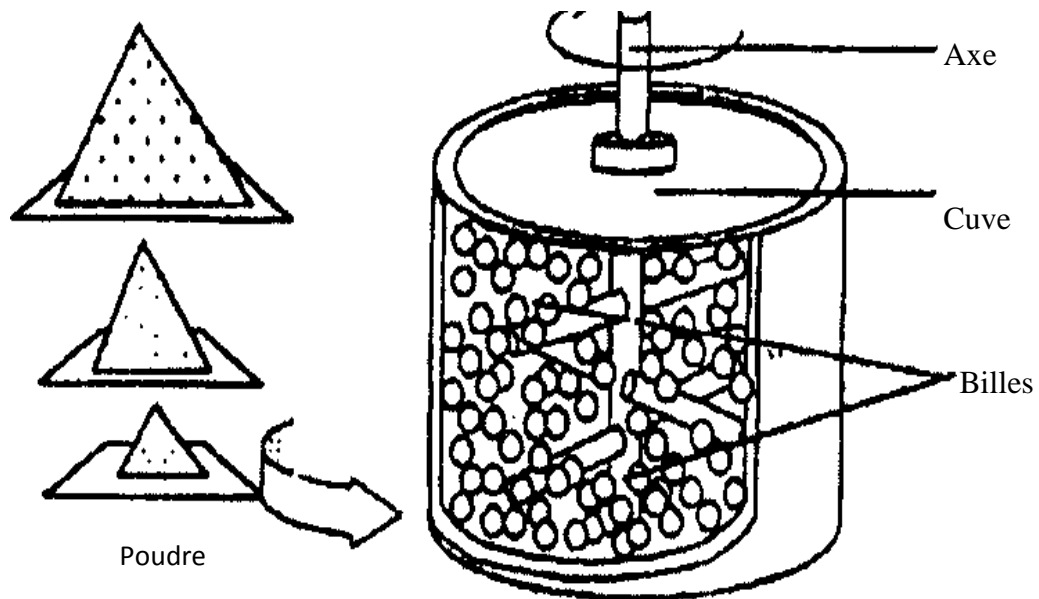


Figure 17 : Exemple de broyeur mécanique à billes [09].

Le broyeur peut être décrit comme une enceinte fermée contenant des éléments broyant (billes, hélices). Il ya plusieurs types de broyeurs [26] (Fig. 17).

- Broyeurs à tambour ou broyeurs à boulets.
- Broyeurs vibrants.
- Broyeurs à attrition.
- Broyeurs à morceaux et à barreaux.
- Broyeurs à morceaux et à barreaux.

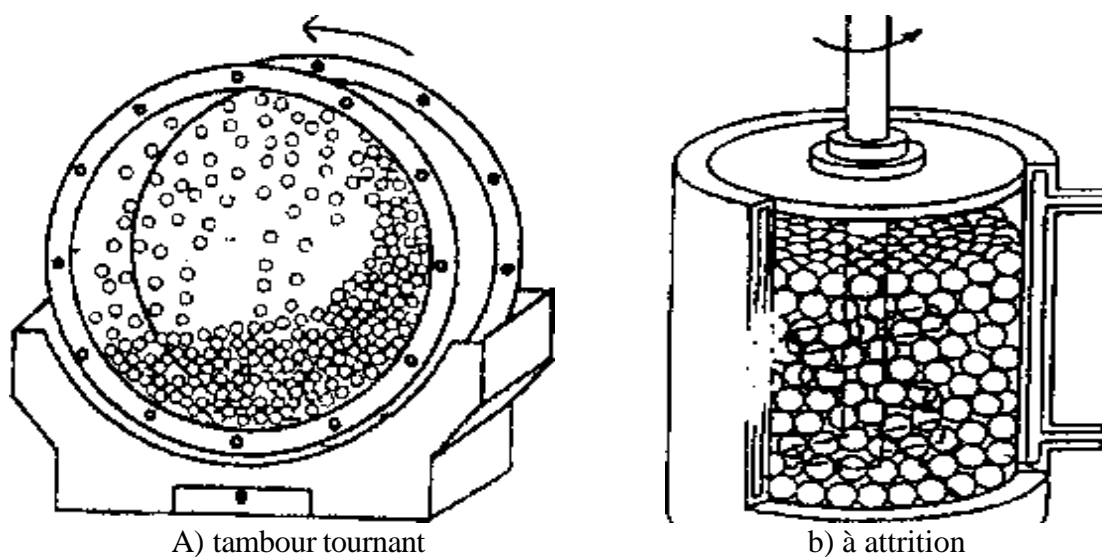


Figure 18: Deux types de broyeurs [09]

b) Atomisation :

Les poudres sont mises en suspension dans l'eau, puis on y ajoute quelques pourcents de liants organiques. La suspension est ensuite atomisée sous forme de fines gouttes de 20 à 200 μ de diamètre, en haut d'une tour dans laquelle passe un flux d'air chaud. Les gouttes vont ainsi être séchées en vol, pour donner des granulés sphériques légèrement liants. Les poudres sont généralement ensuite tamisées et conditionnées. En général, l'atomisation se fait par : air, azote, argon, eau; la vapeur d'eau sous pressions de 4 à 50 bars.[10]

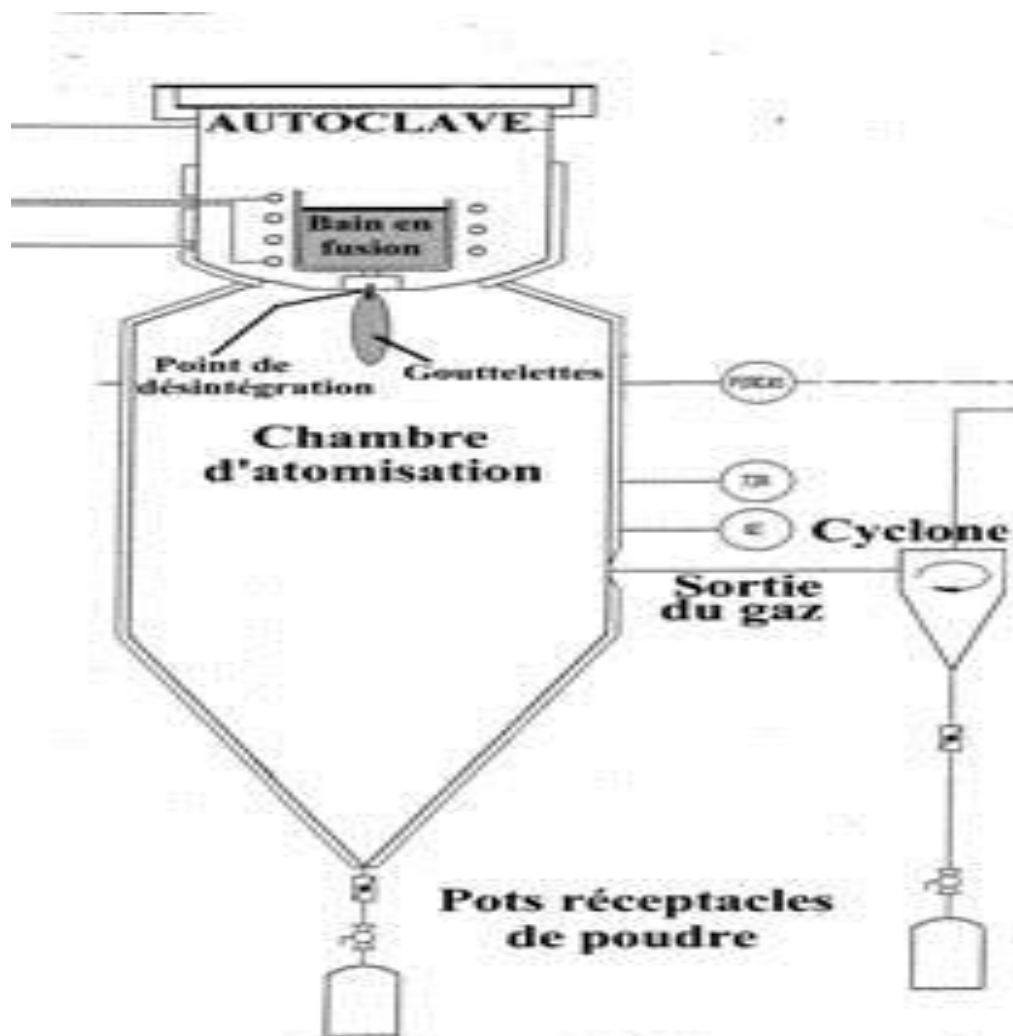


Figure 19: Elaboration de poudres métalliques par atomisation gazeuse [10].

2.4.2 Procédés Physico-chimiques :

Ce sont des procédés qui permettant d'obtenir de la poudre après une réaction chimique ou une transformation de phase parmi ces procédés, on a :

A) Réduction des oxydes :

Les oxydes métalliques sont en général fragiles et peuvent être facilement réduites en poudres fines par broyage. En réduisant les poudres d'oxydes a une température inférieure au point de fusion du métal correspondant, on obtient une poudre métallique dont la finesse dépend en grand partie de la finesse de l'oxyde utilise.

La densité apparente des poudres réduites est faible car les grains sont spongieux. La compressibilité est bonne et le comprime à une résistance à la flexion élevée [11].

B) Electrolyse :

Les méthodes chimiques sont utilisables pour un grand nombre de métaux. La plus employée est la réduction d'un composé (généralement un oxyde, plus rarement un sulfure ou un chlorure) par un agent chimique (gaz, liquide ou solide) qui fractionne le composé en métal à l'état de fins granules et en un sous-produit qui peut être éliminé. Si le composé métallique initial est un solide, la dimension des granules du métal résultant dépend fortement de la morphologie du composé départ. Quand le sous-produit de la réduction est gazeux, son élimination s'effectue directement par le gaz porteur ou à l'aide d'une installation à vide [11].

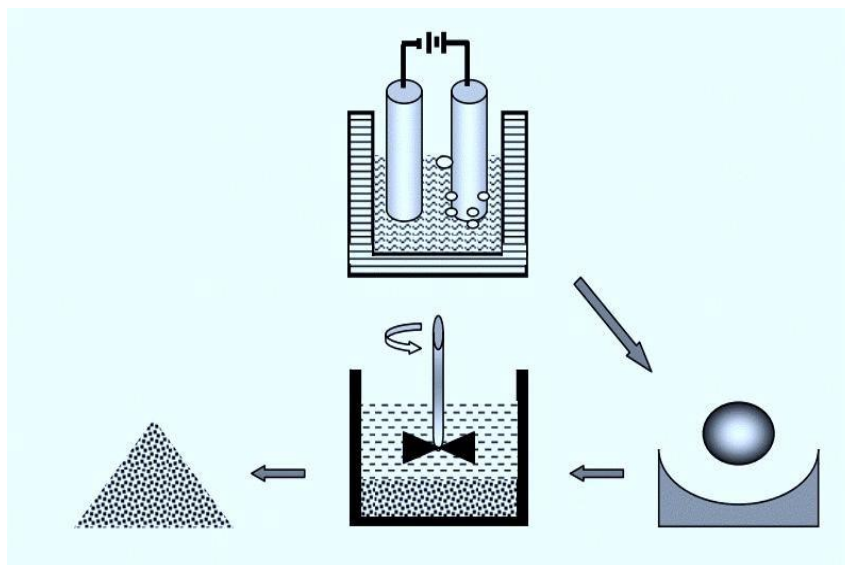


Figure 20 : Les différentes étapes de la fabrication de la poudre par électrolyse [11]

2.5 Propriétés des poudres métalliques :

a- Les formes de poudres :

La forme des particules est étroitement reliée au mode de production et au matériau utilisé. Le principal moyen utilisé pour qualifier la forme des particules de poudre est le microscope électronique à balayage (MEB).

b- La porosité :

La porosité est la grandeur qui mesure le pourcentage de vide. La matière solide contenue dans le grain (ou un ensemble de particules) n'occupe pas toujours le volume délimité par l'enveloppe particulaire.

Ces solides possèdent souvent un réseau de pores à l'intérieur de chaque grain (porosité interne ou intra-particulaire) et des vides entre les particules du lit solide. Ces dernières interviennent dans des opérations dans lesquelles il y a passage de fluide à travers un lit de particules ou lorsqu'il y a diffusion à l'intérieur des grains.

La porosité ε s'exprime comme suit:

$$\varepsilon = V_{\text{vide}} / V_{\text{app}}$$

Où:

V_{vide} : est le volume du vide, il tient compte également de la porosité intramoléculaire.

V_{app} : est le volume apparent

Notons que, lorsque V_{vide} est important, le facteur de porosité augmente.

-Types de porosité :

Les porosités ouvertes:

Elles se trouvent en surface au niveau de la particule et sont accessible aux fluides.

Les porosités fermées:

Elles se trouvent à l'intérieur de la particule et donc très difficilement accessible aux fluides.

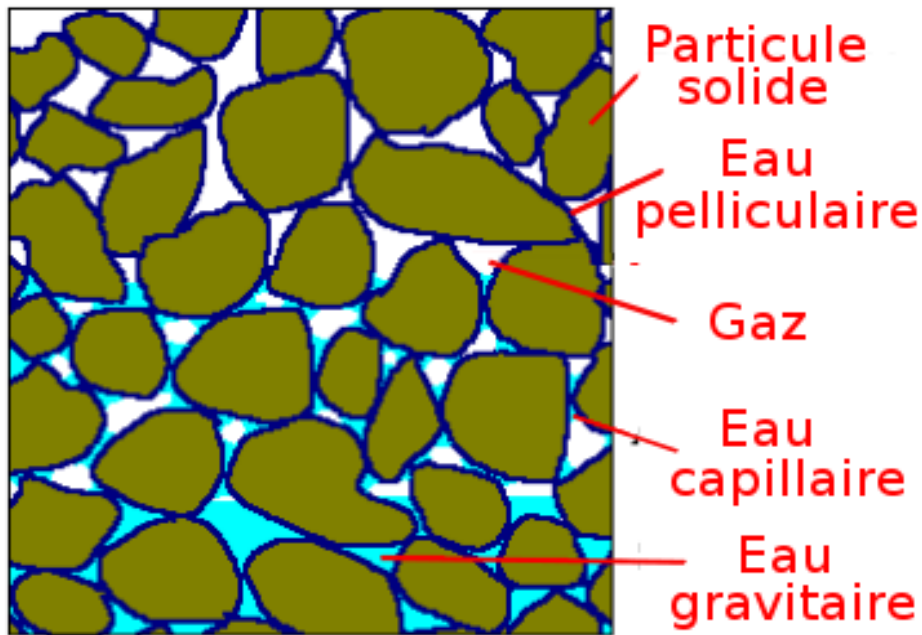


Figure 21 : Porosités granulaires [11].

Morphologie :

L'observation au microscopique des grains montre que la forme varie depuis la sphère parfaite jusqu'aux aiguilles aux lamelles et aux dendrites Figure.

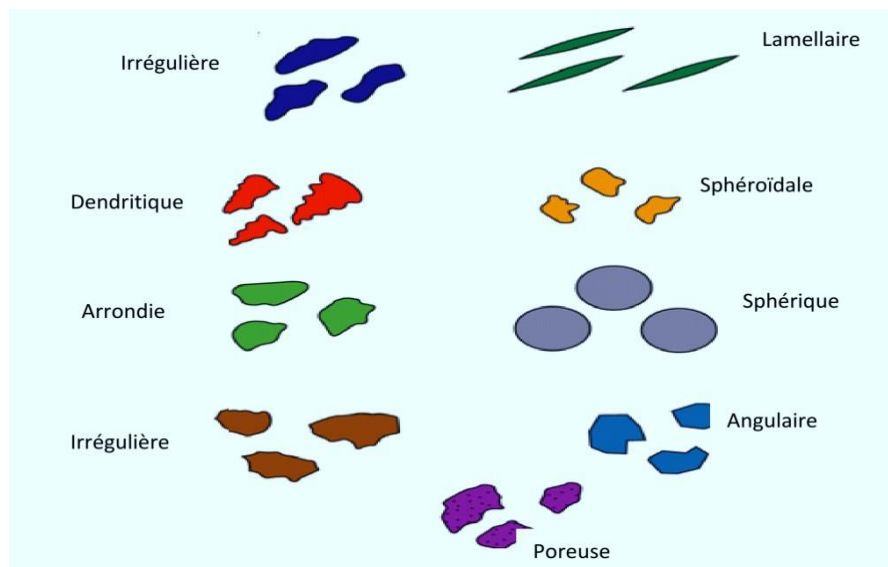


Figure 22: Les formes des grains de poudres métalliques [12].

Analyse granulométrique :

On appelle granulat un ensemble de grains minéraux, de dimensions comprises entre 0 et 125 mm, de provenance naturelle ou artificielle, destinés à la confection : des mortiers, des bétons, des couches de fondation, des couches de base et de roulement des chaussées, et des assises et des ballasts de voies ferrées.

2.6 Densité d'une poudre métallique :

La densité d'une poudre ou sa masse volumique existe sous deux formes soit apparente ou absolue. La masse volumique apparente est le rapport de la masse sur le volume qu'elle prend, en prenant en compte les pores intra granulaire et inter granulaire, elle s'exprime comme suit :

$$\rho_{app} = M / V$$

Quant à la masse absolue elle ne prend pas en considération les vides mais uniquement le granulat elle est donnée comme suit :

$$\rho_{abs} = M / (V_{Reel} - V_{pores})$$

La masse volumique absolue ρ_{abs} est la masse par unité de volume de la matière qui constitue le granulat, sans tenir compte des vides pouvant exister dans ou entre les grains.

$$\rho = M_{mat} / V_{abs} = M_{mat} / (V_{Reel} - V_{pores})$$

2.7 Le mélange des poudres :

L'atteinte d'une certaine qualité de mélange est essentiellement due à des aspects dynamiques, eux-mêmes liés aux mécanismes qui président à la mise en mouvement des particules: convection, cisaillement et diffusion. Ces mécanismes sont le fait, non seulement des propriétés d'écoulement des produits, mais aussi des possibilités technologiques des appareils de mélange. De ce point de vue, les mélangeurs utilisés dans l'industrie sont de trois principaux types, selon que l'agitation est produite par un mobile interne (mélangeurs convectifs), par la mise en rotation de la cuve (mélangeurs à tambour), ou encore par le propre écoulement du matériau (mélangeurs statiques). On peut employer aussi bien des procédés de mélange en continu qu'en discontinu, le choix s'effectue selon les contraintes de production et l'usage des différents secteurs d'activité.

2.7.1 Les aspects du mélange :

Il n'y a pas de mouvement relatif des particules solides comme pour les liquides ou les gaz sans apport d'énergie. La vitesse d'homogénéisation des poudres ne dépend que des propriétés d'écoulement des particules et des conditions opératoires imposées extérieurement.

Bien que les molécules d'un système liquide monophasé puissent être différentes et diffuser à des vitesses différentes, elles atteindront toujours un état de mélange parfait dans un temps plus ou moins long. L'homogénéisation de solides est toujours accompagnée d'un processus de démêlage appelé ségrégation qui ne permet souvent pas l'obtention d'un mélange parfait. L'état final d'un mélange est un équilibre réversible entre un processus d'homogénéisation et un démêlage.

Ce phénomène de ségrégation est particulier dans le cas des solides et peut être induit par l'agitation. Enfin, la taille d'une particule solide est toujours largement plus élevée que n'importe quelle molécule de liquide ou de gaz. Ce qui ajoute un ensemble de phénomènes au niveau microscopique que l'on ne sait actuellement pas encore bien décrire.

Une fois les particules mises en mouvement, elles peuvent aussi bien se mélanger que ségréger selon le mouvement imposé au système et les caractéristiques des constituants.

Par opposition au mélange de liquides ou de gaz, un mélange de poudre n'est jamais dans un état irréversible et tout mouvement peut entraîner un déplacement de l'équilibre ségrégation de mélange. Ce dernier point est primordial dans toute manutention de mélange de poudre. Ainsi, pour des solides, l'attention ne doit pas seulement porter sur le dimensionnement du mélangeur mais aussi sur la chaîne de production entière, les étapes de transport, de chargement, de vidange et de stockage comprises, afin de minimiser les risques de ségrégation.

2.7.2 Mécanismes de mélange :

Il existe trois mécanismes de mélange à savoir :

A. Le mélange par diffusion :

Il s'agit d'un déplacement individuel des particules initié par des chocs et aboutissant à une redistribution individuelle des particules. Ce mécanisme est donc assez lent. Le terme « diffusion », par analogie avec le terme de diffusion moléculaire, est un peu impropre car dans le cas des poudres un apport d'énergie est indispensable.

B. Mélange par convection :

Dans ce cas, un ensemble de particules est mis en mouvement par un mobile au sein du mélangeur. Ceci nécessite le plus souvent l'intervention d'une force extérieure telle qu'une pale d'agitation pour amener une forte énergie au solide divisé.

C. Mélange par cisaillement :

Dans ce cas, apparaissent des plans de glissement de couches de particules dans le mélange sous une action mécanique. Le mouvement relatif de ces plans implique un brassage des particules avec une efficacité intermédiaire entre les deux mécanismes précédents.

Il est important de noter qu'il est souvent difficile de dissocier ces trois mécanismes. La prépondérance de l'un ou l'autre de ces mécanismes est imposés par le type de mélangeur utilisé mais aussi par la nature des particules. Le mélangeur privilégie un mécanisme selon son action mécanique. Seules des notions qualitatives peuvent être émises pour évaluer l'action des caractéristiques des poudres sur le type de mécanisme

2.7.3 Mécanismes de ségrégation :

La ségrégation est le processus inverse du mélange. Les phénomènes de ségrégation apparaissent dans un mélangeur quand des différences de propriétés entre les particules imposent un mouvement préférentiel de certaines d'entre elles dans une certaine partie du mélangeur. Les propriétés suivantes sont données par ordre décroissant suivant leur sensibilité au phénomène de ségrégation :

- différence de taille des particules
- différence de forme
- différence de densité

2.8 Compressibilité des poudres :

La compressibilité indique l'aptitude d'une poudre à devenir compacte sous l'action de chocs répétés. Elle est déterminée par mesure de la perte de volume apparent d'une masse de 100 gr de poudre placée dans une éprouvette et soumise à 500 choc normalisé. La compressibilité peut s'exprimer par deux rapports [13]:

a. L'indice de Haussner (I_H) :

L'indice de Haussner est par définition le quotient de la masse volumique apparente du lit tassé (ρ_t) par rapport à celle du lit aéré (ρ_a) :

$$I_h = \rho_t / \rho_a$$

b. L'indice de Carr (I_C):

L'indice de Carr indique l'accroissement relatif de la masse volumique apparente après tassement :

$$I_c = (\rho_t - \rho_a) / \rho_t$$

Où :

I_C : L'indice de Carr.

ρ_t : Le quotient de la masse volumique apparente du lit tassé.

ρ_a : Le quotient de la masse volumique apparente du lit.

Les indices de compressibilité sont liés à la coulabilité puisqu'ils permettent de mesurer la facilité qu'ont les particules à se déplacer dans un lit sous l'influence de vibrations et à occuper les espaces libres. Plus ces indices sont élevés et moins la poudre sera coulable .

▪ La compacité :

La compacité est la grandeur complémentaire à la porosité qui définit le degré de remplissage d'un lit de particules. La compacité maximale d'une poudre correspond à un état ordonné dans lequel chaque particule occupe une place tel que le volume entre les particules soit minimal. La compacité dépend des caractéristiques des particules et notamment de :

La taille des particules, la distribution granulométrique, La forme des particules, La rugosité et enfin des vibrations [13].

▪ La compression :

La compression est aussi appelée densification, elle se traduit par une augmentation de la masse volumique du lit de particules à la suite d'un tassement. Elle peut s'évaluer après avoir défini:

- La masse volumique Tassée : après compactage normalisé par vibration ou chute.
- La masse volumique non tassée : par simple versement de la poudre dans l'erécipient.
- La masse volumique aérée : en réduisant lentement à zéro le débit d'air de fluidité.

Le compactage par compression dépend donc de la pression exercée et il est important de déterminer la variation de la masse volumique mais également la variation de la solidité du lit compact en fonction de la pression de consolidation.

▪ **Compression isostatique à froid (CIF) :**

Le principe de ce procédé, permet un transfert uniforme de pression dans toutes les directions afin de compacter les poudres métalliques, plastiques, composites ou de céramiques enfermées dans un conteneur flexible, étanche et immergé dans un appareil sous pression rempli d'eau à température ambiante [13].

▪ **Compression isostatique à chaud (CIC) :**

La compression isostatique à chaud (CIC) est l'action simultanée de hautes pressions et de températures élevées (inférieures à la température de fusion de l'échantillon). Cette méthode permet l'élimination quasi totale des porosités internes. Les pièces obtenues possèdent des propriétés mécaniques relativement élevées, tout en maintenant les caractéristiques dimensionnelles des pièces traitées. La CIC est considérée comme une fonderie de précision, utilisée dans l'industrie pour produire des pièces métalliques de haute gamme avec des formes plus ou moins complexes et des microstructures relativement uniformes [13].

2.9 Les différentes méthodes de compression:

A. La compression uni-axiale :

La compression à froid des poudres métalliques s'effectue en trois phases (le remplissage, la compression, l'éjection du comprimé) et avec un moyen d'outillage comprenant une matrice placée sur une table de presse et deux poinçons comme le montre la figure II.11.

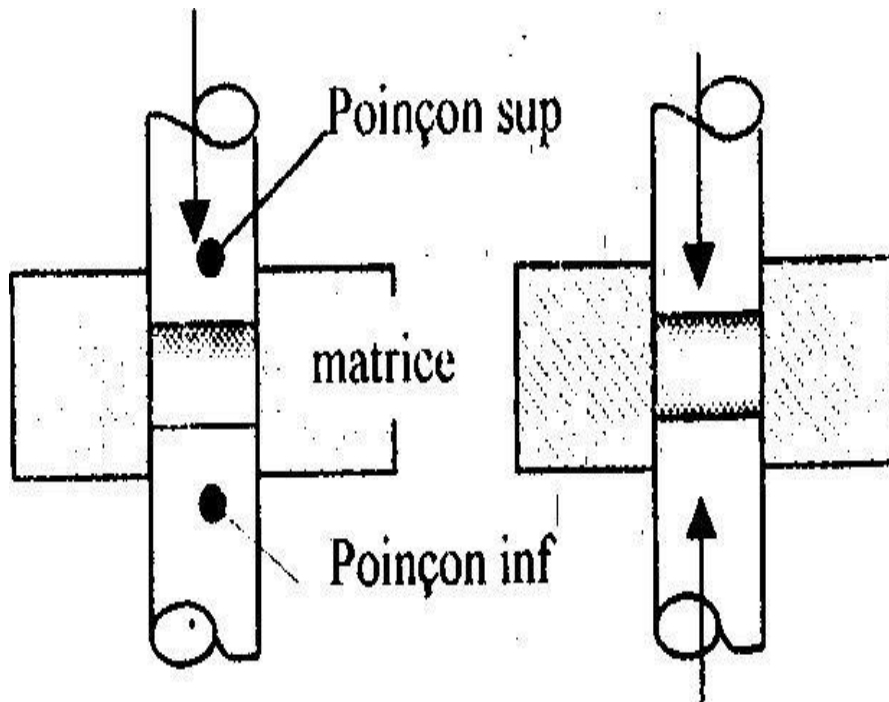


Figure 23 : Compression uni axiale.

B. Compression unilatérale :

Dans ce type de compression, un seul poinçon est mobile pendant la compression. Ce qui fait le mouvement des grains les uns par rapport aux autres est plus important dans la partie voisine du poinçon mobile qu'en s'éloignant. On obtient ainsi, une uniformité de la densité de l'aggloméré, forte densité près du poinçon mobile et faible densité près du poinçon immobile (fixe).

C. Compression bilatérale :

La pression est exercée par deux poinçons mobiles convergents l'un vers l'autre, dans ce cas le déplacement des particules au voisinage des deux poinçons fait que les densités des parties supérieure et inférieure soient plus fortes que dans la partie centrale (voir figure 24).

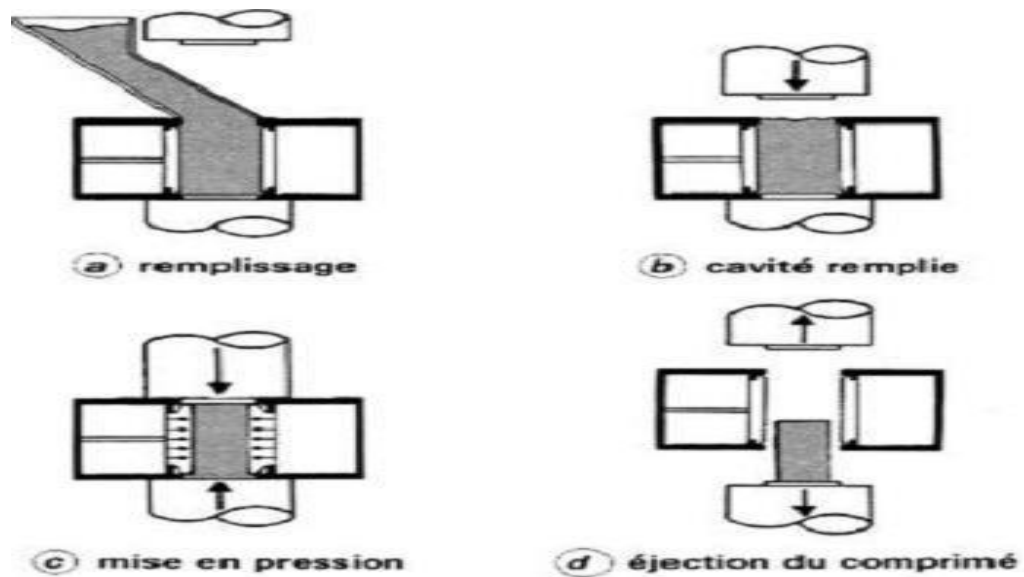


Figure 24 : Différentes phases à suivre pour la compression

2.10 Le frittage :

Le frittage est un processus de traitement thermique conduisant à la consolidation d'un agglomérat de poudre qui s'effectue grâce à la formation de liaisons entre les grains. S'il y a fusion au cours du frittage, celle-ci ne peut être que très localisée afin de conserver une cohérence à l'ensemble de la pièce. Le frittage est généralement décrit grâce à la porosité ou encore la densité relative (appelé aussi taux de densification)

D'un point de vue physico-chimique, on distingue essentiellement deux types de frittage [14] :

2.10.1 Le frittage en phase solide :

Tous les constituants restent solides au cours du traitement thermique. La densification est réalisée grâce à la diffusion des espèces. On peut par ailleurs ajouter des additifs qui permettent d'accélérer la densification (sans création de phase liquide). Ce frittage peut être monophasé ou polyphasé.

2.10.2 Le frittage en phase liquide :

Il y a création d'une phase liquide en quantité juste suffisante pour permettre le réarrangement des particules, former des ponts liquides entre les grains et les amener au contact les uns des autres. Ce frittage est également polyphasé.

2-10-3 Paramètres de frittage :**A. La température :**

Les températures sont choisies en principe dans un intervalle limité par les deux tiers ($2/3$) et les trois quart ($3/4$) de la température de fusion du matériau principal avec des durées assez courtes (de 15 min à 2h) afin d'éviter le grossissement exagéré des grains. Le frittage d'une poudre contenant plusieurs constituants peut s'effectuer, soit à une température telle que l'ensemble des constituants reste en phase solide, soit à une température telle qu'un des constituants soit en phase liquide.

B. Durée de frittage :

Les durées peuvent être plus courtes que la température de frittage s'approche de la température de fusion du matériau utilisé. L'opération de frittage comprend la montée et le maintien en température ainsi que le refroidissement.

C. La compression :

La densité et la dureté du produit finis sont fonction de la pression de compression. Sans oublier qu'il y a une pression optimale pour chaque mélange et que le fait de dépasser cette pression n'améliore pas notablement les qualités du produit fini.

2.10.4 Atmosphère de frittage:

L'atmosphère doit être neutre ou réductrice et parfaitement sèche, pour éviter toute oxydation qui propagerait dans la masse du comprimé l'atmosphère réductrice favorise en supprimant la pellicule d'oxyde qui recouvre les grains de poudre.

2.10.5 Grosseurs des grains :

La nature et la grosseur des grains influent sur les propriétés mécaniques des pièces obtenues par frittage, telles que la déformation, la dureté Brinell et les propriétés physiques telles que la densité, la porosité, ...etc.

2.10.6 Mécanisme de frittage :

En principe, le processus de frittage est un processus continu et non séparable, mais on le divise en trois stades, juste pour comprendre au moins en première approximation les différents mécanismes cinétiques. Au cours de l'opération de frittage, plusieurs mécanismes ont lieu entre les grains de poudres agglomérés. Ces mécanismes sont habituellement étudiés en trois phases essentielles, une phase primaire, intermédiaire et une phase finale.

- **Phase primaire (formation de ponts)**

Ce stade correspond à la formation et à la croissance des ponts (figure 25 et figure 26), au fur et à mesure que les ponts grossissent, les gradients de courbures à la surface diminuent. Le premier stade se termine lorsque la courbure est uniforme entre deux joints de grains voisins. Le retrait total dans cette étape est très limité. Cette dernière a lieu quand la substance atteint 1/4 de la température de fusion

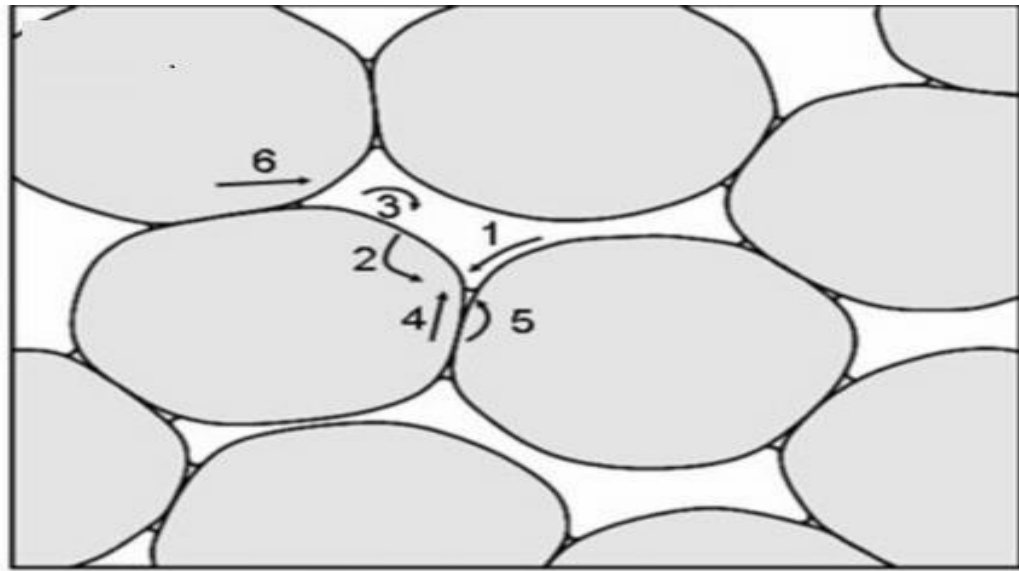


Figure 25: Stadel du frittage [14].

Au fur et à mesure que le traitement thermique continu, la zone de raccordement tend à s'accroître selon deux hypothèses:

- a-** Soit les centres des sphères granulaires se rapprochent créant ainsi un fluage du matériau
- b-** Soit qu'il ne se rapproche pas et dans ce cas la matière a tendance à s'évaporer de la calottesphérique du granule pour aller se condenser dans la cavité formée entre les particules.

Dans ces deux cas la zone de raccordement initialement formée, évolue pour donner enfin naissance à ce que l'on appelle « pont » ou ce moment la porosité reste importante.

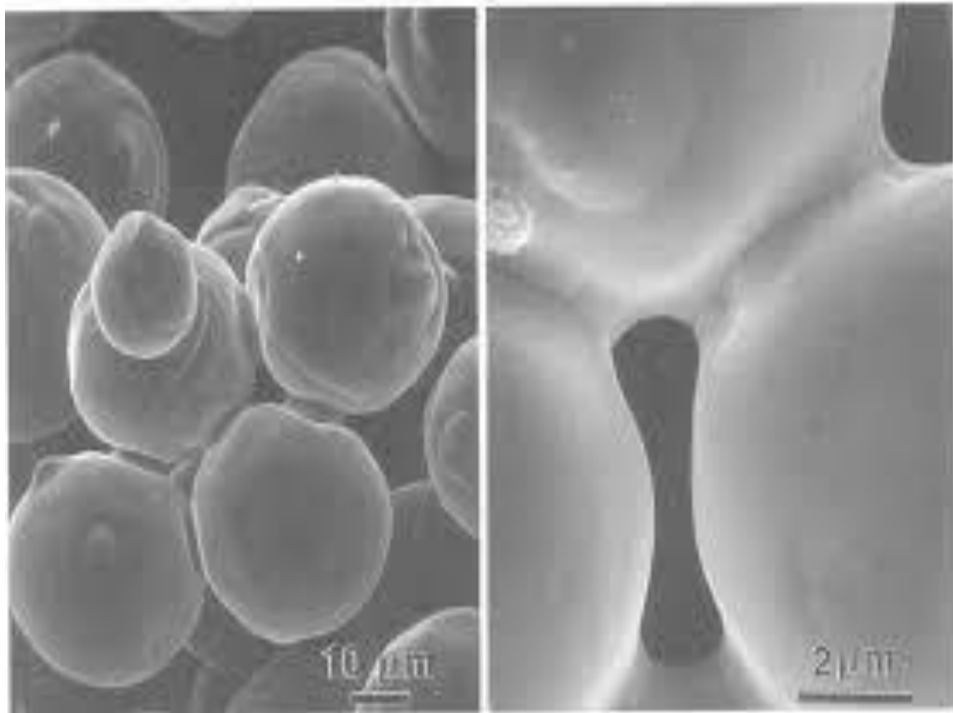


Figure 26 : Image microscopique à balayage électronique de la formation de ponts entre les particules [14].

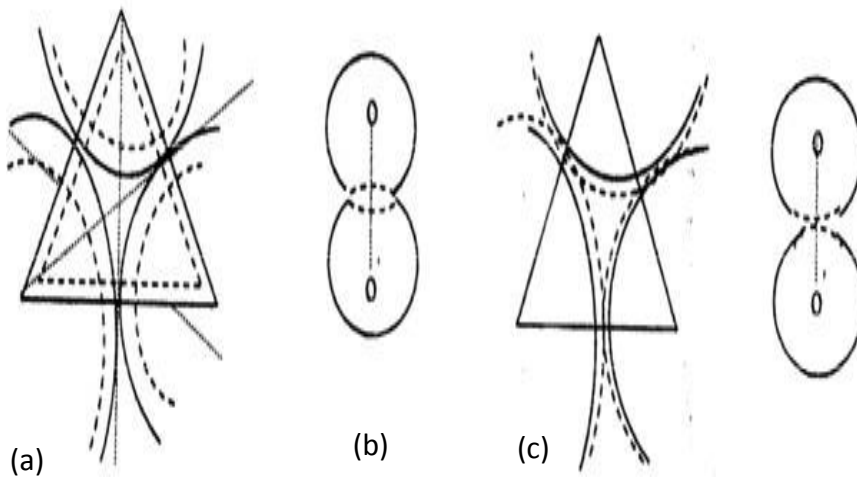


Figure 27 : Formation et croissance des ponts [14]

- **Phase intermédiaire (Cristallisation) :**

Au fur et à mesure que le frittage se produit, on peut observer une croissance des grains, tandis que les particules commencent à perdre leur identité. Ce changement morphologique est causé par le transport de matière à partir des joints de grains vers les pores. La figure 27 montre le mécanisme intermédiaire de frittage. Les grains de poudre, étant écrouis lors de la compression, subissent une recristallisation suite à un grossissement de grains tant que le processus de frittage se poursuit. Cette phase est d'une importance dans le contrôle de développement de la structure. Elle est aussi le siège du maximum de densification. A ce stade, la croissance rapide des grains engendre une diminution importante de la porosité. L'agrandissement des ponts continus. Il s'agit dans ce cas d'une porosité continue ouverte.

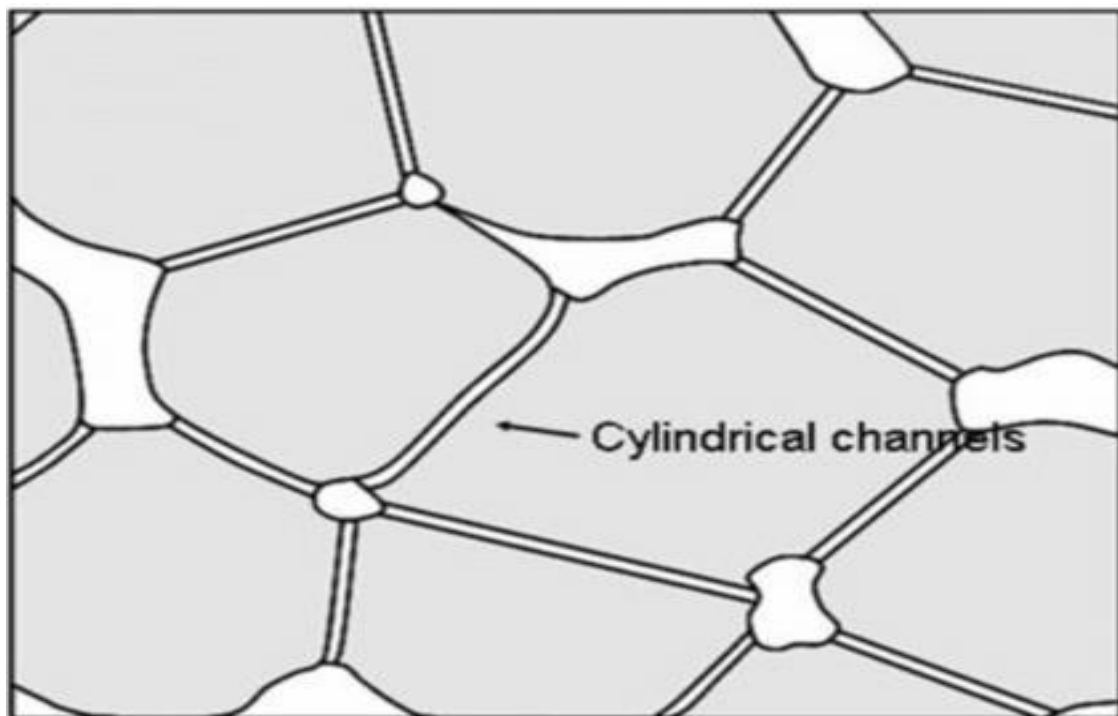


Figure 28: Stade 2 du frittage [14]

- **Stade final :**

Ce stade consiste en la suppression de la porosité, les pores diffusent le long des joints de grains vers la surface (diffusion volumique), conduisant à une densification optimale. Le retrait dans ce stade devient beaucoup moins marqué, de sorte qu'il est difficile de déterminer avec exactitude le moment où le processus de frittage peut être considéré comme terminé.

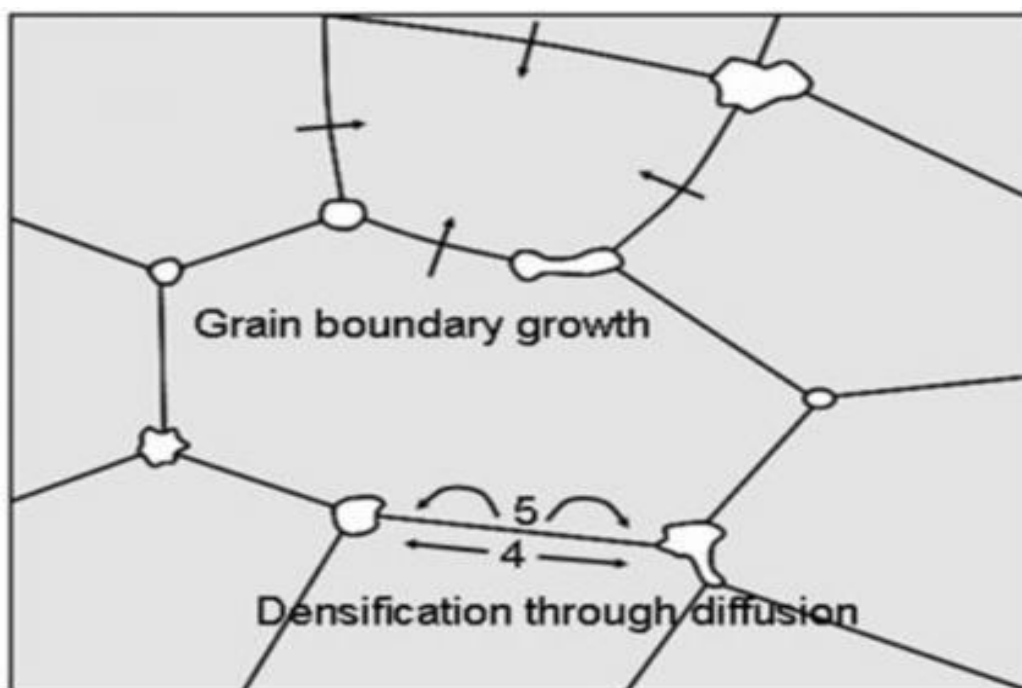


Figure 29 : Stade 3 du frittage [14]

Lorsque 80 à 90% de la densité théorique sont atteints, la fermeture des pores débute et mène au stade final du frittage. Les pores dites « fermes » parce qu'ils ont tendance à rester isolées dans la masse du produit à cause de la croissance rapide des grains. A ce moment, la vitesse de densification subit un ralentissement et le retrait, qui est le phénomène Macroscopique le plus frappant de la phase précédente, devient beaucoup moins marqué.

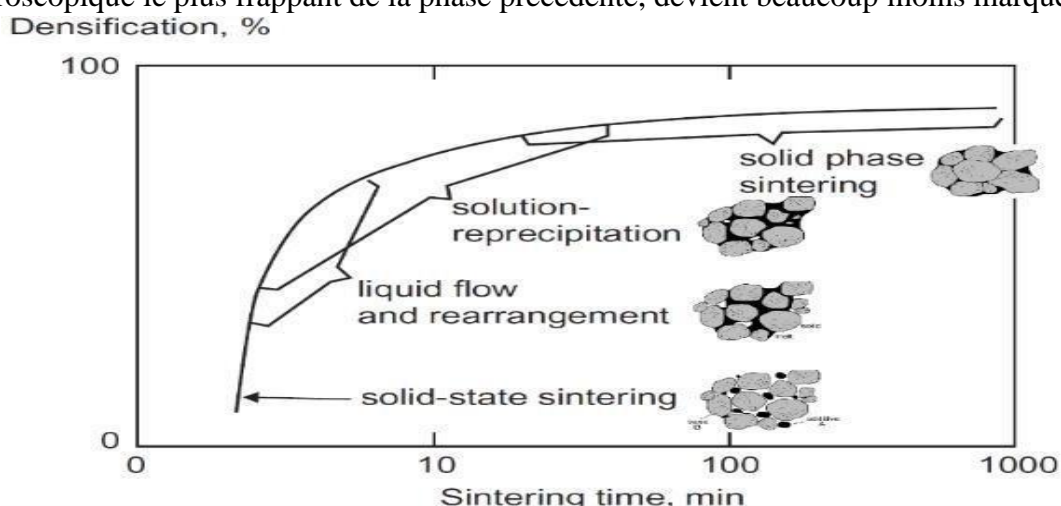


Figure 30: Evolution de la densité relative à la cour des étapes de densification [14]

2.11 Domaines d'application de la métallurgie des poudres:**➤ Matériaux Céramique :**

L'élaboration des céramiques à base de TiC, SiC, Al₂O₃, MgO, BN et autres, ne peut être envisagée que par frittage vu les caractéristiques physico-chimiques spécifiques de ces matériaux. Les difficultés de fusion, l'absence de solubilité entre les constituants du mélange, leur stabilité, rendent la Métallurgie des poudres indispensable.

➤ La production en grande série :

Les procédés de la métallurgie des poudres garantissent une automatisation complète de la gamme de fabrication (gain de temps) et élimination des copeaux (aucune perte, gain de matière). La Métallurgie des poudres assure une efficacité économique élevée par rapport à d'autres méthodes d'usinage des métaux. Très bon état de surface des pièces élaborées par frittage.

➤ Pièces autolubrifiantes :

La porosité contrôlée des produits frittés assure l'autolubrification par infiltration d'un lubrifiant, ou donner des propriétés de filtration (fabrication des filtres).

➤ Matériaux durs (cermets) :

Ce sont des matériaux très durs à base de carbures ou nitrures, destinés à l'usinage des aciers et des alliages. Ils ne peuvent être fabriqués que par frittage, à des températures inférieures à leurs températures de fusion.

➤ Composants électroniques :

La fabrication des composants électroniques exigeant une haute pureté et un respect rigoureux de la composition chimique du mélange, fait appel au frittage.

Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons passé en revue quelques concepts de base sur les alliages métalliques du Zamak, Métallurgie classique. Courbes de refroidissement, diagrammes d'équilibre et la méthode utilisée pour développer le moulage de poudre métallique, comme on s'est penchés sur la métallurgie des poudres vue qu'elle diffère de la plupart des techniques métallurgiques par ce qu'elle n'implique pas la fusion complète des matériaux utilisés. Il est utilisé soit parce que c'est un moyen pratique de produire certains métaux ou alliages avec des propriétés physiques ou mécaniques spécifiques, soit parce que c'est une méthode de fabrication relativement économique lorsque de grandes quantités des mêmes petites pièces mécaniques sont nécessaires.

Cette technique offre plusieurs avantages pour la production de pièces mécaniques, notamment des avantages techniques tels que des tolérances similaires à celles des pièces usinées, une plus grande précision dans l'obtention de formes et contours complexes non réalisables industriellement par d'autres méthodes.

Dans le chapitre suivant, nous présenterons les outils expérimentaux utilisés.

Chapitre II : Matières premières et techniques expérimentales

Afin d'étudier le frittage des poudres métalliques, des techniques ainsi qu'un matériel de laboratoire adéquats sont nécessaires. Ce chapitre constitue une description des techniques d'élaboration et de caractérisation utilisées au cours de notre étude.

1. Matières premières :

Nous avons travaillé avec des poudres de Zinc, Aluminium, Cuivre et Magnésium qui sont des poudres commerciales dont caractéristiques sont données dans le Tableau 05.

Poudre	Pureté en (%)	Diamètre moyen (nm)
Zinc	99.9%	Entre 70 à 130 nm
Aluminium	Plus de 99%	0.3 nm
Cuivre	99.99%	0.26 nm
Magnésium	99.95%	11 à 20 nm

Tableau 05: Propriétés des poudres.

2. Techniques expérimentales :

Notre étude est basée sur l'influence de la température de frittage et du temps de broyage sur les caractéristiques mécanique des pièces résultantes. Pour cela, nous avons choisi de soumettre ces pièces à deux températures différentes.

2.1 peserdu mélange :

Nous avons pesé les quantités de zinc, aluminium, cuivre, magnésium à utiliser afin d'obtenir notre alliage qui est constitué de 4.3% d'aluminium, 0.1% de cuivre, 0.06 % de magnésium et environ 95 % de zinc. Pour ce faire, nous avons utilisé une balance de précision

Chapitre II : Matières premières et techniques expérimentales

de marque (KERN) de référence ABJ-NM/ABS-N afin de minimiser les erreurs de pesée (Figure31).

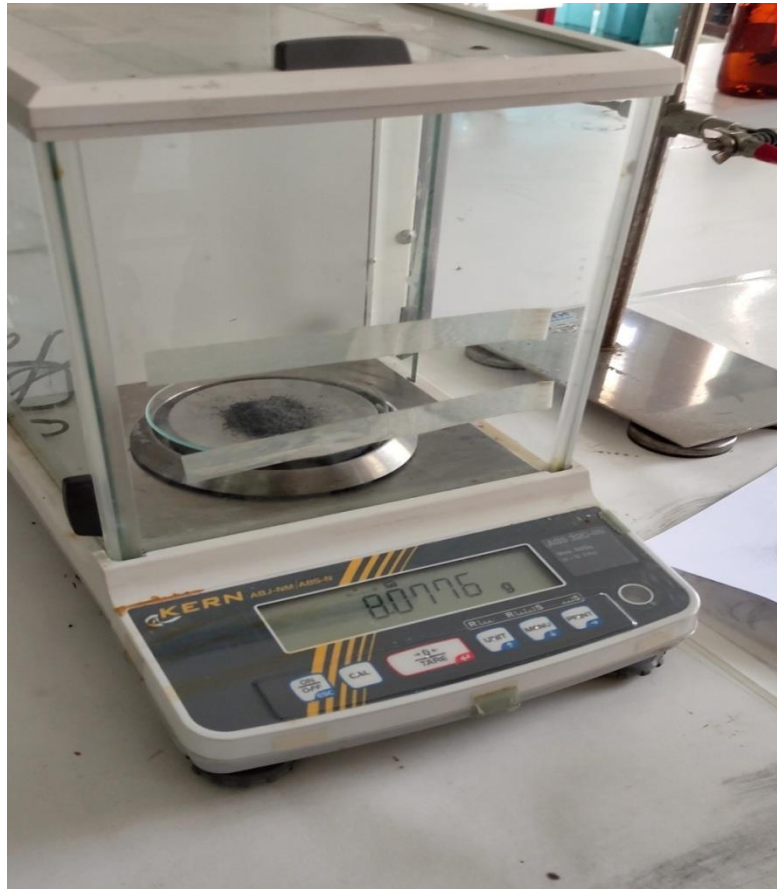


Figure 31 : Balance (KERN) ABJ-NM/ABS-N avec une précision de 0,01mg.

Sachant que, les masses volumiques du zinc, aluminium, magnésium et cuivre sont différents, les proportions ne peuvent donc se faire par peser direct, mais par calcul dont la proportion est en fonction de la masse volumique des quatre métaux.

2.2 Mélange des poudres :

Les échantillons obtenus après pesage cités précédemment sont mis chacun dans un broyeur afin de maximiser l'homogénéité de l'alliage, car le mélange des poudres est un facteur essentiel au résultat final à savoir les caractéristiques mécanique et physico-chimique de la pastille à obtenir.

Nous avons soumis les échantillons au broyage. Le premier échantillon est maintenu pendant un temps de broyage d'une heure. Quant au temps de broyage du deuxième échantillon il est de 3 heures. Enfin le troisième échantillon est soumis à un temps de 4 heures. Avec une vitesse de broyage de 300 tours/s (voir figure 32).

Chapitre II : Matières premières et techniques expérimentales

Rappelons que, le broyeur que nous avons utilisé est disponible au niveau du laboratoire pédagogique de physique et chimie de la faculté des sciences.



Figure 32 : Le broyeur

3 Préparation des Pastilles :

3.1 La compression :

La préparation des pastilles se fait par compactage à froid des poudres considérées, sous une pression uni-axiale dans une pastilleuse cylindrique en acier. Après éjection, on a procédé au pesage et à la mesure des dimensions des pastilles.

Les poudres sont comprimées dans une pastilleuse au moyen d'une presse hydraulique de type OEHLGASS disponible au laboratoire RDM. Elle est d'une capacité maximale de 130 KN, la matrice est constituée d'un cylindre creux et deux poinçons de diamètre de 13 mm et un piston figure (33-34). Une fois la poudre introduite entre les deux poinçons de la matrice, le

Chapitre II : Matières premières et techniques expérimentales

piston est placé au-dessus puis l'ensemble est soumis à la compression. La force utilisée est de 40 KN et ce pour une période de maintien de cinq minute.



Figure33 : Presse hydraulique de type oehlgass.



Figure34 : Pastilleuse cylindrique en acier

3.2 Le frittage :

Après avoir compacté les poudres, nous avons procédé au traitement thermique des pastilles résultantes à l'aide un four à moufle (sous air), contenant des températures allant jusqu'à 1400° comme l'indique la figure35. Il faut préciser que dans des conditions normales il faut utiliser un four à atmosphère contrôlé (sous vide) et cela afin d'éviter l'oxydation de la pièce. Les échantillons sont alors soumis à deux températures de frittage différentes comme l'indique le tableau06.



Figure 35 : Le Four de frittage

Chapitre II : Matières premières et techniques expérimentales

N° de pastille	Durée de broyage	Température de frittage
Pastille 1	1 Heure	400°C
Pastille 2	3 Heures	400°C
Pastille 3	4 Heures	400°C
Pastille 4	1 Heure	350°C
Pastille 5	3 Heures	350°C
Pastille 6	4 Heures	350°C

Tableau 06 : Durée de broyage et Températures de frittage des pastilles traitées.

Rappelons que, le frittage a été effectué au laboratoire de recherche de chimie des polymères.

3.3 Le polissage :

Cette étape consiste à frotter la surface des échantillons à examiner sur du papier abrasif de carbure de silicium de plus en plus fin (400, 800, 1200, 2000 et 2500) jusqu'à l'obtention d'une surface sans aucune rayure visible à l'œil nu (effet mémoire). L'échantillon est maintenu pendant cinq minutes puis tourné de 90° par rapport à sa position précédente pendant cinq autres minutes. Le papier est déposé sur un disque d'une polisseuse (Figure 36a) arrosé d'eau afin de limiter l'usure du papier et l'échauffement de l'échantillon.

Chapitre II : Matières premières et techniques expérimentales

Pour améliorer l'état de surface on effectue un polissage de finition (Figure 36b) sur un feutre tournant imbibé d'eau contenant de l'alumine en suspension



Figure 36: a) polisseuse mécanique avec papier abrasif,

b) Polisseuse de finition avec feutre imbibé d'eau contenant de l'alumine.

3.4 Morphologie des particules :

La taille d'une particule n'est pas toujours suffisante pour la caractériser. En effet, la mécanique des suspensions dépend aussi de la forme et de la régularité des particules (sphériques, laminaires, anguleuses, etc.). La morphologie caractérise la relation entre la forme d'une particule et la forme régulière la plus proche (sphère, cube, etc.). La morphologie des particules influe sur les propriétés de la charge, notamment la coulabilité des poudres, leur compaction et leur interaction avec les fluides.

En plus de la taille, les particules en couches doivent définir les coefficients suivants :

- a- coefficient d'aplatissement représentant le quotient de l'épaisseur sur la largeur.
- b-coefficient d'allongement correspondant au quotient de la largeur sur la longueur.

Chapitre II : Matières premières et techniques expérimentales

Cette méthode présente l'inconvénient d'introduire deux coefficients supplémentaires qui peuvent être remplacés par un coefficient de déformation, appelé aussi le facteur de forme. Celui-ci, caractérise l'état de déformation par rapport à la forme géométrique la plus simple (sphère, cube,...etc.). Afin d'observer des particules, la méthode la plus utilisée est le microscope optique ou bien le microscope électronique à savoir : le microscope électronique à balayage (MEB) et le microscope électronique à transmission (MET). Dans notre cas nous avons utilisé le microscope optique de la figure 37.



Figure 37: microscope optique.

4. Tests mécaniques :

Afin de comprendre les propriétés mécaniques des échantillons produits, nous avons effectué une série de tests.

4.1 Test de dureté de Vickers :

Ce test utilise un pénétrateur en diamant en forme de pyramide. La pyramide est droite avec un angle de base de 136° comme le montre la figure 38-39.



Figure 38 : Appareil de mesure de la dureté de Vickers

Pyramide en diamant

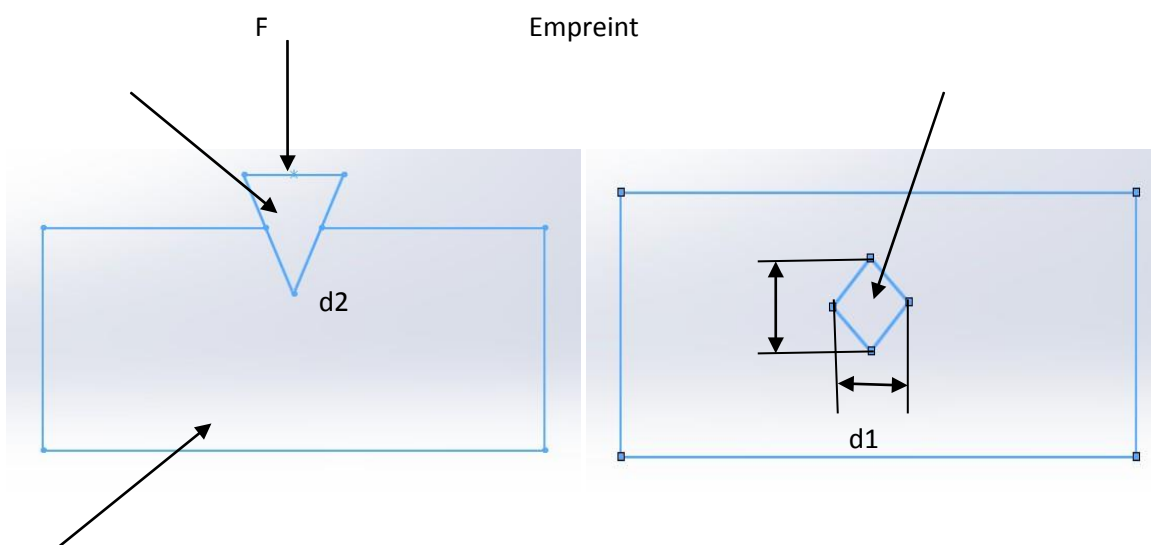


Figure 39: Principe de l'essai de dureté de Vickers.

Chapitre II : Matières premières et techniques expérimentales

La valeur de dureté Vickers est définie comme le rapport de la charge appliquée à la surface de l'empreinte "S". Calculée selon la relation suivante :

$$HV = \frac{F}{S}$$

La surface "S" est calculée à partir de la diagonale de l'indentation mesurée à l'aide d'un microscope optique (Figure 38).

Le calcul s'effectue comme suit :

On mesure la première diagonale "d1", ensuite la seconde diagonale "d2".

La moyenne « d » est calculé à l'aide de la relation suivante :

$$d = \frac{d1 + d2}{2}$$

La valeur de la surface de forme pyramidale est donnée par la relation suivante:

$$S = \frac{d^2}{2 \sin^2 \gamma/2} = \frac{d^2}{1,8544}$$

Avec γ est l'angle de la pyramide égale à 136°

Le rapport de la charge à la surface devient alors :

$$HV = 1,8544 \frac{F}{d^2}$$

4.2 Test de résistivité électrique:

Afin de connaître la résistivité électrique de notre alliage. On a utilisé un Ohmmètre MCP MT8045 comme le montre la figure 40.

Un échantillon est placé aux bornes positive et négative de l'ohmmètre avec un calibre de 200Ω . La résistivité électrique est ainsi calculée selon la relation suivante :

$$R = \rho \frac{l}{S}$$

R est la résistance du matériau.

ρ est la résistivité du matériau.

Chapitre II : Matières premières et techniques expérimentales

l, S Sont respectivement la longueur et la section de l'échantillon.

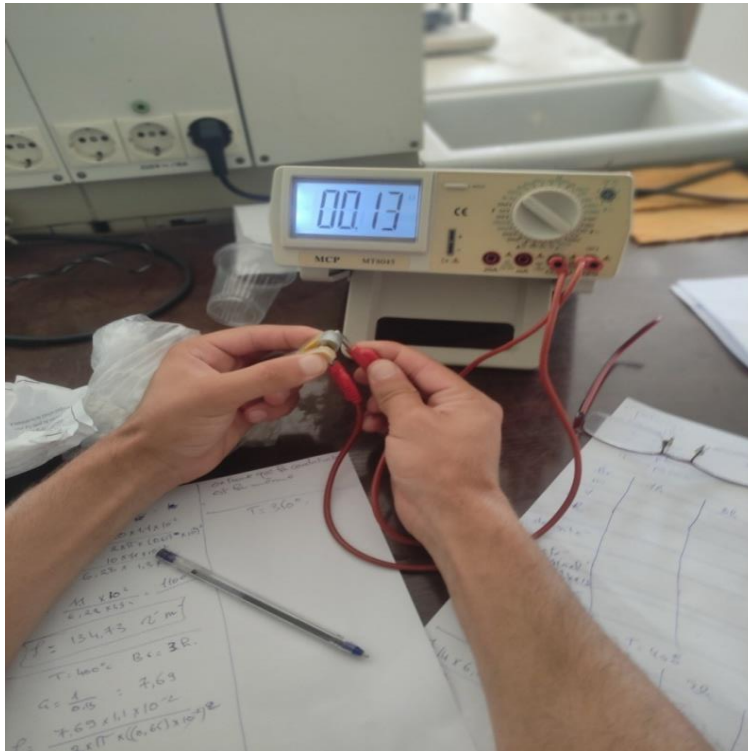


Figure 40 : Appareil de mesure de la résistivité électrique.

4.3 Test de densité :

Pour mesurer la densité du matériau ou de l'alliage, nous avons utilisé un dispositif de mesure de densité. Ce dernier est constitué d'une balance de précision Kern, un bicher, de l'eau distillé et un porte échantillon (figure 40).

Rappelons que la densité d'un matériau se calcule selon la formule suivante :

$$d = \frac{m_{air} \times d_{eau}}{m_{air} - m_{app}}$$

ou :

m_{air} est la masse de l'échantillon dans l'air

d_{eau} est la densité de l'eau

m_{app} est la masse apparente dans l'eau



Figure 41 :Appareil de mesure de la densité

4.4 Test de compression :

Pour déterminer la résistance à la compression de l'échantillon, nous avons utilisé une presse hydraulique reliée à un ordinateur disponible au laboratoire de physique des matériaux à la faculté des sciences. Cette presse nous fournit alors la force de compression en fonction de la déformation en temps réel (42).

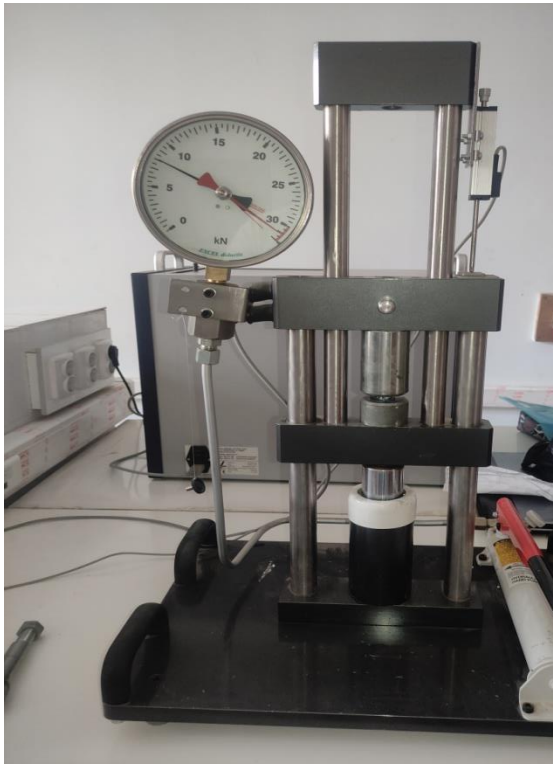


Figure 42 : Machine hydraulique a compression «EXCELDIDACTIC».

Conclusion

Dans cette partie expérimentale nous avons soumis les échantillons de l'alliage Zamak à plusieurs essais mécanique et cela dans le but de suivre l'évolution de leurs différentes caractéristiques en fonction du temps de broyage et de la température du frittage.

L'utilisation de ces résultats recueillis lors des essais reste un paramètre important pour déterminer l'effet du temps de broyage et la température de frittage sur les propriétés de la pièce.

1. Compression des poudres :

Après l'opération du pressage nous avons obtenu sept pastilles dont les dimensions sont représentées dans le tableau 07:

Dimensions Pastilles	Poids(g)	Diamètres(mm)	Epaisseur(mm)
Pastille1 (Broyé 1h)	8.05	13	10.9
Pastille2 (Broyé 3h)	8.01	13	10.3
Pastille3 (Broyé 4h)	8.03	13	11
Pastille4 (Broyé 1h)	8.00	13	10.9
Pastille5 (Broyé 3h)	8.04	13	10.04
Pastille6 (Broyé 4h)	8.02	13	11
Pastille7 (broyé 4h)	8.01	13	11

Tableau 7: Mesures dimensionnelles des échantillons.



Figure 43: Pastille avant frittage.

2. Microstructure de l'alliage zamak :**2.1 Analyse microscopique avant le frittage :**

Avant le frittage nous avons soumis nos échantillons à un microscope optique afin de voir leur microstructure. Les images obtenues montrent qu'avant le frittage, la microstructure des particules apparaît très poreuse. Cependant, nous avons observé une répartition uniforme des particules de zinc, cuivre, aluminium et magnésium. Aussi les joints de grains n'apparaissent pas très bien ce qui explique que les atomes sont incohérents (figure 44-45).

Il est important de noter que, les images optiques sont obtenues avec un zoom 200 et 400.

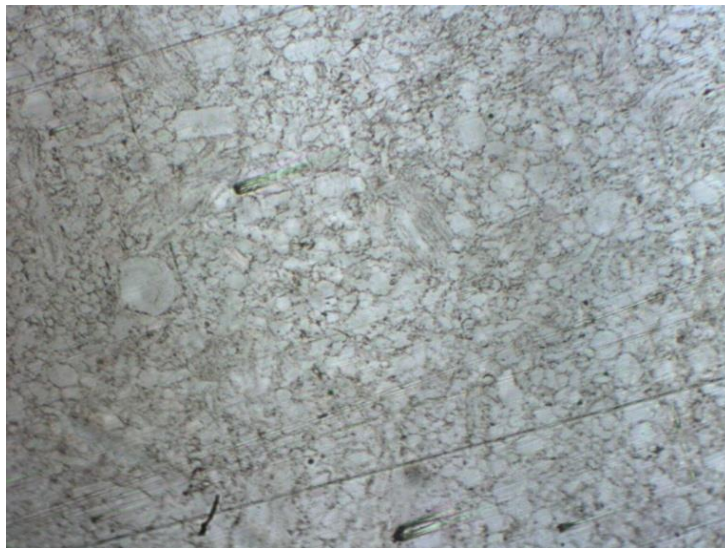


Figure 44 : Microstructure de la pastille avant le frittage obtenue avec un microscope optique (zoom X200)



Figure 45 : Microstructure de la pastille avant le frittage obtenue avec un microscope optique (zoom x400)

3. Le Frittage :

Afin d'étudier l'effet de la température sur le frittage, nous avons soumis les six pastilles à différentes températures. Trois pastilles broyées respectivement 1h, 3h et 4h sont frittées à 400°C. Tandis que, les trois autres broyées 1h, 3h et 4h sont frittées à 350°C. Le temps de frittage des pastilles est de 2 heures en utilisant un four sous air de vitesse de chauffage de refroidissement de 5°C par minute. Le cas d'une pastille frittée à 400°C est montré par la figure 44.



Figure 46 : Pastille après frittage à 400°C.

Après frittage, nous avons observé une augmentation de la taille des échantillons en mesurant leur épaisseur et leur diamètre. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau 08.

Pastilles	Epaisseurs(mm)	Diamètres(mm)
Pastille 1h (400°C)	11.2	13.2
Pastille 3h (400°C)	10.5	13.18
Pastille 4h (400°C)	11.2	13.2
Pastille 1h (350°C)	11.1	13.2
Pastille 3h (350°C)	11.3	13.16
Pastille 4h (350°C)	11.1	13.17

Tableau 8: Mesures dimensionnelles des échantillons après le frittage.

3.1 Analyse microscopique après le frittage à 400°C:

Les pastilles obtenues après frittage sont observées sous un microscope optique

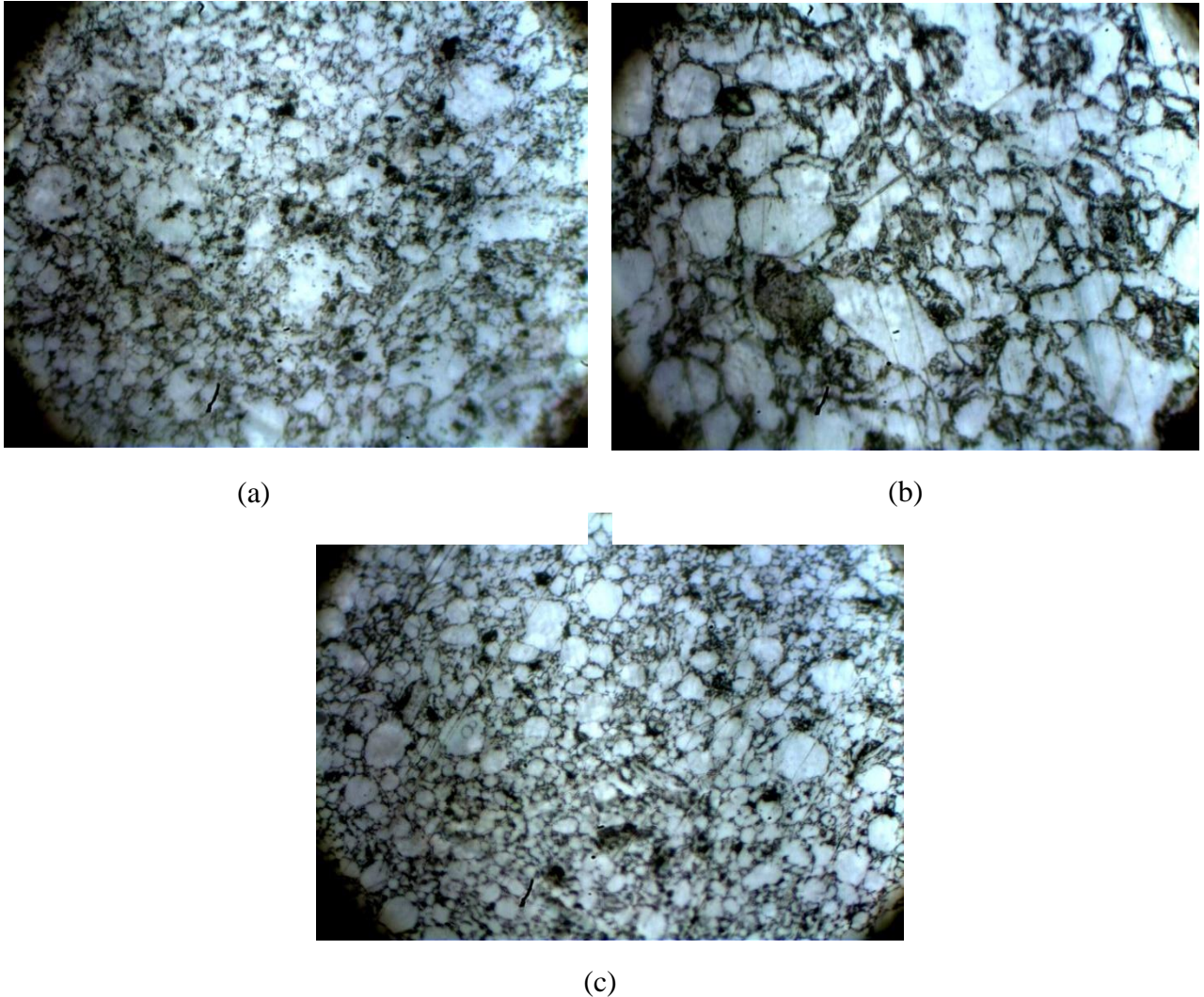


Figure 47 : Pastilles frittées à 400°C : a) broyée 1h, b) broyée 3h, c) broyée 4h

La microstructure des échantillons obtenue à 400°C, nous révèle une phase blanchâtre due probablement à l'élément le plus lourd du composé. Ce dernier est immergé dans une autre phase de couleur sombre, on remarque que cette phase blanche s'affine de plus en plus en augmentant le temps du broyage.

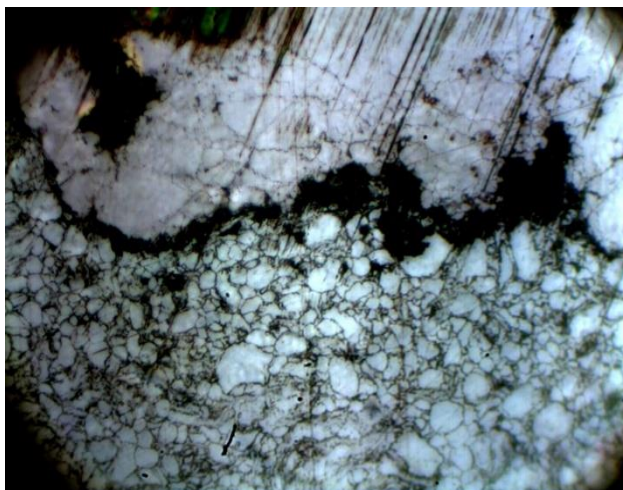
On constate aussi que, l'échantillon broyé 1h et fritté à 400°C (Figure 47a) présente de nombreux pores, des joints de grains apparaissent mieux et deviennent plus nettes. Nous remarquons également la présence de gros points noirs dus à l'oxydation, car l'apparition d'une

couche d'oxyde en surface est favorable à haute température et due à l'atmosphère du four sous air.

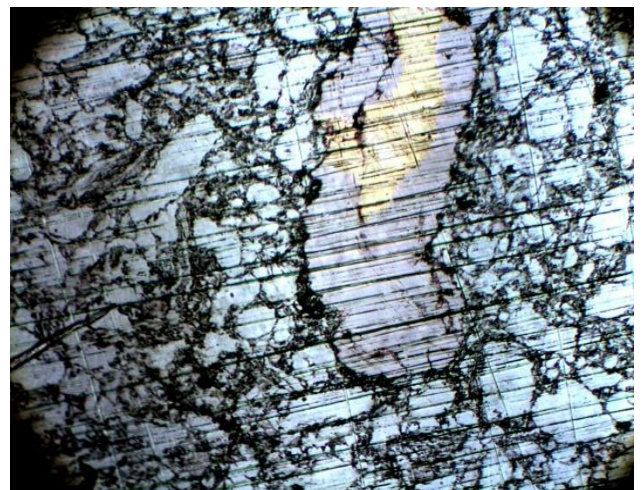
L'échantillon broyé 3h et fritté à 400 °C représenté sur la (Figure 47b) comparé à la (Figure 47a) montre l'évolution de l'élimination de la porosité. Néanmoins, des joints de grains entre les particules de (zinc, aluminium, cuivre, magnésium) apparaissent toujours. Il convient également de noter que l'oxydation augmente de manière significative.

L'échantillon broyé 4h et fritté à 400°C représentée sur la (figure 47c), nous montre à nouveau que la température de frittage favorise l'oxydation de l'alliage qui nous apparaît plus foncé. En revanche, par rapport aux figures 47a et 47b, les pores sont beaucoup moins présents car la fusion en surface des particules de zamak conduit à la formation de ponts inter-particulaires et à la consolidation de la structure.

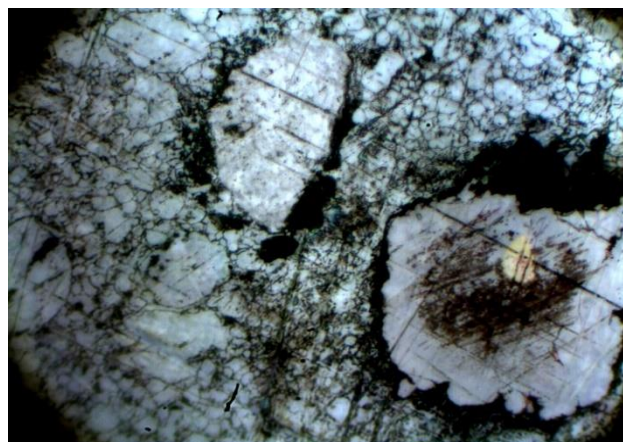
3.2 Analyse microscopique après le frittage à 350°C:



(a)



(b)



(c)

Figure 48 : Pastilles frittées à 350°C : a) broyée 1h, b) broyée 3h, c) broyée 4h

Dans le cas des échantillons frittés à 350°C, on remarque que, la microstructure, nous révèle une phase blanchâtre due probablement à l'élément le plus lourd du composé. La microstructure est pleine de rayure du probablement à un mauvais polissage, et que le produit fritté à 350° est moins meilleurs que celui de 400° à cause de sa répartition métallographique qui n'était pas bien fritté par rapport à celui fritté à 400°. On remarque aussi une grande majorité de pores dû probablement à un mauvais tassage du produit avant frittage.

On voit aussi, l'apparition de la porosité dans le cas de l'échantillon broyé 1h (figure 48a). Cela prouve que ce dernier n'a pas était totalement fondu. Nous remarquons aussi que les joints de grains n'apparaissent pas très bien, ainsi que la présence des taches noires due à l'oxydation car à des hautes températures et en raison de l'atmosphère du four qui est sous air l'apparition des couches d'oxydes superficielles sont favorisées.

L'échantillon broyé 3h représentée par la figure 48b montre une évolution dans l'élimination des pores en comparaison avec la figure 48a. Néanmoins, les joints de grain entre les particules de cuivre apparaissent encore. Nous pouvons d'ailleurs distinguer la morphologie des particules de cuivre, Il faut noter également que l'oxydation a augmenté d'une façon significative.

L'échantillon broyé 4h fritté à 350 °C représentée par la figure 48c nous démontre encore une fois que la température de frittage favorise l'oxydation de l'alliage, ce dernier nous paraît beaucoup plus noirci. Par contre, les pores sont beaucoup moins présent comparativement aux figures 48 a et 48b car il y'a eu fusion superficielle des particules du cuivre ce qui a entraîné la formation de ponts inter-particulaire et la consolidation de la structure en générale.

4. Test de dureté VICKERS :

Pour connaître la dureté des pièces, nous avons réalisé les tests de VICKERS sur les sept pastilles sous une charge de 30 Kg. Après le test nous avons obtenu des empreintes digitales mesurées à l'aide d'une règle correspondant au grossissement du microscope. Les résultats sont présentés comme suit :

Sachant que, le calcul de la surface de l'empreinte et le calcul de la dureté sont donnés par :

$$S = \frac{d^2}{2 \sin^2 \frac{\gamma}{2}} = \frac{d^2}{1,8544}$$

$$HV1=1,8544 \times \frac{30}{1,0033^2}$$

Nous avons obtenu pour le calcul de la surface de l'empreinte les résultats suivants :

Pastille 1 : broyée 1h et frittée 400°C

$$S_1 = \frac{(1,0033)^2}{1,8544} \Rightarrow S_1 = 0,558mm^2$$

Pastille 2 : broyée 3h et frittée 400°C

$$S_2 = \frac{(1,993)^2}{1,8544} \Rightarrow S_2 = 0,531mm^2$$

Pastille3 : broyée 4h et frittée 400°C

$$S_3 = \frac{(1,96)^2}{1,8544} \Rightarrow S_3 = 0,496mm^2$$

Pastille4 : broyée 1h et frittée 350°C

$$S_4 = \frac{(1,12)^2}{1,8544} \Rightarrow S_4 = 0,67mm^2$$

Pastille5 : broyée 3h et frittée 350°C

$$S_5 = \frac{(1,09)^2}{1,8544} \Rightarrow S_5 = 0,640mm^2$$

Pastille6 : broyée 4h et frittée 350°C

$$S_6 = \frac{(0,983)^2}{1,8544} \Rightarrow S_6 = 0,521mm^2$$

Pastille7 : broyée 4h et non frittée

$$S_7 = \frac{(1,14)^2}{1,8544} \Rightarrow S_7 = 0,701mm^2$$

Pour le calcul de la dureté les résultats sont comme suit :

Pastille1 :

$$HV_1 = 1,8544 \times \frac{30}{(1,0033)^2} \Rightarrow HV_1 = 55,3HV$$

Pastille2:

$$HV_2 = 1,8544 \times \frac{30}{0,993} \Rightarrow HV_2 = 56,42HV$$

Pastille3 :

$$HV_3 = 1,8544 \times \frac{30}{(0,96)^2} \Rightarrow HV_3 = 60,36HV$$

Pastille4 :

$$HV_4 = 1,8544 \times \frac{30}{(1,12)^2} \Rightarrow HV_4 = 44,50HV$$

Pastille5 :

$$HV_5 = 1,8544 \times \frac{30}{(1,09)^2} \Rightarrow HV_5 = 46,82HV$$

Pastille 6 :

$$HV_6 = 1,8544 \times \frac{30}{(0,983)^2} \Rightarrow HV_6 = 57,59HV$$

Pastille7 :

$$HV_7 = 1,8544 \times \frac{30}{(1,14)^2} \Rightarrow HV_7 = 42,80HV$$

Les résultats sont récapitulés dans le tableau 09 :

Pastilles	Surfaces de l’empreinte	Duretés HV
Pastille 1	0.558	55.3 HV
Pastille 2	0.531	56,42 HV
Pastille 3	0.496	60,36 HV
Pastille 4	0,67	44.50 HV
Pastille 5	0.640	46,82 HV
Pastille 6	0.521	57,59 HV
Pastille 7	0.701	42,80 HV

Tableau 09 :Résultats du testdedureté de VICKERS.

5. Test de conductivité électrique :

En utilisant un ohmmètre **MCP MT8045** avec un calibre de200 Ω, nous avons effectué le test de la conductivité électrique del’échantillonbroyé 3h fritté à 400°c les résultats obtenus sont comme suit :

La résistance de l’échantillon est de :

$$R = 0,13\Omega$$

Sachant que la conductance est donnée par :

$$G = 1/ R$$

On trouve :

$$G = 7,67\Omega^{-1}$$

La conductivité σ est reliée à la conductance par la relation :

$$G = \sigma S / L$$

d'où :

$$\sigma = GL / S$$

on obtient alors :

$$\sigma = \frac{7,69 * 1,1 * 10^{-2}}{2 * \pi * (0,65 * 10^{-2})^2} = 103,61\Omega^{-1}m$$

Notons que les différentes valeurs obtenues de la conductivité dans les différentes régions de l'alliage fluctuent entre $103 \Omega^{-1}m^{-1}$ à $105\Omega^{-1}m^{-1}$, on constate que le zamak est un bon conducteur de courant.

6. Test de densité :

Afin de connaître la densité du zamak, nous avons placé notre échantillon sur un porte échantillon pour calculer sa masse dans l'air. Le même échantillon est ensuite placé dans un bichon rempli de l'eau distillée à $(\frac{3}{4})$ pour calculer sa masse apparente. Sachant que ;

La densité ρ est donnée par :

$$\rho = \frac{m_{air} * \rho_{eau}}{m_{air} - m_{app}}$$

m_{air} est la masse dans l'air

$$m_{air} = 7071,4mg$$

ρ est la densité de l'eau

$$\rho_{eau} = 9746,1mg$$

m_{app} est la masse apparente dans l'eau

$$m_{air} = 5838,6,4mg$$

Le calcul de la densité du matériau nous donne :

$$\rho = 7,07 * \frac{0,9847}{(7,07 - 5,84)} = 5,65g / ml^3$$

$$\rho = 5650Kg / m^3$$

Si on compare la valeur de la densité ρ que nous avons obtenue à celle de la littérature qui est de 6,6g/ml on trouve que les deux valeurs sont proches.

7. Test de compression :

Après notre test de compression, l'interface du logiciel "MATT.3000" nous donne des valeurs numériques. Ces dernières sont tracées sur des graphes :

La figure 49 et la figure 50 représentent les graphes de compression des pastilles frittées respectivement à 400°C et 350°C. Quant à la figure 51 elle représente de graphe de compression de la pastille non frittée.

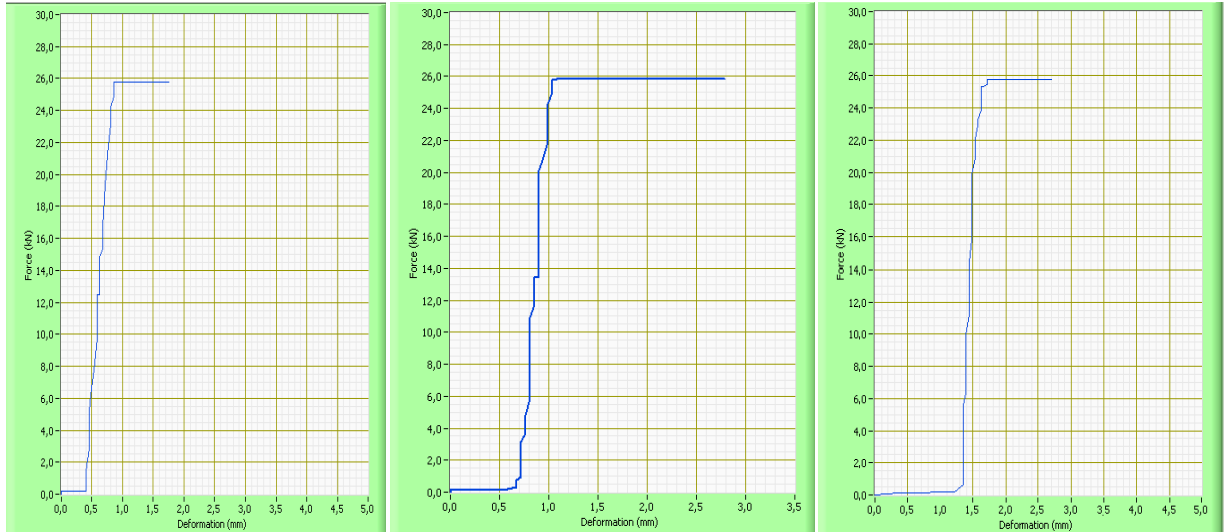


Figure 49 : graphe de compression de la pastille fritté à 400°C : a) broyée 1h, b) broyée 3h, c) broyée 4h

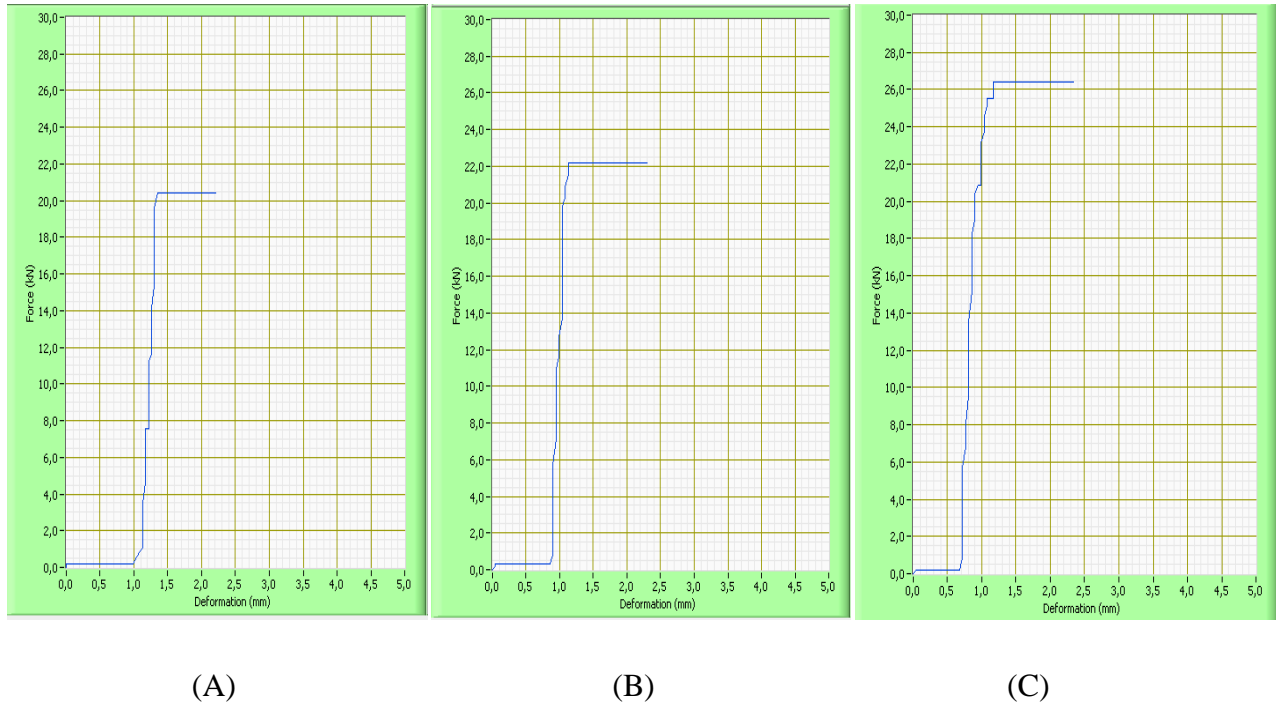


Figure 50 : Graphe de compression de la pastille fritté à 400°C : a) broyée 1h, b) broyée 3h, c) broyée 4h

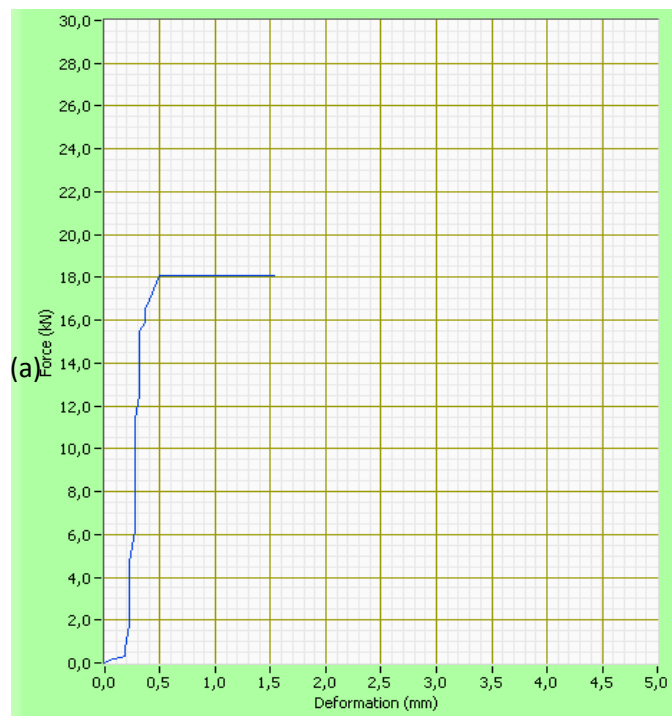


Figure 51: graphe de compression pastille broyée 4h sans frittage

En résumé :

Pour la pastille broyée une heure et frittée à 400°C, le graphe de la figure 49a nous révèle un glissement de la machine jusqu'à 0.75 mm, suivis d'une augmentation de force jusqu'à 25,9KN en suite il y'a eu une autre déformation de 2,79 mm puis la rupture de l'échantillon. On remarque aussi que le module d'élasticité est de 915 N/mm²

Pour la pastille broyée trois heure et frittée à 400°C, le graphe de la figure 49b nous montre un glissement de la machine 0,4 mm, suivis d'une augmentation de force jusqu'à 25,8 KN en suite il y'a eu une autre déformation de 2,70 mm puis la rupture de l'échantillon.

Pour la pastille broyée quatre heure et frittée à 400°C, nous remarquons que la déformation est plus au moins proportionnelle à la force appliquée jusqu'à atteindre la valeur de 0,11 KN ou il y'a eu une déformation de 1,35 mm, suivis d'une augmentation de la force en quasi proportionnalité avec la déformation jusqu'à atteindre la valeur maximale de 25,8 KN. Ensuite nous observons une déformation de 1,75 mm puis la rupture de la pastille (voir la figure 49c). Il est à signaler que le module d'élasticité calculé pour les trois pastilles frittées à 400°C est d'environ 911N/mm².

La pastille broyée une heure frittée à 350°C cas de la figure 50a nous révèle un glissement de la machine de 0.85 mm, suivis d'une augmentation de force jusqu'à 20,2KN. Ensuite, une autre déformation de 2,34 mm suivi de la rupture de l'échantillon.

La pastille broyée trois heure frittée à 350°C le graphe de la figure 50b nous révèle un glissement de la machine de 0,85 mm, suivis d'une augmentation de force jusqu'à 22,2KN puis une autre déformation de 2,29 mm suivi de la rupture de l'échantillon.

La pastille broyée quatre heure frittée à 350°C, montre que la déformation est plus au moins proportionnelle à la force appliqué jusqu'à atteindre la valeur de 0,11 KN ou il y'a eu une déformation de 0,75 mm, suivis d'une augmentation de la force en quasi proportionnalité avec la déformation jusqu'à atteindre la valeur maximale de 26,4KN. Ensuite nous observons une déformation de 2,27 mm, puis la rupture de la pastille (voir la figure 50c).

Dans le cas des pastilles frittées à 350°C le module d'élasticité calculé par le logiciel est d'environ 785N/mm².

Pour la pastille broyée quatre heures et non frittée, le graphe de la figure 51 nous révèle une petite déformation de 0,25 mm à 0,15KN, suivis d'une augmentation de force jusqu'à 18,1 KN en suite il y'a eu une autre déformation de 1,53 mm puis la rupture de l'échantillon.

8. Discussions des résultats :

L'analyse expérimentale nous révèle de nombreux résultats de caractérisation de l'alliage ZAMAK produit par le broyage à des temps différents et le frittage à différentes températures. Plusieurs essais techniques, mécaniques et chimiques et caractérisation structurale des alliages ont été réalisés.

Le test de dureté nous a montré que lorsque la durée du temps de broyage augmente et la température de frittage augmente, la dureté du matériau augmente.

Ce test nous a révélé aussi que non seulement la pastille frittée à 400°C est plus résistante que celle frittée à 350 °C, qui à son tour est plus résistante que celle non frittée.

Le test de conductivité nous a montré que le ZAMAK est un bon conducteur de courant électrique..

Le test de densité nous a donné une valeur très proche de celle du ZAMAK 3 existant dans la littérature.

Lors du test de compression, nous avons constaté que la durée du temps de broyage et température affecte la ductilité de l'échantillon. La pièce broyée une heure a présenté une déformation plus importante que les deux pièces broyées trois heures et quatre heures de temps. D'autre part, la pastille frittée à 350 ° C présente un comportement presque fragile sous compression que celle frittée à 400°C car elle présente une déformation maximale.

Conclusion générale :

Cette étude nous a permis d'observer l'effet du temps de broyage et de la température de frittage sur certaines des propriétés mécaniques et chimiques des alliages produits par frittage dans un four à air, en tenant compte des facteurs d'oxydation que les échantillons ont subis lors du traitement.

Les résultats obtenus montrent que :

- ❖ Après le frittage, nous avons observé un grossissement des grains.
- ❖ La dureté des échantillons augmente avec la l'augmentation du temps de broyage et la température du frittage, qui se forme avec la fusion superficielle des particules et la formation de ponts inter-granulaires, qui consolident la microstructure de l'alliage.
- ❖ Les micrographies obtenues par microscope optique montrent que la porosité diminue avec l'augmentation de la température de frittage.

Références bibliographiques

- [01] Sylvain PROFFIT, « Etude de la répartition géochimique du cuivre dans les sols du vignoble champenois : Approche par modèles synthétiques de complexité croissante » thèse de doctorat UNIVERSITE DE REIMS CHAMPAGNE-ARDENNE, 2011.
- [02] Ala Zouaghi, « Etude de la compaction isostatique a chaud de l'acier inox 316L : Modélisation numérique a l'échelle mésoscopique et caractérisation expérimentale » Thèse de doctorat, Paris ,2013
- [03] Damien FABREGUE, « Microstructure et fissuration à chaud lors du soudage laser d'alliages d'aluminium 6000 » Thèse de doctorat, 2004
- [04] H D.Bouvard et G.Cizeron «La métallurgie de poudre », N°270, volume 25,1994enri FAUDUET « Mécanique des fluides et des solides appliquée a la chimie », LAVOISIER, Paris, 2011
- [05] G.Lemasson, L.Blain«Matériaux de construction mécanique et électrique», BORDAS, Paris, 1976.
- [06] Jean Philibert, Alain Vignes, Yves Bréchet, Pierre combrade «Métallurgie du minerais au matériau», Dunod, Paris, 2002.
- [07] Jean – Paul BAILON, Jean – Marie DORLOT « DES MATERIAUX», Ecole Polytechnique de Montréal, 2000
- [08] Jean Philibert, Alain Vignes, Yves Bréchet, Pierre combrade «Métallurgie du minerais au matériau», Dunod, Paris, 2002
- [09] MALINGE Antoine thèse de doctorat «Etude de frittage de poudres de carbure de silicium de taille nanométrique. Application à l'élaboration des fibres», 2011
- [10] Michel Colombié « MATERIAUX METALIQUES », Dunod, Paris, 2017
- [11] Naouam BOUDINAR, « Élaboration et études structurales et microstructurales des poudres nanostructures à base de fer », Thèse de l'université d'Annaba, 2011
- [12] P. MILLET, « Diagrammes de Phases », support de cour, Société Francophone de Biomatériaux Dentaires, 2009-2010.
- [13] Henri FAUDUET « Mécanique des fluides et des solides appliquée a la chimie », LAVOISIER, Paris, 2011.

Références bibliographiques

[14].MALINGE Antoine thèse de doctorat «Etude de frittage de poudres de carbure de silicium de taille nanométrique. Application à l'élaboration des fibres», 2011.