

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
UNIVERSITÉ MOULOUD MAMMERRI DE TIZI-OUZOU  
FACULTÉ DE GÉNIE DE LA CONSTRUCTION  
DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE



## Mémoire De fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme de Mastère Académique en Génie Mécanique  
Filière Electromécanique  
Option maintenance industrielle

### Thème

Etude de l'influence de la température de frittage sur l'alliage  
Ni-Cu35%

Réalisé par :

TIGHILT Djamel & BELKACEMI Aghiles

Devant le jury :

Président : M<sup>r</sup> SIAT Smail

Promotrice : M<sup>me</sup> ARAR Ouiza

Examinatrice : M<sup>me</sup> SAIDANI Ghania

Année Universitaire : 2020 / 2021.

## **REMERCIEMENTS**

*Avant tout, nous tenons à remercier Dieu tout puissant qui nous a donné toutes les capacités, la santé, le courage et la force pour réaliser ce modeste travail.*

*Nous tenons à remercier sincèrement, de tout cœur et de toute gratitude, Notre Promotrice M<sup>me</sup> ARAR Ouiza docteur à l'université de Tizi-Ouzou, d'avoir accepté, dirigé et suivi ce travail.*

*Nos remerciements vont à tous les membres de jury dont M<sup>r</sup> SIAT Smail en sa qualité de président de jury et M<sup>me</sup> SAIDANI Ghania en sa qualité d'examinatrice qui nous ont fait l'honneur de juger ce travail.*

*Nous tenons à exprimer vivement nos plus profonds remerciements aux membres du laboratoire de Génie mécanique (SDM).*

*Nos remerciements vont également à M<sup>r</sup> CHAOUCHI directeur du laboratoire de chimie des polymères pour son accueil ainsi qu'à tout le personnel.*

*Toutes nos gratitudes vont à M<sup>r</sup> NECHICHE Chef de département de génie mécanique pour ses conseils précieux.*

# Dédicaces

Je dédie ce modeste travail a :

A tous les membres de ma famille qui ont été toujours là pour moi.

La personne la plus chère au monde, la lumière de ma vie, la source de la tendresse, qui a sacrifié et souffert les meilleures années de sa vie jusqu'à ce qu'elle me voit réussir mes études.

## **Ma chère Mère**

La personne qui a toujours été pour moi un exemple, un père respectueux, honnête et méticuleux, je tiens à honorer l'homme que tu es.

Ce travail est le fruit de tous les sacrifices que tu as déployé pour mon éducation et ma formation.

## **Mon cher Père**

A tous mes amis et collègues ainsi qu'à toute personne ayant participé de près ou de loin dans la réalisation de ce travail.

**Aghiles. B**

# Dédicaces

« Dans les ténèbres les plus hostiles surgit une lumière flamboyante, elle s'écria : gare a vous je suis la science, j'éclairerais tous ceux qui s'approcheront de moi »

*Je dédie ce travail :*

*A mon cher père Abderrahmane et ma chère mère Tassadit*

*Qui par leurs soutiens quotidiens, m'ont apportés courage et ambition.*

*A mes frères et mes sœurs qui m'ont encouragé et soutenu*

*moralement et ont été à mes côtés durant tout le long de ce travail.*

*A toute personne de ma grande famille.*

*A mes amis Pour leurs encouragements, leur compréhension,*

*A mes chères collègues.*

*Je leur souhaite à tous un bonheur incommensurable.*

TIGHILT Djamel



# **SOMMAIRE**

Introduction générale

## Chapitre I : Etude de l'alliage Ni-Cu35% par métallurgie classique

Introduction.....	02
I-1 Le nickel à travers les âges.....	02
I-2 Caractéristiques du nickel pur.....	03
I-3 Courbe de refroidissement du nickel pur.....	05
I-4 Les alliages de nickel.....	06
I-4-1 Les alliages fer - nickel.....	06
I-4-2 Les alliages nickel-cuivre.....	06
I-4-3 Les superalliages .....	07
I.5 Le cuivre a travers les âge.....	07
I-6 Caractéristiques du cuivre pur .....	07
I-7 Courbe de refroidissement du cuivre pur .....	10
I-8 Les alliages du cuivre .....	10
I-8-1 Alliage cuivre-zinc.....	11
I-8-2 Alliage Cu – Sn.....	11
I-8-3 Alliage Cu – Cr.....	11
I-9 Alliage nickel - cuivre .....	11
I-9-1 Règles de miscibilité.....	12
I-9-2 Diagramme d'équilibre binaire.....	13
I-9-3 Diagramme d'équilibre Ni-Cu.....	13
I-9-4 Elaboration du diagramme d'équilibre binaire Ni-Cu.....	14

I-9-5 Règles d'utilisation .....	15
I-10 Phénomène de solidification.....	16
I-11 Solutions solide de substitution et d'insertion.....	19
Conclusion .....	20

## Chapitre II : Généralités sur la métallurgie des poudres.

Introduction.....	21
II-1 Métallurgie des poudres .....	21
II-2 Procédés d'obtention des poudres .....	22
II-2-1 Procédés mécanique .....	22
II-2-1-1 Atomisation .....	22
II-2-1-2 Le broyage.....	23
II-2-2 Procédés chimique d'obtention des poudres .....	25
II-2-3 Procédés physique d'obtention des poudres .....	27
II-2-3-1 Obtention des poudres par évaporation et condensation .....	27
II-3 Caractéristiques des poudres métalliques .....	27
II-3-1 Morphologie .....	28
II-3-2 Analyse granulométrique .....	28
II-3-3 La porosité .....	29
II-3-4 Densité de la poudre métallique .....	30
II-4 Le mélange des poudres .....	30
II-4-1 Les aspects du mélange .....	31
II-4-2 Mécanismes de mélange .....	32

II-4-2-a Mélange par diffusion.....	32
II-4-2-b Mélange par convection .....	32
II-4-2-c Mélange par cisaillement .....	32
II-4-3 Mécanismes de ségrégation .....	32
II-5 Compressibilité des poudres .....	33
II-5-1 La compacité.....	34
II-5-2 La compression .....	34
II-5-2-1 Compression isostatique a froid (CIF) .....	34
II-5-2-2 Compression isostatique a chaud (CIC) .....	34
II-5-3 les différentes méthodes de compression .....	35
II-5-3.1 La compression uniaxiale .....	35
II-5-3-2 La compression unilatérale.....	35
II-5-3-3 La compression bilatérale.....	35
II-6 Le frittage.....	36
II-6-1 Paramètre de frittage .....	37
II-6-1-1 La température .....	37
II-6-1-2 Durée de frittage .....	37
II-6-1-3 La compression.....	37
II-6-1-4 Atmosphère de frittage .....	37
II-6-1-5 La grosseur des grains .....	37
II-7 Mécanisme de frittage .....	37
II-7-1 Phase primaire (formation de ponts) .....	38
II-7-2 Phase intermédiaire (cristallisation) .....	39

II-7-3 Stade final.....	40
II-8 Domaines d'application de la métallurgie des poudres .....	41
II-8-1 Elaboration d'alliage a fort écart de température de fusion .....	41
II-8-2 Matériaux céramique .....	41
II-8-3 Composants électroniques.....	41
II-8-4 La production en grande série .....	42
II-8-5 Pièces autolubrifiantes.....	42
II-8-6 Matériaux durs (cermets) .....	42
Conclusion .....	42

### Chapitre III : Techniques expérimentales

III Matières premières et technique expérimentale.....	43
III-1 Matières premières .....	43
III-2 Technique expérimentale .....	43
III-2-1 Morphologie des particules.....	43
III-2-2 Pesé du mélange.....	45
III-2-3 Mélange des poudres .....	45
III-2-4 Séchage du mélange.....	47
III-2-5 Préparation des échantillons (pastilles) .....	48
III-2-5-1 La compression .....	48
III-2-5-2 Le frittage .....	50
III-2-5-3 Le polissage .....	51
III-2-6 Tests mécanique .....	51

III-2-6-1 Test de dureté de BRINELL .....	52
III-2-6-2 Test de dureté de Vickers .....	54
III-2-6-3 Teste de compression.....	55
II-2-7 Attaque chimique .....	55
Conclusion .....	56

## Chapitre IV : résultats et interprétations

IV-1 Morphologie des particules .....	57
IV-2 Compression des poudres .....	58
IV-3 Analyse microscopique avant de traitement thermique .....	59
IV-4 Frittage .....	60
IV-5Analyse microscopique après le traitement thermique .....	61
IV-6 Test de dureté BRINELL .....	63
IV-7 Test de dureté de Vickers .....	65
IV-8 Test de compression .....	67
IV-9 Test de corrosion .....	69
IV-9-1 Analyse microscopique .....	70
IV-10 Discussion des résultats .....	73
Conclusion générale	

# Liste des figures

<b>Figure I.1</b> : Nickel pur.....	03
<b>Figure I.2</b> : Structure cristalline du nickel.....	05
<b>Figure I.3</b> : Courbe de refroidissement du nickel pur.....	06
<b>Figure I.4</b> : cuivre pur .....	08
<b>Figure I.5</b> : Structure cristalline du cuivre.....	09
<b>Figure I.6</b> : courbe de refroidissement du cuivre pur.....	10
<b>Figure I.7</b> : courbe d'analyse thermique de l'alliage Ni-Cu.....	13
<b>Figure I.8</b> : diagramme d'équilibre de l'alliage Ni-Cu .....	14
<b>Figure I.9</b> : Construction du diagramme de phase de l'alliage Ni-Cu.....	14
<b>Figure I.10</b> : Courbe de refroidissement d'un métal pur.....	16
<b>Figure I.11</b> : Courbe de refroidissement d'un alliage binaire.....	17
<b>Figure I.12</b> : Evolution des grains lors de la solidification.....	17
<b>Figure I.13</b> : Forme de l'interface solide/liquide en fonction de la vitesse de l'avancement.	18
<b>Figure I.14</b> : Représentation d'une dendrite.....	19
<b>Figure I.15.a</b> Solution solide d'insertion.....	20
<b>Figure I.15.b</b> Solution solide de substitution.....	20
<b>Figure II.1</b> : Schéma illustrant les procédés de préparation des poudre.....	22
<b>Figure II.2</b> : Principe de l'atomisation.....	23
<b>Figure II.3</b> : Schéma expliquant le fonctionnement du broyeur planétaire.....	23
<b>Figure II.4</b> : Broyeur attriteur.....	24
<b>Figure II.5</b> : Le broyeur a boulet.....	25
<b>Figure II.6</b> : Broyeur a disque.....	25
<b>Figure II.7</b> : Principe de l'électrolyse.....	26
<b>Figure II.8</b> : Principe de l'élaboration des poudres par évaporation/condensation.....	27

<b>Figure II.9</b> : Forme des grains de poudre métallique.....	28
<b>Figure II.10</b> : Porosités granulaire.....	30
<b>Figure II.11</b> : Compression uni axiale.....	35
<b>Figure II.12</b> : Différentes phases a suivre pour la compression.....	36
<b>Figure II.13</b> : Stade 1 du frittage.....	38
<b>Figure II.14</b> : Image au microscope électronique a balayage de la formation des pont entre les particules.....	39
<b>Figure II.15</b> : Formation et croissance des ponts.....	39
<b>Figure II.16</b> : Stade 2 du frittage.....	40
<b>Figure II.17</b> : Stade 3 du frittage.....	40
<b>Figure II.18</b> : Evolution de la densité relatif au cours des étapes de densification.....	41
<b>Figure III.1</b> : Microscope optique .....	44
<b>Figure III.2</b> : Balance (KERN) ABT 100-5M.....	45
<b>Figure III.3</b> : Mélange dans l'éthanol.....	46
<b>Figure III.4</b> : Mélangeur vibreur.....	46
<b>Figure III.5</b> : Ultrason a bain marie.....	47
<b>Figure III.6</b> : Etuve de séchage (MELAG).....	47
<b>Figure III.7</b> : Presse hydraulique de type Oehlgass.....	48
<b>Figure III.8</b> : Pastilleuse cylindrique en acier.....	49
<b>Figure III.9</b> : Schéma de pastilleuse.....	49
<b>Figure III.10</b> : Four à moufle.....	50
<b>Figure III.11.a</b> : polisseuse mécanique avec papier abrasif.....	51
<b>Figure III.11.b</b> : Polisseuse de finition avec un feutre imbibé d'eau contenant de l'alumine	51
<b>Figure III.12</b> : Principe de l'essai de dureté de BRINELL.....	52
<b>Figure III.13</b> : Appareils de mesure de la dureté de BRINELL.....	53
<b>Figure III.14</b> : Principe de l'essai de dureté de VIKERS.....	54

<b>Figure III.15 :</b> Machine hydraulique a compression « EXCEL DIDACTIC ».....	55
<b>Figure III.16 :</b> Test de corrosion.....	56
<b>Figure IV.1.a :</b> Grain de cuivre obtenu par microscope optique .....	57
<b>Figure IV.1.b :</b> Grain de Nickel obtenu par microscope optique.....	57
<b>Figure IV.2 :</b> Grain de cuivrer et de nickel obtenu par microscope optique .....	57
<b>Figure IV.3 :</b> Pastille avant le frittage.....	58
<b>Figure IV.4 :</b> Microstructure de la pastille avant le frittage obtenu avec un microscope optique.....	59
<b>Figure IV.5 :</b> Microstructure de la pastille avant le frittage obtenu avec un microscope optique.....	59
<b>Figure IV.6 :</b> Pastille après le frittage.....	60
<b>Figure IV.7 :</b> Microstructure de la pastille frittée à 500 °C obtenu avec un microscope optique .....	61
<b>Figure IV.8 :</b> Microstructure de la pastille frittée à 600 °C obtenu avec un microscope optique.....	62
<b>Figure IV.9 :</b> Microstructure de la pastille frittée à 700 °C obtenu avec un microscope optique.....	62
<b>Figure IV.10 :</b> Graphe de compression de la pastille 1 .....	67
<b>Figure IV.11 :</b> Graphe de compression de la pastille 2 .....	67
<b>Figure IV.12 :</b> Graph de compression de la pastille 3 .....	68
<b>Figure IV.13 :</b> Pastille après le test de compression.....	69
<b>Figure IV.14 :</b> Test de corrosion.....	70
<b>Figure IV.15 :</b> Microstructure de la pastille frittée à 500 °C après l'attaque chimique obtenue avec un microscope optique.....	71
<b>Figure IV.16 :</b> Microstructure de la pastille frittée à 600 °C après l'attaque chimique obtenue avec un microscope optique.....	71
<b>Figure IV.17 :</b> Microstructure de la pastille frittée à 700 °C après l'attaque chimique obtenue avec un microscope optique.....	72

# Liste des tableaux

<b>Tableau I.1</b> : Propriétés du Nickel pur.....	04
<b>Tableau I.2</b> : Caractéristiques du cuivre pur.....	09
<b>Tableau I.3</b> : Les critères de miscibilité de l'alliage Nickel-Cuivre.....	12
<b>Tableau II.1</b> : séparation des grains.....	29
<b>Tableau III.1</b> : Propriétés des poudre du nickel et du cuivre.....	43
<b>Tableau IV.1</b> : Mesure dimensionnelle des échantillons.....	58
<b>Tableau IV.2</b> : Dimensions des pastilles après le frittage.....	61
<b>Tableau IV.3</b> : Diamètres des empreintes.....	63
<b>Tableau IV.4</b> : Résultats du test de dureté de BRINELL.....	65
<b>Tableau IV.5</b> : Diamètres des empreintes.....	65
<b>Tableau IV.6</b> : Résultats du test de dureté de VIKERS.....	67
<b>Tableau IV.7</b> : Résultats de la pesé des échantillons après le test de la corrosion.....	69

# INTRODUCTION

## 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 couteux 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 uniaxiale 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.

Ce présent mémoire est composé de deux parties structurées en quatre chapitres. La première partie est une synthèse bibliographique dont le premier chapitre se porte sur l'étude de l'alliage Ni-Cu35% par la métallurgie classique. Le second chapitre est consacré aux généralités sur la métallurgie des poudres et plus précisément sur la technique de frittage. La deuxième partie de ce mémoire comporte deux chapitres. Le chapitre III est dédié à la description de la matière première ainsi qu'aux matériels utilisés. Les résultats expérimentaux et leurs discussions et interprétations sont abordés dans le chapitre IV.

---

# Chapitre I

Etude de l'alliage  
Ni-Cu35% par la métallurgie  
classique

# **Chapitre I : Etude de l'alliage Ni-Cu35% par la métallurgie classique**

---

## **Introduction**

L'objectif de ce chapitre est de décrire quelques propriétés de l'alliage nickel-cuivre utilisé dans le cadre de ce mémoire par la métallurgie classique. Pour ce faire, nous allons d'abord donner quelques caractéristiques physico-chimiques, mécaniques et la structure cristallographique des deux métaux à l'état pur. Ensuite les courbes de refroidissement ainsi que les diagrammes de phase des substances pures et de l'alliage nickel-cuivre seront abordés afin de mieux comprendre les pourcentages en concentration ainsi que les températures choisies pour la réalisation de l'alliage Ni-Cu35%.

### **I-1 Le nickel à travers les âges**

L'utilisation du nickel est très ancienne, attestée jusque 3500 av. J.-C. Des bronzes trouvés en Syrie possèdent une teneur en nickel jusqu'à 2%. D'anciens manuscrits chinois suggèrent que le cuivre blanc était utilisé en Chine entre le XVIII<sup>e</sup> siècle av. J.-C. et le XV<sup>e</sup> siècle av. J.-C. Toutefois, compte tenu du fait que le minerai de nickel était souvent confondu avec celui d'argent, sa connaissance et ses usages ne seront développés que plus tard [1].

Les premières pièces connues de cupronickel blanc-argent, contenant environ 20 % de nickel, ont été frappées au Bactria (Asie Mineure) pendant le règne d'Euthydemus II, aux environs de 190 av. J. -C.<sup>61</sup>Le minerai contenant du nickel, la niccolite, était très apprécié pour sa capacité à colorer le verre en vert. En 1751, le chimiste Suédois Axel Frederik Cronstedt essaya d'extraire du cuivre du Kopparnickel (faux cuivre), appelé maintenant niccolite et obtient à la place un métal blanc qu'il appela nickel.

Vers 1880, les pièces de monnaies de 5, 10 et 25 centimes de la République Française sont soit en cuivre pur, soit en cupronickel  $\text{Cu}_{75\%}\text{Ni}_{25\%}$ , La première pièce de monnaie de nickel pur est suisse et date de 1881.

Les métallurgistes en quête d'amélioration des propriétés mécaniques et physico-chimiques des produits ferreux s'aperçoivent que, outre sa facilité d'alliage avec de nombreux métaux, le nickel confère une grande résistance à l'acier et au fer. Il incorpore le nickel dans leurs productions de plus en plus sophistiquées via divers ferronickels patiemment mis au point. L'acier à 3% en masse de nickel est très vite utilisé dans les roues de wagons ferroviaires, puisque l'addition minime de Ni fait passer la charge de  $125 \text{ kg/m}^2$  à  $160 \text{ kg/m}^2$ . Les marines nationales emploient les aciers au nickel pour le blindage des navires. Les aciers faiblement

## Chapitre I : Etude de l'alliage Ni-Cu35% par la métallurgie classique

---

alliés sont facilement durcis, par 2% de nickel et 1% de nickel. La figure I.1 représente le métal de nickel pur [1].



**Figure I.1** : Nickel pur [2].

### I-2 Caractéristiques du nickel pur

Le nickel de symbole chimique Ni est un élément de la 4<sup>ème</sup> ligne et de la 10<sup>ème</sup> colonne de la classification périodique. Il occupe le huitième groupe de transition avec le fer et le cobalt. Le nickel de configuration électronique [Ar] 3d<sup>8</sup> 4s<sup>2</sup> possède un nombre atomique Z=28 et une masse atomique de 58,7 1u. C'est un métal blanc argenté (reflet gris) qui possède un éclat brillant, relativement dur, malléable et ductile, de densité 8,90 à 20°C. Il fond à 1453°C et bout à environ 2800°C. Le nickel cristallise dans le réseau cubique à faces centrées de paramètre de maille  $a = 0,352\text{nm}$  et de rayon atomique  $r = 0,124\text{ nm}$  (voir figure I.2). IL possède huit sites tétraédriques et quatre sites octaédriques par maille élémentaire. Le nickel est ferromagnétique avec une température de 355<sup>0</sup>C (point de Curie).

Les propriétés mécaniques du nickel sont voisines de celles du fer. Il se laisse laminier et étirer en fils assez fins. Le nickel résiste aux acides non-oxydants dilués et ne se corrode pas dans l'eau désaérée à température ambiante mais à l'eau de mer il subit une corrosion par piquuration. A des températures supérieures à 875°C, le nickel a une très bonne résistance à l'oxydation à l'air mais pour des températures plus élevées, il se corrode tout au long des joints de grains. Les principales caractéristiques physico-chimique et mécaniques du nickel sont indiquées dans le tableau I.1.

Propriétés	Valeurs
Masse atomique	58,6934 ± 0,0002 u
Rayon atomique	135 pm (149 pm)
Rayon de covalence	124 ± 4 pm <sup>2</sup>
Densité à 20°C	8.9 gcm <sup>-3</sup>
Résistivité à 20°C	6.8 microhom.cm
Abondance	0.01%
Electronégativité	1.91
Volume molaire	6.59×10 <sup>-6</sup> m <sup>3</sup> /mol
Masse volumique	8908 kgm <sup>-3</sup>
Chaleur massique	440 J/kg.K
Conductivité électrique	14.3×10 <sup>6</sup> S/m
Conductivité Thermique	90.7 W/m.K
Température de fusion	1455 °C
Température de vaporisation	2913 °C
Energie de fusion	17.47 kJ/mol
Energie de vaporisation	370.4 kJ/mol
Pression de la vapeur	237 Pa à 1726 KPa
Oxyde	faiblement basique
État d'oxydation	2, 3

**Tableau I.1** : Propriétés du nickel pur [3] et [4].

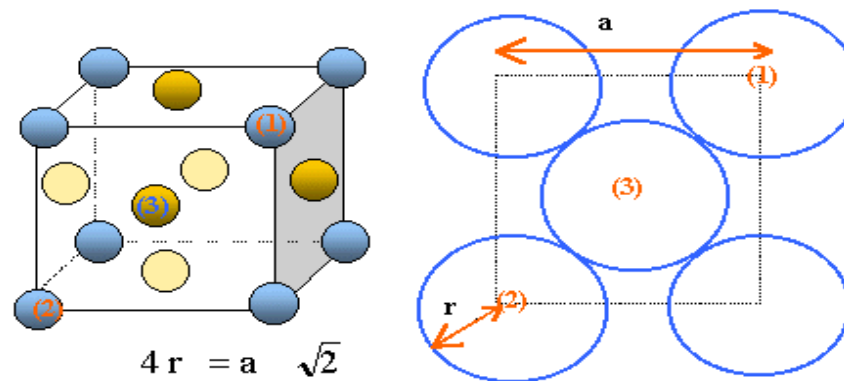
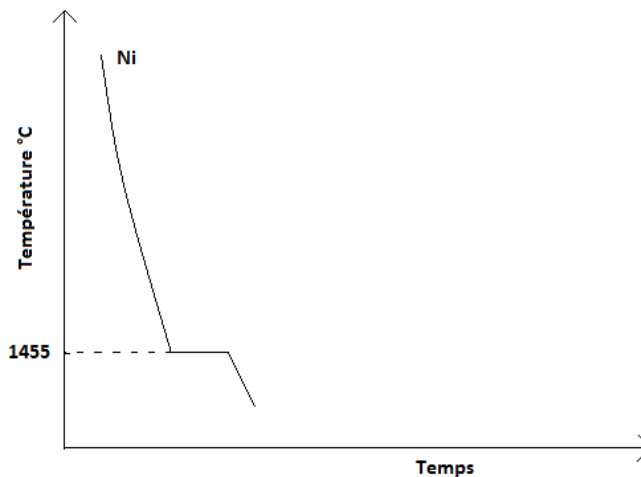


Figure I.2 : Structure cristalline du nickel.

### I-3 Courbe de refroidissement du nickel pur

Suivant la solidification d'un métal pur soumis à un refroidissement lent grâce à un thermocouple, la courbe d'analyse thermique (variation de la température avec le temps), (figure I-3) 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 [5]. 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 [5].



**Figure I.3 :** Courbe de refroidissement du nickel pur [5].

### **I-4 Les alliages de nickel**

Les applications du nickel pur sont beaucoup moins importantes que celles sous forme d'alliages avec d'autres composants [6]. Le nickel entre dans la composition de plusieurs familles d'alliages métalliques. En dehors des aciers inoxydables (qui n'appartiennent pas à la famille des alliages de nickel mais à celle des alliages), les alliages de nickel peuvent être classés en trois catégories :

#### **I- 4-1 Les alliages fer-nickel**

Les alliages fer-nickel sont utilisés pour leurs propriétés physiques, parfois étonnantes. Par exemple, l'invar, alliage fer-nickel contenant 36% de nickel (FeNi), est quasiment indilatable en-dessous de 200°C. Il est utilisé en cryogénie (cuve des navires méthaniers), et dans les écrans de téléviseurs cathodiques. Cet alliage ainsi est destiné à des domaines où les pièces sont soumises à des variations de température (horlogerie).

#### **I-4-2 Les alliages nickel-cuivre**

L'alliage nickel-cuivre communément appelé le monel est connu pour sa très bonne résistance à la corrosion en milieu acide ou marin, ainsi qu'une bonne aptitude à la mise en forme et au soudage.

## **Chapitre I : Etude de l'alliage Ni-Cu35% par la métallurgie classique**

---

### **I-4-3 Les superalliages**

Les super alliages sont des alliages de composition complexe, à base de nickel (ou de cobalt), présentant une excellente résistance à la corrosion. Ce sont des matériaux de choix pour les turboréacteurs (aéronautique).

### **I-5 Le cuivre à travers les âges**

Le cuivre a joué un rôle très important dans le développement des civilisations. Il a trouvé son origine dans plusieurs sites, et notamment à Chypre, qui lui a donné son nom : Aes Cyprium. Les anciens représentèrent le cuivre par le symbole ( $\text{♁}$ ), forme modifiée du hiéroglyphe égyptien signifiant "pour la vie", marquant ainsi la pérennité du cuivre [1].

Il est difficile de situer exactement le moment de l'apparition des premiers objets en cuivre et la division classique en âges de Pierre, du Bronze et du Fer n'est pas nettement délimitée. Il est vraisemblable que des outils et des armes de chasse en cuivre sont apparus dès l'époque néolithique, vers 5000 ans avant J.C., époque à laquelle ce métal existait dans la nature à l'état natif, c'est à dire pur de toute combinaison [1].

Des objets en cuivre ont été découverts en Irak, qui dataient du neuvième millénaire. On peut cependant dire d'une manière générale que les vieilles civilisations utilisaient le bronze, alliage de cuivre et d'étain, depuis 3 500 ans avant J.C., L'or et l'argent, qui étaient avec le cuivre les métaux les plus souvent trouvés à l'état natif, ont été très tôt utilisés, mais seulement comme ornement. L'une des 7 merveilles du monde, le Colosse de Rhodes, réalisé en 290 avant J.C., fut exécuté en martelant des feuilles de cuivre sur des moules de bois [1].

L'invention de la poudre à canon devait conduire à l'emploi du bronze en grandes quantités pour l'artillerie. Les premiers instruments scientifiques s'étaient en cuivre ou en laiton (alliage cuivre-zinc) à titre d'exemple : les boussoles, les balances et une grande partie des pièces métalliques employées à bord des navires

### **I-6 Caractéristiques du cuivre pur**

Le cuivre de symbole chimique Cu et de couleur rouge ou orangée (figure I.4) est l'un des rares métaux à se trouver naturellement dans la nature. C'est un élément de période 4 et du groupe 11 de la classification périodique, il appartient à la famille des métaux de transition.

## **Chapitre I : Etude de l'alliage Ni-Cu35% par la métallurgie classique**

---

Le cuivre de configuration électronique  $[\text{Ar}] 3d^{10} 4s^1$  possède un nombre atomique  $Z=29$  et une masse atomique 63,54 u, sa structure cristalline est cubique à faces centrées avec quatre atomes par maille élémentaire comme le montre la figure I.5. 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 de noblesse 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 d, leurs points de fusion relativement élevés et enfin leurs faibles réactivités [3].

Le cuivre est un métal ductile possédant une conductivité électrique et thermique particulièrement élevées 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 les radiateurs et les échangeurs de chaleur. Sa bonne conductivité électrique (la meilleure parmi les métaux non précieux) et thermique en fait de lui un matériau de choix en télécommunications, les transports ou encore le domaine de l'énergie [3].

Les caractéristiques physico-chimiques et mécaniques du cuivre sont résumées dans le tableau I.2.



**Figure I.4 : Cuivre pur.**

## Chapitre I : Etude de l'alliage Ni-Cu35% par la métallurgie classique

Masse atomique	63,65
Numéro atomique	29
Masse volumique à 20° C	8,98 a 8,9 Kg /Dcm <sup>3</sup>
Résistivité électrique a 20° C	1,7241 à 1,76 $\mu\Omega$ cm <sup>2</sup> /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 <sup>-1</sup>
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
Temperature de fusion	1083 °C
Temperature de recuit	De 375 a 650°C
Temperature de forgeage	750 a 900 °C
Point d'ébullition	2595 °C
Dilatabilité linéique entre 10 à 100°C	17 $\times$ 10 <sup>-6</sup> /deg
Coefficient de poisson	0.33
Module d'élasticité transversale	4300 daN / mm <sup>2</sup>
Resistance à la corrosion	Moyenne
Attitude aux déformations à froid	Très bonne
Attitude aux déformations à chaud	Bonne

Tableau I.2 : Caractéristiques du cuivre pur [3].

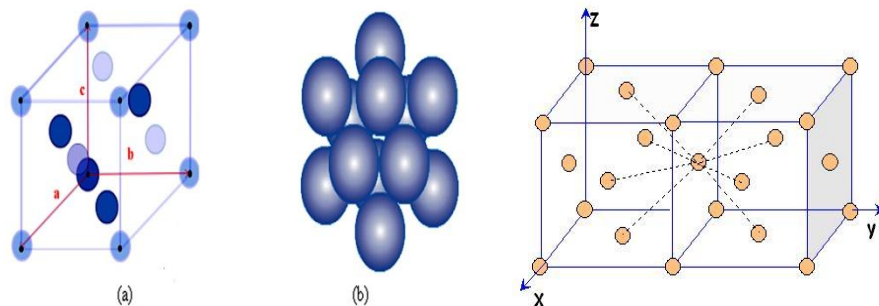


Figure I.5 : Structure cristalline du cuivre.

### I-7 Courbe de refroidissement du cuivre pur

La figure I.6 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.

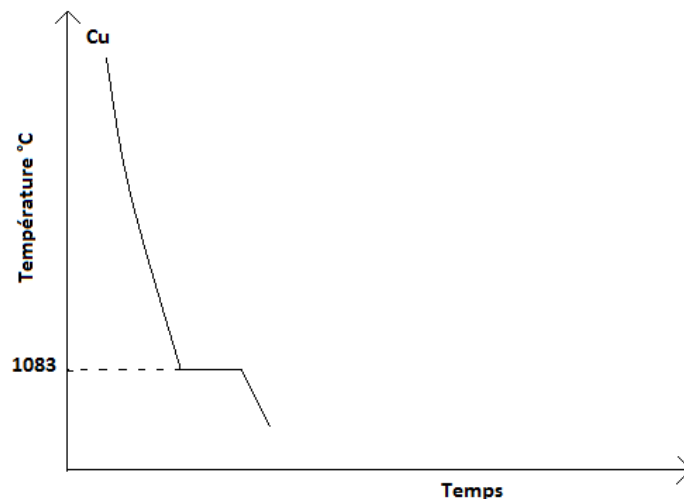


Figure I.6 : Courbe de refroidissement du cuivre pur [5] .

### I-8 Les alliages du cuivre

Le cuivre, pur ou sous forme d'alliages, fut le premier métal utilisé par l'homme. Grace à ses propriétés qui sont intéressantes, il demeure indispensable dans de nombreux domaines d'application. L'excellente conductibilité électrique et thermique du cuivre constitue sa qualité principale [4]. Ainsi, on utilise près de la moitié de la production mondiale du cuivre dans des applications comme les conducteurs, les transformateurs, les moteurs et les générateurs électroniques, ...etc.

Le cuivre est très ductile et facile à mettre en forme par déformation plastique. A l'état recuit, ses propriétés sont médiocres, mais elles sont améliorées par écrouissage. Sa résistance à la corrosion est excellente dans différents milieux. Cette propriété permet de nombreuses applications, que ce soit avec le cuivre pur ou avec ces alliages [4].

Les alliages de cuivre sont répartis en deux groupes principaux à savoir : les laitons (alliage de cuivre et de zinc) et les bronzes (alliage de cuivre et d'étain) [4].

### **I-8-1 Alliage Cu-Zn**

Le laiton est un alliage de cuivre et de zinc dans la teneur en zinc, en général, n'excède pas les 40%. Le zinc forme avec le cuivre, une solution solide étendue jusqu'à 39% de zinc [7]. Le laiton est un alliage très répandu par de nombreux domaines tels que : la papeterie, de l'industrie horlogère, de la robinetterie et de la tuyauterie, le laiton est un alliage fréquemment utilisé du fait des nombreux avantages qu'il offre [4].

Le laiton dispose d'une certaine malléabilité qui peut être fortement exploitée dans la construction d'objets particuliers. Il est également très apprécié en raison de sa résistance à la corrosion et sa facilité d'entretien. C'est pour cette raison que, le laiton est l'alliage le plus utilisé parmi les alliages de cuivre [7].

### **I-8-2 Alliage Cu-Sn**

Les bronzes sont essentiellement des alliages de cuivre et de l'étain, ils contiennent de 5 à 20 % d'étain. Les additions les plus fréquentes sont, le Zinc : 1 à 7 %, le plomb de 3 à 7 % pour des usages généraux, jusqu'à 30% pour les alliages de frottement, le phosphore de 0.01 à 0.5 % provenant de l'excès utilisé pour la désoxydation et qui, aux plus fortes teneurs, améliore les propriétés de frottement.

En raison de leur excellente attitude au moulage, les bronzes sont surtout des alliages de fonderie. Néanmoins, certaines nuances à moins de 10 % d'étain, sont utilisées à l'état corroyé sous forme de barres, tôles, bandes, rubans, fils et tubes [7].

### **I-8-3 Alliage Cu-Cr**

Du chrome de 0.60 à 1% avec éventuellement du Zirconium à 0.08%, cet alliage présente, après traitement thermique une conductivité électrique élevée associée à des caractéristiques mécaniques modérées, mais nettement plus élevées que celle du cuivre pur [7].

### **I-9 Alliage nickel-cuivre (le monel)**

L'alliage nickel-cuivre plus communément appelé le « monel » qui fait l'objet de ce mémoire présente une teneur en cuivre autour de 35 %. Ces alliages présentent une haute résistance mécanique, une bonne soudabilité et une excellente tenue à la corrosion dans une vaste gamme de températures et de conditions d'environnement. L'alliage NiCu35 est utilisé en milieu marin, pour le rivetage en aéronautique, les échangeurs de chaleur, la pétrochimie et

## Chapitre I : Etude de l'alliage Ni-Cu35% par la métallurgie classique

l'électronique (résistances électriques) [4]. Le monel est employé pour la manipulation de l'acide sulfurique en conditions réductrices et l'acide fluorhydrique. Il est également utilisé en contact avec l'eau de mer en mouvement et en particulier sur les plates-formes off-shore. Il est aussi employé en contact avec les solutions alcalines [4].

### I-9-1 Règles de miscibilité

En général, pour que deux éléments A et B puissent être entièrement miscible à l'état solide, les quatre conditions suivantes doivent être remplies [4] :

- Le diamètre atomique des éléments A et B ne doit pas différer de plus de 15 %.
- Les deux éléments A et B doivent avoir la même structure cristalline.
- Les valences des deux éléments doivent être égales (nombre d'électrons sur la couche extérieure de l'atome pouvant faire une liaison avec un autre atome).
- L'électronégativité de A et celle de B doivent être semblable.

Un écart plus au moins important par rapport à l'une ou l'autre des règles énoncées plus haut conduit à une miscibilité partielle à l'état solide ou la formation de composées intermédiaires . Dans ce cas, les atomes A et B alors trop différent de leurs tailles, leurs valence, leurs électronégativités ou leurs structure cristalline à l'état solide pour être totalement miscible à l'état solide, car l'addition d'atome B dans les atomes A (ou réciproquement) entraîne trop de distorsions élastique du réseau des atomes A et une augmentation très élevée de l'énergie interne du système (le mélange). Les lois de la thermodynamique conduisent alors le mélange à se séparer en deux phases, l'une riche en A l'autre riche en B. Ces phases peuvent aussi être des composés intermédiaires  $A_x B_y$ .

Dans le cas l'alliage Ni-Cu35 les critères de miscibilités sont résumés dans le tableau 1.3 :

Les critères	Nickel	Cuivre	Comparaison
Rayon atomique	0.124 nm	0.128 nm	Moins de 15%
Structure cristalline	Cubique a faces centrée	Cubique a faces centrée	Similaire
La valence	[Ar] $3d^8 4s^2$	[Ar] $3d^{10} 4s^1$	Semblable

## Chapitre I : Etude de l'alliage Ni-Cu35% par la métallurgie classique

L'électronégativité	1.91	1.95	Approximativement similaire
---------------------	------	------	-----------------------------

**Tableau I.3 :** Les critères de miscibilité de l'alliage nickel-cuivre.

Contenu des règles de miscibilité citées précédemment, nous pouvons conclure que dans le cas de l'alliage nickel-cuivre les deux éléments sont à miscibilité totale.

### I-9-2 diagramme d'équilibre binaire

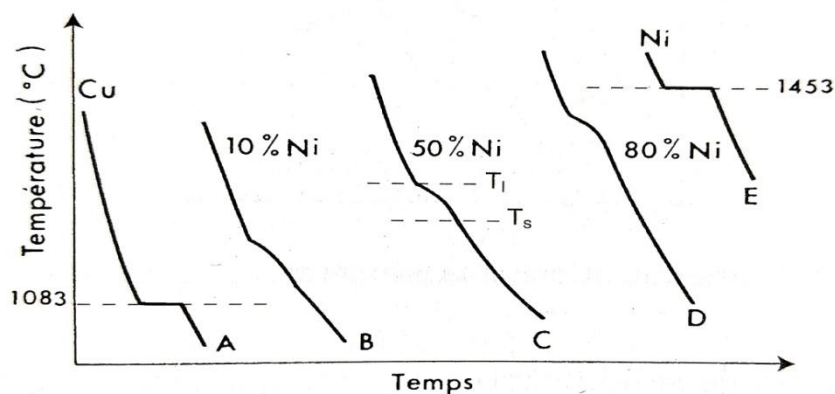
Un diagramme d'équilibre binaire permet de représenter les domaines de stabilités des phases et les conditions d'équilibre entre plusieurs phases en fonction de deux variables, la température  $\theta$  et la composition  $C$ .

Suivant la miscibilité des éléments du système, on distingue deux types de diagrammes binaires à savoir :

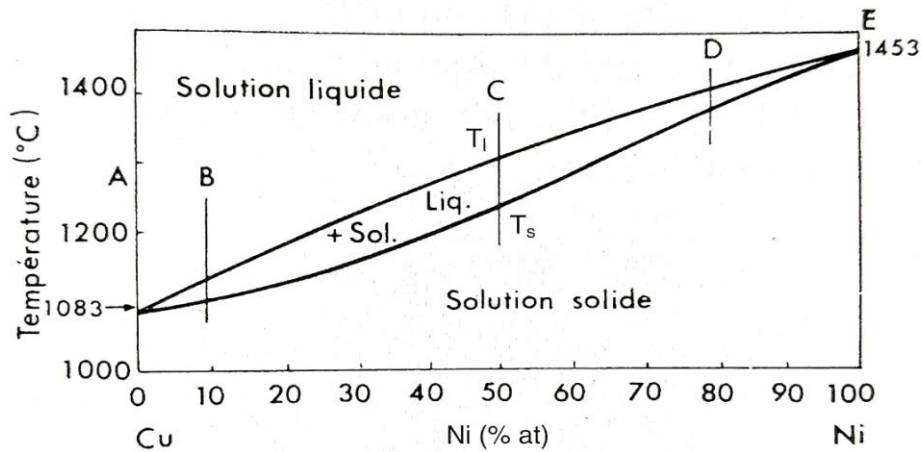
- a- Le diagramme d'équilibre binaire d'un système à miscibilité totale à l'état solide.
- b- Le diagramme d'équilibre binaire d'un système à miscibilité partielle à l'état solide.

### I-9-3 Diagramme d'équilibre Ni-Cu

La figure I.7 et La figure I.8 représentent respectivement la courbe de refroidissement et le diagramme d'équilibre de l'alliage nickel-cuivre.



**Figure I.7 :** Courbe d'analyse thermique de l'alliage Ni-Cu [5]



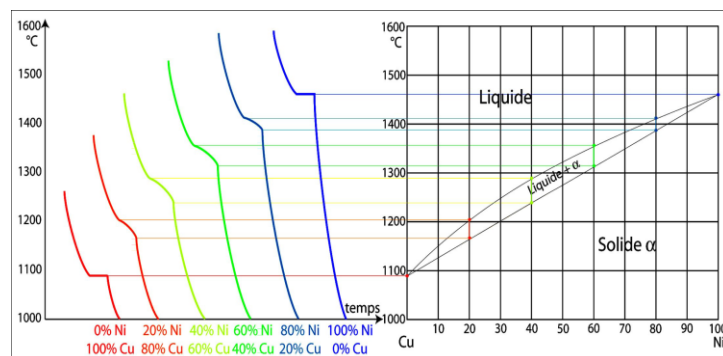
**Figure I.8 :** Diagramme d'équilibre de l'alliage Ni-Cu [5]

### I-9-4 Elaboration du diagramme d'équilibre binaire de Ni-Cu

Pour construire le diagramme de phase de l'alliage binaire Ni-Cu, il suffit d'enregistrer les courbes de refroidissement pour chaque concentration du nickel dans le cuivre en partant du cuivre métal pur jusqu'au nickel métal pur (figure I.9).

Dans ce cas, nous obtenons la courbe de refroidissement de cuivre avec un palier à 1084°C et la courbe de refroidissement du nickel avec un palier de 1453°C. Entre ces deux extrêmes, les alliages à différentes concentrations présentent un intervalle de solidification non isotherme.

De 0% de nickel à 100% de nickel, les points d'inflexions supérieurs qui correspondent au début de la solidification forment une courbe appelée liquidus, les points d'inflexion inférieurs qui correspondent à la solidification totale forment une courbe appelée solidus.



**Figure I.9 :** Construction du diagramme de phase de l'alliage Ni-Cu

### I-9-5 Règles d'utilisation

#### I-9-5-a Règle de l'horizontale

Pour un alliage en cours de solidification, elle permet de connaître les compositions des phases solide et liquide en présence. A une température T, les compositions des phases solide et liquide sont données respectivement par les abscisses des points d'intersection de l'horizontale à la température T avec le liquidus et le solidus ou bien avec deux branches différentes d'un diagramme [8].

Dans le cas du diagramme de l'alliage nickel-cuivre, L'alliage à 70% de Ni et 30% de Cu à la température  $T_a$  correspondant au point M. Si nous prenons comme valeur de  $T_a = 1350^\circ\text{C}$ , l'horizontale passant par cette température coupe le liquidus au point L et le solidus au point S. Les projections de L et S sur l'axe des abscisses donnent:

L = 56% de Ni

S = 84% de Ni

Donc la phase liquide contient 56% de Ni et la phase solide contient 84% de Ni.

#### I-9-5-b Règle des segments inverses

Pour un alliage en cours de solidification dont le point figuratif M (à la température  $T_0$ ) [8]:

$$\text{Le \% de la phase liquide est égale à: } \frac{MS}{LS} \times 100$$

$$\text{Le \% de la phase solide est égale à: } \frac{ML}{LS} \times 100$$

L et S étant les intersections de l'horizontale avec le liquidus et le solidus

Dans le cas de l'alliage à 70% de Ni et 30% de Cu à  $T_0 = 1350^\circ\text{C}$  on a:

$$MS = 84 - 70 = 14$$

$$ML = 70 - 56 = 14$$

$$LS = 84 - 56 = 28$$

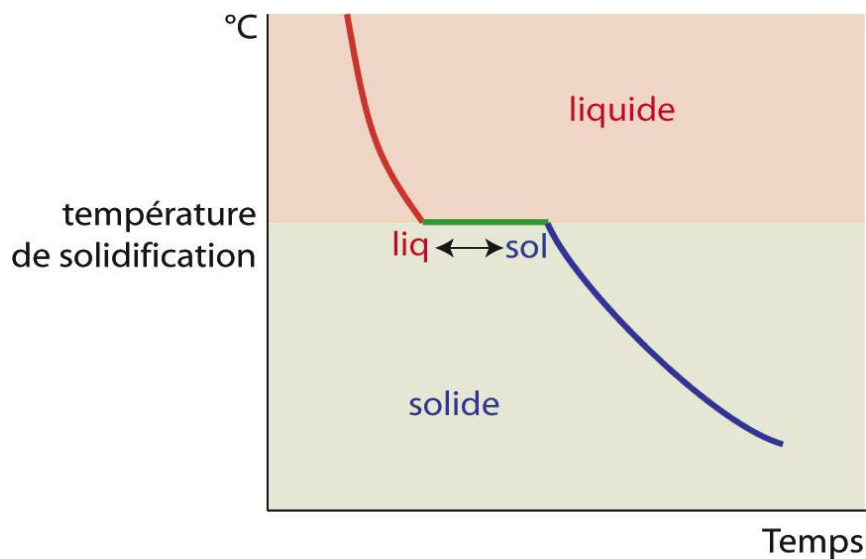
D'où :

$$\text{Le \% de la phase liquide est } \frac{14}{28} \times 100 = 50 \%$$

Le % de la phase solide est  $\frac{14}{28} \times 100 = 50 \%$

### I-10 Phénomènes de solidification

A l'exception du mercure, lorsqu'on refroidit un métal ou un alliage en fusion à température ambiante entraîne une solidification [9]. 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 I.10). Ce palier isotherme est d'autant plus marqué que le refroidissement est lent et que la masse d'alliage est plus grande.

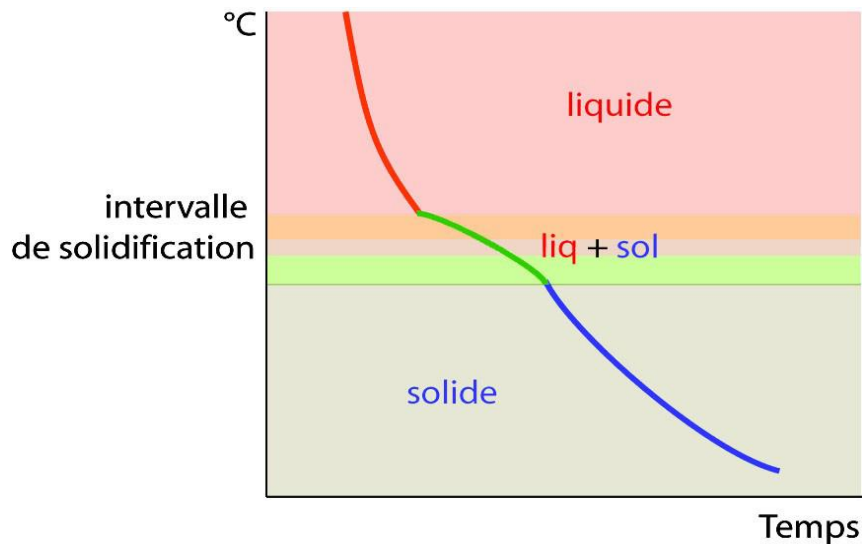


**Figure I.10:** Courbe de refroidissement d'un métal pur [9].

Pour réaliser un alliage, des proportions définies de constituants différents sont fondues et mélangées, puis l'ensemble est refroidi. Comme il a été dit plus haut, le résultat du mélange varie selon les variations relatives de la taille des atomes, le type de maille d'origine et des propriétés électroniques des différents constituants. Lorsqu'on étudie des alliages, les courbes de solidification deviennent beaucoup plus complexes. Elles comportent alors plusieurs sections de courbes raccordées par des points d'inflexion (figure I.11). Parfois, elles comportent également des paliers de solidification isotherme. Chacun des points d'inflexion

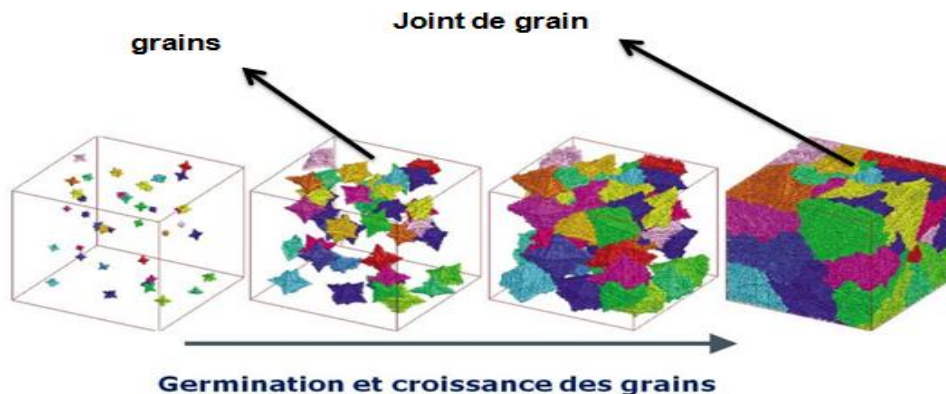
## Chapitre I : Etude de l'alliage Ni-Cu35% par la métallurgie classique

correspond à une variation du nombre de phases. Ainsi, entre deux points d'inflexion successifs, l'alliage comporte le même nombre de phases. Le point d'inflexion le plus élevé correspond à l'apparition d'un premier cristal dans l'alliage en fusion, le point d'inflexion le plus bas correspond à la solidification des dernières traces d'alliage en fusion. La figure I.11 montre la courbe de refroidissement d'un alliage binaire.



**Figure I.11:** Courbe de refroidissement d'un alliage de composition binaire [9].

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/croissance comme le montre la figure I.12.



**Figure I.12:** Evolution des grains lors de la solidification

### I-10-a La germination

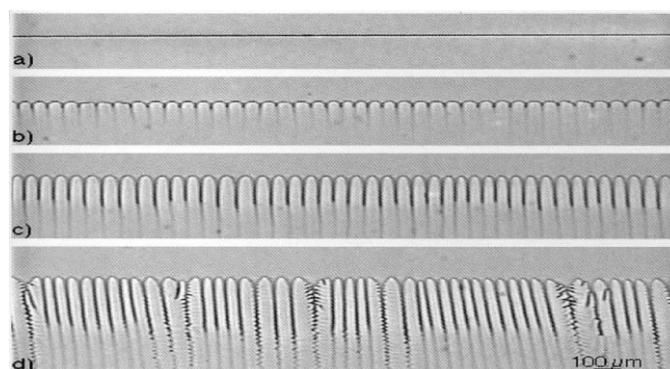
La première étape de la solidification est la germination de particules solides dans le liquide.

On distingue deux types de germination à savoir:

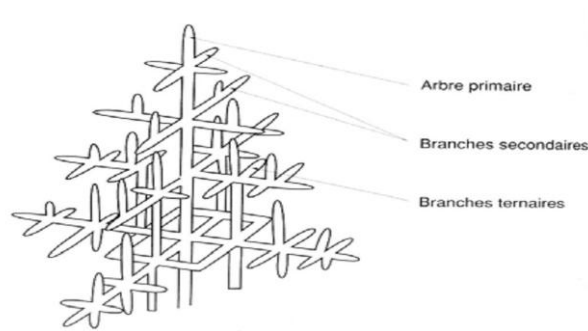
- La germination homogène, c'est-à-dire la solidification d'un noyau d'atomes du liquide grâce à des fluctuations statiques dues à l'agitation thermique.
- La germination hétérogène c'est en général cette seconde qui se produit car dans ce cas, la barrière d'enthalpie de germination est plus faible, 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 [10].

### I-10-b 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 I.13). Par exemple les alliages d'aluminium se solidifient sous forme de dendrites (figure I.14). Il est important de noter que, les bras dendritiques se forment selon des directions cristallographiques déterminées [11].



**Figure I.13** Forme de l'interface solide/liquide en fonction de la vitesse de l'avancement [11].



**Figure I.14** Représentation d'une dendrite [9].

### **I-11 Solutions solides de substitution et d'insertion**

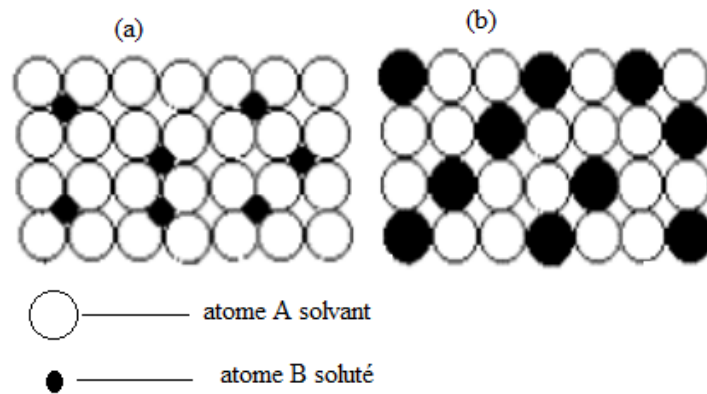
Il existe deux types d'alliages selon la taille des atomes et leur structure cristalline à savoir: Les Alliages de substitution et les Alliages d'insertion.

#### **I-11-a Solutions solides d'insertion**

Dans les alliages d'insertions (Figure I.15-a), les atomes d'un soluté B viennent s'installer dans les interstices, les cavités disponibles entre les atomes du solvant A. Ces solutions ne sont possibles que si le diamètre des atomes B est très inférieur à celui des cavités disponibles dans le réseau cristallin du solvant A. En général, les atomes B ont un diamètre beaucoup plus petit que ceux de A. Les solutions solides d'insertion les plus connues sont formées avec l'hydrogène, le bore, le carbone, l'azote et l'oxygène dissous dans les métaux.

#### **I-11-b Solutions solides de substitution**

Dans les alliages en substitution, les atomes B viennent prendre la place des atomes A, on dit que les atomes B viennent substituer les atomes A dans le réseau cristallin (voir la figure I.15)



**Figure I.15 :** a) solution solide d'insertion, b) solution solide de substitution

### Conclusion

Dans ce chapitre nous avons rappelé quelques notions de base sur les alliages métalliques par la métallurgie classique. Les courbes de refroidissements, les diagrammes d'équilibres ainsi que les règles de miscibilité ont été détaillées pour l'alliage Ni-35%. Les techniques et les procédés d'élaboration de mise en forme des poudres métalliques utilisées dans le cadre de ce mémoire par la métallurgie des poudres seront exposés dans le chapitre II.

# Chapitre II

## Généralités sur la métallurgie des poudres

## Introduction

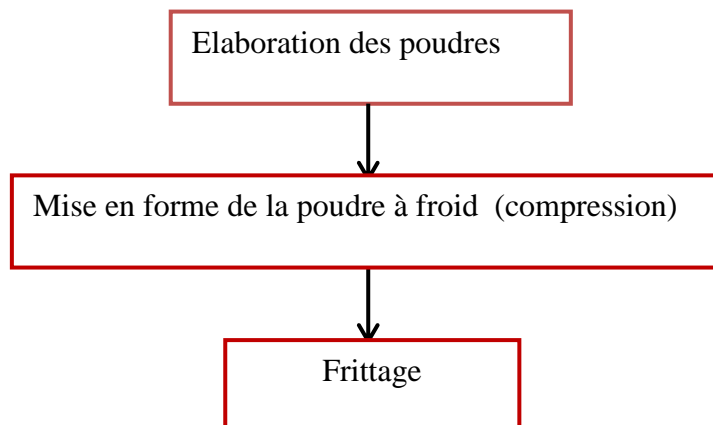
Ce chapitre est consacré à une revue bibliographique sur la métallurgie des poudres tout en passant par les procédés de fabrications des poudres, leurs propriétés, les techniques de frittages, les étapes d'élaborations des poudres et enfin quelques domaines d'application.

### II-1 Métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres (MDP) est un ensemble de procédés et de techniques permettant la fabrication de pièces avec des formes plus au moins complexes et de grande précision géométrique à partir d'une (ou un mélange) poudre métallique. La MDP est une technique très originale, elle consiste à compresser une poudre d'un métal ou de plusieurs combinées (un alliage) afin d'obtenir une pièce rigide assez compact. Cette étape est suivie du procédé de frittage, un procédé thermique qui consiste à consolider les grains des métaux entre eux par fusion superficielle ou par fusion d'un des métaux dans le cas d'un alliage. Par la suite, le produit fritter est soumis et traité afin de perfectionner la pièce pour son utilisation (usinage de finition, traitement de surface,....).

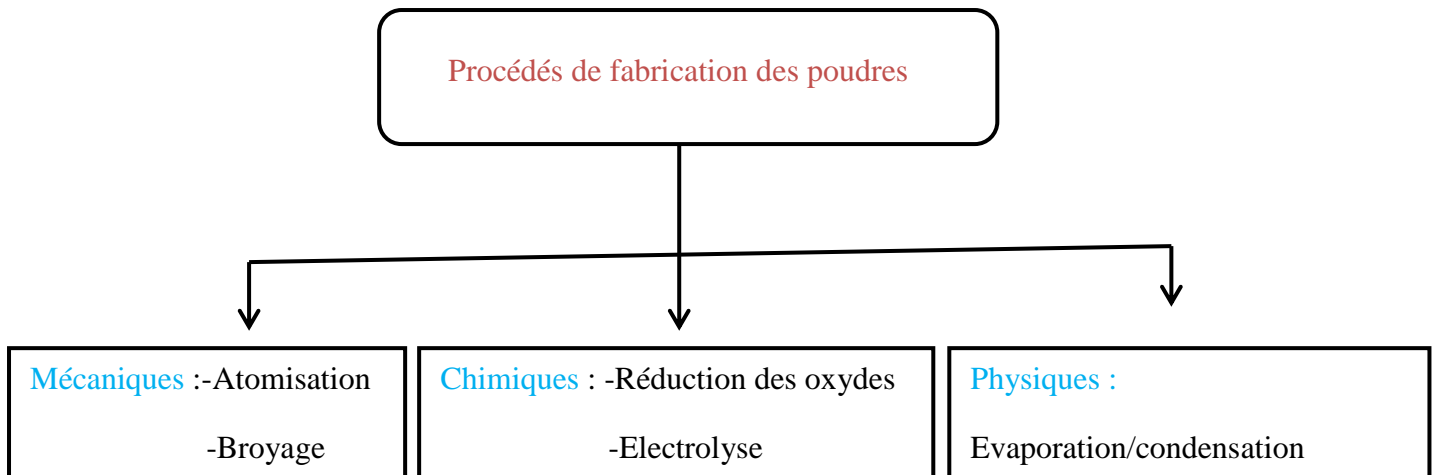
Les poudres frittées présentent une structure de pont entre les grains, formées par inter-fusion. La température de frittage conduit à une phase liquide. Cette dernière s'étale entre les grains afin de les consolider après cristallisation.

En résumé, les différentes étapes de la métallurgie des poudres sont:



## II-2 Procédés d'obtention des poudres

Dans la métallurgie des poudres le résultat du frittage dépendent énormément du procédé d'obtention des poudres utilisé car cela change leurs caractéristiques. Nous pouvons citer la taille des particules, leur surface spécifique, la répartition granulométrique, la porosité,...etc. La figure I-1 représente les différents procédés d'élaboration de poudres.



**Figure II.1:** Schéma illustrant les procédés de préparation des poudres

### II-2-1 Procédés mécaniques

#### II-2-1-1 Atomisation

L'atomisation est un procédé qui consiste à faire fondre un métal sous une atmosphère neutre afin d'éviter l'oxydation à l'intérieur d'une enceinte. Ce dernier est redirigé via une conduite dans une autre enceinte où le métal sera vaporisé avec un jet d'eau ou de gaz afin de le refroidir, enfin le métal retombera dans le fond en forme de petit grain après sa cristallisation. Cette technique est très répandue grâce à son coût très bas, sa facilité d'utilisation et sa productivité. La figure II.2 représente les différentes étapes de l'atomisation [12].

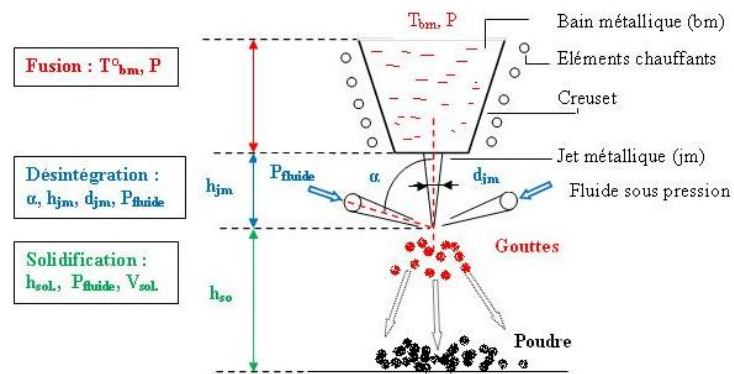


Figure II.2: Principe de l'atomisation [12].

### II-2-1-2 Le broyage

Le broyage est un procédé mécanique de fabrication des poudres. Cette technique est utilisée dans l'industrie, en grande partie, pour les matériaux fragiles elle est pratiquée également dans le cas des matériaux ductiles. La méthode consiste à placer la matière dans des jarres contenant des billes en acier très dur, la fragmentation s'ensuit sous l'effet des collisions des billes entre elles en piégeant les particules. Les grains de poudre sont alternativement déformés plastiquement, fracturés et recollés les uns aux autres, ce qui permet un mélange des différents constituants.

Il existe plusieurs types de broyeurs :

#### a- Broyeur planétaire

Les broyeurs planétaires sont les plus utilisés dans les laboratoires car ils nécessitent une petite quantité de poudre (de l'ordre de quelques grammes), Dans ce type de broyeurs, les jarres tournent autour d'un axe vertical dans le sens inverse du plateau qui les porte à une vitesse de l'ordre de 1200 tours/mn, Les forces centrifuges créées par les rotations des jarres et du plateau sont appliquées au mélange de poudres et aux billes dans les jarres [13]. Ainsi, les poudres sont fracturées et soudées sous une grande énergie d'impact comme le montre la figure II.3.

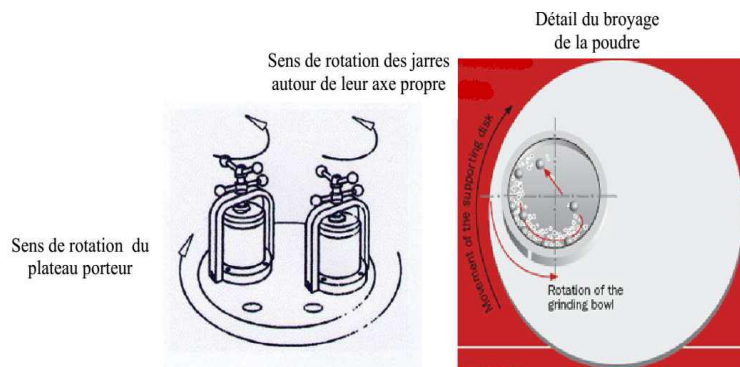
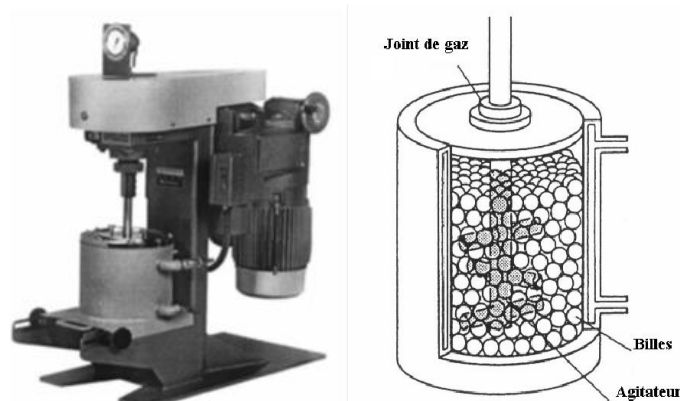


Figure II.3: Schéma expliquant le fonctionnement du broyeur planétaire [14].

### b- Broyeur attriteur

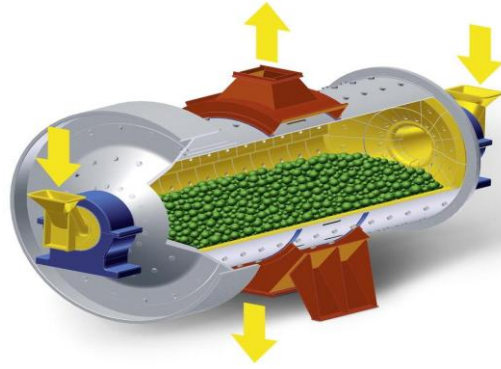
Appelé aussi broyeur vertical (figure II.4), il est muni d'une cuve fixe et traverser par une tige équipée de bras qui viennent brasser le mélange billes/poudre sous l'action d'un moteur tournant à une vitesse de l'ordre de 300 à 500 tours par minute. Ce broyeur peut être utilisé pour la production d'un volume modéré de poudre avec un temps de broyage relativement court de l'ordre de quelques heures [13].



**Figure II.4:** Broyeur attriteur [13].

### c- Le broyeur à boulets

Ce broyeur est un appareil de laboratoire ou industrielle fonctionnant en discontinu ou en continu. Il est constitué par une chambre cylindrique, tournant autour d'un axe horizontal contenant des boulets libres dans le diamètre varie entre 2 à 15 cm environs, selon la granulométrie souhaitée .la rotation de la chambre provoque un mouvement en cascade des boulets qui roulent les uns sur les autres ainsi que sur les parois. La matière se trouve ainsi réduite par les nombreux frottements et percussion à l'intérieur de la chambre. La qualité du broyage dépend, pour un composé donné, de la vitesse de rotation, du temps de rotation, du volume et du degré de remplissage du broyeur, de la nature, de la dimension et du poids des boulets. Ces appareils sont très utilisés pour obtenir des moutures fines .ils sont robuste, peu couteux mais sont d'assez gros consommateur en énergie et possèdent un faible rendement. Ils sont très utilisés dans les cimenteries [15]. Le schéma d'un broyeur à boulets est montré par la figure II.5.



**Figure II.5:** Le broyeur à boulets.

#### **d- Broyeur à disques**

Représenté par la figure II.6, le broyeur à disques est constitué de deux disques tournant en sens inverse ou un disque fixe et un disque mobile. Les particules solides introduites dans la région centrale où les disques sont coniques, se déplacent vers la périphérie sous l'effet de la rotation en subissant un écrasement et un phénomène d'attrition entre les deux disques qui tournent en sens contraire. Lorsque le produit est suffisamment fin, il est entraîné par la force centrifuge et est évacué après passage à travers des ouvertures calibrées ou recyclés pour subir une nouvelle fragmentation. Les broyeurs à disque sont de bons broyeurs de laboratoire et sont utilisés pour le broyage des produits spéciaux comme les déchets de matière plastique, la tourbe et les engrais [15].



**Figure II.6** Broyeur à disque [15].

### **II-2-2 Procédés chimiques d'obtention des poudres**

Ce sont des procédés qui permettent d'obtenir de la poudre après une réaction chimique ou une transformation de phase. Parmi ces procédés, on cite :

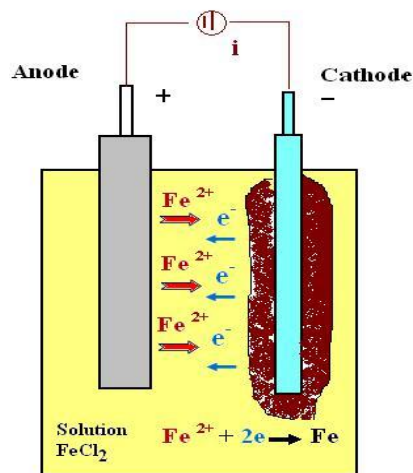
**a) Procédés d'obtention des poudres par réduction des oxydes**

Les oxydes métalliques sont en général fragiles et peuvent être facilement réduites en poudres fines par broyage. En réduisant les poudres d'oxydes à une température inférieure au point de fusion du métal correspondant, on obtient une poudre métallique dont la finesse dépend en grande partie de la finesse de l'oxyde utilisé [16].

La densité apparente des poudres réduites est faible car les grains sont spongieux. La compressibilité est bonne et le comprimé à une résistance à la flexion élevée [16].

**b) Procédés d'obtention des poudres par électrolyse**

Les méthodes chimiques sont utilisables pour un grand nombre de métaux. La méthode la plus employée est la méthode de 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 de 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 (figure II.7).



**Figure II.7:** Principe de l'électrolyse (cas du fer).

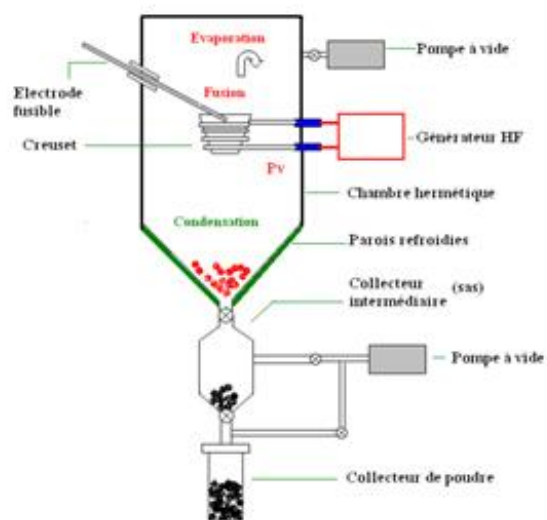
### II-2-3 Procédés physiques d'obtention des poudres

#### II-2-3-1 Obtention des poudres par évaporation condensation

Cette technique est basée sur le changement de l'état d'un matériau en fonction de l'évolution de la température. La figure II.8 montre le principe de préparation des poudres par évaporation-condensateur. La fusion et l'évaporation de l'électrode de métal pur ou d'alliage est assurée par un générateur à haute fréquence.

La chambre hermétique exempte d'oxygène se remplit de vapeur de métal, ce qui conduit à une condensation sur les parois inférieures refroidies. Dans le cas d'un alliage la pression totale de la vapeur dans la chambre est considérée comme la somme des pressions partielles de vapeur des constituants.

La poudre d'alliage, reconstituée lors de la solidification sur les parois refroidies, est récupérée dans le collecteur à travers le sas. La poudre obtenue est fine, pure et de forme sphéroïdale.



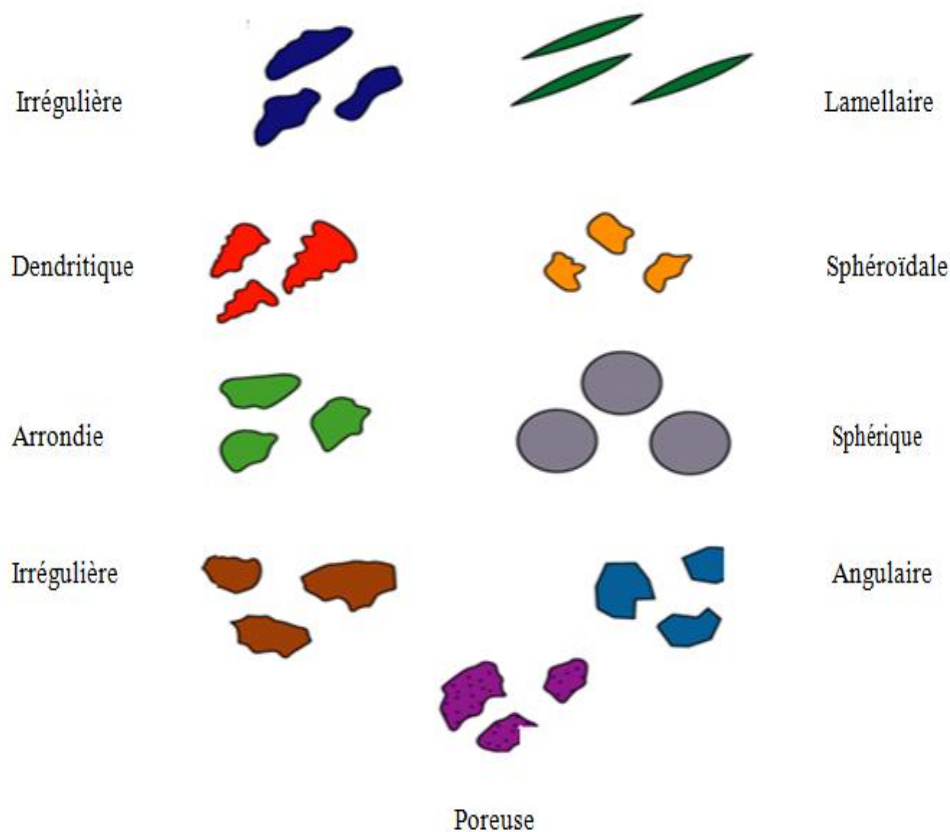
**Figure II.8 :** Principe de l'élaboration des poudres par évaporation /condensation.

### II-3 Caractéristiques des poudres métalliques

Après avoir abordé les techniques d'obtention des poudres métalliques, nous allons à présent nous intéresser aux caractéristiques des poudres métalliques et leur influence sur la pièce qui en découlera. Nous allons essayer de répertorier quelques caractéristiques à savoir:

### II-3-1 Morphologie

L'observation en microscope montre que la forme des grains varie selon le procédé d'obtention de la poudre, depuis la sphère parfaite jusqu'aux aiguilles aux lamelles et aux dendrites (Figure II.9). Les propriétés des poudres métalliques ont une importance capitale sur les résultats du frittage [17].



**Figure II.9:** Forme des grains de poudres métalliques [17].

### II-3-2 Analyse granulométrique

La grosseur des grains, leurs formes et leurs répartitions granulométrique est une caractéristique importante pour l'utilisation des poudres. Pour cela, il existe plusieurs méthodes d'analyse dans le but de séparer les poudres selon les tailles. Le tableau II.1 donne la taille des grains par différentes méthodes.

Méthode de séparation	Taille de grains $\mu m$
Tamis	60 – 100 $\mu m$
Microscope optique	0,5 – 100 $\mu m$
Sédimentation	1 – 80 $\mu m$
Microscope électronique	5 -1000 $\mu m$

**Tableau II.1:** Séparation des grains.

### II-3-3 La porosité

La porosité  $\varepsilon$  est la grandeur qui mesure le pourcentage de vide (figure II.10). La matière solide contenue dans le grain (ou un ensemble de particules) n'occupe pas toujours le volume délimité par l'enveloppe particulaire [15]. 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  $\varepsilon$  s'exprime comme suit:

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

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.

Il est à noter qu'il existe deux 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. La figure II.10 représente une porosité granulaire.

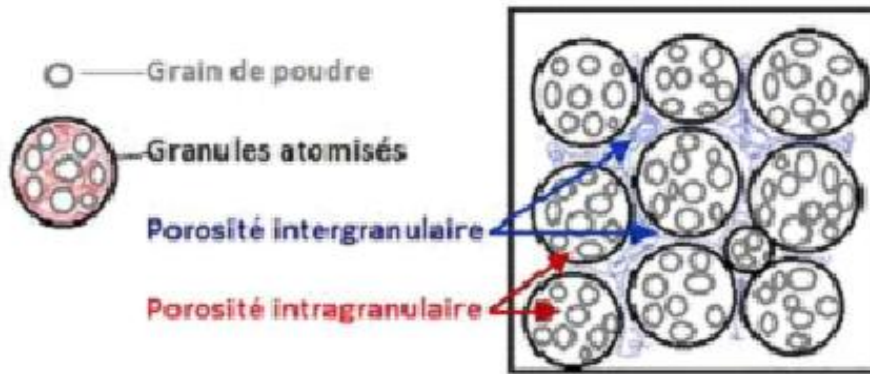


Figure II.10 : Porosités granulaires

#### II-3-4 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  $\rho_{abs}$  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.

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

#### II-4 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.

#### **II-4-1 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 [18].

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 mésoscopique 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/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.

#### **II-4-2 Mécanismes de mélange**

Il existe trois mécanismes de mélange à savoir :

##### **II-4-2-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 [18].

##### **II-4-2-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 [18].

##### **II-4-2-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 [18].

#### **II-4-3 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 [18] :

- a- différence de taille des particules
- b- différence de forme
- c- différence de densité

### II-5 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 un éprouvette et soumise à 500 choc normalisé. La compressibilité peut s'exprimer par deux rapports [15] :

#### a- L'indice de Haussner ( $I_H$ )

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

$$I_h = \rho_t / \rho_a$$

#### 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.

$\rho_t$  : Le quotient de la masse volumique apparente du lit tassé.

$\rho_a$  : 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.

### **II-5-1 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 [15].

### **II-5-2 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:

- a- La masse volumique Tassée : après compactage normalisé par vibration ou chute.
- b- La masse volumique non tassée : par simple versement de la poudre dans le récipient
- c- 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 [15].

#### **II-5-2-1 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 [19].

#### **II-5-2-2 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 [19].

### II-5-3 Les différentes méthodes de compression

#### II-5-3-1 La compression uniaxiale

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.

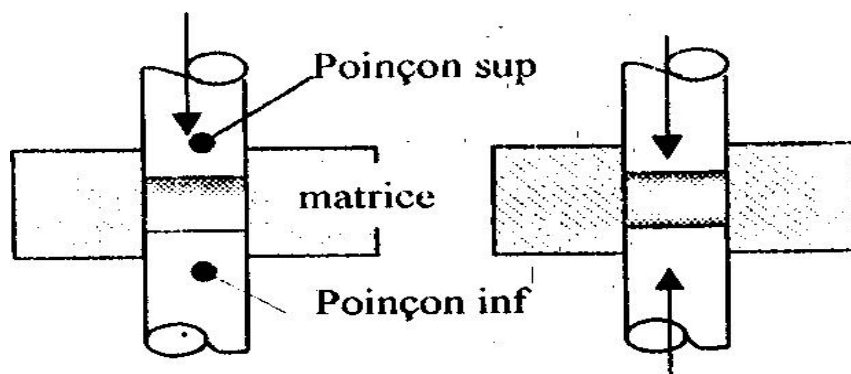


Figure II.11 : Compression uni axiale.

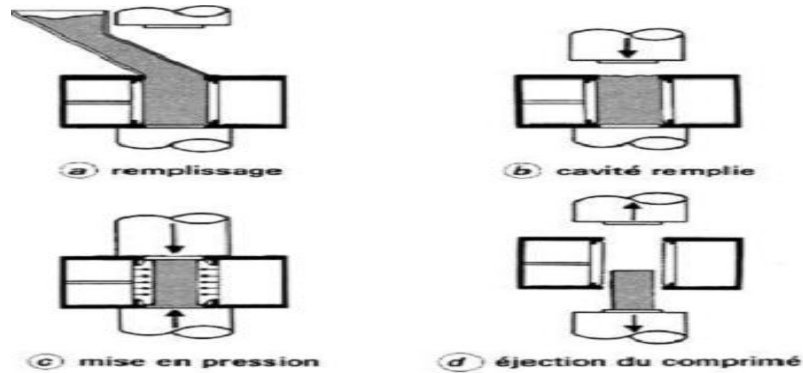
#### II-5-3-2 Compression unilatérale

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).

#### II-5-3-3 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 II.12).



**Figure II.12** : Différentes phases à suivre pour la compression.

## II-6 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) [20].

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

### a- 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 [20].

### b- 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 [20].

## **II-6-1 Paramètres de frittage**

### **II-6-1-1 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 [21].

### **II-6-1-2 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 [21].

### **II-6-1-3 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 [22].

#### **II.6.1.4 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 [21].

### **II-6-1-5 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.

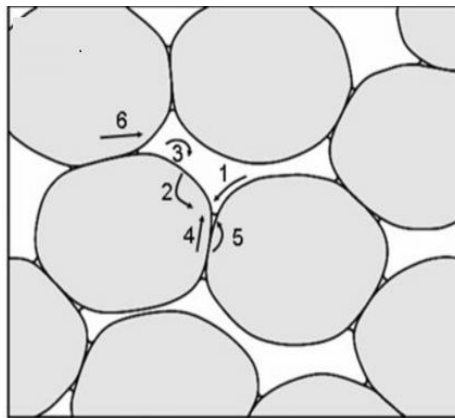
## **II-7 Mécanisme de frittage**

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 [22].

### II-7-1 Phase primaire (formation de ponts)

Ce stade correspond à la formation et à la croissance des ponts (figure II.13 et figure II.14), 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 [23]. Le retrait total dans cette étape est très limité. Cette dernière a lieu quand la substance atteint  $1/4$  de la température de fusion.

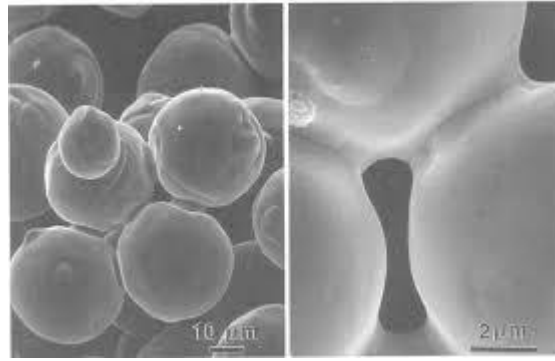


**Figure II.13:** Stade 1 du frittage [27].

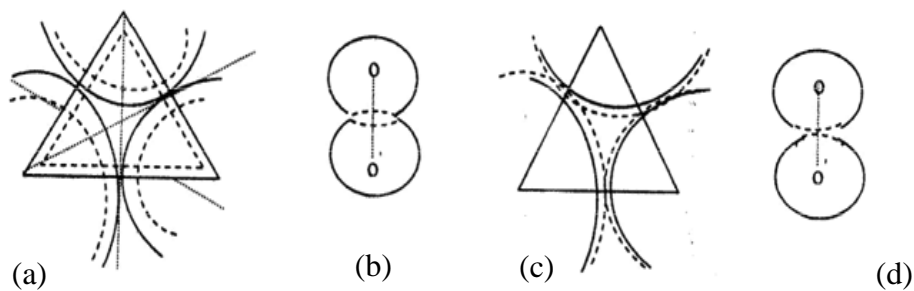
Au fur et à mesure que le traitement thermique continu, la zone de raccordement tend à s'accroître selon deux hypothèses:

- 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 calotte sphérique 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 [22].



**Figure II.14 :** image au microscope électronique à balayage de la formation de ponts entre les particules.

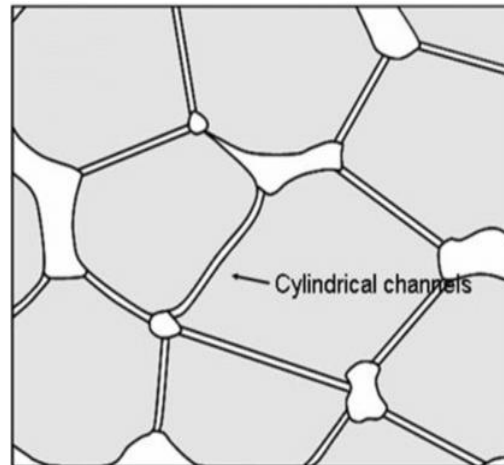


**Figure II.15 :** Formation et croissance des ponts [22].

a) rapprochement, b) fluage, c) sans rapprochement, d) évaporation

### II-7-2 Phase intermédiaire (Cristallisation) :

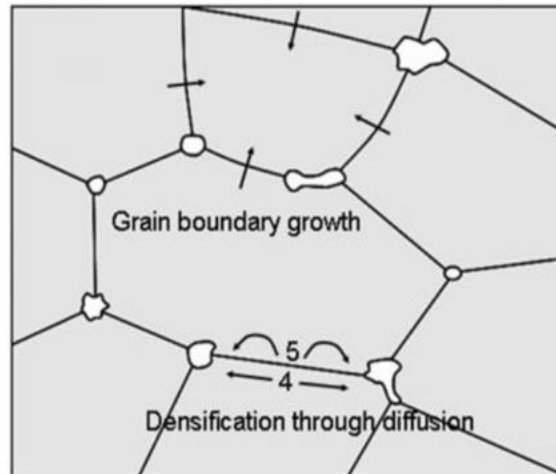
Au fur et à mesure que le frittage se produit, on peut observer une croissance des grains, tandis que les particules commencent à perdre leur identité. Ce changement morphologique est causé par le transport de matière à partir des joints de grains vers les pores. La figure II.15 montre le mécanisme intermédiaire 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 [22].



**Figure II.16:** Stade2 du frittage [20].

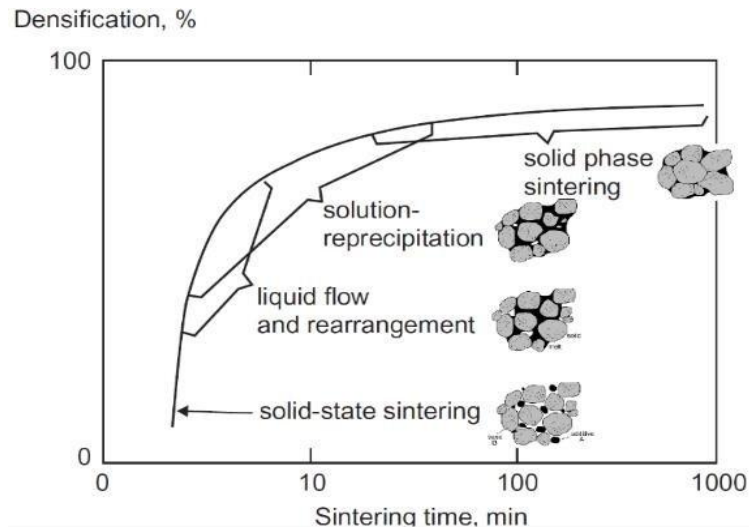
### II-7-3 Stade final :

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 II.17 :** Stade3 du frittage [20].

Lorsque 80 à 90% de la densité théorique sont atteints, la fermeture des pores débute et mène au stade final du frittage [23]. 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 II.18:** Evolution de la densité relative au cours des étapes de densification [20].

## II-8 Domaines d'application de la métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres devient incontournable dans les cas suivants :

### II-8-1 Elaboration d'alliages à fort écart de température de fusion

Certains alliages métalliques tels que W-Cu, Fer-Sn, W-Ni, Mo-Co, TiC-Ni, ne peuvent être élaborés que par la métallurgie des poudres.

### II-8-2 Matériaux Céramique

L'élaboration des céramiques à base de TiC, SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 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.

### II-8-3 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.

#### **II-8-4 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.

#### **II-8-5 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).

#### **II-8-6 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.

### **Conclusion**

La métallurgie des poudres diffère de la plupart des techniques métallurgiques parce qu'elle n'implique pas la fusion totale du matériau mis en œuvre. Elle est employée soit parce qu'elle est un moyen commode pour produire certains métaux ou alliages dotés de propriétés physiques ou mécaniques particulières, soit parce qu'elle est une méthode de fabrication relativement économique quand un grand nombre de petites pièces mécaniques identiques est requis. Cette technique offre plusieurs avantages pour la réalisation des pièces mécaniques notamment des avantages technique comme par exemple des tolérances semblable à celles des pièces usinées, une précision bien meilleur pour l'obtention des formes complexe et de profils irréalisable industriellement par d'autres méthodes et cela sans répercussions sensible sur le couts. Dans le chapitre suivant nous allons exposer les outils expérimentaux utilisés pour mener notre travail.

# Chapitre III

Matières premières et  
Techniques expérimentales

### III Matières premières et technique expérimentales

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

#### III-1 Matières premières

Notre travail a porté sur les poudres de nickel et de cuivre qui sont des poudres commerciales dont les puretés et la provenance sont données dans le **Tableau III. 1**

Poudre	Provenance	Pureté en (%)	Diamètre moyen (nm)
nickel	Merck	99,5 %	1.36 nm
cuivre	Merck	99 ,5 %	1.75 nm

**Tableau III.1 :** Propriétés des poudres du nickel et du cuivre.

#### III-2 Techniques expérimentales

Notre étude sera basée sur l'influence de la température de frittage sur les caractéristiques mécanique des pièces résultantes et pour cela nous avons choisi de soumettre ces pièces à trois différentes températures.

##### III-2-1 Morphologie des particules

La dimension d'une particule ne suffit pas toujours à la caractériser. En effet, la mécanique des suspensions dépend aussi de la forme et la régularité des particules (sphéroïdales, lamellaires, 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 du lot notamment, sur la fluidité des poudres, leur compactage et leur interaction avec les fluides. Par exemple, pour préciser la forme d'une

### Chapitre III : Matières premières et techniques expérimentales

---

particule lamellaire il serait nécessaire de définir en plus de la dimension, 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.

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  $\Phi$ . 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 (figure III.1).



**Figure III.1** microscope optique.

### III-2-2 peser du mélange

Pour commencer nous avons pesé les quantités de nickel et de cuivre à utiliser afin d'obtenir notre alliage qui est constitué de 65% de Nickel et 35% de cuivre. Pour cela nous avons utilisé une balance de précision de marque (KERN) de référence ABT 100-5M afin de minimiser les erreurs de pesée (**Figure III.2**).



**Figure III.2** Balance (KERN) ABT 100-5M avec une précision de 0,01mg.

Sachant que la masse volumique du nickel et du cuivre sont différentes, les proportions ne peuvent donc se faire par peser direct, mais par calcul dont la proportion et en fonction de la masse volumique des deux métaux.

### III-2-3 mélange des poudres

Pour notre étude nous avons utilisé deux techniques de mélange afin de maximiser l'homogénéité de notre 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.

### La première technique

Après avoir mis le nickel et le cuivre dans un liquide porteur (Ethanol a 96%) (figure III.3) Nous avons placé notre échantillon dans une machine vibrante artisanal qui consiste à faire des vas et viens sur un axe horizontal a une vitesse élevée (Figure III.4).



Figure III.3 : Mélange dans l'éthanol



Figure III.4 : Mélangeur vibreur

#### a) La deuxième technique

La deuxième technique consiste a mettre le mélange dans un bain a ultrason de la marque « WiseClean » (figure III-5) , la 1ere utilité de cette machine est de nettoyer des pièces et d'enlever leurs impuretés mais nous avons constaté que nous pouvions l'utiliser aussi pour mélanger les poudre qui se trouvent au sein de l'éthanol, car les grains de poudres très fines et petites seront heurtées par les ondes de choc émis par l'appareil et ces dernières seront en suspension à l'intérieur du liquide ,cette état chaotique permet de mélanger la poudre grain par grain et est donc très efficace afin d'avoir un mélange homogène.



**Figure III.5 :** Ultrason a bain-marie

#### III-2-4 Séchage du mélange

Après avoir utilisé les deux méthodes citées précédemment afin d'avoir un mélange homogène, nous avons séché le mélange afin d'éliminer l'éthanol présent au sein de ce dernier, à cette effet, nous avons utilisé une étuve de séchage de marque « MELAG » qui monte a une température de 100 °C (figure III.6).



**Figure III.6 :** étuve de séchage « MELAG ».

Nous avons laissé le mélange sécher pour une durée de 24 H afin d'être sûr d'éliminer l'éthanol. Le séchage a bien évidemment aucune répercutions sur la poudre étant donné que la température de fusion des deux métaux sont loin de la température utilisée.

### III-2-5 Préparation des échantillons (Pastilles)

#### III-2-5-1 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 d'une capacité maximale de 130 KN (figure III.7). La matrice est constituée d'un cylindre creux et deux poinçons de diamètre de 13 mm et un piston (figure III.8). Une fois la poudre introduite entre les deux poinçons de la matrice, le piston est placé au dessus puis l'ensemble est soumis à la compression. La force utilisée est de 70 KN et ce pour une période de maintien de deux minute.

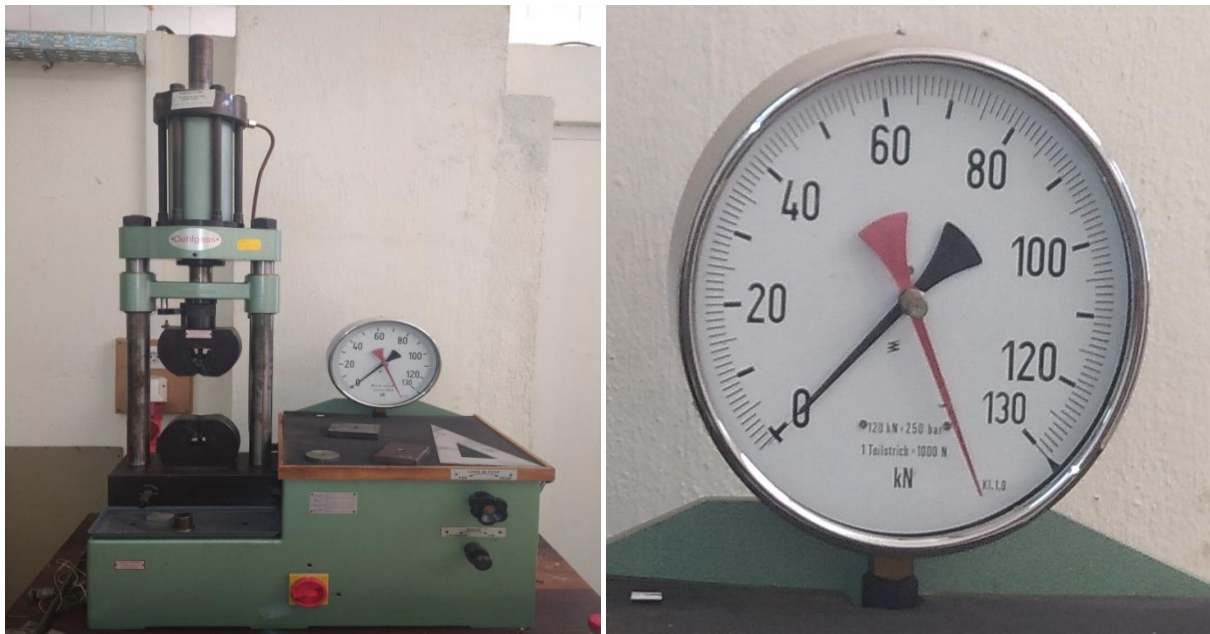


Figure III.7 : Presse hydraulique de type oehlgass.



Figure III.8 : Pastilleuse cylindrique en acier

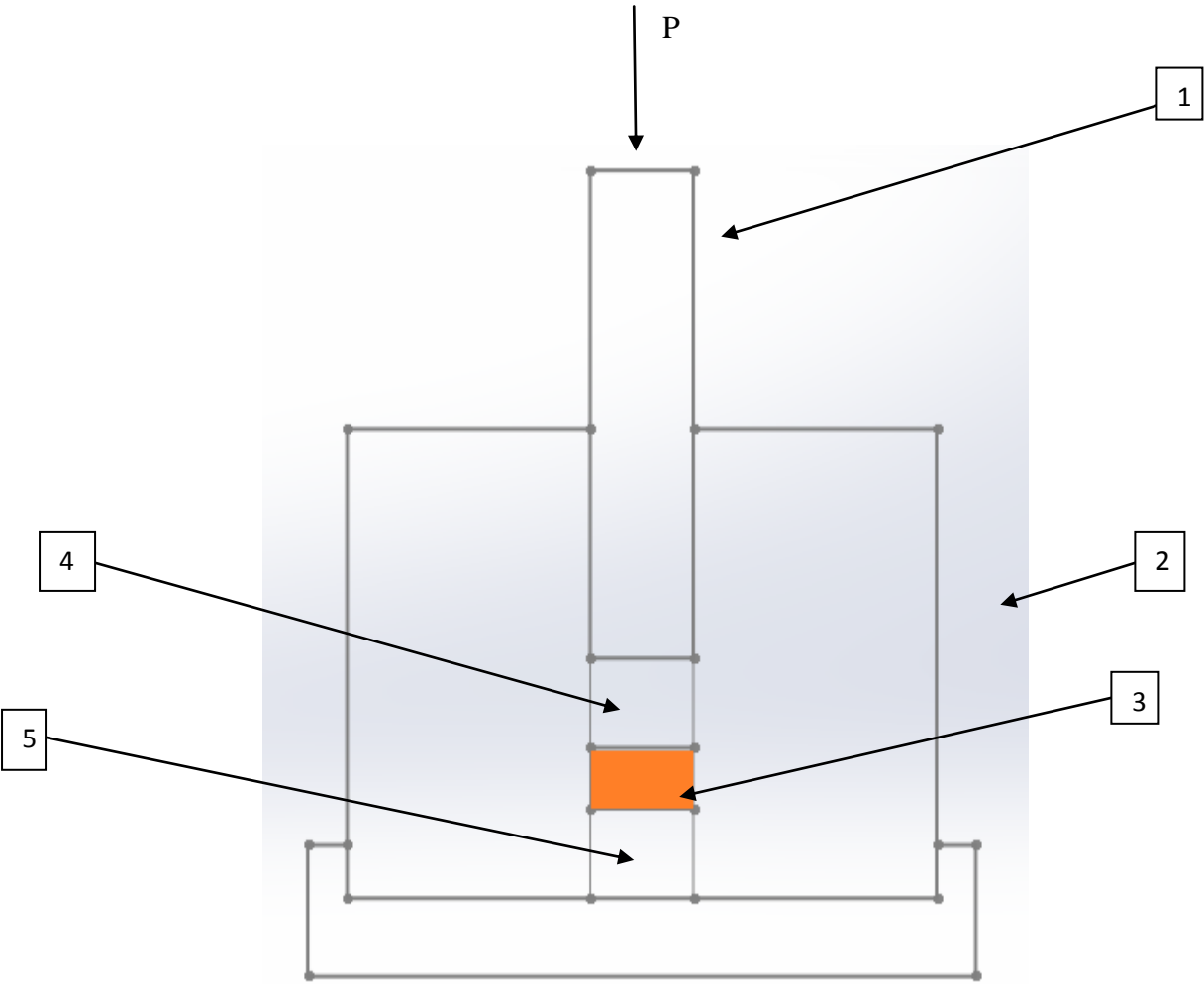


Figure III.9 : Schéma de la pastilleuse

1 : piston, 2 : corps de la pastilleuse, 3 : poudre, 4 : poinçon supérieur, 5 : poinçon inférieur, P : pression appliquée.

### III-2-5-2 Le frittage

Après avoir compacté les poudres, nous avons procédé au traitement thermique des pastilles résultantes. Pour ce faire nous avons utilisé un four sous air. Il faut préciser que dans des conditions normales il faut utiliser un four à atmosphère contrôlée (sous vide) et cela afin d'éviter l'oxydation de la pièce.

Dans le cas de notre étude nous avons utilisé un four à moufle de la marque « LINN HIGH TERM » avec une capacité maximale de 1000 °C (Figure III.10) disponible au laboratoire de chimie des polymères de UMMTO



Figure III.10 : Four à moufle.

Pastille	Température appliquée
Pastille 1	500°C
Pastille 2	600°C
Pastille 3	700°C

**Tableau III.2 :** Températures de frittage des pastilles traitées.

#### III-2-5-3 Le polissage

Le polissage consiste à frotter la surface des échantillons à examiner sur des papiers abrasifs de carbure de silicium de plus en plus fin (800, 1200 et 2500) jusqu'à l'obtention d'une surface sans aucune rayure visible à l'œil nu. L'échantillon est tourné toutes les minutes de 90° par rapport à sa position précédente. Le papier est déposé sur un disque d'une polisseuse (Figure III.11. a) arrosé à l'eau afin de limiter l'usure du papier et l'échauffement de l'échantillon.

Pour améliorer l'état de surface on effectue un polissage de finition (Figure III.11.b) sur un feutre tournant imbibé d'eau contenant de l'alumine en suspension.



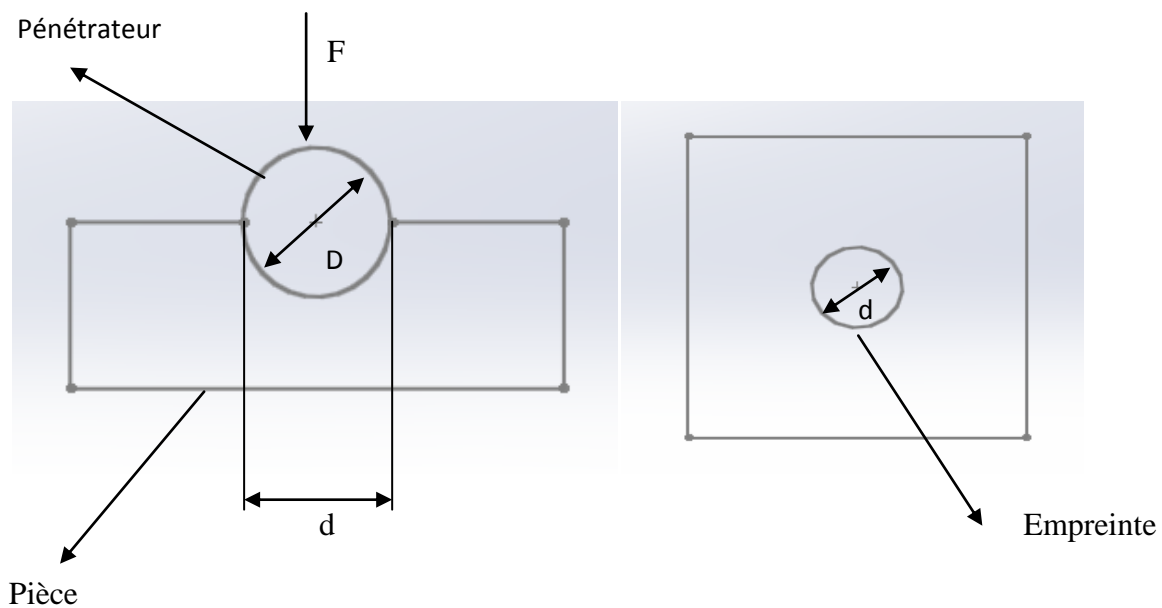
**Figure III.11** a) polisseuse mécanique avec papier abrasif b) polisseuse de finition avec feutre imbibé d'eau contenant de l'alumine.

### III-2-6 Tests mécaniques

Pour connaître les caractéristiques mécaniques des échantillons réalisées, nous les avons soumis à une série de tests.

#### III-2-6-1 Test de dureté de Brinell

Afin de connaître la dureté des pastilles, nous avons choisi de réaliser celui de BRINELL qui consiste à imprimer dans la pièce à essayer une bille en acier trempé de diamètre « D » sous une charge « F ». Après suppression de la charge, on passe à la mesure du diamètre « d » de l'empreinte laissée sur la surface (Figure III.12).



**Figure III.12** : Principe de l'essai de dureté de BRINELL.

Le rapport entre la charge appliquée et la surface de l'empreinte détermine la valeur de la dureté de BRINELL. La relation suivante permet de la calculer :

$$HB = \frac{F}{S} \quad (F \text{ en Kg force et la surface de l'empreinte en mm}^2)$$

L'empreinte est projetée au moyen d'un microscope, sur un écran polis ou son diamètre sera mesuré directement en vraie grandeur à l'aide d'une règle qui correspond à l'agrandissement du microscope.

L'aire de cette empreinte (dite calotte sphérique) est calculée par l'équation suivante :

$$S = \frac{\pi D}{2} (D - \sqrt{D^2 - d^2}) \quad (\text{mm}^2)$$

Où D est le diamètre de la bille utilisée, d est le diamètre de l'empreinte.



**Figure III.13 :** Appareil de mesure de la dureté de Brinell.

III-2-6-2 Test de dureté de Vickers

Cet essai utilise un pénétrateur en diamant de forme pyramidale. La pyramide est droite à base carrée dont l'angle au sommet est de 136°

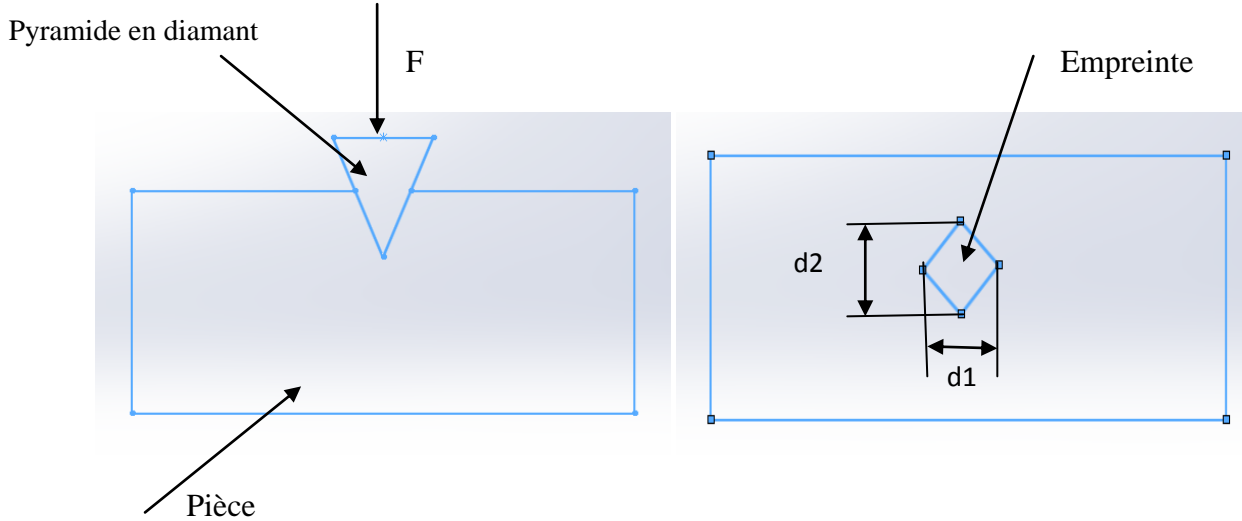


Figure III.14 : Principe de l'essai de dureté de Vickers.

La valeur de la dureté de Vickers se définit comme étant le rapport de la charge appliquée a la surface de l'empreinte « S ». Elle se calcule selon la relation suivante :

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

La surface « S » est calculée en fonction des diagonales de l'empreinte mesurées grace au microscope optique (figure III.13). On mesure la première diagonale « d1 » puis la seconde « d2 » et on calcule la valeur moyenne « d » en utilisant la relation suivante :

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

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

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

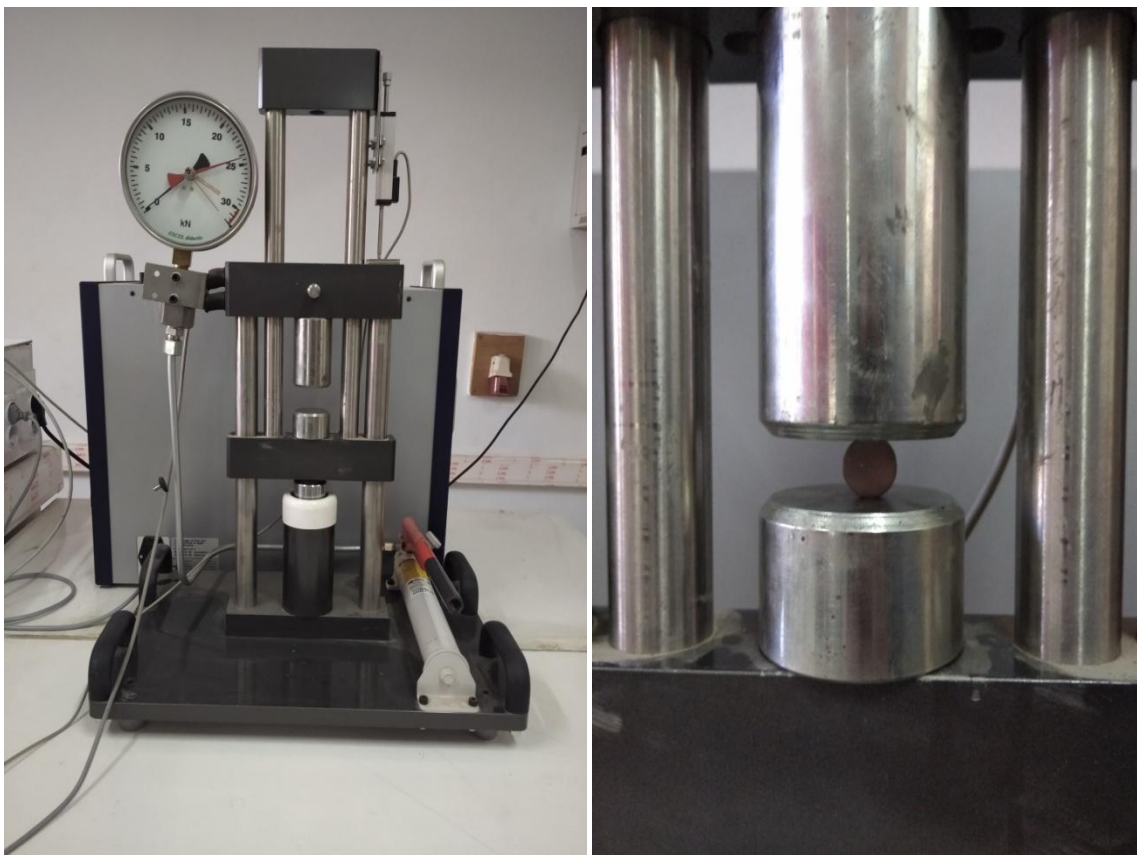
Avec  $\gamma$  est l'angle de la pyramide égale à 136°

Le rapport de la charge a la surface devient :

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

### III-2-6-3 Test de compression

Afin d'établir la résistivité de l'échantillon a la compression nous avons utilisé une machine à compression hydraulique reliée a un ordinateur qui nous donne la force de compression en fonction de la déformation en temps réel (Figure III.15)



**Figure III.15** : Machine hydraulique a compression « EXCEL DIDACTIC ».

### III-2-7 Attaque chimique

Le but de l'attaque chimique est de révéler l'aptitude de la pièce à se corroder dans un milieu aqueux, dans notre cas nous avons utilisé du chlorure de sodium (NaCl) a 9%. Pour cela nous avons trempé la face polis des trois pièces dans le réactif et nous l'avons laissé pendant 100 heures.



**Figure III.16 :** Test de corrosion.

#### **Conclusion :**

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

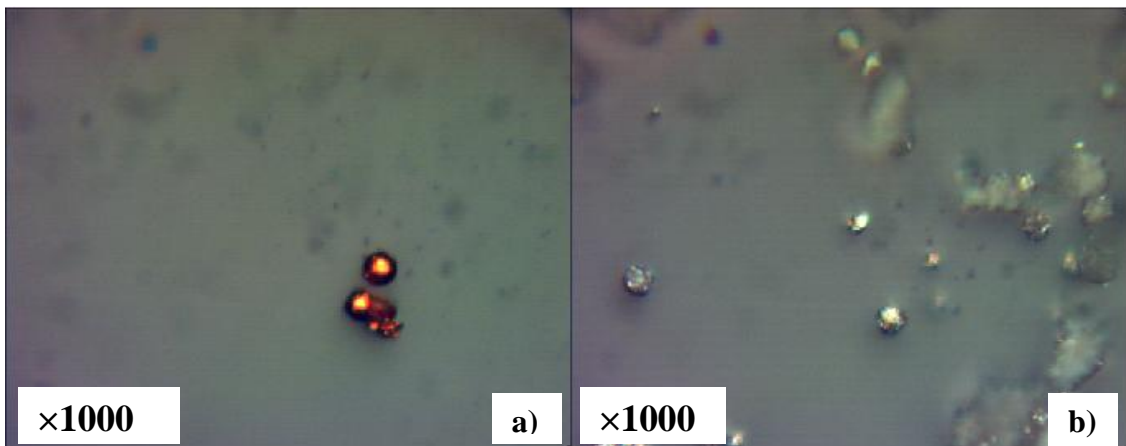
L'exploitation de ces résultats recueillis lors des essais, reste un paramètre important pour identifier l'influence de la température de frittage sur les caractéristiques des pièces. Ceci est abordé explicitement dans le chapitre IV.

# Chapitre IV

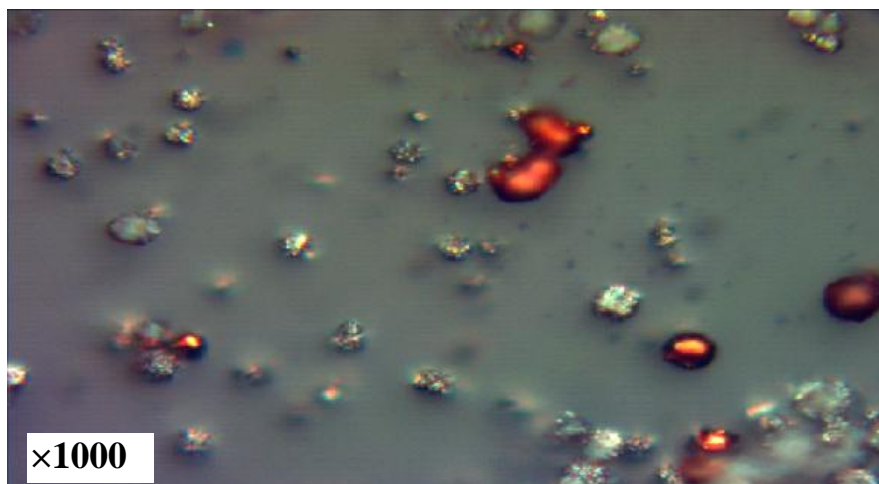
Résultats et discussions

### IV-1 Morphologie des particules

La morphologie des particules de cuivre et de nickel sont obtenues à l'aide d'un microscope optique. On observe que la forme des particules de cuivre est sphéroïdale de diamètre 1.75 nm et partiellement poreuses. Tandis que celles de nickel sont sphériques et poreuses avec un diamètre de 1.36 nm. Le mélange Ni-Cu35% est représenté par la figure IV.2 où l'on voit clairement la morphologie des particules de cuivre comparativement à celle de Nickel.



**Figure IV.1 :** a) Grain de cuivre, b) Grain de nickel obtenu par microscope optique.



**Figure IV.2 :** Grains de cuivre et de nickel obtenu par un microscope optique.

### IV-2 Compression des poudres

Après l'opération du pressage nous avons obtenu trois pastilles (figure IV.3) dont les dimensions sont représentées dans le tableau IV.1:

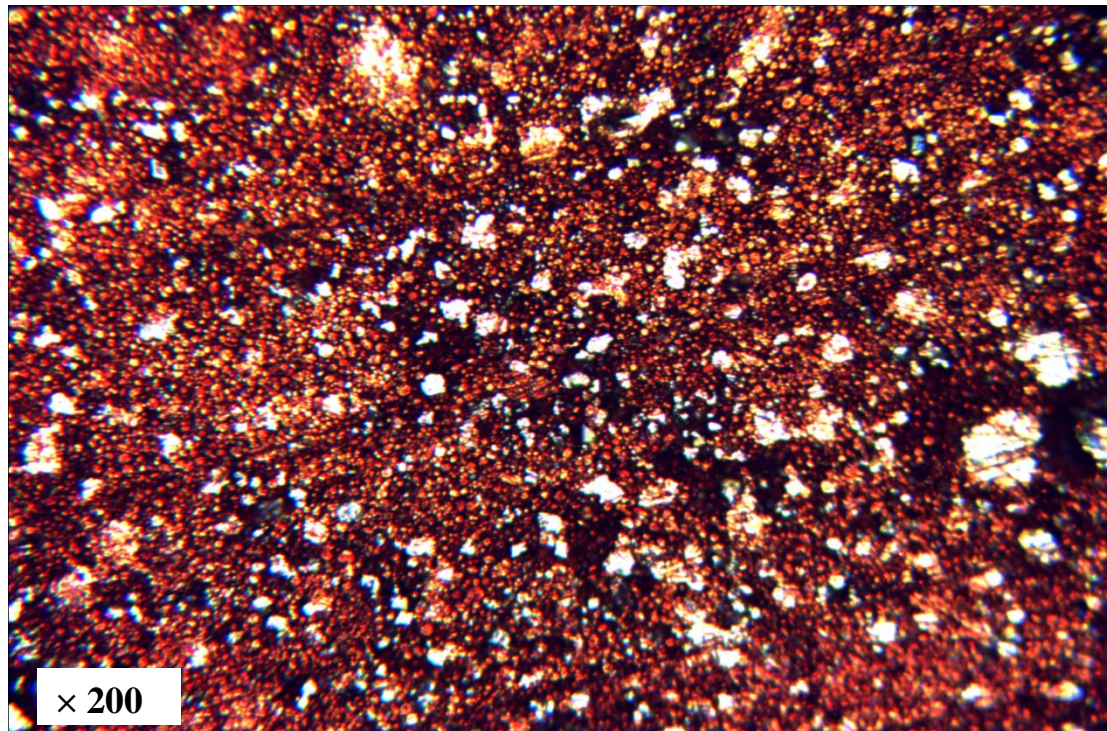
Dimensions Pastilles	Poids (g)	Diamètres (mm)	Epaisseur (mm)
Pastille 1	8.478	13	5.80
Pastille 2	7.913	13	5.51
Pastille 3	7.797	13	5.40

**Tableau IV.1 :** Mesures dimensionnelles des échantillons.

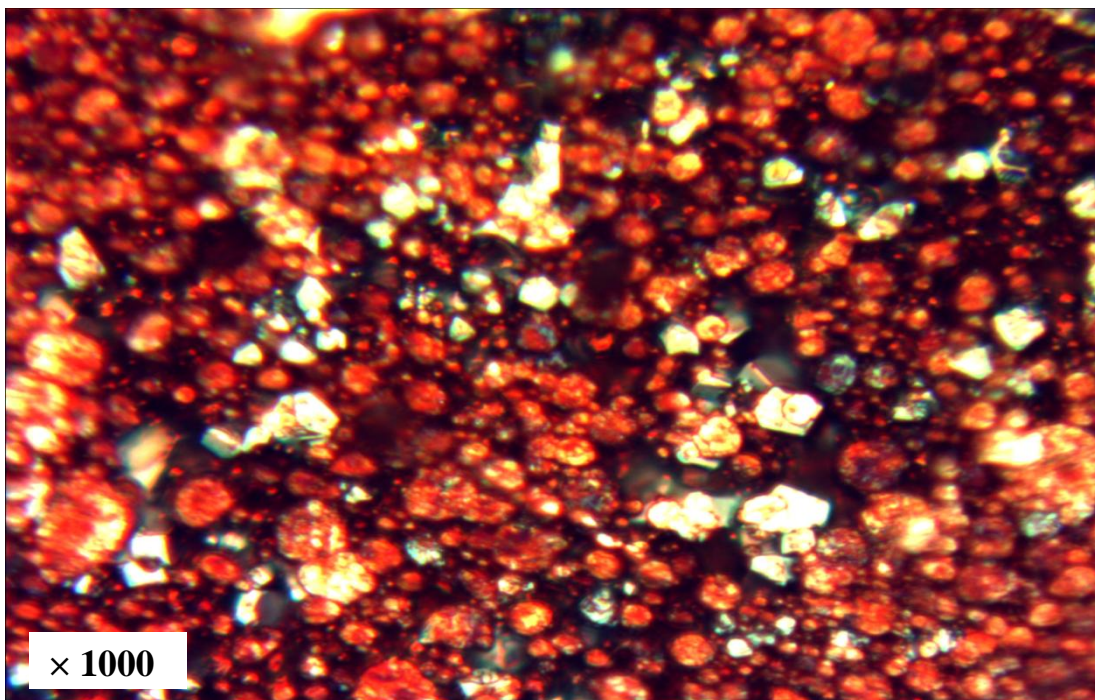


**Figure IV.3 :** Pastilles avant frittage.

### IV-3 Analyse microscopique avant le traitement thermique



**Figure IV.4 :** Microstructure de la pastille avant le frittage obtenue avec un microscope optique.



**Figure IV.5 :** Microstructure de la pastille avant le frittage obtenue avec un microscope optique.

Nous remarquons qu'avant le frittage la microstructure des pastilles semblent très poreuse, néanmoins, nous observons une homogénéité dans la répartition des particules de cuivre et de nickel.

La différence de taille de grain entre le nickel (en blanc argenté) et le cuivre ( en rouge) est notable, cela peut s'expliquer par le fait que le nickel est ferromagnétique ce qui pousse les grains de ce dernier à se concentrer en agrégats suite à la force d'attraction magnétique qu'aurait les particules entre elle à cette échelle. D'ailleurs nous pouvons distinguer dans la Figure IV.5 la véritable taille des grains de nickel comparativement à celle du cuivre.

#### IV-4 Frittage

Afin d'étudier l'effet de la température sur le frittage, nous avons choisie de soumettre les trois pastilles à différentes températures à savoir : 500°C, 600°C, 700 °C pendant 30 minutes en utilisant un four sous air de vitesse de chauffage et de refroidissement de 5°C par minute comme le montre la figure IV.6.



**Figure IV.6** : Pastille après frittage.

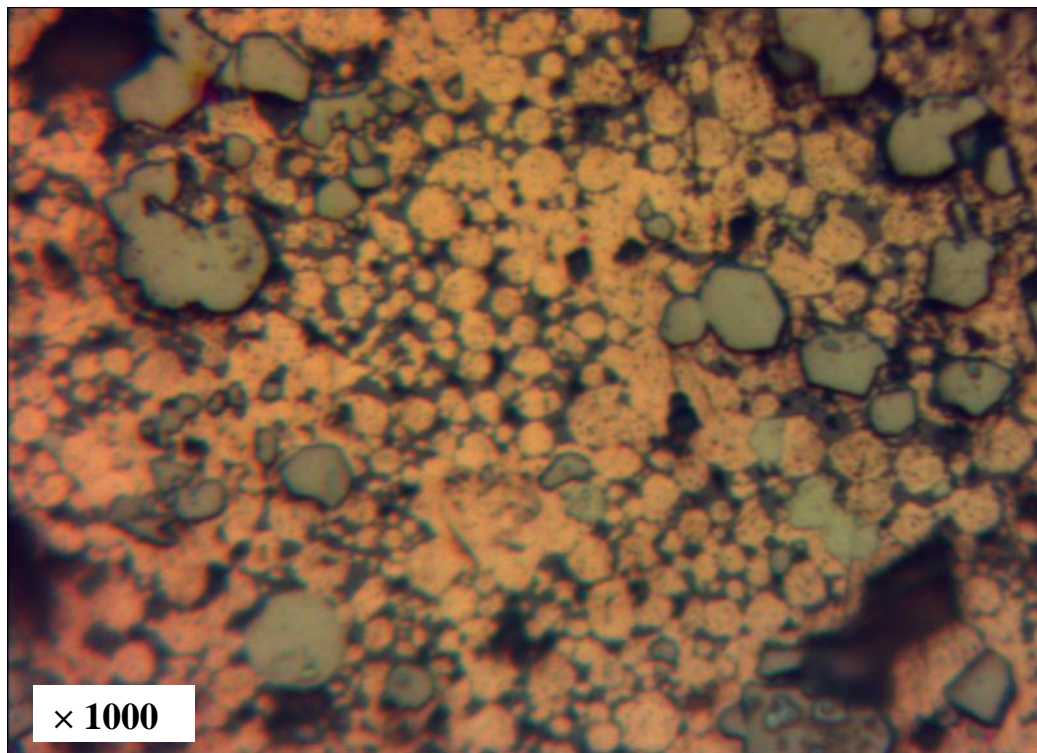
Après le frittage nous avons constaté une augmentation des dimensions des échantillons en mesurant leurs épaisseurs ainsi que leurs diamètres. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau IV.2.

Pastilles	Epaisseurs (mm)	Diamètres (mm)
Pastille 1	5,89	13
Pastille 2	5,65	13
Pastille 3	5,62	13

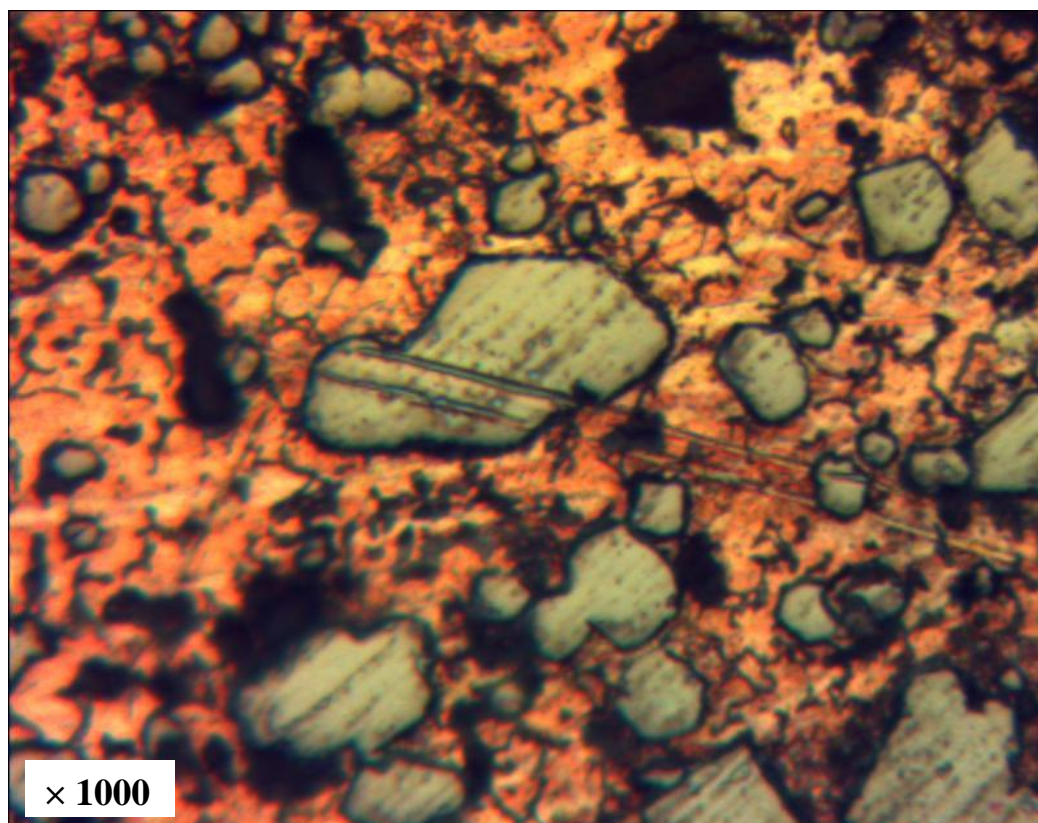
**Tableau IV.2 :** Dimensions des pastilles après frittage.

#### **IV-5 Analyse microscopique après traitement thermique**

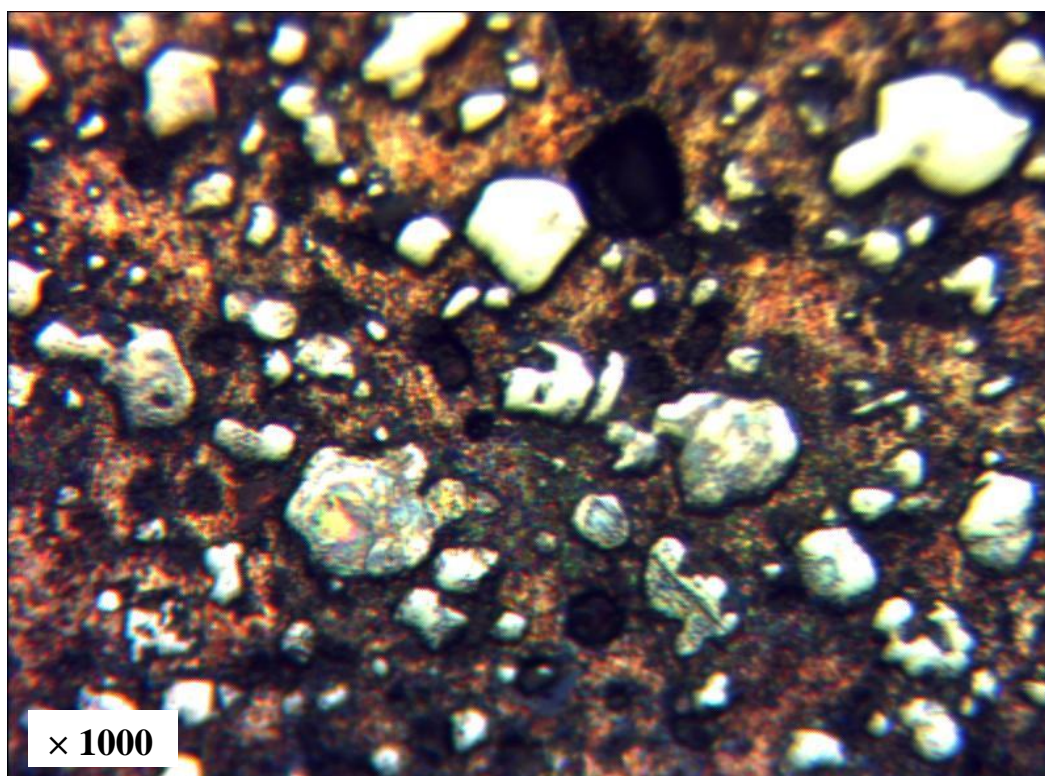
Après polissage, les échantillons frités sont observés au microscope optique. Les figures IV.7 IV.8 et IV.9 représentent la microstructure des pastilles frittées respectivement à 500°C, 600°C, et à 700°C.



**Figure IV.7 :** Microstructure de la pastille frittée a 500 °C obtenue avec un microscope optique.



**Figure IV.8 :** Microstructure de la pastille frittée a 600 °C obtenue avec un microscope optique.



**Figure IV.9 :** Microstructure de la pastille frittée a 700 °C obtenue avec un microscope optique.

L'échantillon fritté à 500°C (figure IV.7) apparaît avec beaucoup de porosités, nous pouvons d'ailleurs distinguer la morphologie des particules de cuivre, cela prouve que ce dernier n'a pas été totalement fondu. Nous remarquons aussi, la présence de grandes 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.

- La pastille frittée à 600 °C représentée par la figure IV.8 montre une évolution dans l'élimination des pores en comparaison avec la figure IV.7. Néanmoins, les joints de grain entre les particules de cuivre apparaissent encore. Il faut noter également que, l'oxydation a augmenté d'une façon significative.
- La pièce frittée à 700 °C représentée par la figure IV.9 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 présents comparativement aux figures IV.7 et IV.8 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.

#### IV-6 Teste de dureté BRINELL

Après avoir effectué le test de BRINELL avec une charge de 30 Kg force sur les trois pastilles, nous avons obtenu des empreintes qu'on a mesuré à l'aide d'une règle qui correspond à l'agrandissement du microscope. Ces résultats sont regroupés dans le tableau IV.3 :

Pastilles	Diamètre de l'empreinte (mm)
Pastille 1	0,70
Pastille 2	0,76
Pastille 3	0,80

**Tableau IV.3 :** Diamètres des empreintes.

Calcul de la surface de l'empreinte :

En sachant que le diamètre de la bille est  $D=2.5$  mm

Pour la 1<sup>ère</sup> pastille :

$$S = \frac{\pi D}{2} (D - \sqrt{D^2 - d^2})$$

$$S_1 = \frac{\pi \times 2.5}{2} (2.5 - \sqrt{((2.5)^2 - (0,70)^2)})$$

$$S_1 = 0,392 \text{ mm}^2$$

Pour la 2<sup>ème</sup> pastille :

$$S2 = \frac{\pi \times 2.5}{2} (2.5 - \sqrt{((2.5)^2 - (0,76)^2)})$$
$$S2 = 0,464 \text{ mm}^2$$

Pour la 3<sup>ème</sup> pastille :

$$S3 = \frac{\pi \times 2.5}{2} (2.5 - \sqrt{((2.5)^2 - (0,80)^2)})$$
$$S3 = 0,516 \text{ mm}^2$$

A présent nous allons passer aux calculs de la dureté qui sont donnés comme suit :

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

Pour la pastille 1 :

$$HB1 = \frac{30}{0,392}$$
$$HB1 = 76,530$$

Pour la pastille 2 :

$$HB2 = \frac{30}{0,464}$$
$$HB2 = 64,655$$

Pour la pastille 3 :

$$HB3 = \frac{30}{0,516}$$
$$HB3 = 58,139$$

Ces résultats résumés dans le tableau IV.4 :

Pastilles	Surface de l'empreinte	Dureté HB
Pastille 1	0,392	76,530
Pastille 2	0,464	64,655
Pastille 3	0,516	58,139

**Tableau IV.4 :** Résultats du test de dureté de BRINELL.

#### IV-7 Test de dureté VICKERS

Afin de confirmer l'exactitude des résultats obtenus par le test de Brinell nous avons réalisé le test de VICKERS avec une charge de 60 Kg force sur les trois pastilles. Nous avons obtenu des empreintes qu'on a mesurées à l'aide d'une règle qui correspond à l'agrandissement du microscope. Les résultats sont représentés dans le tableau IV.5 :

Pastilles	Diagonale de l'empreinte (mm)
Pastille 1	1,14
Pastille 2	1,19
Pastille 3	1,233

**Tableau IV.5 :** Diamètres des empreintes.

Calcul de la surface de l'empreinte :

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

Pour la 1<sup>ère</sup> pastille :

$$S1 = \frac{(1,14)^2}{1,8544}$$

$$S1 = 0,70 \text{ mm}^2$$

Pour 2<sup>ème</sup> pastille :

$$S2 = \frac{(1,19)^2}{1,8544}$$

$$S2 = 0,763 \text{ mm}^2$$

Pour la 3<sup>ème</sup> pastille:

$$S3 = \frac{(1,233)^2}{1,8544}$$

$$S3 = 0,819 \text{ mm}^2$$

A présent nous allons passer aux calculs de la dureté qui s'expriment par:

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

Pour la pastille 1 :

$$HV1 = 1,8544 \times \frac{60}{(1,14)^2}$$

$$HV1 = 85,614$$

Pour la pastille 2 :

$$HV2 = 1,8544 \times \frac{60}{(1,19)^2}$$

$$HV2 = 78,570$$

Pour la pastille 3 :

$$HV3 = 1,8544 \times \frac{60}{(1,233)^2}$$

$$HV3 = 73,186$$

Nous résumons ces résultats dans le tableau suivant :

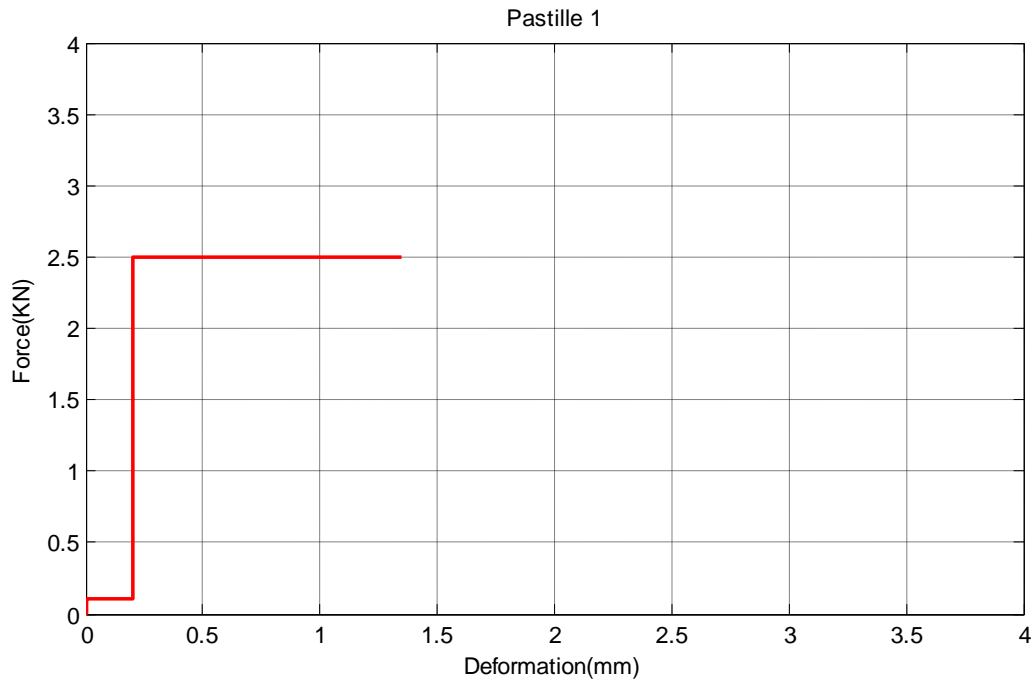
Pastilles	Surfaces des l'empreintes	Duretés HV
Pastille 1	0,70	85,614
Pastille 2	0,763	78 ,570
Pastille 3	0,819	73,186

**Tableau IV.6 :** Résultats du test de dureté de VICKERS.

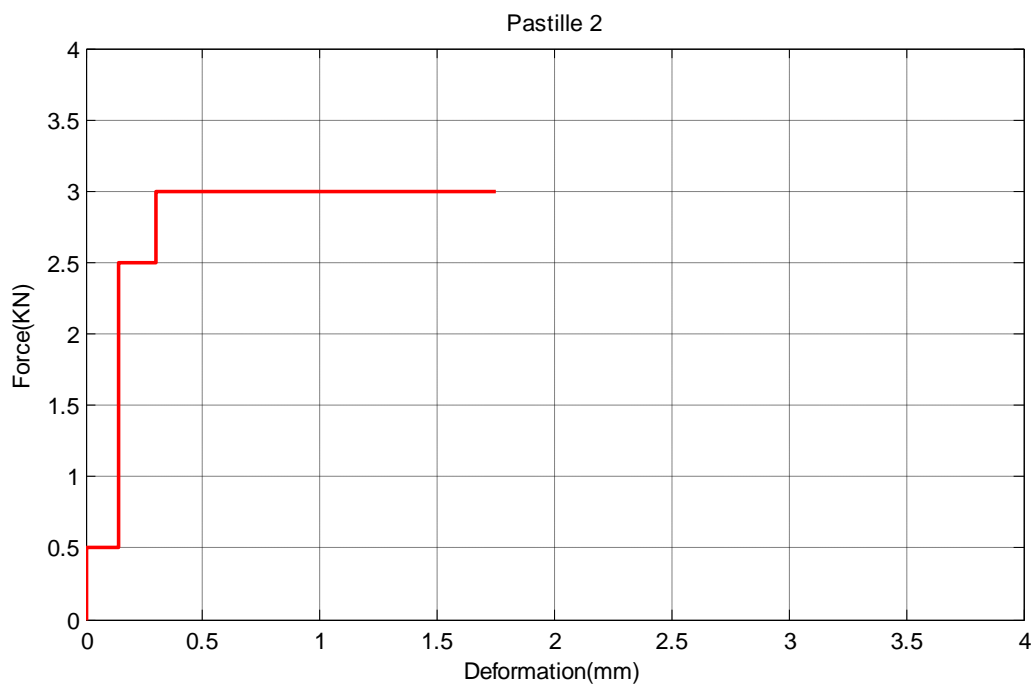
Nous constatons que les résultats obtenus par le test de BRINELL sont en corrélation avec les résultats de VICKERS.

### IV-8 Test de compression

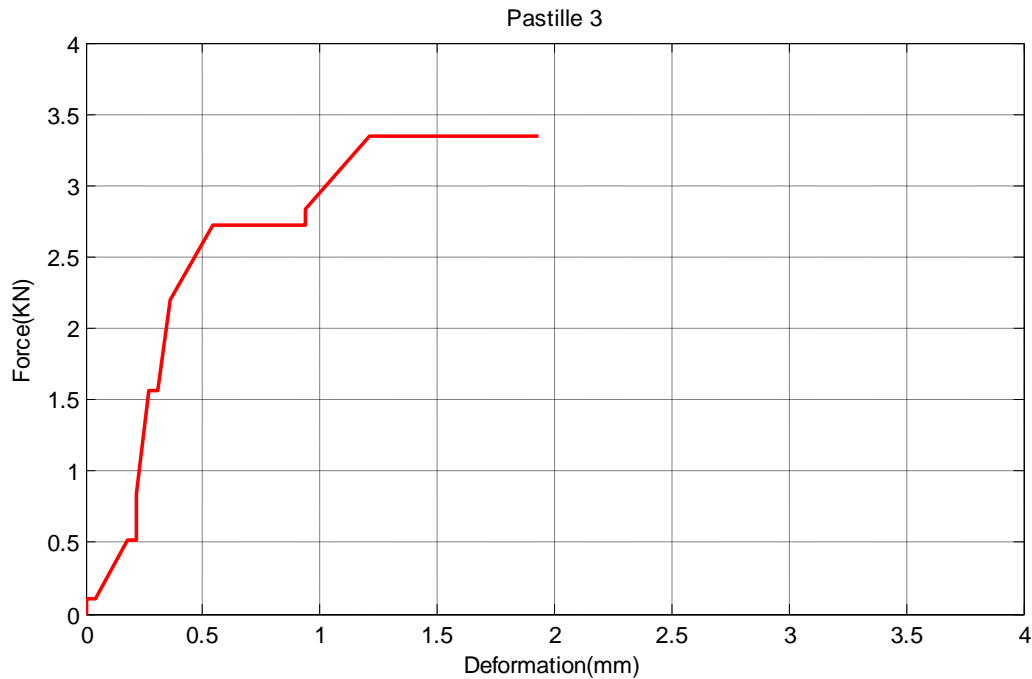
Suite au test de compression que nous avons réalisé (figure IV.13), l'interface du logiciel « MATT.3000 » nous a donné des valeurs numériques. Ces dernières sont portées sur un graphe en utilisant le logiciel MATLAB afin de visualiser plus en détail les courbes. Il est à noter que, les courbes obtenues par le logiciel « MATT.3000 » n'était pas lisible



**Figure IV.10 :** Graphe de compression de la pastille 1

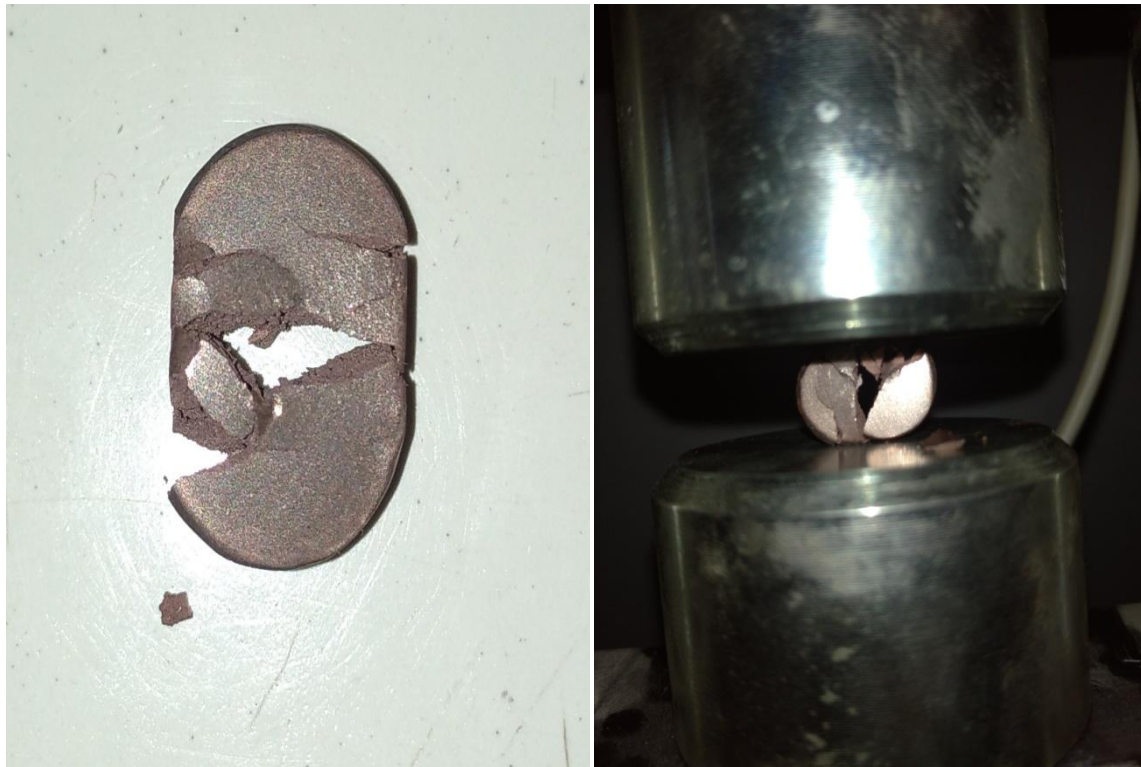


**Figure IV.11 :** Graphe de compression de la pastille 2



**Figure IV.12** Graphe de compression de la pastille 3

- Pour la pastille 1 (frittée à 500°C) le graphe de la figure IV.10 nous révèle une petite déformation de 0.2 mm à 0.11 KN, suivis d'une augmentation de force jusqu'à 2.5 KN en suite il y'a eu une autre déformation de 1.24mm puis la rupture de l'échantillon.
- Pour la pastille 2 (frittée à 600°C) nous remarquons trois paliers de déformation. Le premier à 0.5KN le deuxième à 2.5KN et le troisième à 3 KN pour des déformations respective de 0.14mm, 0.16mm et 1.45mm suivis de la rupture de la pastille comme l'illustre le graphe de la figure IV.11.
- Pour la pastille 3 (frittée a 700°C) nous remarquons que la déformation est plus au moins proportionnelle à la force appliquée jusqu'à atteindre la valeur de 2.72 KN ou il y'a eu une déformation de 0.4mm, suivis d'une augmentation de la force en quasi proportionnalité avec la déformation jusqu'à atteindre la valeur maximale de 3.4 KN Ensuite nous observons une déformation de 0.72 mm suivi d'une rupture (voir le graphe de la figure IV.12).



**Figure IV.13 :** Pastille après le test de compression.

#### IV-9 Test de corrosion

Suite aux tests de corrosion (figure IV.14) nous avons relevé une légère perte de masse des échantillons après le test, les résultats sont regroupés dans le tableau IV.7 :

Echantillons	Masse avant le test (g)	Masse après le test (g)	$\Delta M$ (g)
Echantillon de la Pastille 1	3.03915	3.01151	0,02765
Echantillon de la Pastille 2	3.72675	3.69020	0,03655
Echantillon de la Pastille 3	3.24630	3.19261	0,05372

**Tableau IV.7 :** Résultats de la pesé des échantillons après le test de corrosion.

La perte de masse  $\Delta M$  se calcul comme suit :

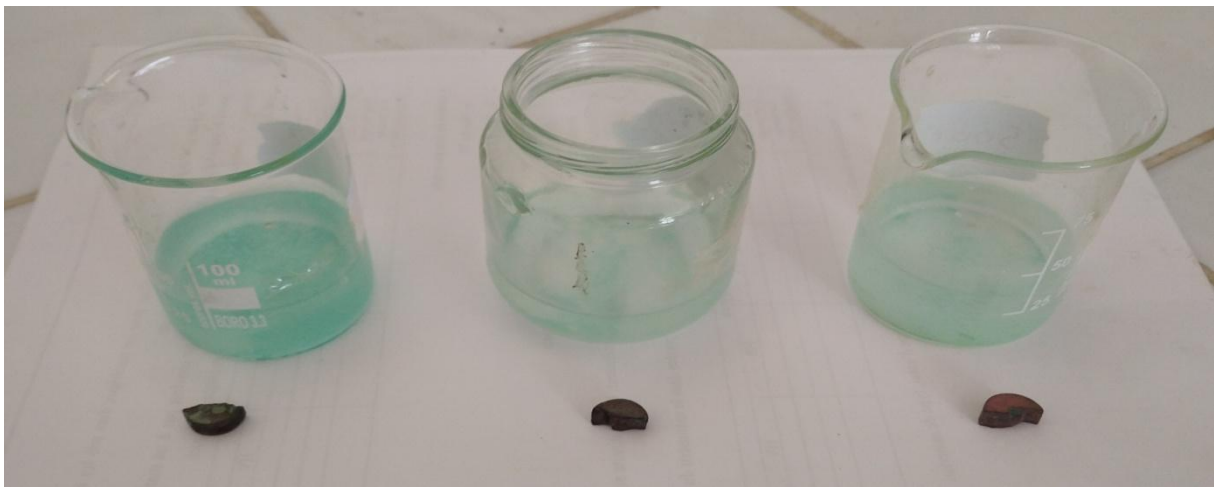
$$\Delta M = M2 - M1$$

Où :

M2 est la masse de la pastille après le test.

M1 est la masse de la pastille avant le test.

Nous pouvons en conclure que l'échantillon de la pastille 3 (fritté à 700°C) a subi une oxydation plus accrue ensuite l'échantillon de la pastille 2 (fritté à 600°C) suivis de l'échantillon de la pastille 3 (fritté à 700°C). Car la perte de masse nous renseigne sur le taux de corrosion.

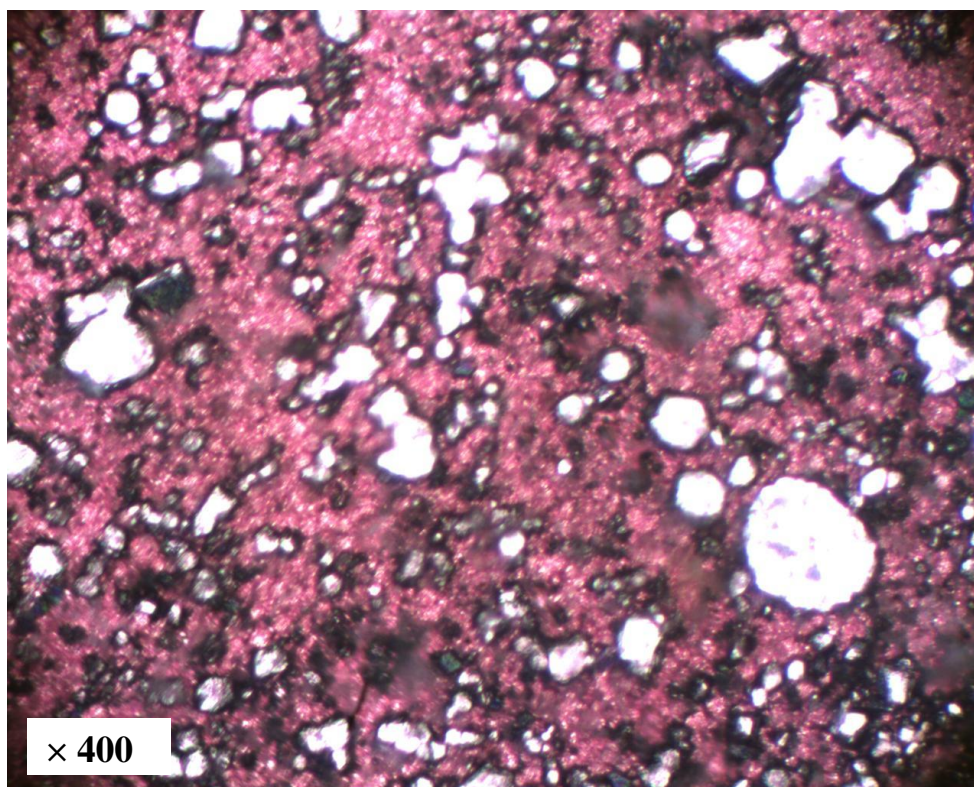


**Figure IV.14** Test de corrosion.

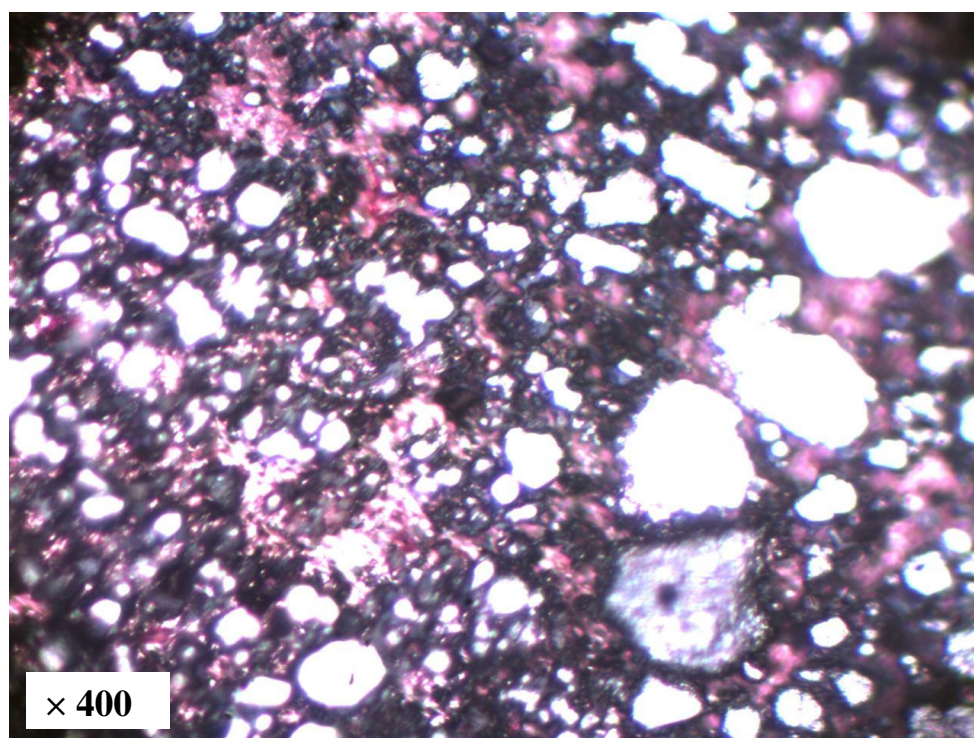
#### **IV-9-1 Analyse microscopique**

Après le polissage et l'attaque chimique, les échantillons frittés sont observés au microscope optique.

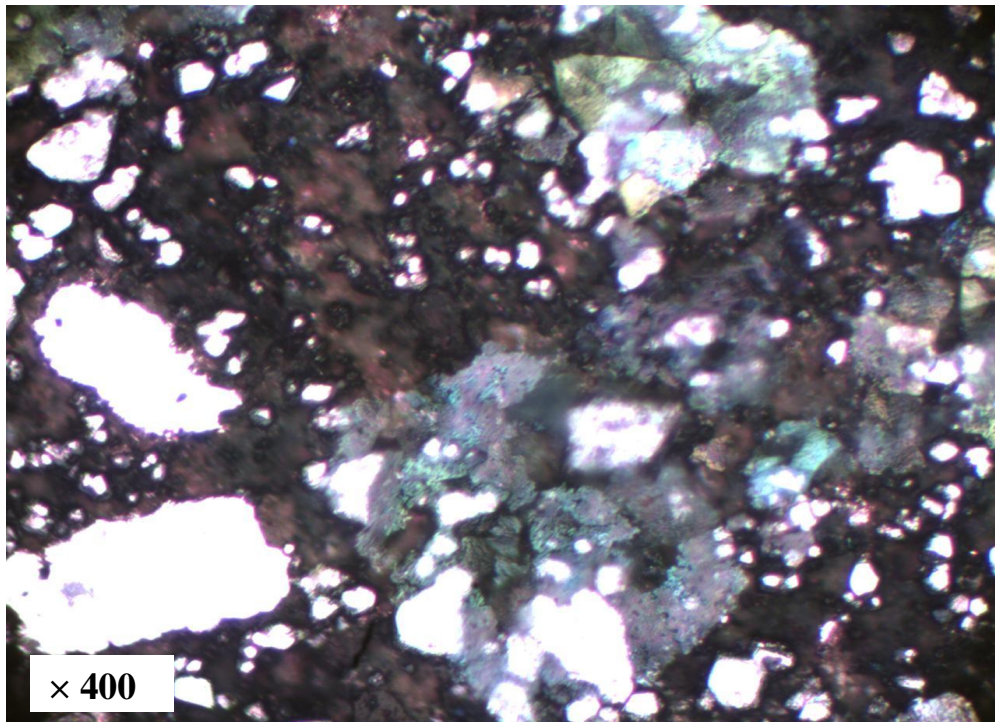
Les micrographies des échantillons au microscope optique des alliages Ni-Cu35% sont représentées sur les figures IV.15, IV.16, IV.17. Ces micrographies représentent les microstructures des échantillons frittés au préalable respectivement à 500°C, 600°C et 700°C.



**Figure IV.15 :** Microstructure de pastille frittée à 500 °C après l'attaque chimique obtenue avec un microscope optique.



**Figure IV.16 :** Microstructure de pastille frittée à 600 °C après l'attaque chimique obtenue avec un microscope optique.



**Figure IV.17 :** Microstructure de pastille frittée à 700 °C après l'attaque chimique obtenue avec un microscope optique.

Ces figures montrent que la pastille frittée à 500°C (Figure IV.15) est beaucoup moins corrodée en comparaison avec celle frittée à 600°C. La pastille frittée à 700°C présente une corrosion quasi-totale en comparaison avec les deux autres citées précédemment,

Sur la pastille frittée à 500°C, nous remarquons que l'oxydation se concentre sur les joints de grains uniquement. Cependant sur la pastille frittée à 600°C (Figure IV.16) nous observons que, l'oxydation s'étant des joints de grains vers l'extérieur en comparaison avec celle frittée à 500°C.

Par contre, dans le cas de la pastille frittée à 700°C (Figure IV.17) la corrosion est quasi générale. La distinction du cuivre devient difficile ce qui prouve que ce dernier a été presque totalement oxydé.

Il est à signaler que, dans le cas des trois figures, les particules de nickel n'ont pas été corrodées et cela de part sa remarquable résistance à la corrosion.

#### **IV-10 Discussions des résultats**

L'analyse expérimentale a révélé autant de résultats de caractérisation de l'alliage Ni-Cu35% réalisé par frittage et cela à différentes températures. Plusieurs techniques en étaient effectuées, des essais mécaniques et chimiques et une caractérisation structurale de l'alliage.

L'essai de dureté a révélé que tant que la température de frittage décroît, la dureté des matériaux augmentent. Nous pouvons expliquer ces résultats par les conditions dans lesquelles ont été frittées les pastilles, car en sachant que le four que nous avons utilisé était un four sous air cela a causé la formation d'une couche d'oxyde superficielle sur les échantillons, cette même couche s'épaissit avec l'augmentation de la température ce qui explique que la pièce frittée à 500°C qui est moins oxydée que les deux autres est plus dure à sa surface car la couche d'oxyde est minime. Par contre celle frittée à 700 °C est beaucoup moins dure sur sa surface comparativement aux deux autres.

Il est donc important de savoir que ce test ne nous révèle en aucun cas la dureté globale de la pièce, d'ailleurs nous pouvons confirmer cette hypothèse en analysant les résultats de compression qui nous ont démontré la véritable dureté.

Ce test nous a révélé que non seulement la pastille frittée à 700°C est plus résistante que celle frittée à 600 °C, qui à son tour est plus résistante que celle frittée à 500°C.

Nous constatons que la température influe sur la ductilité des échantillons. La pièce frittée à 700°C présente une déformation plus importante que les deux autres. En revanche, la pastille frittée à 500 °C présente un comportement quasi fragile à la compression car elle présente une déformation minime.

Suite à l'oxydation des échantillons par l'effet de la température de frittage sous air, l'attaque chimique n'a fait qu'accentuer le degré de corrosion, cela explique que la pastille frittée à 700°C est la plus corrodée par rapport aux deux autres.

# Conclusion

### Conclusion générale

Cette étude nous a permis de constater l'influence de la température sur quelques caractéristiques mécaniques et chimique de l'alliage Ni-Cu35% élaboré par frittage dans un four sous air en tenant compte de facteur d'oxydation que subissent les échantillons durant le traitement thermique.

Les résultats obtenus montrent que :

- ❖ Suite au traitement thermique nous avons observé un grossissement des grains qui se traduit par une augmentation des dimensions des pastilles.
  - ❖ La dureté des échantillons augmente avec l'augmentation de la température de frittage est ce avec la fusion superficielle des particules et la création des ponts inter granulaires qui consolident la microstructure de l'alliage.
  - ❖ L'oxydation a une relation directe avec la température de frittage, la couche d'oxyde superficielle s'épaissie avec l'augmentation de la température, ce qui accentue la corrosion de notre alliage durant l'attaque chimique ou on a clairement remarqué que plus l'échantillon est oxydé plus il est susceptible d'être corrodé.
  - ❖ La corrosion de l'alliage Ni-Cu35% se traduit par une légère perte de masse que nous avons pu remarquer en comparant les masses des pastilles avant et après l'attaque chimique.
  - ❖ Les micrographies obtenues grâce au microscope optique montrent que le degré de porosité diminue avec l'augmentations de la température de frittage.
-

# BIBLIOGRAPHIE

- [1] 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.
- [2] AKCEM Abdelhafid, « élaboration et caractérisation des dépôts chimiques du nickel sur les alliages dentaire non précieux cobalt-chrome et Nickel-Chrome » thèse de doctorat, université d'Oran, 2016.
- [3] G.Lemasson, L.Blain « Matériaux de construction mécanique et électrique », BORDAS, Paris, 1976.
- [4] Jean – Paul BAILON, Jean – Marie DORLOT « DES MATERIAUX », Ecole Polytechnique de Montréal, 2000.
- [5] Jean Philibert, Alain Vignes, Yves Bréchet, Pierre combrade « Métallurgie du minerai au matériau », Dunod, Paris, 2002.
- [6] Michel Colombié « MATERIAUX METALIQUES », Dunod, Paris, 2017.
- [7] Zhidan SUN , « contribution a l'étude des propriétés mécaniques des alliages de cuivre a durcissement structural Cu-Ni-Si et Cu-Cr-Zr : influence de la microstructure et des conditions d'utilisation », Thèse de doctorat, 2008.
- [8] Arfaoui Ali, Chaker Med Amir « Matériaux métalliques », ISET Kasserine, Tunisie, 2009.
- [9] P. MILLET, « Diagrammes de Phases », support de cour, Société Francophone de Biomatériaux Dentaires, 2009-2010.
- [10] Damien FABREGUE, « Microstructure et fissuration à chaud lors du soudage laser d'alliages d'aluminium 6000 » Thèse de doctorat, 2004.
- [11] Salim BOULKHESSAIM, « Caractérisation microstructurale des alliages Al-Ti » thèse de Magister, UNIVERSITÉ BADJI MOKHTAR-ANNABA, 2008.
- [12] R. Cazaud, « Métallurgie, mise en forme et traitement », Ed. Dunod, Paris 1974.
- [13] Saoussen TRIA « caractérisation de composites Fe-Cr élaborés par mécano-synthèse », Thèse soutenue a, Annaba université 2002.
- [14] Naouam BOUDINAR, « Élaboration et études structurales et microstructurales des poudres nanostructures à base de fer », Thèse soutenue a Université d'Annaba, 2011.
- [15] henri FAUDUET « Mécanique des fluides et des solides appliquée a la chimie », LAVOISIER, Paris, 2011.
- [16] R.Mayer « Généralités sur la métallurgie des poudres », Technique de l'ingénieur.

# BIBLIOGRAPHIE

- [17] R. Cazaud et R.lereux , « Métallurgie, mise en forme et traitement », Ed. Dunod, Paris 1951.
- [18] Jean-François Demeyre, « Mécanismes et dynamique du mélange des poudres et caractérisation de l'homogénéité de mélanges de poudres », Ecole des Mines d'Albi Centre Poudres et Procédés, Toulouse, 2004.
- [19] 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.
- [20] MALINGE Antoine thèse de doctorat «Etude de frittage de poudres de carbure de silicium de taille nanométrique. Application à l'élaboration des fibres», 2011.
- [21] M. Eudier « Métallurgie des poudres, fabrications des produits frittés », Technique de l'ingénieur.
- [22] J.Curé, «Métallurgie appliquée », 1970.
- [23] D.Bouvard et G.Cizeron «La métallurgie de poudre », N°270, volume 25,1994.