REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Université Mouloud Mammeri 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 Option Comportement et Mise en Forme des Matériaux

Thème

Etude de la Compressibilité et du Frittage du Mélange de Fe-Cu : Influence de l'ajout de Carbone

Dirigé par : Professeur. S.AZEM **Réaliser par :** Mr. H.SEHAD

Année Universitaire : 2015 / 2016.

REMERCIEMENTS

Avant tout, je tiens à remercier Dieu tout puissant qui m'a donné toutes les capacités, la santé, le courage et la force pour réaliser ce modeste travail.

Je tiens à remercier sincèrement, de tout cœur et de toute gratitude, mon encadreur Mr Azem said Professeur à l'université de Tizi-Ouzou, d'avoir proposé, dirigé et suivi ce travail.

Mes remerciements à Tous les membres de jury qui m'ont fait l'honneur de juger ce travail:

Je tiens à exprimer vivement mes plus profonds remerciements à Mr Nechiche madjid enseignent à l'université de Tizi-Ouzou, pour son aide et ses encouragements.

J'adresse aussi mes remerciements à mes amis Ainsi que les plus vifs à tous Ceux qui ont contribué de près ou de loin pour la réalisation de ce projet. Comme je tiens à présenter mon respect à tous les enseignants qui m'ont attribué un savoir durant toute ma formation.

Sommaire

Introduction générale	0	1
	•	

Première partie

Chapitre I : Fabrication et compactage des poudres métalliques

1.1Généralité03
1.2 Fabrication des poudres métalliques et leurs caractéristiques
1.2.1 Fabrication des poudres métalliques
1.2.1 .1 Atomisation 05
1.2.1 .2 Broyage mécanique06
> Broyeur attriteur06
> Broyeur planétaire07
Mécano synthèse (mechanicalalloying)08
1.2.1.3 Procédé chimique09
1.2.1.4 Électrolyse09
1.2 Caractéristiques des poudres métalliques10
1.2.2.1 Morphologie de particules10
1.2.2.2Porosité
1.2.2.3 Densité d'une poudre11
1.2.2.4 Compressibilité des poudres12
Le réarrangement12

\triangleright	Déformation élastique	12
\triangleright	Déformation plastique	12
1.3Pro	cédé de mise en forme	13
1.3.10	ompression uni-axiale	13
1.3.1	Compression isostatique à froid (CIF) et à chaud (CIC)	13

\triangleright	Compression isostatique à froid (CIF)	13
\triangleright	Compression isostatique à chaud (CIC)	14
\blacktriangleright	Procédé de moulage par injection de poudres (MIM)	15
\blacktriangleright	Procédé de laminage des poudres	16
1.4Lois de comp	ressibilité des poudres métalliques	17
1.4.1 Equation d	e Heckel	.18

Chapitre II : Le frittage.

2.1 Définition du frittage20
2.2 Frittage en phase solide21
2.2.1 Mécanismes du frittage
A/ mécanisme sans retrait
Mécanisme d'évaporation-condensation (E-C)22
Mécanisme de diffusion superficielle (DS)23
B / mécanisme avec retrait23
Mécanisme d'écoulement plastique (EP)23
Mécanisme de diffusion en volume (DV) 24
Mécanismes de diffusion aux joints de grains (DJG)

2.3 Les différents stades du frittage2	5
2.4 Frittage en phase liquide2	5
A/ Le réarrangement des particules2	6
B/ La dissolution-précipitation2	6
C/ La coalescence des grains2	7
2.4 Frittage réactif2	8
2.5 La théorie de W.D.Kingery2	9

Deuxième partie

Chapitre III : Matières premières et techniques expérimentales

3. Matières premières et techniques expérimentales
3.1Matières premières
3.2 Techniques expérimentales
3.2.1 Préparation des échantillons
3.3 Traitement de frittage
3.4 Préparation des surfaces à examiner
A/ Polissage
B/ Attaque chimique35
3.5 Microscope optique35
3.6 Microscope électronique à balayage MEB35
3.7 Essais de la micro-dureté

Chapitre IV : Résultat et discussion

4. Résultat et discussion

4.1Compression des poudres

		Force appliquée en fonction du déplacement du piston	40
	۶	pression en fonction de la déformation	42
	\triangleright	Masse volumique apparente en fonction de la pression	43
4.2		Application du modèle de Heckel	45
4.3		Frittage en phase liquide du mélange fer-cuivre	47
4.3.	1	Influence de la quantité de Cu en phase liquide	47
4.3.	1.1	Observations microscopique	49
4.4		Influence de l'ajout de carbone	51
4.4.	1 A	Analyse micrographique	
		Observation au microscope optique	53
		Observations au microscopie électronique à balayage (MEB)	54
4.5		Application de la théorie de Kingery	56
4.6	Ме	sures de la micro dureté du fer20%Cu fritté	58

Conclusion générale

Listes des figures

Figure. 1. Le procède de fabrication en métallurgie des poudres04
Figure. 2. Procède d'atomisation par eau et gaz05
Figure. 3 Fracture dynamique et ressoudage des poudres lors d'un choc bille-bille
Figure.4 Broyeur attriteur07
Figure. 5 Schéma expliquant le fonctionnement du broyeur planétaire07
Figure.6 - Schéma de principe du broyage à haute énergie : alternance de déformations plastiques, fractures08
Figure. 7 – Micrographies de poudres métalliques obtenues par MEB10
Figure. 8 – Vue schématique des trois stades de la compression d'une poudre de fer12
Figure. 9 Cycle de compaction de poudres13
Figure. 10 Schéma d'un système de compaction isostatique à froid15
Figure.11 schéma du procède de compactage à chaud (-IC)15
Figure. 12. Procédé de moulage par injection des poudres (MIM)16
Figure. 13 Principe de la compression par laminage17
Figure.14 Courbes densité-Pression selon Heckel19
Figure. 15. Les différents types de frittage21
Figure. 16. Cous formés entre les particules au cours du frittage du cuivre
Figure 17. Mécanismes de transport de matière lors du frittage24
Figure18. Evolution de la densité au cours du temps de frittage25
Figure.19. Les étapes du frittage en phase liquide26
Figure 20. Représentation schématique d'un ménisque liquide formé entre deux grains 27
Figure21. La coalescence des grains27
Figure22 Schéma de la pastilleuse31

Figure23. Machine de traction-compression EBERTEST32
Figure24. Schéma du four33
Figure 26 .a/ polisseuse mécanique avec papier abrasif b/polisseuse de finition avec
feutre imbibé d'eau contenant l'alumine34
Figure 27 Microscope Electronique à Balayage XL30
Figure 28. Schéma de Principe du MEB36
Figure. 29 Variation de la force appliquée en fonction du déplacement du piston dans le cas de la
poudre de fer pur40
Figure. 30 ; Variation de la force en fonction du déplacement de la poudre de cuivre pur41
Figure. 31 Variation de la force en fonction du déplacement de la poudre du mélangé
fer20%Cu42
Figure.32 évolution de la déformation en fonction de la contrainte dans la poudre de Fe, Cu et
Fe-20%Cu43
Figure.33 évolution de la densité apparente en fonction de la contrainte du Fer, cuivre et
Fer20%Cu
Figure. 34. Représentation de la courbe de compressibilité du fer pur, cuivre pur et du fer 20%Cu
selon le modèle de HECKEL45
Figure. 35. Représentation de la courbe de compressibilité du Fe-20%Cu selon le modèle de
HECKEL
Figure 36. Cinétique de frittage à 1120 °C du mélange Fe-20% Cu
Figure.37 Microstructure du fer pur non fritté48

Figure.38 microstructure du Fer-20%Cu fritté49

Figure 40	Micrographies de l'échantillon Fe-20%Cu-0,8%C fritté à 1120°C	51
Figure 41	Micrographies de l'échantillon Fe-20%Cu-1%C fritté à 1120°C	52
Figure 42	Micrographies MEB de l'échantillon Fe-20%Cu-0,8%C fritté à 1120°C	53
Figure 43	Micrographies MEB de l'échantillon Fe-20%Cu-1%C fritté à 1120°C	53
Figure 44	Schéma illustratif de dissolution-précipitation lors du frittage en phase	54
Figure 45	Evolution du retrait volumique lors du frittage pour les mélanges Fe-x%Cu	55
Figure.46	variation du retrait volumique lors du frittage pour fer-20%20+X%C	55

Liste des tableaux

Tableau 1.1 : Principales lois de comportement à la compression des poudres métalliques 18
Tableau 3.1 : Poudres utilisées
Tableau 3.2 Températures de frittage des métaux traités 33
Tableau 4.3 influence du cuivre et su temps de frittage sur le mélange Fer X% Cu
Tableau 4.4 influence du carbone et du temps sur la variation relative du volume
Tableau 4.5. Mesure de la porosité totale, fermée et ouverte60
Tableau 4.2 résultats des mesures microdureté de l'échantillon fer20%Cu fritte

INTRODUCTION

Introduction générale

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 mélange) poudre métallique ou céramique. La MDP concerne aussi les procédés de fabrication des poudres métalliques et céramiques ayant une granulométrie et composition chimique désirée. L'élaboration de pièces par métallurgie des poudres se fait par frittage de poudres, préalablement compactées, et permet de réduire au maximum les pertes de matières premières. Cet ensemble d'avantages techniques et économiques sont difficiles à atteindre par les autres procédés de fabrication.

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 uns aux autres et permet d'éliminer, en même temps, une grande partie de la porosité.

Le présent travail porte sur une étude expérimentale de la compressibilité et du frittage d'un mélange de poudres métalliques Fe-20%Cu. Dans une première étape, nous nous sommes intéressés à l'étude de la compressibilité de la poudre de Fe, de la poudre de Cu et du mélange Fe-20%Cu. Dans la seconde étape, le travail a porté sur le frittage de mélanges Fe-Cu (différents %Cu). Il est ensuite question, en dernière étape, de l'influence d'ajout de faibles proportions de carbone.

Le présent manuscrit est composé de deux parties, structurées en quatre chapitres. La première partie est une synthèse bibliographique sur la fabrication des poudres métalliques et la mise en forme des compactés par compression. Le second chapitre porte sur le frittage, essentiellement en phase solide et en présence de phase liquide. La deuxième partie est dédiée au travail expérimental et porte sur les matières premières et techniques expérimentales utilisées (chapitre 3) et les résultats expérimentaux, leurs discussions et interprétations (chapitre 4). Ces résultats portent d'abord sur l'étude de la compressibilité des poudres, de Fe

pur, de Cu pur, du mélange Fe-20%Cu et sur le frittage des mélanges Fe-Cu. Il s'agit de l'étude de la densification et de la caractérisation microstructurale par microscopie optique (MO), microscopie électronique à balayage (MEB) . Nous terminons ce mémoire par une conclusion générale et des perspectives.

Chapitre I

Fabrication et compactage ders produits métalliques

1.1 Généralité

La métallurgie des poudres (MDP) est un procédé de mise en forme utilisé pour produire différentes formes de pièces mécaniques à partir de mélanges de poudres de métaux purs ou alliages. La MDP permet la réalisation des pièces à porosité contrôlée avec une précision dimensionnelle appréciable et un moindre coût en raison d'une perte minimale de matière et d'un fort gain d'énergie.

Elle consiste en une compression des poudres de départ pour obtenir la pièce qui est suffisamment rigide (matériau vert). Cette étape est suivie du procédé de frittage qui est un traitement thermique ayant pour but de consolider et densifier le matériau. Le produit fritté est soumis à un traitement final exigé par les conditions de travail de la pièce (Usinage de finition, traitement de surface, infiltration ...). La figure 1 montre les différentes étapes de la MDP.

Le produit fritté présente une structure constitué de ponts entre les particules, formés par inter diffusion, avec une porosité minimale. La température de frittage peut engendrer la formation d'une phase liquide (frittage en phase liquide). Celle-ci s'écoule entre les particules et sert de liant après sa cristallisation.

Le résultat du frittage dépend beaucoup des caractéristiques des poudres utilisées. On peut citer, entre autres, la taille et la composition des particules, la répartition granulométrique ainsi que la surface spécifique. Les particules peuvent être pures ou alliées, denses ou poreuses en fonction de la méthode de leur élaboration. Trois principaux procédés sont utilisés : procédés mécaniques, physiques ou chimiques [1].

Les procédés mécaniques sont principalement basés sur le phénomène de broyage engendrant des déformations plastiques répétées de la matière ductile qui finit par se désintégrer en fines particules. Parmi les méthodes physiques, l'atomisation est la plus utilisée dans l'industrie. Elle consiste à pulvériser un métal ou un alliage en fusion en très fines gouttelettes qui se cristallisent en donnant naissance à des particules solides.

La poudre peut être obtenue à partir d'une réduction d'oxydes à l'état pulvérulent. L'agent réducteur est souvent un gaz comme l'hydrogène ou le monoxyde de carbone.



Figure. 1. Le procède de fabrication en métallurgie des poudres [2].

Le traitement thermique de frittage est souvent réalisé dans des fours à atmosphère neutre pour éviter toute oxydation du matériau. Il a pour but d'éliminer totalement ou partiellement la porosité en fonction de la destination de la pièce. A titre d'exemple on peut citer le coussinet autolubrifiant qui garde une porosité ouverte servant de réservoir d'huile pendant le fonctionnement. Pour densifier au maximum le matériau il est possible d'associer l'effet de la pression a celui de la température : c'est le procédé de la compression isostatique à chaud (CIC). La présence d'une phase liquide mouillante est aussi souhaitable pour éliminer le maximum de porosité surtout dans le cas du frittage naturel l'origine du liquide peut être une simple fusion d'un constituant du matériau vert ou alors la formation d'un eutectique. Les effets de cette phase liquide sur la densification sont remarquables et seront abordés dans le chapitre du frittage [3]

tolère que l'un des constituant fond pour devenir comme liant, les grains se soudent entre eux et une grande partie de la porosité et des espaces interstitiels sont éliminer du fait, toutes cette densification est du au différents mécanismes de transport de matière que on' abordera dans le chapitre du frittage [3].

1.2 Fabrication des poudres métalliques et leurs caractéristiques

1.2.1 Fabrication des poudres métalliques

1.2.1 .1 Atomisation

L'atomisation est un procède physique où la matière première est fondue sous atmosphère neutre pour éviter l'oxydation. Le liquide passe à travers un conduit le menant dans une enceinte où il est pulvérisé par un jet de gaz ou d'eau pour obtenir de fines gouttelettes. Ces dernières se refroidissent et se cristallisent en vol pour venir tomber au fond de l'enceinte. A l'heure actuelle plus de 80% des poudres métalliques pures ou alliées (alliage de fer, d'aluminium ou de titane, bronzes, aciers, ...) commercialisées sont produites par atomisation. Ce succès est dû à la grande productivité des techniques d'atomisation permettant ainsi des économies appréciables. De plus l'atomisation est le passage obligé pour la fabrication de poudres pré-alliées [2].



Figure. 2. Procède d'atomisation par eau et gaz [5].

1.2.1 .2 Broyage mécanique

Le broyage est un procédé mécanique de fabrication des poudres. Cette technique est utilisée dans l'industrie, en grande partie, pour les matériaux fragiles mais elle est pratiquée aussi 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 entre elles. Les grains de poudre sont alternativement déformés plastiquement, fracturés et recollés les uns aux autres, ce qui permet un mélange des différents constituants.



Figure. 3 Fracture dynamique et ressoudage des poudres lors d'un choc bille-bille [4].

> Broyeur attriteur

Appelé aussi broyeur vertical, il est muni d'une cuve fixe et traverser par une tige équipée de bras qui viennent brasser le mélanges 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 [4].



Figure.4 Broyeur attriteur [4].

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. Ainsi, les poudres sont fracturées et soudées sous une grande énergie d'impact [4].



Figure. 5 Schéma expliquant le fonctionnement du broyeur planétaire [5].

Mécano synthèse (mechanical alloying)

Appelé aussi broyage à haute énergie, cette technique a été développée par J. Benjamin dans les années 60 afin de disperser de très fines particules d'oxydes dans une matrice métallique, dans le but d'améliorer ses propriétés mécaniques, contrairement au broyage classique la mécano synthèse permet de synthétiser à température ambiante des matériaux organisés à l'échelle nanométrique, difficile à obtenir par des méthodes classiques.



Figure.6 - Schéma de principe du broyage à haute énergie : alternance de déformations plastiques, fractures [6]

Le principe de la mécano synthèse consiste à agiter violemment, une poudre et des billes dans une enceinte étanche et souvent avec une atmosphère neutre pour éviter d'autres réactions, sous l'effet des collisions les grains de poudre sont alternativement déformés plastiquement, fracturés et recollés les uns aux autre conduisant à un mélange des différents constituants pour synthétiser un nouveau matériau [6].

1.2.1.3 Procédé chimique

Dans le procédé chimique, on distingue deux manières permettant l'obtention d'une poudre métallique dont la première consiste à une décomposition de complexes de métaux et la seconde à une réduction des oxydes.

La décomposition des complexes carbonyles de métaux consiste à décomposer une molécule contenant du métal par un agent chimique. Il en résulte un dépôt qu'on peut récupérer, par exemple du fer carbonyle ($Fe(CO)_5$), et décomposer par voie liquide ou gazeuse pour obtenir une poudre de fer métallique avec des particules sphériques et homogènes et de bonne qualité. Dans ce procédé on remarque un grand dégagement de monoxyde de carbone. Cette méthode ne permet pas de produire des poudres polymétalliques telles que fer-nickel ou fer-cobalt par exemple.

La deuxième manière par réduction des oxydes, soit par un agent solide tel que le Coke ou le graphite, soit par un gaz réducteur tel que l'hydrogène ou le monoxyde de carbone comme le montrent les réactions suivantes :

$$FeO + C \rightarrow Fe + CO_2$$

 $Fe_2O_3 + 3H_2 \longrightarrow 2Fe + 3H_2O$

 $CuO + H_2 \longrightarrow Cu + H_2O$

Dans les deux cas, on obtient le métal pur avec dégagement gazeux (gaz carbonique ou vapeur d'eau). En effet, par exemple la poudre de fer obtenue est composée de particules sans morphologie particulière et on peut utiliser aussi de l'hydrogène gazeux comme réducteur mais à des températures de réaction élevées. Comme exemple on peut citer la réduction de l'oxyde de cuivre par l'hydrogène (à 350°C°) en cuivre métallique plus la vapeur d'eau [7].

1.2.1.4 Électrolyse

L'électrolyse permet de déposer un métal à la surface d'un substrat via une réaction électrochimique de réduction dans un bain contenant le métal d'apport sous forme ionique. Le métal à déposer peut provenir soit de l'anode (anode dite soluble), par oxydation de cette dernière, soit du bain d'électrolyse dont la composition varie de façon continue au cours d'électrolyse. Dans le cas des matériaux pulvérulents, ces derniers sont dispersés dans le bain électrolytique soumis à une très forte agitation. Les particules entrent alors en contact, de façon répétitive, avec la cathode devenant ainsi ponctuellement une partie de cette dernière, la cuve de l'électrolyse est munie d'un bras agitateur et un courant électrique continu traverse l'électrolyte [8].

1.2 Caractéristiques des poudres métalliques

La poudre métallique est la matière première utilisée dans la fabrication des pièces mécaniques produites par MDP. Après avoir abordé la plupart des procédés de fabrication des poudres métalliques, nous allons nous intéresser à leurs caractéristiques. Il faut savoir que la poudre se comporte comme un fluide à de faibles pressions et comme un solide à de fortes pressions. Quelques scientifiques la considèrent comme étant un quatrième état de la matière. Nous allons essayer de répertorier quelques paramètres pour caractériser la poudre métallique.

1.2.2.1 Morphologie de particules Pour observer les particules on utilise généralement des microscopes. Selon la taille des particules les plus utilisés sont les microscopes électroniques à balayage (MEB), ou le microscope électronique en transmission (MET) [1].



Figure. 7 – Micrographies de poudres métalliques obtenues par MEB

A) Poudre de fer de forme irrégulière. B) Poudre de fer de forme régulière. C) Poudre de cuivre de forme irrégulière. D) Poudre de cuivre de forme régulière [2].

1.2.2.2 Porosité

La porosité \mathcal{E} d'un milieu est la fraction du volume vide sur le volume total du milieu, aussi appelé volume apparent. Elle dépend en général de la forme et la taille des particules.

Le volume vide tient compte de la porosité inter-particules et de la porosité intrinsèque de la particule. On distingue deux sortes de porosité, les pores ouverts accessibles au fluide et les pores fermés difficilement accessibles [9].

1.2.2.3 Densité d'une poudre

Pour illustrer cette propriété, on va aborder la masse volumique de la poudre, sachant qu'il existe deux genres de masses volumiques, la première apparente et l'autre absolue.

• La masse volumique apparente d'un matériau est le rapport de la masse d'une quantité de poudre métallique prise en tas, comprenant à la fois des vides perméables et imperméables des particules ainsi que les vides entre particules au volume de cette quantité

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

1.2.2.4 Compressibilité des poudres

La phase de la compression est considérée comme phase de mise en forme utilisant de grandes pressions afin d'assurer une densification par rapprochement et déformation des grains solides et l'obtention d'un comprimé vert ayant la forme et les dimensions désirées [2]. Pendant cette opération trois phases se succèdent :

• Le réarrangement

Il intervient au début de la compression sous faibles contraintes les particules tendent à se déplacer vers les vides inter-particules en assurant un tassement par réarrangement ou un rapprochement entre particules en réduisant l'espace inter-particules sans déformation de celles-ci [2].

• Déformation élastique

Un contact intime entre les particules s'établit, une déformation élastique de la matière est constatée avec une augmentation de la densité [2].

• Déformation plastique

La pression augmente et la déformation plastique se généralise et se propage dans la poudre en provoquant un écoulement plastique vers les pores avec une forte augmentation de la densité, c'est le dernier stade de compression [2].



Figure. 8 - Vue schématique des trois stades de la compression d'une poudre de fer. [2].

1.3 Procédé de mise en forme

Compression uni-axiale

La matière première est versée au moyen d'un sabot d'alimentation dans une matrice fermée et la densification s'obtient par application d'une force axiale, qui génère aussi des contraintes radiales, assurant le moulage de la poudre contre les parois verticales. Ce processus comporte plusieurs étapes : remplissage, fermeture de l'outil, application de la force, décharge et finalement éjection de l'échantillon comme le montre la figure 9. [10].



Figure. 9 Cycle de compaction de poudres [4].

Compression isostatique à froid (CIF) et à chaud (CIC)

• 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.

• 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.

Le principe de la CIC consiste à soumettre une enveloppe étanche remplie de poudre à un traitement thermique sous pression isostatique appliquée par l'intermédiaire d'un gaz inerte dans une enceinte haute pression contenant un four à résistance. Pendant ce procédé, la pression peut atteindre 400 Mpa et la température 2000°C.

On trouve dans l'industrie des enceintes de plusieurs mètres de diamètre et de hauteur. Les temps de maintien dans ces conditions de pression et de température, pour former la pièce voulue, sont de l'ordre de quelques heures ce qui explique le coût important du cycle de densification et donc son application à des pièces de grande valeur (le cycle, dépassant souvent une durée totale de 10 heures). Ce cycle se compose d'une phase de chauffage et mise en pression, d'un palier en pression et température de maintien pour finir avec le refroidissement et la baisse de la pression. Au cours du procédé, le volume du conteneur est réduit généralement de l'ordre de 30% et la porosité du matériau est complètement éliminée [11].



Figure. 10 Schéma d'un système de compaction isostatique à froid [11]



Figure.11 schéma du procède de compactage à chaud (CIC) [11]

Procédé de moulage par injection de poudres (MIM)

Ce procède permet de mouler des pièces de formes complexes à partir d'un composé riche en métal, le moulage par injection semblable à celui des matières plastiques, est suivi par des traitements thermiques sur les pièces moulées, aboutissant à de réelles pièces métalliques. Le moulage par injection de poudre de métal nécessite quelques étapes :

• Le mélangeage de la poudre de métal avec une faible quantité de liant, de cire ou de polymère pour obtenir un composé avec une rhéologie adaptée au moulage par injection.

• L'injection du composé sous haute pression avec des machines d'injection.

• Le déliantage des pièces à « l'état vert » par décomposition thermique du liant dans un four permettant d'obtenir les pièces à « l'état brun ».

• Le frittage à haute température de façon à obtenir la cohésion des particules de métal entre elles, apportant la densification du matériau et la résistance des pièces.

• Éventuellement, une opération supplémentaire de finition : usinage, polissage ou traitement de surface pour répondre à des critères particuliers [12]



Figure. 12. Procédé de moulage par injection des poudres (MIM) [12]

> Procédé de laminage des poudres

La densification à froid peut également être réalisée par laminage tel que l'illustre la figure 13. Dans ce procède la poudre est posée sur un tapis et amenée entre les rouleaux. La réduction de l'épaisseur en sortie de laminoir définit le taux de compression. Ce procédé se caractérise par une production en continu de produits longs tels que des supports de composants électriques et électroniques [12].



Figure. 13 Principe de la compression par laminage [12]

1.4 Lois de compressibilité des poudres métalliques

Pas mal de lois on été proposées pour approcher le comportement des poudres et déduire les informations nécessaires pour décrire les mécanismes de densification obtenus à partir de l'étude de comportement de la poudre métallique à la compression. Ces différentes équations sont proposées pour représenter les lois mathématiques de la variation de la densité (ou de la porosité) en fonction de la pression exercée. Le tableau 1 regroupe les équations les plus utilisées :

Nom	Équation	année
WALKER	$\frac{1}{d_r} = C' - K * \text{Log P}$	1923
BAL'SHIN	$Ln P = -L * V_r + C$	1938
KONOPICKY	$p = A' * Ln(\frac{\pi}{\pi_0})$	1958
HECKEL	$\operatorname{Ln}(\frac{1}{1-d_{\mathrm{r}}} = \left(\frac{\mathrm{P}}{\mathrm{S}}\right) + \mathrm{A}$	1961
COOPPER- EATON	$\frac{d_r - d_{r0}}{[d_r * (1 - d_{r0})]} = a_1 e^{\left(-\frac{k_1}{p}\right)} + a_2 e^{\left(-\frac{k_2}{p}\right)}$	1962
KAWAKITA	$\frac{d_{r} - d_{r0}}{d_{r}} = (a * b * P)/(1 + b * P)$	1965

 $O\hat{u}$: **P** est la pression exercée (en MPa).

dr: La densité relative de la poudre à la pression P;

Vr : le volume relatif (rapport volume apparent/ volume à densité maximale) ;

 π : est le pourcentage de porosité à la pression **P** et π 0 pourcentage de porosité à la pression atmosphérique ;

 dr_0 : Densité relative initiale ;

C', K, L, A', S, A, a1, a2, k1, k2, a et b: sont des constantes. Les études comparatives de ces modèles mathématiques ont montré que, certaines de ces équations ne vérifient pas les conditions aux limites (basses et hautes pressions) ou ne sont pas valables pour les moyennes pressions. Jusque là, le modèle qui représente le mieux la compressibilité des métaux ductiles est celui de HECKEL.

1.5.1 Equation de Heckel

Heckel a proposé en 1961 une équation empirique permettant de bien décrire l'évolution de la porosité en fonction de la pression de consolidation pour des matériaux ayant uniquement des déformations plastiques. Elle modélise bien le comportement des poudres métalliques. Par la suite cette équation a été appliquée aux matériaux fragmentaires mais avec moins de succès [9].

L'équation comporte deux constantes empiriques (A et B) qui sont fonction de la nature de la poudre [9].

Où A dépend inversement de l'aptitude du matériau à se déformer plastiquement sous l'effet de la pression. Aux basses pressions, domaine dans lequel le réarrangement granulaire domine, l'équation s'applique mal. En revanche, aux fortes pressions le système granulaire est bloqué et le réarrangement granulaire n'est plus possible, les grains se déforment plastiquement L'équation de Heckel représente bien ce domaine. [9]

L'équation de Heckel ne donne pas des informations sur les conditions initiales de la compression et les dépendances selon la vitesse de la compression, le temps de l'expérience, et la géométrie de la matrice. Toutefois, l'équation prend en considération le remplissage de la matrice qui permet de trouver la densité relative initiale, le réarrangement des particules, la déformation plastique [9].

$$\log(\frac{1}{\varepsilon}) = A\sigma + B \qquad (1, 5)$$



Figure.14 Courbes densité-Pression selon Heckel [9]

Chapitre II Le frittage

2.1 Définition du frittage

Plusieurs définitions ont été données par des auteurs qui ont travaillé sur le procédé de frittage : Selon G.CKUCZYNSKI [12] «le frittage représente tous les changements qui prennent place dans une masse de poudre pendant son chauffage au dessous de sa température de fusion» Selon G. Cizeron « Le frittage est un processus faisant évoluer par traitement thermique un système constitué de particules individuelles (ou un aggloméré poreux), en l'absence de pression externe exercée ou sous l'effet d'une telle pression, de sorte qu'au moins certaines des propriétés du système (sinon toutes) soient modifiées dans le sens d'une réduction de l'énergie libre globale du système. Parallèlement, cette évolution entraîne une diminution importante (sinon complète) de la porosité initiale. Enfin, le processus suppose qu'au moins une phase solide existe constamment pendant tout le traitement thermique, de façon à conserver une certaine stabilité de forme et de dimension du système considéré. » [13]

De notre coté on peut dire que le frittage est un traitement thermique au cours duquel la pièce acquiert la résistance et les dimensions voulues, ce traitement thermique s'effectue à une température inférieure au point de fusion du composant principal du matériau.

Le frittage permet la création de liaisons fortes entre les particules par diffusion de matière et dans la plupart des cas, il est accompagné d'un retrait (réduction des dimensions de la pièce) qui induit une densification (réduction de volume de la pièce). Le frittage comporte 3 stades :

- un chauffage jusqu'à la température de frittage.
- Maintient à cette température (isotherme).
- un refroidissement jusqu'à la température ambiante.

La vitesse de chauffage et refroidissement doivent être contrôlées pour éviter une fissuration de la pièce. Le palier isotherme permet la croissance des ponts inter-particulaires et la densification du matériau et entraîne parfois un grossissement de grains. Le frittage peut se faire en phase solide ou en présence d'une phase liquide. Industriellement le frittage en phase solide est le plus utilisé, surtout pour la fabrication de pièces métalliques [1].



Figure. 15. Les différents types de frittage [14]

2.2 Frittage en phase solide

Le frittage en phase solide s'effectue à une température inférieure à la température de fusion du matériau, la poudre compactée est chauffée à haute température mais aucun des constituants ne fond. Ce genre de frittage est utilisé pour les matériaux à haut point de fusion où les liaisons durant la densification se font principalement par déplacement d'atomes : on parle alors de diffusion de matière à l'état solide qui est essentiellement caractérisé par le transport d'atomes ou d'ion qui entraîne la diminution de l'enthalpie libre globale. Un état stable s'installe (plus proche de l'état d'équilibre) il y a formation de ponts de raccordement, augmentation de la densité du système par élimination de la porosité

Trois types d'énergie motrice interviennent dans ce phénomène :

- L'énergie de surface : lorsque les ponts se forment entre les particules de poudre il y a diminution de la surface spécifique des particules.
- L'énergie des défauts structuraux : les défauts comme les lacunes représentent une source d'énergie qui contribue dans ce phénomène, ces défauts de structure sont dus à la courbure de surfaces.
- L'énergie de contrainte : lors du compactage des poudres métalliques, des contraintes mécaniques provoquent des dislocations qui engendrent à leurs tours une énergie motrice [15].

Nous allons aborder les mécanismes de transport de matière et la croissance des grains utilisant plusieurs chemins lors du transport de matière. Deux catégories de mécanismes ont été proposées, une avec retrait et l'autre sans retrait de la matière.



Figure. 16. Cous formés entre les particules au cours du frittage du cuivre [1]

2.2.1 Mécanismes du frittage

A/ mécanisme sans retrait

• Mécanisme d'évaporation-condensation (E-C) :

Un flux de matière se déplace sous forme de gaz par sublimation de la matière au dessus des grains et une diffusion vers la surface du pont (joint de grains) suivie d'une condensation. La cinétique de dépôt est généralement limitante (figure 17). On parle alors d'un régime **d'évaporation-condensation qui est un** mécanisme **sans retrait** obéissant à la relation 2.1 [15] ;

Avec

X : rayon du pont

r : rayon des particules de poudre

 P_0 : Pression de vapeur au voisinage d'une surface plane de ce matériau

T ; températures absolue, t : temps

M : masse molaire, R : constante des gaz parfaits

 Ω :volume molaire, γ_{sv} :tension superfecielle solide- vapeur

• Mécanisme de diffusion superficielle (DS) :

Un autre cas de transport de matière basé sur la **diffusion superficielle** où les lacunes au voisinage des cous diffusent vers les surfaces courbées des particules (figure 17). Ce genre de diffusion est un mécanisme **sans retrait** régit par la relation 2.2 [15]

$$\left(\frac{x^7}{r^2}\right) = \left(\frac{56\delta_s D_s \gamma_s \Omega t}{RT}\right)_{\dots\dots\dots\dots(2.2)}$$

 D_s : coefficient de diffusion en surface.

B / mécanisme avec retrait

• Mécanisme d'écoulement plastique (EP):

Un autre déplacement d'atomes s'effectue sous l'effet d'un cisaillement et proportionnel au gradient de vitesse, c'est **l'écoulement plastique (visqueux).** Ce mécanisme s'effectue **avec retrait** et la croissance du pont (figure 17) est donnée par la relation 2.3 [15]

$$\left(\frac{x^2}{r}\right) = \left(\frac{3\gamma}{\eta t}\right).$$
(2.3)

 η : Coefficient de viscosité
• Mécanisme de diffusion en volume (DV) :

Le mécanisme de **diffusion en volume** est un autre chemin de diffusion **avec retrait** s'effectuant à travers le volume (à l'intérieur des grains). Ce flux de matière pénètre la surface totale du pont de raccordement (figure 17). La loi qui régit ce mécanisme s'écrit : [15]

$$\left(\frac{x^4}{r}\right) = \left(\frac{16\Omega\pi D\gamma_{sr}}{RT}\right)t_{\dots\dots\dots\dots(2.4)}$$

• Mécanismes de diffusion aux joints de grains (DJG)

Ce dernier mécanisme puise de la matière par diffusion des atomes du centre du joint vers le col puisque les lacunes diffusent en sens inverse (figure 17). Le coefficient de diffusion dans le joint de grain est plus élève que le coefficient de diffusion en volume la matière démarre du centre du joint de grain vers le disque d'épaisseur (δ_j) et de rayon (x) alors on aura la loi de croissance du pont qui s'écrit : [15]

$$\left(\frac{X^2}{r^2}\right) = \left(\frac{48\pi D_j \delta_j \Omega\gamma_{sr}}{RT}\right) t_{\dots}$$
(2.5)

Le flux pénètre à travers une surface A

$$A = 2\pi X \delta_j$$



Figure 17. Mécanismes de transport de matière lors du frittage [16]

2.3 Les différents stades du frittage

Le frittage se présente en trois étapes ; le stade initial, stade intermédiaire et le stade final. La densité relative évolue au cours de ces étapes et le temps de chauffe, de maintien et de refroidissement sont très importants.

• Stade initial

Une rapide formation de ponts entre les particules initialement compactées se fait par transport de matière (diffusion en surface, en volume, aux joints de grains ou en phase vapeur,...etc.) et on estime que cette étape se termine lorsque le rayon des ponts ou des cous atteint 40 à 50 % du rayon des particules.

• Stade intermédiaire

Dans cette étape, la porosité ouverte est éliminée et on constate une densification importante.

• Stade final

A la fin du processus on constate que la porosité fermée tend à disparaitre pour approcher la densité théorique du matériau qui est cependant difficile à atteindre. [17]



Figure18. Evolution de la densité au cours du temps de frittage [17]

2.4 Frittage en phase liquide

Ce procède possède au moins un des constituants en phase liquide et l'autre en phase solide. La phase liquide peut être transitoire ou permanente, trois d'étapes interviennent dans ce frittage : [15]

- Le réarrangement des particules.
- La dissolution-précipitation.





Figure.19. Les étapes du frittage en phase liquide [1]

A/ Le réarrangement des particules

Cette étape est marquée par une augmentation rapide de la densité apparente du matériau et d'un retrait en raison de l'apparition de la phase liquide qui joue le rôle d'un lubrifiant permettant un glissement des particules les unes sur les autres et un rapprochement sous l'action des forces hydrostatiques du liquide et des forces capillaires. Cette étape est de très courte durée [15].

B/ La dissolution-précipitation

A la fin de l'étape de réarrangement, un mince film de fluide entoure et empile les grains, la densification se poursuit par un phénomène de dissolution-précipitation. La dissolution des grains se fait à l'interface solide-liquide puis un transfert des espèces dissoutes dans le liquide par diffusion et finalement précipitation sur les surfaces libres. Tous ces processus favorisent la densification par transport rapide de matière avec rapprochement des centres des grains. [15]



Figure 20. Représentation schématique d'un ménisque liquide formé entre deux grains [18]

C/ La coalescence des grains

C'est l'étape la plus lente et la plus longue, on constate la dissolution de petites particules au profit des plus grandes pour former de gros grains avec élimination des pores résiduels [15].



Figure21. La coalescence des grains [1]

2.4 Frittage réactif

On dit qu'un frittage est réactif lorsque la composition finale est différente de celle du début. Pour avoir un frittage réactif il est nécessaire de mélanger deux espèces différentes (système polyphasé), au cours du traitement thermique.

D'une autre manière il consiste à obtenir après traitement thermique un produit fritté de structure ou composition chimique différente du ou des produits de départ.

Si le matériau après frittage a la même composition chimique que le matériau initial, on parle de **frittage non réactif** ; c'est le cas le plus général. Dans certains cas particuliers, la poudre initiale peut être composée d'un mélange de deux (ou plusieurs) composés chimiques ; dans ce cas, le traitement thermique permet, d'une part de former un nouveau composé chimique, d'autre part de densifier ce nouveau matériau ; on parle alors de **frittage réactif.** [15] On peut citer l'exemple des aluminures de fer (FeAl, Fe2Al5, Fe3Al) qui peuvent être synthétisés lors du frittage par réaction entre le fer et l'aluminium. **[15].**

2.5 La théorie de W.D.Kingery

Dès que le liquide apparait lors du frittage en phase liquide les particules de poudres ont tendance à se répartir uniformément cette étape est rapide appelé réarrangement, Ilya une très nette augmentation de la compacité du matériau, durant cette étapes d'après kingery la cinétique de retrait volumique serait de la forme :

 $\Delta V/V_0 = kt \qquad (2.6)$

En prenant en compte l'effet accélérateur lie à la forte augmentation des forces capillaires associée à la diminution de taille des pores kingery a proposé de décrire la cinétique de densification pendant l'étape de réarrangement à l'aide de la loi empirique suivante :

 $\Delta V/V_0 = k t^{1+\gamma}$ (2.7)

Ave y un nombre positif inférieur à 1 [19]

Chapitre III

Matières premières et techniques expérimentales

3. Matières premières et techniques expérimentales

Dans le but d'étudier la compressibilité et le frittage des poudres métalliques, des techniques ainsi qu'un matériel de laboratoire adéquat est nécessaire, ce chapitre donne une description des techniques d'élaboration et de caractérisation utilisées au cours de notre étude.

3.1 Matières premières

Dans notre travail on a utilisé des poudres de fer et de cuivre qui sont des poudres commerciales dont la pureté et les caractéristiques ainsi que la provenance sont données dans le tableau 3.1:

				Masse volumique
Poudre	Provenance	Pureté (%)	Diamètre moyen	(g/cm^3)
			(µm)	
Fer de forme irrégulière	Merck	99,5%	47.61	7.875
Cuivre	Merck	99,5%	dendritique	8,96
Carbone	ALDRICH	99,95%	2 à12	2,26

Tableau 3.1 : Poudres utilisées.

3.2 Techniques expérimentales

Nous avons étudié la compressibilité des métaux purs et du mélange Fe-20%Cu par compression à froid en utilisant une matrice métallique et une presse hydraulique.

Un four de frittage sous atmosphère a été utilisé pour la densification des matériaux en fonction de la teneur en cuivre et de l'ajout du carbone.

3.2.1 Préparation des échantillons

Les échantillons sont préparés sous forme de pastilles obtenues par compression uni axiale à froid. La compression est assurée par une presse hydraulique de type EBERTES d'une capacité maximale de 100 KN. La pastilleuse est constituée d'un cylindre creux et deux poinçons de diamètre

13 mm et un piston. Une fois la poudre introduite entre les poinçons de la matrice, le piston est placé au dessus puis l'ensemble est soumis à la compression avec une vitesse de déplacement de 0,2 mm/mn. La force maximale utilisée est de 60 KN Un ordinateur relié à la machine permet une acquisition de la variation de l'effort en fonction du déplacement. A partir de ces données, sont obtenues les courbes de compressibilité (densité relative en fonction de la pression, dr=f(P)). P est le rapport F/S où S est la section de la colonne de poudre dans la matrice avec

La densité relative **d**_r correspondante est donnée par la relation :

Donc la densité relative est le rapport de la densité apparente à la densité théorique du matériau :

$$d_6 = \frac{m}{h * s} \tag{3.3}$$

La densité apparente est le rapport de la masse m de la poudre introduite dans la matrice et ho la hauteur initiale de la poudre juste au contact. Δh est la course ou le déplacement du vérin, sachant que **h=ho**- Δ **h**.



Figure22 Schéma de la pastilleuse



Figure23. Machine de traction-compression EBERTEST

1 : Vérin supérieur mobile. 2 : Pastilleuse. 3 : Panne inférieure fixe.

Le comportement en compression a été étudié pour le fer et le cuivre purs ainsi que le mélange à 20 % Cu à l'effet de mettre en évidence l'influence du cuivre sur la compressibilité. Les pastilles sont éjectées, pesées et mesurées afin de déterminer leurs densités apparentes.

3.4 Traitement de frittage

Pour le traitement thermique on a utilisé un four à tube en céramique chauffé par des résistances en U placées autour de ce tube. Les échantillons sont maintenus à température pendant la durée de frittage sous atmosphère dynamique d'argon afin d'éviter toute oxydation. La température de consigne est relevée juste en dessous de l'échantillon par un thermocouple. Les éléments chauffants du four sont des résistances en siliciure de molybdène permettant de monter en température jusqu'à 1500°C. Leur alimentation électrique est assurée par l'enroulement secondaire d'un transformateur abaisseur dont la tension primaire est commandée par un gradateur de puissance piloté par un régulateur électronique. La tension aux bornes des résistances est de 40 volts avec un courant nominal de fonctionnement de 80 ampères.

Le tableau 3.2 donne les différentes températures utilisées.

Comprimé	Température de fusion T _f (C°)	Température de frittage (C°)
fer	1540	1 070
cuivre	1085	760
Fe20%Cu	/	1 120





Figure24. Schéma du four

R: Régulateur. G: Gradateur. P : pompe à vide. J : Jauge à vide. T : Transformateur.

1 : Corps du four 2: Thermocouple 3: Bride étanche 4: Résistance 5: Echantillon.

3.5 Préparation des surfaces à examiner

Pour observer et analyser les échantillons, au microscope, on les soumet à une préparation qui consiste à les polir et les attaquer avec un réactif chimique approprié.

A/ Polissage

Le polissage consiste à frotter la surface à examiner sur des papiers abrasifs de carbure de silicium de plus en plus fins (800, 1000, 1200 et 4000) jusqu'à l'obtention d'une surface dénuée de rayures visibles à l'œil nu. L'échantillon doit être tourné toutes les minutes de 90° par apport à la position précédente. Le papier est disposé sur un disque tournant d'une polisseuse arrosé à l'eau afin de limiter l'usure du papier et éviter l'échauffement de l'échantillon.



Figure 26 .a/ polisseuse mécanique avec papier abrasif b/polisseuse de finition avec feutre imbibé d'eau contenant l'alumine

Pour améliorer davantage l'état de surface on effectue un polissage de finition sur un feutre tournant imbibé d'une suspension d'alumine sur une polisseuse de finition. La figure 26 représente les polisseuses utilisées au laboratoire.

B/ Attaque chimique

Pour révéler la microstructure un réactif chimique a été utilisé. Ce réactif est une solution alcoolique à 4 % d'acide nitrique. Lorsque la surface polie de l'échantillon est mise en contact avec le réactif

pendant quelques secondes, les joints de grains sont attaqués et rendus visible au microscope. Pour arrêter la réaction, l'échantillon est lavé et séché après quoi il est examiné au microscope.

3.6 Microscope optique

L'analyse microstructurale a été effectué sur un microscope optique dans le grandissement varie de 50 à 1000 fois. Ce microscope est équipé d'une source lamineuse qui émet horizontalement un faisceau de lumière à travers des filtres et un diaphragme. A l'aide d'un prisme, la lumière transmise verticalement vient éclairer l'échantillon à travers une lentille objective. Les rayons réfléchis traversant à nouveau l'objectif et un miroir semi transparent pour sortir à travers une lentille oculaire qui fournit l'image agrandie. Le balayage de l'échantillon est assuré par deux déplacements perpendiculaires de la platine. Le mouvement de cette dernière dans la direction verticale permet une mise au point de l'image. Le microscope est solidaire d'une caméra permettant de transmettre l'image sur un ordinateur. Un logiciel spécifique permet un traitement et l'enregistrement de l'image.

3.7 Microscope électronique à balayage MEB

Nous avons analysé les échantillons frittés (fer20%Cu) sur un microscope Electronique à Balayage de type PHILIPS XL30.

Ce microscope Utilise un faisceau d'électrons, émis par un canon à électrons à travers des lentilles électromagnétiques permettent de focaliser le faisceau sur l'échantillon et d'effectuer des balayages sur la surface à analyse. L'interaction entre les électrons et la matière de l'échantillon provoque la formation d'électrons secondaires et rétrodiffusés qui sont amplifiés et convertis en un signal électrique. L'ensemble des signaux émis par la surface permet de reconstruire la topographie de l'échantillon et de fournir une image en relief. Les électrons rétrodiffusés permettent une séparation de phases par contraste chimique.



Acquisition des données

Figure 27 Microscope Electronique à Balayage XL30



Figure 28. Schéma de Principe du MEB

3.8 Essais de la micro-dureté

La micro dureté consiste à utiliser des pénétrateurs de taille submillimétrique dont les empreintes ne couvrent alors qu'un à quelques grains. Les empreintes font quelques microns et sont mesurées à l'aide d'un dispositif optique qui agrandit l'image. La microdureté permet de résoudre de nombreux problèmes tels que la mesure de la dureté des couches minces, l'évaluation de l'écrouissage local et l'exploration d'alliages.

L'essai est effectué sur les différents échantillons avec un microduromètre semi-automatique de type ZWICK ZHV10 constitué d'un microscope permettant d'avoir une image agrandie à 400fois et d'un système d'indentation. Le pénétrateur utilisé est en diamant de forme pyramidale à base carrée (Vickers).

La phase à tester est observée puis ramenée sous le croisillon et la charge choisie est appliquée graduellement par un micromoteur, le pénétrateur est enfoncé pendant 20 secondes, après retrait une empreinte mesurable apparait et mesurée suivant les deux diagonales. Le programme calcule la valeur de la micro dureté et l'affiche sur l'écran de l'appareil.

Chapitre IV

Résultats et discussions

4. Résultats et discussion

Pour étudier la compressibilité des poudres, nous avons effectué des tests de compression sur trois échantillons : les deux métaux purs, à savoir le fer et le cuivre, ainsi qu'un mélange des deux avec un taux de 20% Cu. Dans une première étape, nous nous sommes intéressés à la variation de la densité apparente en fonction de la pression de compactage. Dans une seconde étape, nous avons mené une étude comparative sur les trois échantillons en appliquant le modèle de Heckel.

4.1 Compression des poudres

Force appliquée en fonction du déplacement du piston

Les courbes de compression des poudres Fe, Cu et Fe-20%Cu sont représentées sur les figures 29,30 et 31. Ces courbes donnent la force appliquée en fonction du déplacement du piston de compression.



Figure. 29 Variation de la force appliquée en fonction du déplacement du piston dans le cas de la poudre de fer pur



Figure. 30 ; Variation de la force en fonction du déplacement de la poudre de cuivre pur



Figure. 31 Variation de la force en fonction du déplacement de la poudre du mélangé fer-20%Cu

La détermination des courbes de tendance nous permet de constater que les courbes expérimentales sont plutôt de type polynomial du troisième degré. Les équations et les coefficients de corrélation R^2 sont comme suit :

Fe pur :
$$F(kN) = y_1(x) = 0.52x^3 - 3.45x^2 + 9.30x - 5.13$$
 avec $R^2 = 0.997$

Cu pur : $F(kN) = y_2(x) = 0.55x^3 - 3.54x^2 + 9.59x - 4.10$ avec $R^2 = 0.998$

Fe-20%Cu : $F(kN) = y_3(x) = 0.70x^3 - 4.07x^2 + 9.79x - 5.39$ avec $R^2 = 0.997$

Nous remarquons que les coefficients paramétriques de ces équations sont voisins pour le Cu pur et le Fe pur. Ces coefficients changent légèrement pour le Fe-20%Cu. Ceci permet de dégager un premier élément de comparaison : les poudres de métaux purs présentent un comportement quasisimilaire tandis que leur mélange présente un comportement légèrement différent.

pression en fonction de la déformation

La figure 32 présente les courbes superposées de la contrainte σ appliquée en fonction de la déformation pour les trois échantillons. Dans ce cas, les courbes sont plutôt de type polynomial. Dans ce cas, les équations et les coefficients de corrélation R² sont comme suit :

Fe pur : σ (MPa) = y₁(x) = 3256,3x³-1500,3x²+387,44x-15,009 avec R² = 0,999

Cu pur σ (MPa) = y₁(x) = 1093,2x³-553,24+119,78x-4,0908 avec R² = 0,9983

Fe-20%Cu: σ (MPa) = y₁(x) = 4993,5x³-2944,3x²+721,96x-40,546 avec R² = 0,9973

Pour ce type de représentation (pression en fonction de la déformation), nous constatons que la courbe du fer pur est située au-dessus des deux autres (Cu et mélange Fe-20%Cu) et celle de Cu est en dessous des deux autres (celle du mélange au milieu). Ainsi, pour un même taux de déformation, la pression appliquée est plus importante pour le fer pur et elle est plus faible pour le Cu pur. Cette pression prend une valeur intermédiaire entre celle obtenue pour le fer pur et celle du Cu pur.





Figure.32 Evolution de la pression en fonction de la déformation dans la poudre de Fe, Cu et Fe-20%Cu

> Masse volumique apparente en fonction de la pression

Les courbes représentant l'évolution de la densité apparente en fonction de la pression pour les trois échantillons sont présentées sur la figure 33,34 et35. Nous constatons que la densité apparente pour les trois échantillons évolue suivant une fonction polynomiale.

Nous constatons que pour les faibles pressions, la densité apparente de la poudre de Cu pur est la plus faible. Elle évolue rapidement pour dépasser celle du fer pur et celle du mélange Fe-20%Cu. Pour ces deux poudres (Fe pur et Fe-20%Cu) les courbes correspondantes se ressemblent.

La courbe du mélange est située au-dessus de celle du fer pur. Ceci s'explique aisément sachant que l'ajout de 20% de Cu à la poudre du fer pur augmente la masse volumique apparente du mélange étant donné que la densité du Cu (8,96 g/cm³) est plus élevée que celle du Fe (7,87 g/cm³).



Figure.33 Evolution de la densité apparente de Cuivre en fonction de la pression

+

Les faibles densités apparentes du Cu pur sous de basses contraintes de compression s'expliquent par la configuration spatiale des particules de poudres comparée à celle du fer pur, en effet, le Cu étant à particules dendritiques, l'espace entre particules est plus important que celui obtenu dans le cas de particules de fer de forme irrégulière. Au-delà d'une certaine contrainte, les dendrites de Cu se déforment et confèrent aux particules des formes plutôt assimilables à des formes irrégulières.



Figure.34 Evolution de la densité apparente en fonction de la pression du Fer



Figure.35 Evolution de la densité apparente en fonction de la pression du Fe-20%Cu

4.2 Application du modèle de Heckel

Les courbes de compressibilité en appliquant le modèle de Heckel sont représentées sur les figures 36,37 et 38 Ce modèle est illustré par une courbe Ln $(1/1-\rho_r) = f(\sigma).0$

En général le comportement des poudres soumises à une compression comporte trois étapes :

réarrangement des particules

déformation élastique des particules accompagnées d'une déformation plastique

Locale

> propagation de la déformation plastique dans les particules.

Ainsi qu'aux basses pressions, domaine dans lequel le réarrangement granulaire domine l'équation s'applique mal en revanche aux fortes pressions les grains se déforment plastiquement, et l'équation de Heckel représente bien ce domaine, dans notre cas le domaine plastique commence à partir de 1.5 Mpa.



Figure. 36 Représentation de la courbe de compressibilité du fer pur, selon le modèle de HECKEL



Figure. 37 Représentation de la courbe de compressibilité du cuivre pur, selon le modèle de HECKEL



Figure. 38 courbes de compressibilité du Fe-20%Cu selon le modèle de HECKEL

La figure 38 montre la courbe de compressibilité du Fe-20% Cu Pour cette courbe, les abscisses correspondent à la pression en MPa et les ordonnées à Ln $(1/(1-\rho_r))$ pour le Fe- 20% Cu

Le tracé de cette courbe traduit l'application du modèle de Heckel pour la compressibilité de la poudre de Fe-20%Cu. La recherche d'une courbe de tendance de type linéaire (modèle de Heckel) a permis d'obtenir une courbe d'équation

Ln $[1/(1-\rho_r)] = 0,0036 P+0,5471$ avec un coefficient de corrélation R tel que $R^2 = 1$

4.3 Frittage en phase liquide du mélange fer-cuivre

On densifie des mélanges de poudres par frittage pour fabriquer des matériaux composites ou des alliages en ajoutant des additifs qui servent à accélérer la densification et, parfois, freiner la croissance de grains. La température de frittage est fixée à 1120°C pour s'assurer de la fusion totale du cuivre dont la température de fusion est de 1083°C. Ainsi, le frittage se fera en présence d'une phase liquide.

4.3.1.1 Influence de la quantité de Cu en phase liquide

Des compactés de mélanges poudres Fe-X%Cu sont traitées à la température de 1120°C pendant différentes durées. La mesure des dimensions des pastilles frittées a permis de déterminer la variation du volume apparent en fonction de la durée de frittage (cinétique de frittage). Les mélanges étudiés sont : 6, 8, 10, 15, 20 25 et 30%Cu en masse du mélange Fe-Cu. Les durées de frittage considérées sont de 1, 5, 10, 20, 30, 45 et 60 mn. Après frittage de chaque échantillon, le retrait volumique est calculé par la formule

$$\Delta \mathbf{V}/\mathbf{V}_0 = (\mathbf{V}_{\text{fritté}} - \mathbf{V}_0)/\mathbf{V}_0.$$

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 4.3. Des courbes de retrait en fonction de la durée de frittage, pour chaque % de Cu, est représentée sur la figure 39.

%Cu t(mn)	6%	8%	10%	15%	20%	25%	30%
1	5.50	6.00	5.00	6.50	5.60	6.00	5.00
5	7.25	8.50	10.00	11.25	12.50	18.50	20.10
10	9.75	11.50	12.25	15.50	18.50	22.75	23.75
20	11.75	13.12	14.75	18.25	21.80	24.50	25.50
30	13.12	13.75	15.25	20.00	23.10	25.12	25.75
45	14.75	15.10	16.60	21.50	24.00	26.00	26.50
60	16.00	15.00	18.00	22.50	24.90	26.80	27.00

Tableau 4.3 influence du cuivre et su temps de frittage sur le mélange Fer X% Cu



Figure 39. Cinétique de frittage à 1120 °C du mélange Fe-x% Cu

Ces courbent montrent un retrait volumique très rapide pendant les premières durées du frittage. Le retrait atteint presque les 24% du volume pendant les 10 premières minutes de frittage pour 30% de cuivre ajoute. Il augmente ensuite jusqu'à 27% au bout d'une heure de frittage. Ce retrait augmente lentement pour les longues durées.

Durant les premiers instants du frittage, c'est-à-dire juste après la fusion du Cu, l'apparition de la phase liquide facilite le réarrangement des particules de Fe qui se trouvent moins gênées grâce à la présence du liquide.

Cette phase de réarrangement s'achève pratiquement avec le changement brusque de pente des courbes. Ce changement intervient à près de 5 mn de frittage pour les fortes teneurs (30 et 25%-Cu) et davantage en durée (près de 10 mn) pour les faibles teneurs en Cu (8 et 6%-Cu). Ce réarrangement aboutit à une nouvelle configuration de la disposition des particules dans le volume qui évolue suivant un mécanisme qui prend en considération le contact entre particules en phase solide, c'est-à-dire Fe-Fe. En effet, un ajustement de la forme des grains s'opère et conduit à une élimination importante de pores et, en conséquence, un retrait volumique d'autant plus important que le pourcentage du cuivre mis en jeu et la durée du frittage augmentent. Sur la figure 39, cette partie du mécanisme de frittage se traduit par la seconde partie des courbes qui peut être assimilée à des allures asymptotiques, droites ou logarithmique.

4.4.1 Observations microscopiques

Les échantillons, préalablement préparés pour analyse au microscope optique (polissage et attaque chimique, sont observés au microscope équipé d'une caméra connectée à un ordinateur et permettant d'acquérir et d'enregistrer les micrographies. La figure 40 montre la micrographie du Fe pur non fritté.



Figure. 40 Microstructure du fer pur non fritté

On observe une structure homogène contenant des pores, parfois de petit volume répartis partout dans l'échantillon, et parfois regroupés et concentrés dans certains endroits.

A la poudre de fer pur, nous avons ajouté 20% de Cu et, après compaction du mélange, avons réalisé un frittage à 1120°C. Ceci afin d'élaborer un matériau à propriétés améliorées.

La figure 41 présente une micrographie optique de l'échantillon fritté. Cette micrographie montre les particules de Fe (grises) collées les unes aux autres pour constituer une phase continue. Entre les particules de Fe, nous observons des plages de couleur rouge-brique représentant le Cu et qui constitue une sorte de matrice et se présente sous forme de joints de grains entre les particules Fe. Des zones sombres (noires), de tailles différentes, apparaissent également et correspondent à de la porosité. Cette dernière est toutefois plus réduite après frittage étant donné les résultats des observations de l'échantillon avant frittage.



Figure.41 microstructure du Fer-20%Cu fritté

4.4 Influence de l'ajout de carbone.

Dans cette partie, nous nous intéressons à l'effet du carbone sur le frittage du mélange Fe-20%Cu. Nous avons choisi d'ajouter de faibles proportions de C, à savoir 0,2 ; 0,4 et 0,6% en masse du mélange et effectuer le frittage en présence de phase liquide à 1120°C. Comme précédemment, nous avons étudié la densification par mesure des retraits enregistrés après chaque durée de frittage. La relation 4.2 exprime la variation relative du volume de l'échantillon après frittage.

Où $V_{a.av.fr}$ est le volume apparent avant frittage et $V_{a.ap.fr}$ le volume apparent après frittage.

Le tableau 4.4 regroupe les résultats obtenus pour les différents échantillons étudiés.

Composition t (mn)	Fer+20%Cu	Fer+20%Cu+0.2%C	Fer+20%Cu+0.4%C	Fer+20%Cu+0.6%C
3	8.90	9.42	11.43	13.39
5	12.50	17.56	21.11	23.94
10	18.10	24.84	29.22	29.74
15	20.46	23.90	27.78	31.56
20	21.80	26.70	31.80	32.50
30	23.10	28.23	32.41	34.40
45	24.00	27.89	32.39	33.97
60	24.90	28.14	31.68	35.08

Tableau 4.4 influence du carbone et du temps sur la variation relative du volume en %

La figure 42 ci-dessous présente les courbes de retrait volumique en fonction de la durée de maintien à température lors du frittage.

Chapitre IV Résultats Et discussions



Figure.42. representation graphique sur l'influence du temps de maintien et de la ajout de carbone sur le melange Fer20%Cu

L'analyse des courbes obtenues montre le retrait volumique augmente avec la durée du frittage et ce pour tous les échantillons. Les courbes présentent une allure qui correspond bien à l'allure des courbes de retrait que ce soit dans le cas du frittage en phase solide ou en présence de phase liquide. Ces courbes commencent avec une allure logarithmique pour les faibles durées de maintien et évoluent vers une asymptotique pour les longs temps de maintien ; l'asymptote étant une droite parallèle à l'axe des temps et dont la coordonnée correspond à la densité théorique de l'échantillon.

Du point de vue microstructure des échantillons, nous savons que les aciers sont des mélanges de fer et de carbone avec des teneurs massiques en carbone ne dépassant pas généralement 2%. Le Fe présente deux variétés allotropiques, c'est-à-dire avec deux formes cristallines : la maille cubique centrée (CC) et la maille cubique à faces centrées (CFC). Pour les températures inférieures à 912°C, le fer est CC. Sa solution solide primaire est dite ferrite et désignée par α . Le fer α dissout de très faibles proportions de carbone : moins de 0,02%C à 723°C et moins de 0,01%C à 300°C. Pour les températures supérieures à 912 °C et jusqu'à 1394°C, le réseau cristallin du Fe se transforme en CFC et la solution solide est dite austénite et désignée par Fe γ . Le fer γ dissout facilement le carbone : 0,8%C à 723°C jusqu'à 2,14%C à 1147°C. Au-dessus de 1394°C et jusqu'au point de fusion à 1538°C, le fer retrouve la structure cubique centrée avec un paramètre de maille plus élevé et elle dite ferrite δ . Cette dernière dissout mieux le carbone que le Fe α : 0.07%C au maximum à 1493°C.

Vu que la température de frittage choisie est de 1120°C, le Fe se présente alors sous forme Fe γ qui dissout facilement le carbone en donnant ainsi l'acier. Il est donc possible d'obtenir, après frittage, des particules d'acier incrustées dans une matrice de Cu. Pour augmenter les chances d'aboutir à un tel résultat, nous avons augmenté la teneur en C à 0,8 et à 1% et réalisé un frittage pendant une heure à 1120°C.

4.4.1 Analyse micrographique

> Observation au microscope optique

Les figures 43 et 44 montrent les micrographies des deux échantillons frittés, à savoir Fe-20%Cu-0,8%C et Fe-20%Cu-1%C. Sur les micrographies de l'échantillon à 0,8%C, nous distinguons plusieurs zones : des zones sombres qui correspondent à des pores, des zones grises se présentant sous forme de grains de la microstructure et qui correspondent aux particules frittées du fer et des régions lumineuses qui correspondent au cuivre. A la périphérie des grains de Fe, nous constatons la présence de fines couches sombres qui correspondent fort probablement à du graphite.



Figure. 43 : Micrographies de l'échantillon Fe-20%Cu-0,8%C fritté à 1120°C.



Figure. 44. Micrographies de l'échantillon Fe-20%Cu-1%C fritté à 1120°C.

> Observations au microscopie électronique à balayage (MEB)

Pour mettre en évidence les phases présentes dans l'échantillon, nous avons procédé à des observations au microscope électronique à balayage. Les figures 45 et 46 montrent les micrographies obtenues sur les échantillons à 0,8 et à 1% de C respectivement.

La micrographie, en mode électrons rétrodiffusés, de l'échantillon à 0,8%C montre des zones claires qui correspondent au Cu (de numéro atomique plus élevé que celui du Fe). Les particules de Fe sont incrustées dans la matrice de Cu et semblent renfermer des zones relativement plus claires par rapport au reste de la particule. Il est fort probable que ces zones claires apparaissent ainsi par effet de contraste au niveau des particules étant donné que de très fines lamelles de Fe riches en carbone, qui apparaitront donc en plus sombre, font que la particule de Fe apparait relativement sombre avec des zones moins riches en C qui apparaissent en clair. Ceci d'autant plus que la résolution obtenue sur ces micrographies est relativement faible.

Notons par ailleurs l'aspect continu de l'interface Fe-Cu mis en évidence par ces observations. Nous remarquons également une forme arrondie de toutes les zones de contact Fe-Cu et une relative uniformité de distribution du Cu dans le matériau (contacts Fe-Fe assez rares). Le Cu semble aussi pénétrer facilement les espaces entre particules Fe, les mouilles assez convenablement et constitue de ce fait une bonne matrice pour ce matériau.

La micrographie de l'échantillon à 1%C (figure 46) montre des résultats similaires à ceux obtenus dans le cas de l'échantillon à 0,8%C et il est difficile de bien distinguer les phases qui se seraient formées à l'intérieur des particules de Fe.



Figure 45. Micrographies MEB de l'échantillon Fe-20%Cu-0,8%C fritté à 1120°C.



Figure 46. Micrographies MEB de l'échantillon Fe-20%Cu-1%C fritté à 1120°C.

4.5 Application de la théorie de Kingery

Dans le cas d'un frittage en présence phase liquide, il y a apparition d'un liquide qui provient de la fusion du constituant au bas point de fusion. Après refroidissement et solidification, on obtient une phase continue qui sert de matrice pour les particules restées solides pendant le frittage. Cette matrice est une phase inter-granulaire dont la présence peut favoriser considérablement la densification du matériau et modifier ses propriétés. Concernant le premier point (densification du matériau), nous avons constaté un retrait volumique dès les premiers instants du frittage.

Ce phénomène est lié à l'apparition de la phase liquide qui, jouant le rôle de lubrifiant, permet le glissement des particules les unes sur les autres sous l'effet des différentes contraintes existant au sein de l'empilement. Cette étape est appelée réarrangement à la fin de cette étape, les particules en contact sont séparées par un film fin de liquide une deuxième étape, relativement plus lente, s'installe : c'est le phénomène de dissolution – précipitation décrit au chapitre 1.

Kingery a décrit ce phénomène par le fait que le liquide agit sur les grains par un mécanisme qui consiste à dissoudre les surfaces rugueuses pour les rendre plus lisses comme le montre la figure ci-dessous.



Figure 47. Schéma illustratif de dissolution-précipitation lors du frittage en phase liquide

Les parties dissoutes diffusent dans le liquide et précipitent sur les surfaces libres. Pour quantifier la cinétique de retrait Kingery a propose :

Où k et y sont des constantes et t la durée du frittage. Nous avons appliqué cette formule au tableau 4.3 et 4.4, respectivement pour les mélanges Fe-x%Cu et Fe-20%Cu+x%C, et avons tracé les courbes de retrait représentées sur les figures 48 et 49. Dans les deux cas, nous avons subdivisé les courbes en trois parties : réarrangement, dissolution-précipitation et coalescence, dans le cas des mélanges Fe-x%Cu, nous constatons que le retrait volumique augmente avec l'augmentation de la teneur en Cu ajouté il atteint le maximum avec 30% de cuivre ajouté.





Figure 48. Evolution du retrait volumique lors du frittage pour les mélanges Fe-x%Cu

Dans le cas d'ajout de carbone au mélange Fe-Cu avec différentes proportions, les courbes de retrait (Ln $\Delta V/V_0$ en fonction de Ln t) sont présentées sur la figure 49.

Comme précédemment, ces courbes permettent de distinguer trois étapes du frittage dont la plus importante est dissolution-précipitation.



Figure.49 variation du retrait volumique lors du frittage pour fer-20%20+X%C

4.6 Mesures de la micro dureté du fer20%Cu fritté.

Dans le but d'estimer la microdureté du mélange Fe- 20%Cu et voir l'influence du frittage sur la dureté, des essais ont été effectués sur la pastille frittée en ciblant les différentes zones de la pastille sous une charge de 100 gf. Les résultats son portés dans le tableau 4.2 :

Tableau 4.2 résultats de microdureté de l'échantillon Fe-20%Cu fritte

charges	0.1kgf	0.1kgf	0.1kgf	0.1kgf	0.1kgf
Micro dureté HV	116	116	225	219	238

Ces mesures permettent d'obtenir une information quant à l'évolution de cette propriété en fonction de la composition de l'alliage et d'identifier d'autre part deux phases différentes une de couleur claire correspond probablement au cuivre avec une microdureté de 116HV et une seconde phase d'une couleur plus foncée, probablement du Fer, on remarque une augmentation de la microdureté jusqu'à 238HV. Le produit fritté comporte donc une phase assez dure à base de fer et une phase relativement plus ductile, à base de cuivre, répartie aux joints de grains

Conclusion

Conclusion générale et perspective

Le but de ce travail est l'étude de la compressibilité et du frittage de mélanges de poudres de Fe-Cu et l'influence de l'ajout de carbone.

Nous avons en premier lieu étudié la compression du Fe pur, du Cu pur et d'un mélange Fe-20%Cu. Dans les cas du Fe pur et du Cu pur, nous avons noté que le comportement des poudres à la compression obéit bien au modèle de compressibilité de Heckel. Ce modèle étant caractérisé par trois phases de compression facilement repérables sur la courbe de compressibilité : réarrangement des particules, la déformation plastique des particules et écoulement plastique. Pour le mélange Fe-20%Cu, le cuivre, plus ductile, influe sur le comportement du mélange à la compression par diminution de la pression à laquelle commence la phase des déformations des particules.

Ensuite, nous nous sommes intéresses à l'étude du frittage du système Fe-x%Cu (x=6,8, 10, 15, 20, 25, 30% en masse) avec plusieurs paliers de maintien lors du traitement thermique de frittage (1,5, 10,20, 30,45 et 60mn). Nous avons constaté un retrait volumique suite au frittage et, par observations au microscope optique et au microscope électronique à balayage, avons mis en évidence comment se traduit cette densification dans la microstructure du matériau fritté.

Concernant le mélange Fe-20%Cu, du carbone-graphitea été ajouté au mélange avec des teneurs de 0,2 ; 0,4 et 0,6%. Nous avons constaté que le retrait volumique lors du frittage augmente avec l'augmentation de la teneur en carbone pour atteindre 35,08% pour 0.6%C lors après 60 mn de maintien à la température de frittage.

Dans ce dernier cas, il semble qu'une amélioration des propriétés mécaniques du fritté est possible étant donné que la diffusion du carbone dans les particules de Fe permet de les transformer en particules d'acier. Ce qui constitue une perspective à ce travail.
BIBLIOGRAPHIE

[1]L. Olmos, Etude du frittage de poudres par micro tomographie et modélisation discrète, thèsepour obtenir le grade de docteur de L'Institut polytechnique de Grenoble, Sep 2010.

[2]Jean-François Jerier, Modélisation de la compression haute densité des poudres métalliques ductiles par la méthode des éléments discretsthèse pour obtenir le grade de docteur àGrenoble novembre 2009.

[3]Jérôme Waeber et Nicolas Thévenaz Méthodes de production le Frittage, ouvrage école polytechnique de Lausanne Novembre 2010.

[4]Saoussen TRIA, caractérisation de composes FeCr élaborés par mécano-synthèse, Thèse soutenue a, Annaba université 2002.

[5]Naouam BOUDINAR, Élaboration et études structurales et microstructurales des poudres nanostructures à base de fer Thèse soutenueaUniversité d'Annaba 2011.

[6][Sophie GALDEANOInfluence des conditions de broyage sur la distribution de nanoparticules magnétiques (Fe, Co) dans une matrice de cuivre pour l'obtention du Diplôme de DOCTEUR L'UNIVERSITE PARIS 7 2001.

[7]Fernand Fievet, Françoise FIEVET, Guillaume Viau, Commissariat A L'énergie Atomique (CEA)Numéro de publication EP0772504 B1France 1995.

[8]Frédéric JAY, Des particules revêtues aux matériaux massifs : synthèse par mécano fusion et dépôt chimique en phase vapeur, caractérisation et étude de l'oxydation `a haute températureThèse soutenue auniversité de POITIERS 2008.

[9]MOHAMED FILALI,Conductivité thermique apparente des milieux granulaires soumis à des contraintes mécaniques : modélisation et mesuresThèse soutenuea POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE 2006.

[10]SLIM BOUASSIDA, développement de technique de pressage poudre en alliage d'aluminium QUÉBEC 2011.

[11]Ala Zouaghi, Etude de la compaction isostatique `a chaud de l'acierinox 316L : Modélisation numérique `a l'échelle mésoscopique et caractérisation expérimentale Thèse soutenue aPARIS 2013.

[12]Arnaud FRACHON, Modélisation et Simulation Numérique de la Compression en Matrice de Poudres MétalliquesThèse soutenue à Grenoble 2002.

[13]STE-MARIE Michaël, étude et modélisation du frittage de pièces moulées par injection de poudre métalliques d'acier inoxydable et de superalliages de nickel Thèse soutenue a UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL 2009.

[14]MEZIANI HAKIMA, élaboration d'un composite WC/Cu par infiltration Université de Tizi-Ouzou 2013.

[**15**]**Salem bareche**, élaboration et oxydation de l'alliage (NI-11%AL) en masse Thèse soutenue a UMM de T-O 2011.

[16]Cyprien Wolff, modélisation du processus thermo-électro-mécanique de frittage, Thèse soutenueàMetz ,2011 .

[17]Nicolas ROUSSEL,Optimisation du dopage d'alumines nanométriques et frittage par SPS. Applicationaux céramiques transparentes.Thèse soutenue àToulouse III, 2013.

[18]Antoine MALINGE, étude du frittage de poudres de carbure de silicium de taille nanométrique application a l'élaboration de fibres. Thèse soutenue àBORDEAUX 1, 2011.

[19]Frittage : aspects physico-chimiques, Didier bernache-assollantEcole nationalesupérieure des mines (saint –Etienne) Jean-Pierre Bonnet Ecole nationale supérieure des matériaux hétérogènes (limoges) technique de l'ingénieur.

•