

**République Algérienne Démocratique et Populaire**

**Ministère de l'Enseignement Supérieur**

**et de la recherche scientifique**

**UNIVERSITE Abderrahmane MIRA BEJAIA**

**Faculté de Technologie**

**Département de Génie Mécanique**

**MEMOIRE**

Présenté pour l'obtention du diplôme de

**MASTER**

Filière : Génie Mécanique

Spécialité : Génie des matériaux

**Par :**

**MAYOUT WISSAM**

**Thème**

---

**Elaboration et caractérisation du alliage métallique de type Cr- Mg par la métallurgie des poudres.**

---

Soutenu le 04/07/2022 devant le jury composé de :

Mr.	Pr.	Y .KHELFAOUI	Président
Mr.	Dr.	D .AMARI	Rapporteur
Mr.		IDIR .ABDE LHEK	Examineur

Année Universitaire 2021/2022

## **Remerciement**

Avant tout je remercie dieu le tout puissant qui nous a donné du courage et de volonté pour achever ce travail.

Au début je remercie notre promoteur **Dr AMARI** pour ses efforts et ses indications donné pour moi.

Je remercie également le président et les membres du jury qui m'ont fait l'honneur d'avoir lu cette note et j'espère qu'il en seront satisfaits. Et à ceux qui ont participé directement ou indirectement à la réalisation de ce travail et en particulier fahem qui m'a beaucoup aidé. Je remercie toutes les personnes qui travaillent dans le département de génie mécanique et qui travaillent dans la halle technologie.

Enfin, je tiens à remercier tous les professeurs qui ont contribué à 50% de ma réussite.

## **Dédicaces**

Je dédie ce modeste travail: A mes très chers parent qui ont été toujours la pour moi, qui m'ont soutenus me donnés les conseils durant mes études.

A mes frères : lamine, Fahem et son épouse .

A ma sœur : Samiha , sa fille et son mari.

A toute mes oncles paternels : kamel , brahim et mouloud.

A mes amis de l'université de Bejaia et surtout: Nawal Haroun , Salma , Tanina ,Basma, Kenza.

Et a tous mes amis...



## **Abréviations**

MDP: Métallurgie des Poudres.

Cr: Chrome.

Mg: Magnésium.

HC: Hexagonale compacte.

Fe: Fer .

Al: Aluminum.

So : Sodium.

Ca : Calcium.

T ch : Température de chauffage.

Tf: Température de fusion.

T: Température de frittage.

d : Diagonale de l'empreinte ( $d_1+d_2$ )

HV: La dureté Vickers.

F: Force applique.

S: La surface.

**Liste des figures**

**Chapitre I: Métallurgie des Poudres**

Figure .1:les différent processus de la métallurgie des poudres.....4  
 Figure .2: Maille hexagonale de magnésium .....6  
 Figure .3: le broyage mécanique .....9  
 Figure.4: différents de type broyage des matériaux .....9  
 Figure.5: Les broyeurs (a) broyeur à boulets (b) agitateur SPEX (c) broyeur planétaire ..... 10  
 Figure.6: Schéma d'un broyeur de type attriteur ..... 11  
 Figure.7: Schéma d'un broyeur horizontal ..... 11  
 Figure.8: Schéma d'un four tubulaire ..... 12  
 Figure.9: Les différentes étapes de la fabrication de la poudre par électrolyse ..... 13  
 Figure.10: Forme des grains de poudres métalliques..... 14  
 Figure.11:Les types de compression uniaxiale ..... 17  
 Figure.12: Phases à suivre pour la compression ..... 17  
 Figure.13: Distrbution des phases dans un mélange de poudres..... 19  
 Figure.14: Différents types de frittage ..... 21  
 Figure.15: Différents stades du frittage en phase solide ..... 22  
 Figure.16: Différents mécanismes de frittage en phase solide..... 23  
 Figure.17: Mécanisme de séparation des pores des joints de grains lors du stade final de frittage  
 ..... 24

**Chapitre II: Matériaux et technique expérimentales**

Figure .1: Poudre de magnésium (Mg).....28  
 Figure.2: Poudre de chrome (Cr).....28  
 Figure.3: Moule à pastilles.....30  
 Figure.4: Position compression .....31  
 Figure.5: Moules à pastilles utilisé et presse hydraulique.....32  
 Figure.6: Position éjection.....32  
 Figure.7: Les pastilles produites après le processus de compression.....33  
 Figure.8: Les fours de traitement thermiques.....34  
 Figure.9: Ensemble microscope métallographique -système d'acquisition et traitement d'images ...36  
 Figure.10: Indenteur type Vickers et empreinte laissée par l'indenteur .....37  
 Figure.11: Dispositif d'essai de macro dureté .....37  
 Figure.12: Principe de l'essai VicKers .....38  
 Figure.13: Géométrie du Pénétrateur et Mesure de l'empreinte .....38

**Chapitre III: Résultat et discussion**

Figure.1: Image de l'échantillon 1 (25% Cr, 75% Mg) après frittage .....	41
Figure.2: Image de l'échantillon 2 (50% Cr, 50% Mg) après frittage .....	42
Figure.3: Image del'échantillon 3 (75%Cr, 25% Mg) après frittage .....	43
Figure.4: Image de l'échantillon 4 (100% Mg) après frittage .....	44
Figure.5: Photo échantillon 1 (25% Cr, 75% Mg) après le test Vickers .....	45
Figure.6: Photo échantillon 2 (50% Cr, 50% Mg) après l'essai Vickers .....	45
Figure.7: Photo échantillon 3 (75%Cr, 25% Mg) après l'essai Vickers .....	46
Figure.8: Photo échantillon 4 (100% Mg) après l'essai Vickers.....	46
Figure.9: Résultat de dureté Vickers de nos pastilles.....	48

## Liste des tableau

### Chapitre I: Métallurgie des poudres

Tableau. I.1: Caractéristique de magnésium.....7

Tableau .I.2: Propriétés chimiques de (Cr /Mg).....8

### Chapitre II : Matériaux et techniques expérimentale

Tableau.2: Les déférent mélanges de poudre.....29

Tableau.3: Les déférent mélanges en fonction de leurs poids .....29

Tableau.4: Les température de chauffage des pastilles .....33

Tableau.5: Les température nécessaire pour former la phase primaire de frittage .....36

### Chapitre III: Résultat et discussion

Tableau.1: Les résultats des essais de dureté Vickers.....47

**Sommaire**

Remerciement  
Dédicaces  
Abréviation  
Liste des figures  
Liste des tableaux  
Résumé  
Introduction générale.....1

**Chapitre I: Métallurgie des poudre**

I. Introduction.....3  
I.1 La métallurgie des poudres.....3  
I.2 Généralités sur chrome (Cr).....4  
    I.2.1 Abondance du chrome dans la naturelle.....5  
    I.2.2 Toxicité du chrome.....5  
    I.2.3 Utilisations du chrome.....5  
I.3 Généralités sur le magnésium(Mg)..... 6  
    I.3.1Utilisation du magnésium.....6  
    I.3.2 Caractéristique physico-chimiques du magnésium..... 7  
I.4 Propriété de matériau.....7  
    I .4.1 Propriété des alliage Cr/Mg.....8  
I.5 Procédés d'élaboration des poudres métallique.....8  
    I.5.1 Procédés mécanique.....8  
        I.5.1.1 Broyage.....8  
        I.5.1.2 Atomisation.....12  
    I.5.2 Procédés chimique.....12  
        I.5.2.1 La réduction.....12

## Sommaire

---

I.5.2.2 L'électrolyse.....	13
I.5.3 Procédé physique.....	13
I.6 Avantages de la métallurgie des poudres .....	13
I.7 Caractéristiques morphologiques et dimensionnelle des poudres.....	14
I.7.1 Analyse granulométrique.....	15
I.7.2 Propriétés mécaniques des poudres .....	15
I.7.3 Caractéristique physique et chimiques des poudres.....	16
I.8 Compression des poudres.....	16
I.9 Formage par compression.....	16
I.9.1 Compression uni axiale.....	16
I.9.2 Compression isostatique.....	17
I.9.3 Compression unilatérale.....	18
I.9.4 Compression isostatique à chaud.....	18
I.9.5 Compression isostatique à froid.....	18
I.9.6 Compression laminage.....	18
I.10 Mélange de poudre.....	19
I.11 Etapes d'élaboration par métallurgie des poudres .....	20
I.11.1 Frittage.....	20
I.11.2 Paramètres de frittage.....	20
I.11.2.1 Atmosphère de frittage.....	20
I.11.2.2 Température de frittage.....	20
I.11.2.3 Durée de frittage.....	20
I.12 Les différents types de frittage.....	21

## Sommaire

---

I.12.1 Frittage en phase solide.....	22
I.12.2 Frittage en phase liquide.....	24
I.13 Energies motrices du frittage.....	25
I.14 Les avantages du frittages.....	25
I.14.1 L' avantage technico- économiques.....	25
I.15 Conclusion .....	27

### **Chapitre II: Matériaux et techniques expérimentales**

II. Introduction.....	28
II.1 Morphologie de nos poudre (Mg-Cr).....	28
II.2 Élaboration d'alliage (Mg-Cr) .....	29
II.2.1 Mélange de poudre.....	29
II.2.2 La préparation des pastilles.....	29
II.2.3 Frittage des pastilles.....	33
II.2.4 Température et temps de frittage.....	35
II.2.5 Les températures nécessaires pour former la phase primaire de frittage.....	35
II.3 Micrographique .....	36
II.4 Test de dureté Vickers et principe de l'essai .....	37
II.5 Conclusion.....	40

### **Chapitre III: Résultat et discussion**

III. Introduction.....	41
III.1 Discussion sur les résultats de frittage.....	41
III.2 Discussions sur les résultats test de dureté Vickers.....	45
III.3 Conclusion.....	49

# Sommaire

---

# **INTRODUCTION GENERALE**

## **Introduction**

Tout au long de l'histoire de l'industrie et de la technologie, nous avons souvent rencontré l'usure de certaines pièces utilisées dans les systèmes mécanique, et il est souvent possible de prévoir la durée de vie des équipements en service pour éviter les dommages. Il est donc naturellement de rechercher des matériaux moins déformables dans des conditions faisant partie des procédés connus de fabrication de pièces. C'est pourquoi de nombreux chercheurs s'intéressent à la mise au point d'un procédé et à l'étude de l'interaction des poudre.

Les caractéristiques de la poudre ont un rôle important dans le processus de fabrication des pièces solides par la métallurgie des poudres et déterminer en partie leurs propriétés finales. La forme, la taille, la coulabilité, la densité apparente, la surface spécifique,...etc., sont des propriétés de la poudre à l'issue de son élaboration.

La métallurgie des poudres est l'une des techniques de fabrication des pièces les plus courantes à base de matériaux réfractaires et de géométries complexes. Les pièces peuvent être produites en utilisant des quantités faibles de matières premières, tout en permettant d'atteindre une grande précision dimensionnelle.

Les principales étapes d'élaboration des poudres sont présentées afin, d'en apprendre plus à leur sujet. Le broyage mécanique est largement utilisé dans le domaine industriel ou dans la recherche scientifique en raison de sa grande capacité de production et son faible coût de reviens et de sa simplicité de mise en œuvre.

Lors du broyage de violentes vibrations se produisent car les billes se déplacent de manière aléatoire et à grande vitesse et entrent en collision les unes avec les autres et avec les parois, ce qui entraîne la fissuration des particules.

Le frittage est un processus de chauffage des comprimés à une température élevée mais bien inférieure à la température de fusion. Ce procédé d'élaboration des alliages est en plein développement car il est généralement plus simple que les autres techniques. Il présente également l'avantage d'une grande souplesse d'utilisation et conduit à la formation de microstructures de haute qualité.

Dans cette perspective le frittage en phase solide a été choisi pour la synthèse de nos alliages (Cr, Mg). Pour cela, notre mémoire est structuré selon trois chapitres, comme suit :

## Introduction générale

---

Le chapitre 1 est consacré à une étude bibliographique sur la métallurgie des poudres, le broyage, le frittage des poudres Cr et Mg et leurs propriétés et caractéristiques mécaniques. Leurs utilisations comme des alliages métalliques dans l'industrie sont également décrit.

Le deuxième chapitre est dédié aux méthodes expérimentales et présentation des matériaux utilisés.

Le troisième chapitre est réservé aux résultats expérimentaux obtenus grâce aux études et recherches que nous avons faites, et enfin ce travail se termine par une conclusion générale.

# **Chapitre I:**

## **La métallurgie des poudres**

## I. Introduction

Dans la première partie de ce chapitre nous décrivons d'abord l'étude bibliographique sur la métallurgie des poudres (MDP), elle est utilisée pour produire les différentes formes de pièces mécaniques. Nous allons aussi définir nos deux poudre (Cr/Mg), est nous finirons par présenté les diverses méthodes utilisées pour l'élaboration des poudres métalliques ainsi que les technique de mises en forme de ces poudres.

Cette étape est suivie par le procédé de frittage qui est un traitement thermique ayant pour but de consolider les matériaux. Le produit fritté est soumis à un traitement final exigé par les conditions de travail de la pièce.

### I.1 La métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres est une technique utilisée pour la fabrication de pièces en partant de poudres. Elle est définie par le grand dictionnaire terminologique comme étant le domaine de la métallurgie traitant de la production des poudres de métaux ou d'alliages et la fabrication des pièces métalliques à partir de ces poudres.

C'est un ensemble de procédés technologique permettant la réalisation de composant de formes prédéterminées à partir de poudres (métalliques, céramiques ou composites), dont la granulométrie et la composition sont maitrisées. Dans un premier temps, la forme du composant est donnée par l'intermédiaire d'une matrice, avec possibilité de démoulage.

La métallurgie des poudres peut être caractérisée par les trois mots clés suivants: poudre, pression et température. Les différents modes de fabrication sur laquelle repose, permettent l'obtention de pièces poreuses ou non, de formes, de dimensions et masses variés. Les techniques intervenantes successivement au cours de l'élaboration d'un composant peuvent se résumer de façon suivante [1].

- Elaboration de la poudre,
- Densification et mise en forme,
- Frittage,
- Calibrage,
- Traitements thermiques,
- Finitions.

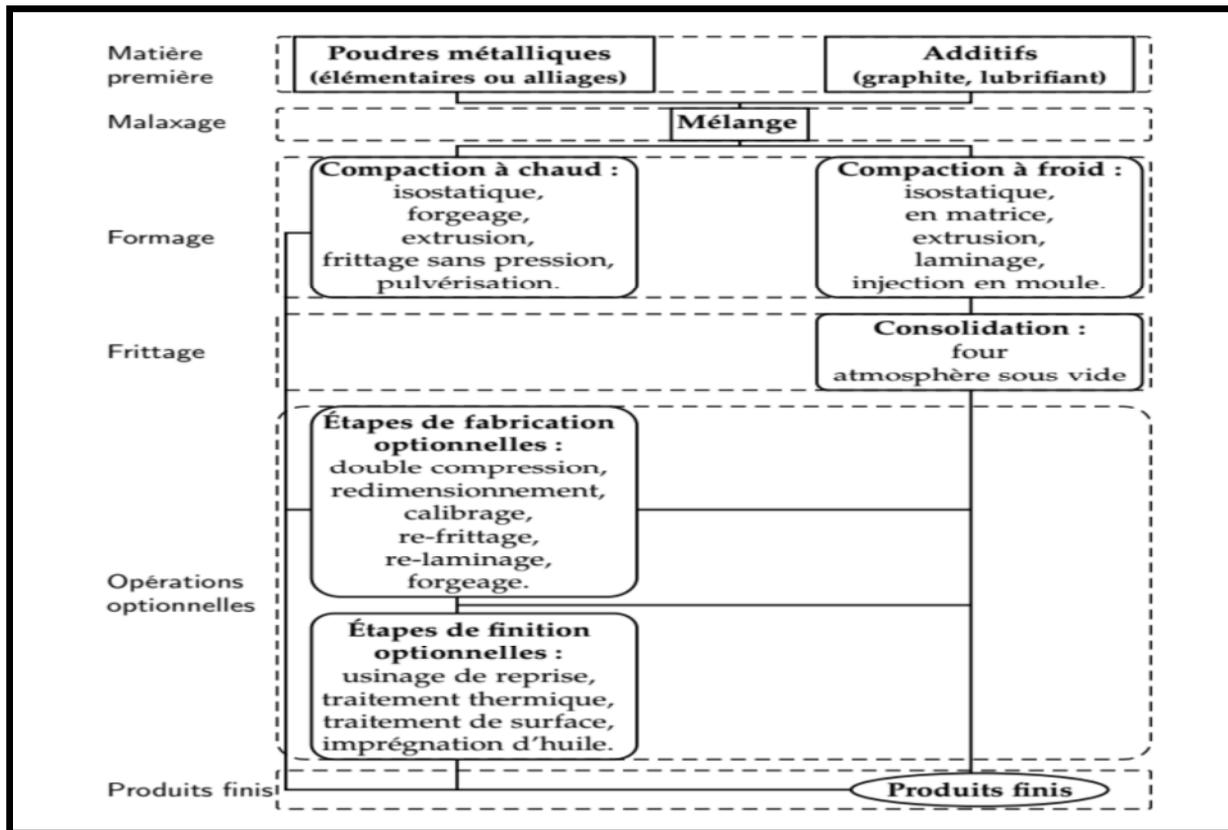


Figure I.1: Processus de la métallurgie des poudres

## I.2 Généralités sur le chrome (Cr)

Le chrome est naturellement présent en petites quantités dans la roche et le sol, et une partie libérée dans les milieux aquatiques, suite à la météorisation et l'érosion. Plus de 70% de chrome présent dans l'environnement. Il existe sous deux formes : trivalent ou Cr III et hexavalent ou Cr VI.

La majorité du chrome provient de minerais dont le plus important et le plus abondant dans la croûte terrestre est la chromite ferreuse  $\text{FeCr}_2\text{O}_4$  où il se trouve sous la forme trivalente. La dénomination du nom chrome vient du mot grec « chroma » qui signifie couleur et qui lui a été alors attribué pour la grande diversité des couleurs éclatantes de ses composés.

Il fait partie du groupe chimique VIB comprenant également le molybdène et le tungstène qui se caractérisent par des corps simples métalliques qui ont des points de fusion élevés, des pressions de vapeur les plus basses, des faibles coefficients de dilatation thermique. Il se forme sur leur surface à température ambiante une couche d'oxyde protectrice entravant souvent les réactions chimiques destructrices. Toutes ces propriétés physiques et chimiques font du chrome l'un des métaux les plus utilisés dans l'industrie [2].

### **I.2.1 Abondance du chrome dans la nature**

Le chrome se retrouve dans les trois compartiments de l'environnement; l'eau ; l'air et sol mais aussi par extension dans les organismes vivants. Le chrome peut être présent en forte quantité de manière naturelle suite à l'altération des massifs riches en ETM (éléments traces métallique).

Bien que le chrome puisse prendre neuf états d'oxydation différent de (-II) à (+VI) seuls le chrome trivalent Cr (III) et le chrome hexavalent Cr (VI) sont communs en milieu naturel. En revanche le Cr(VI) est peu présent dans l'environnement (air, sol, et eau) la plupart des composés du chrome (VI) sont produits soit intentionnellement soit de manière non intentionnellement comme sous-produits par les activités humaines [2].

### **I.2.2 Toxicité du chrome**

La toxicité du chrome chez l'humain varie selon la forme du composé, son état d'oxydation et la voie d'exposition. Il y a deux formes: les formes trivalentes (Cr(III)) et hexavalente (Cr(VI)) n'ont pas la même toxicité et agissent différemment sur les organismes.

Le chrome (III) est un nutriment essentiel pour l'homme; par contre le chrome (VI) est très toxique et présente divers conséquences sur la santé sur la faune et la flore. Les effets néfastes connus du chrome hexavalent sur la santé sont la nécrose du foie, les allergies cutanées et le cancer des poumons. Ces maladies résultent souvent de l'ingestion des sels de chrome par voie orale; d'une simple dose de chrome hexavalente à 10 mg/kg de poids corporel. Les composés hexavalent du chrome sont absorbés plus facilement que les composés trivalents [2].

### **I.2.3 Utilisations du chrome**

Les utilisation du chrome métal sont variées. Le ferrochrome, matière intermédiaire déjà présentée, est l'intermédiaire classique pour la fabrication des aciers spéciaux, comme les aciers inoxydables, les aciers au Cr et Ni, etc.

L'utilisation du chrome la plus connue est sans doute en métallurgie, pour donner un rendu brillant en plus d'améliorer la résistance à la corrosion. On emploie aussi le chrome comme catalyseur dans certaines hydrogénations. Les chromates par leurs couleurs variés ( nuances de jaune pour le chromate de plomb) se retrouvent dans les peintures, mais ils sont toxiques. Dans les verres, les sels de chrome ajoutent une touche de vert.

### I.3 Généralités sur le magnésium (Mg)

Le magnésium est un élément chimique alcalino-terreux de numéro atomique égal à 12. Il est classé après l'aluminium, le fer, le calcium et le sodium. Il occupe la huitième place du point de vue d'abondance dans la croûte terrestre. Il existe dans la nature sous forme de sels dans la mer ou sous forme de saumure et de minéraux sur terre et roches. Sa structure cristalline est hexagonale de paramètres de maille  $a = 3,21 \text{ \AA}$  et  $c = 5,21 \text{ \AA}$  [4]. Le Mg présente une masse volumique très faible de  $1,74 \text{ g/cm}^3$  qui place ce métal de structure comme étant le plus léger. Cette légèreté est la principale raison du regain d'intérêt du secteur des transports civils et militaires, dont lequel l'allègement des structures est fortement recherché.

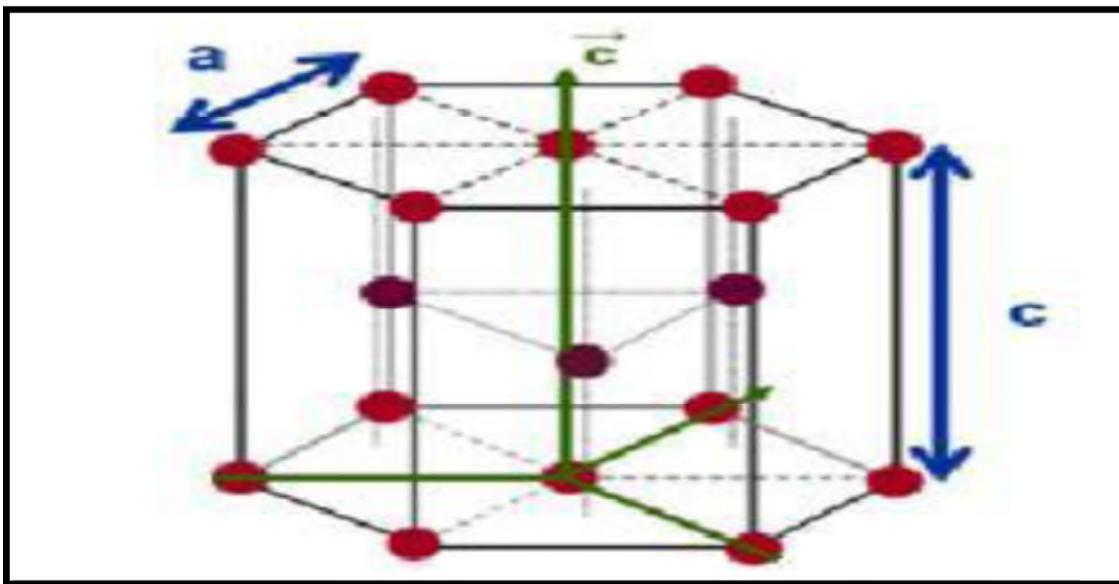


Figure I.2 : Maille hexagonale de magnésium[4]

#### I.3.1 Utilisation du magnésium

Dans l'industrie de magnésium est souvent utilisé en combinaison avec l'aluminium pour des applications où la réduction du poids est primordiale. Le magnésium est en effet un tiers moins dense que l'aluminium. Les applications sont ainsi nombreuses dans les secteurs aéronautique et automobile. En chimie, le magnésium a longtemps été utilisé dans la célèbre réaction de Grignard afin de synthétiser des molécules organiques complexes. Le magnésium a longtemps été utilisé pour les flashes des photographes mais les ultraviolets de sa lumière sont nocifs. On retrouve aussi le magnésium dans les chauffe-plats; car l'oxydation de ce métal est fortement exothermique. En gymnastique, les athlètes utilisent le carbonate de magnésium (qu'il ne faut pas confondre avec la magnésie) pour augmenter l'adhérence au niveau des mains.

Le magnésium ne s'accumule pas dans l'organisme mais une dose journalière de 300 mg est recommandée. En effet, il sert à la formation des os et des dents ainsi qu'à la fixation du calcium. Il est également essentiel dans le transport de l'influx nerveux et dans la contraction des muscles, entre autres rôles biologique.

### I.3.2 caractéristique physico-chimiques et mécanique du magnésium

**Tableaux I.1:** Caractéristique de magnésium [5]

caractéristique physico-chimiques	caractéristique mécanique
La masse volumique à la température ambiante est de 1,74 g/cm <sup>3</sup>	module d'élasticité est de l'ordre de 45,5 GPA
température de fusion est égale à 651°C	module de rigidité est égal à 16,7 GPA
Température d'ébullition est de l'ordre 1107°C	allongement à la rupture est de l'ordre de 15%
pouvoir réducteur très puissant potentiel électronégatif de l'ordre de -2,34V	coefficient de poissons et égal à 0,35
réactivité importante vis à vis des acides et de leurs sels.	dureté Vickers est de l'ordre de 45 HV.

### I.4 Propriété de matériau

Propriété de matériau est une grandeur intensive généralement expérience dans une unité, de mesure qui peut être utilisée comme métrique de la valeur pour comparer les avantage d'un matériau plutôt qu'un autre dans une chois de matériaux.

### I.4.1 Propriété des alliage Cr/Mg

**Tableau II.2:** Propriétés chimiques de (Cr /Mg)

Propriété	Cr	Mg
Numéro atomique	24	12
Masse atomique	51,996 g. mol <sup>-1</sup>	24,305 g.mol <sup>-1</sup>
Electronégativité de Pauling	1,6	1,2
Masse volumique	7,19 g.cm <sup>-3</sup> à 20°C	1,74 g.cm <sup>-3</sup> à 20°C
Température de fusion	1907°C	650°C
Température d'ébullition	2672°C	1107°C
Rayon atomique(van der Waal	0,127nm	0.16 nm
Rayon ionique	0,061nm.(+3);0,044nm(+6)	0,065 nm
Isotopes	5	3
Configuration électronique	[Ar]3d <sup>4</sup> 4s <sup>2</sup>	[Ne]3s <sup>2</sup>
Energie de première ionisation	651,1 kj . mol <sup>-1</sup>	737,5 kJ. mol <sup>-1</sup>
Energie de deuxième ionisation	/	1450 kJ. mol <sup>-1</sup>
Potentiel standard	-0,71 V (Cr <sup>3+</sup> / Cr)	-2,34 V

### I.5 Procédés d'élaboration des poudres métallique

La poudre peut être définie comme un ensemble de particules dont la taille est généralement comprise entre 1 et 500 μm pour l'élaboration des poudres métalliques, plusieurs techniques sont utilisées, on peut citer principalement trois catégories:

- Mécanique (atomisation; broyage mécano-synthèse),
- Chimique (réduction des oxydes, électrolyses),
- Physique (vaporisation, condensation).

#### I.5.1 Procédés mécanique

##### I.5.1.1 Broyage

Le broyage mécanique est la technique la plus utilisée pour obtenir des particules en poudre fines, en utilisant des broyeurs à marteaux ou à bille. Cette technique est basée sur la fragmentation des particules par choc. Il permet l'obtention des poudres de morphologies variées et de tailles pouvant

atteindre des dizaines de microns. Il permet aussi de fabriquer des alliages à partir de mélanges des poudres de différentes caractéristiques (mécano-synthèse).



Figure I.3: Le broyage mécanique

On y trouve deux types de broyage:

- Broyage des matériaux fragiles,
- Broyage des matériaux ductiles (mécano-synthèse).

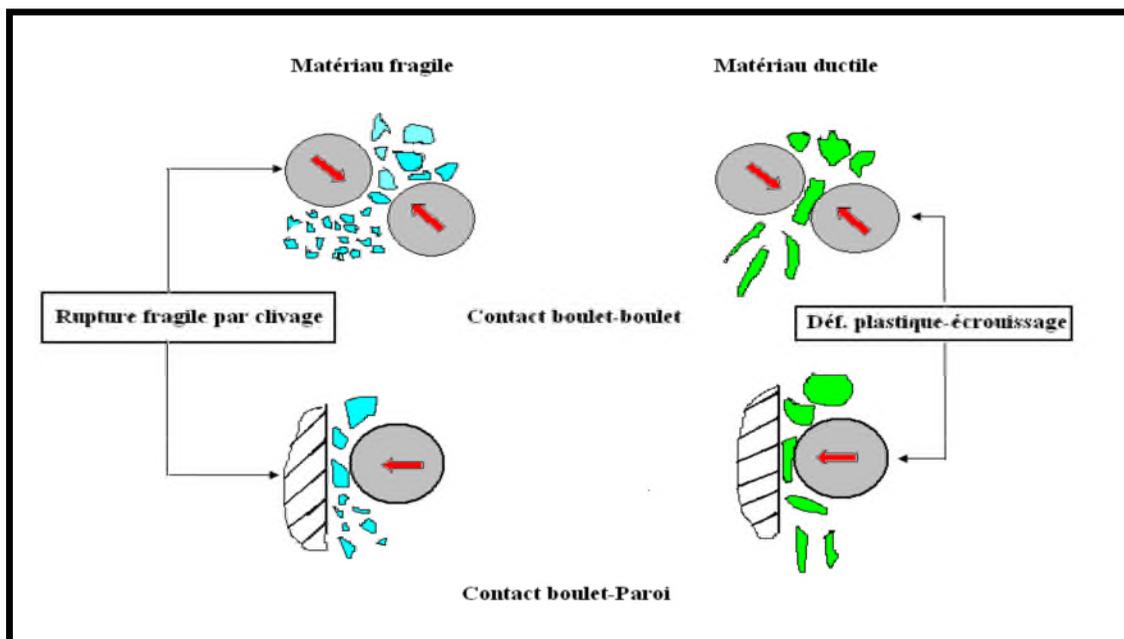
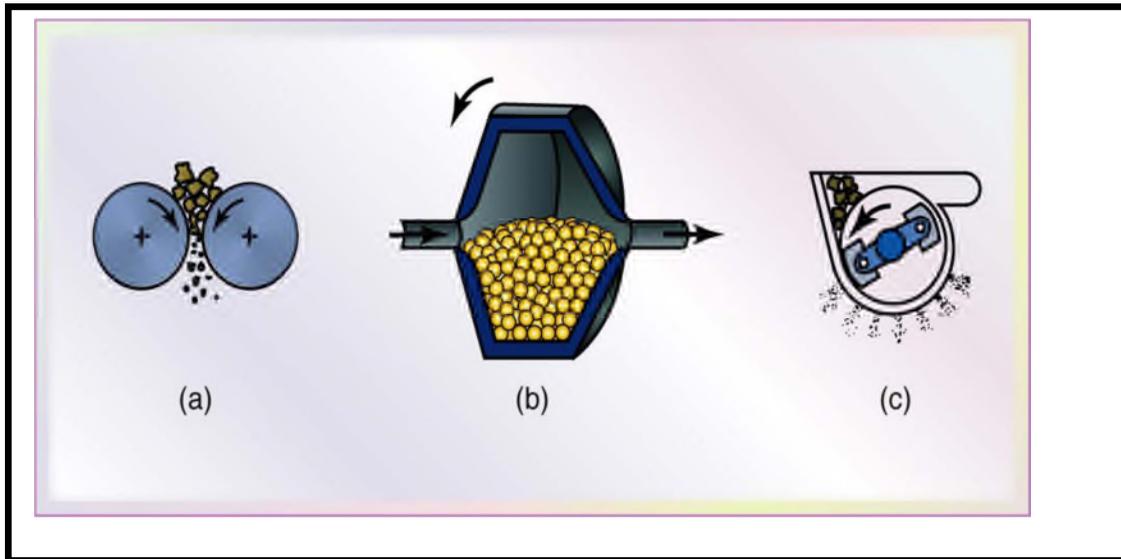


Figure I.4 : Différents de type broyage des



**Figure. I.5 :** Les broyeurs (a) broyeur à boulets  
 b) agitateur SPEX (c) broyeur planétaire

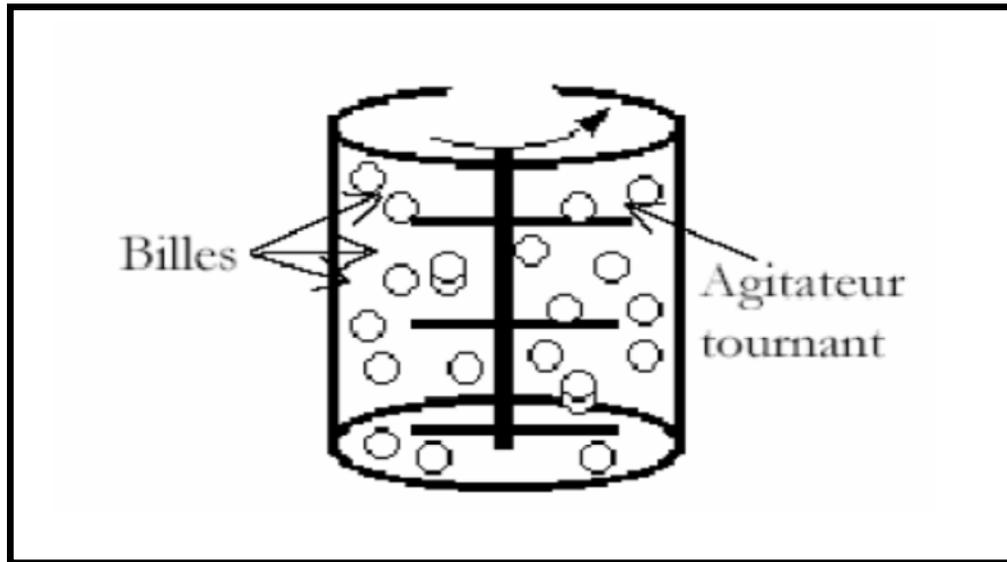
Le broyeur peut être décrit comme une enceinte fermée contenant des éléments broyant (billes, hélices). Il y a plusieurs types de broyeurs (Figure. I.5).

#### ❖ Les différents types de broyeurs

Dans l'industrie des différents types de broyeurs à haute énergie sont utilisés, ils diffèrent par leurs efficacité de broyage, leur vitesse de broyage, l'efficacité du système de refroidissement et de contrôle de l'atmosphère [6].

##### ➤ Broyeur de type attriteur

Dans lequel 1000 billes de 0.2 à 1cm de diamètre sont maintenues avec la poudre dans un caisson vertical et sont agitées par des éléments fixés à l'axe qui tourne, figure I.6. Le broyage agit uniquement par frottement des billes sur la poudre. La température moyenne du creuset peut atteindre 150°C, la durée moyenne d'un broyage est de l'ordre de quelque heures, ce type de broyeurs est utilisé pour le broyage de faible quantité de poudre.

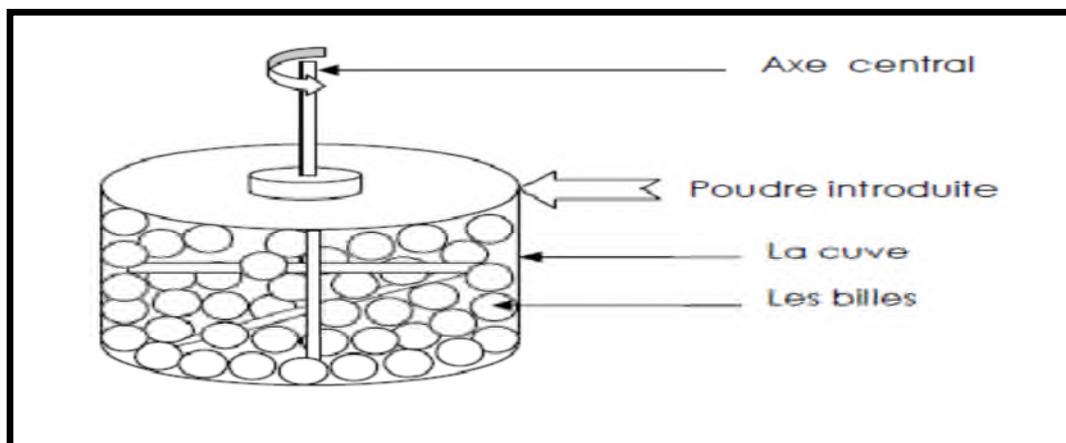


**Figure. I.6 :** Schéma d'un broyeur de type attriteur [6]

➤ **Broyeur horizontal**

Dans ce type de broyeur les poudres et les billes (on utilise parfois des barreaux à la place des billes), sont mises dans un cylindre de diamètre supérieur à un 1 m en général. Le cylindre tourne autour de son axe central à une vitesse de rotation inférieure à la vitesse critique qui correspond au collage des billes (ou des barreaux) contre la surface intérieure du cylindre, figure I.7.

Les broyeurs horizontaux permettent de traiter une grande quantité de poudre de l'ordre d'une tonne avec un ajout de 106 billes (avec une masse de 10 tonnes). Ce pendant, ce broyeur est aussi bien adapté à la production industrielle que pour la recherche et développement.



**Figure. I.7 :** Schéma d'un broyeur horizontal [6]

### I.5.1.2 Atomisation

Sous l'action d'un jet d'eau ou de gaz, un matériau métallique liquide peut se désintégrer sous la forme de petites gouttelettes généralement sphérique. Toute nature de matériau métallique peut être ainsi obtenue sous forme des poudres. Toute fois, les plus répondues sont les poudres de cuivre, de fer, d'aluminium et surtout des alliages tels que les laitons, les bronzes et les aciers. En général l'atomisation se faire par: air, azote, argon, eau, la vapeur d'eau sous pressions de 4 à 50 bars [7] .

### I.5.2 Procédés chimique

Ils existent différentes méthodes chimiques utilisées pour la production des poudres. De par leur diversité et leur souplesse, elles permettent de produire les poudres de n'importe quel élément ou composé, avec des tailles moyennes de grain pouvant varier de quelques dixièmes à plusieurs dizaines de  $\mu\text{m}$  .

#### I.5.2.1 La réduction

Ce procédé consiste à faire broyer un oxyde métallique, dans le but de réduire ce dernier en une poudre très fine. Afin, de maximiser la surface spécifique de cette poudre et faciliter la réaction de réduction dans le four tubulaire à une température inférieure à la température de fusion du métal, à la présence d'agents réducteurs ( hydrogénéa, monoxyde du carbone), figure I.8.

Cette technique contrairement à d'autres techniques nous permet de varier dans une certaine mesure la granulométries; la forme et la répartition des grains, et aussi fabriquer de grande quantité de poudre avec un haut degré de pureté [8].

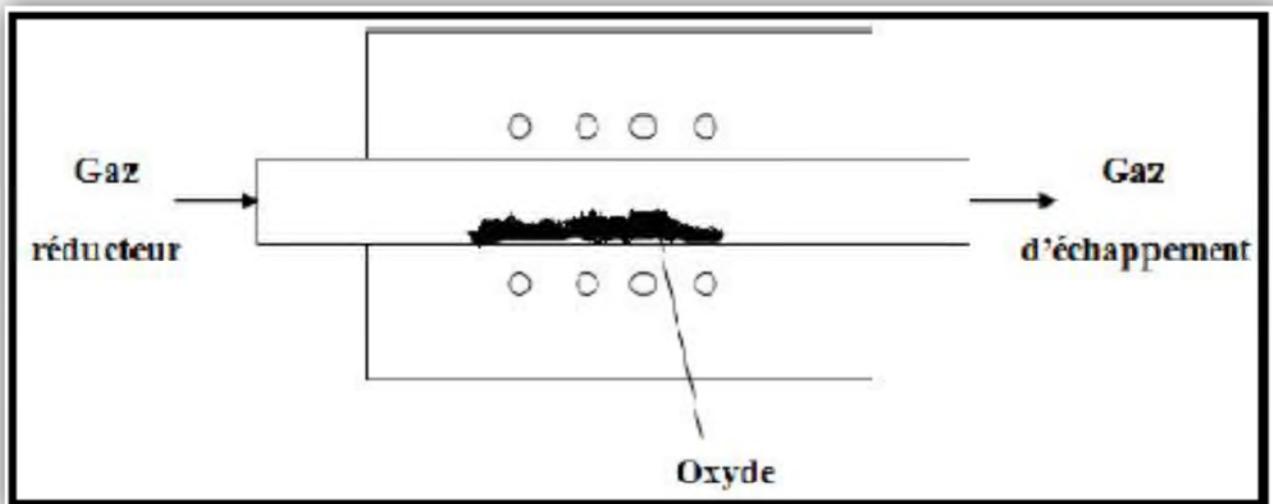
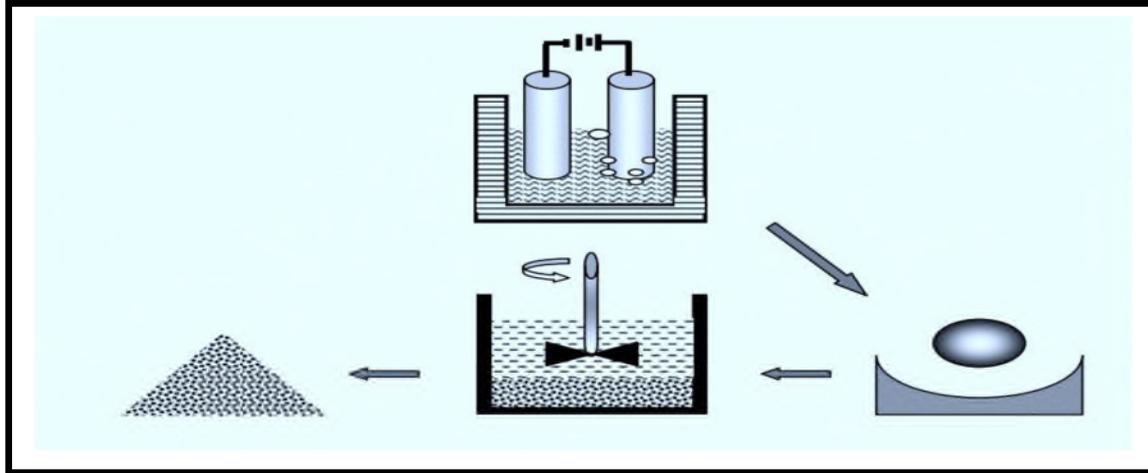


Figure I.8 : Schéma d'un four tubulaire [8]

### I.5.2.2 L'électrolyse

La production de la poudre par électrolyse est une réduction dans laquelle un ion métallique contenu dans une solution liquide du sel ou dans sel fondu (électrolyse ignée) du métal désiré est neutralisé par le courant cathodique. Le dépôt cathodique très poreux est ensuite raclé, broyé, lavé, et séché. Les différentes étapes de la fabrication de la poudre par électrolyse sont présentées dans la figure ci-dessous [9].



**Figure I.9:** Les différentes étapes de la fabrication de la poudre par électrolyse [9]

### I.5.3 Procédé physique

La méthode physique ce réfèrent essentiellement aux techniques d'atomisations, le principe de ce procédé est de faire couler le métal d'une fusion et de le soumettre aux jets d'un fluide (eau; gaz; huile) dont le but d'isoler les gouttelettes qui constituent ainsi les grains solides.

### I.6 Avantages de la métallurgie des poudres

L'élaboration par métallurgie des poudres permet des économisent énergie puisqu'elle permet la suppression de l'étape de fusion du métal. En effet, le matériau dense est obtenu par frittage à une température inférieure à la température de fusion d'au moins l'un des constituants, processus grâce auquel les particules de poudres se soudent les unes aux autres suite aux phénomènes de diffusion.

L'élaboration par métallurgie des poudres permet aussi de passer en peu d'opérations de la poudre métallique à une pièce mécanique finie, avec des meilleures précisions dimensionnelle nécessitant pas, ou peu d'opération d'usinage. Ce qui réduit le temps et le coût de fabrication ainsi qu'une réduction de consommation de matière première (utilisée pratiquement à 100%). Ainsi,

l'élaboration par métallurgie des poudres est souvent 20 fois moins chère et moins polluante que les autres procédés [10].

### I.7 Caractéristiques morphologiques et dimensionnelle des poudres

La diversité des procédés d'élaboration des poudres conduit à des particules de géométries diverses, rarement constituées de particules de géométrie simple. La forme des particules des poudres dépend du procédé mis en œuvre pour leur fabrication. En général la forme des particules d'une poudre peut être sphérique, lamellaire, dendritique ou en aiguilles.

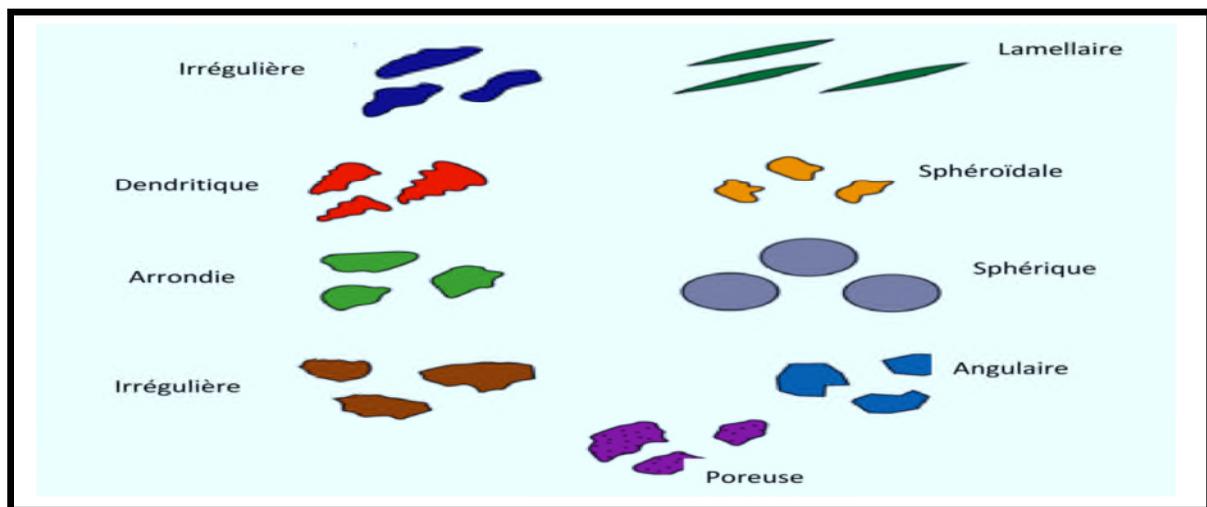


Figure. I.10 : Forme des grains de poudres métalliques

#### ➤ Taille des particules

Les procédés utilisés pour la fabrication des poudres métalliques influencent directement sur la forme des particules de poudre obtenue. Et chaque matériau pulvérulent (sous forme de poudre) a des particules de tailles différentes, les tailles diminuent continuellement d'une taille maximale jusqu'à une limite inférieure. D'un point de vue pratique, cette gamme de tailles est divisée en plusieurs classes chacune couvrant des particules ayant une différence de taille spécifique. Une analyse par tamisage est utilisée pour la détermination de la composition granulométrique d'une poudre (distribution de tailles de particules).

#### ➤ Densité apparente

La densité apparente représente la masse par unité de volume de la poudre versée directement dans un container sans agitation ni vibration. La valeur de la densité apparente dépend de la

morphologie des particules et de la granulométrie de la poudre utilisée. Elle augmente le nombre de proches voisines par particule donc conduit à un accroissement de la densité.

➤ **Densité à vert**

La densité à vert est la masse par unité de volume de la poudre tassée par vibration ou agitation. Elle dépend de la rugosité de la poudre et de sa morphologie. La comparaison de la densité à vert et apparente donne une idée sur l'aptitude de la poudre au compactage.

➤ **Coulabilité**

Avoir aussi des informations sur le comportement collectif des particules, en production industrielle, il faut remplir la matrice le plus rapidement possible, ce qui nécessite une poudre qui s'écoule facilement. On parle de « coulabilité ».

Cette propriété est mesurée par le temps d'écoulement d'une quantité de poudre donnée dans un entonnoir standard. La coulabilité est réduite quand la taille des particules diminue [11].

➤ **Surface spécifique**

La surface spécifique donne une idée sur la finesse moyenne d'un échantillon pour que celui-ci ait une répartition granulométrique assez étroite. Cette caractéristique a une grande influence sur l'énergie de surface d'un compact, qui détermine en grande partie son comportement durant le frittage [11]. La surface spécifique est souvent mesurée par la méthode d'adsorption de gaz sur la surface de la poudre.

### **I.7.1 Analyse granulométrique**

L'analyse granulométrique est l'opération consistant à étudier la répartition des différents grains d'un échantillon de granulats en fonction de leurs caractéristiques (poids, taille,...) Par métonymie, c'est aussi le nom donné au résultat de cette analyse. Pour cela il existe plusieurs méthodes d'analyses dans le but de séparer les poudres selon les tailles.

### **I.7.2 Propriétés mécaniques des poudres**

Il existe toute une variété de moyens d'essais permettant de caractériser (propriétés physiques et mécaniques) la poudre et les comprimés. Dans l'industrie, les essais de caractérisation sont souvent normalisés. On y distingue les essais de coulabilité et de densité tassée à la réception de la matière, les essais de compressibilité, et d'efforts d'éjection sur des comprimés [12]. Dans les unités de recherches,

les moyens d'essais sont sophistiqués et plus lourds d'exploitation. Ils permettent cependant d'effectuer des essais mécaniques identifiant le type de comportement manifesté par la poudre et donnent accès aux valeurs des paramètres de matériaux à intégrer dans les expressions des lois de comportement.

### **I.7.3 Caractéristique physique et chimiques des poudres**

La molécule doit être parfaitement définies : formule chimique développée précisant, si nécessaire, l'existence d'une isométrie, solubilité dans l'eau ou d'autres solvants, constantes de dissociation, stabilité qui permettra de prévoir la durée de conservation ou la nécessité d'éviter la chaleur. Pour assurer l'aptitude ultérieure des poudres au frittage, il est important de connaître leurs propriétés physique et chimique :

- Aptitude à l'écoulement,
- Masse volumique,
- Compressibilité et Cohésion du comprimé .

### **I.8 Compression des poudres**

La phase compression vise deux buts que sont la densification par rapprochement et déformation des grains solides à l'aide d'une pression externe, et l'obtention de comprimés ayant la forme et les dimensions désirées. Au cours de la compression, le lubrifiant sec mélangé initialement avec la poudre est pressé jusqu'à la proie de la matrice afin de faciliter l'éjection de la pièce d'une part et d'autre part pour augmenter la vie de l'outillage. La méthode de compression la plus utilisée est la méthode dite uni-axiale à froid [12].

### **I.9 Formage par compression**

#### **I.9.1 Compression uni axiale**

La compression unie axiale à froid est une technique qui concerne essentiellement les poudres métalliques. Il est s'effectue en trois phases (le remplissage, la compression, l'éjection du comprimé) et avec un moyen d'outillage comprenant une matrice placée sur table de presse et deux poinçons [12].

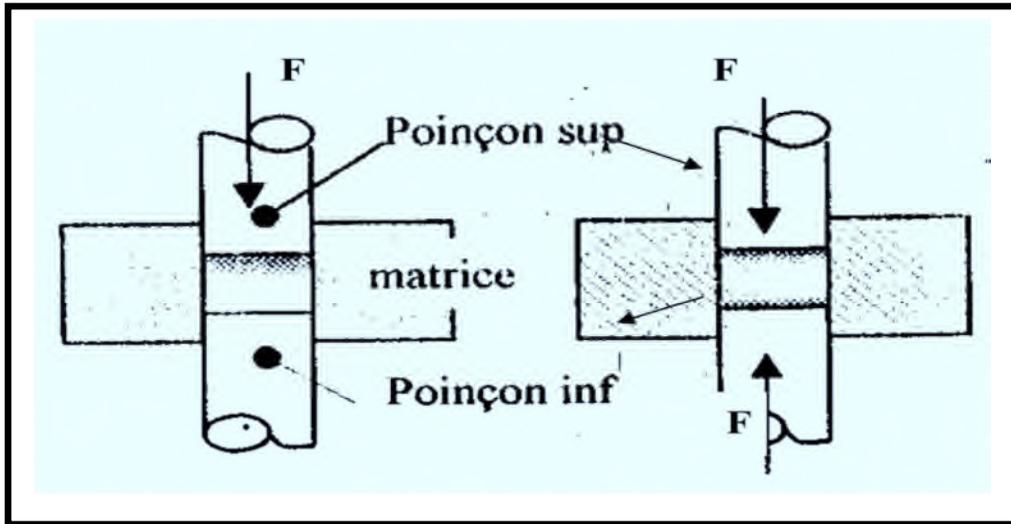


Figure. I.11: Les types de compression uni axiale[12]

### I.9.2 Compression isostatique

C'est un procédé de façonnage agissant sur toutes les faces du matériau pour la fabrication des produits spéciaux tels que creusets, tubes pièces réfractaires. La compression est appliquée par l'intermédiaire d'un fluide (huile, eau) moyennant une matrice élastique généralement en caoutchouc, nous montre les phases à suivre pour la compression isostatique. Le moule élastique est ouvert au moins d'un côté, et après remplissage on ferme le moule mécaniquement et on fait agir la pression par un liquide placé entre l'enveloppe élastique et un bloc d'acier [12].

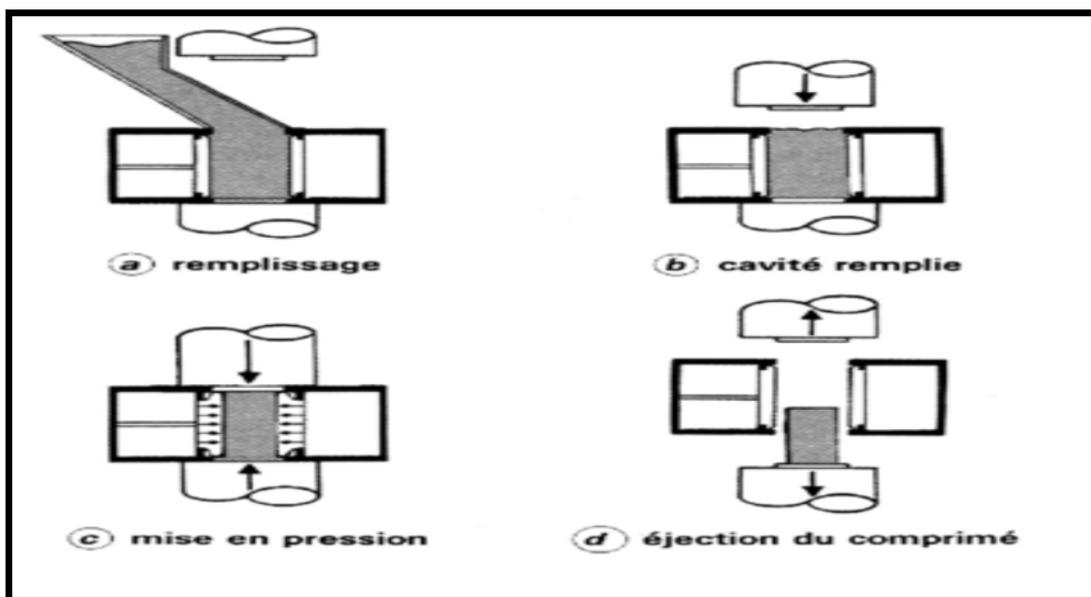


Figure. I.12: Phases à suivre pour la compression [12]

### **I.9.3 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 ainsi, on obtient une in uniformité de la densité de l'aggloméré: Forte densité près du poinçon mobile et faible densité près du poinçon immobile (fixe) [13].

### **I.9.4 Compression isostatique à chaud**

La compression isostatique à chaud est une méthode utilisée pour élaborer des poudres difficilement compressibles (carbure, céramique technique...) matériaux monocristallins, des matériaux à grains ultra fins et pour la synthèse de nouveaux matériaux [14]. Les pièces obtenues par ce procédé ont des propriétés physiques et mécaniques isotrope avec une porosité minimale, en particulier pour les pièces massives.

### **I.9.5 Compression isostatique à froid**

La compression isostatique à froid est une méthode de mise en forme des matériaux par métallurgie des poudres, s'effectue à température ambiante cette méthode consiste à mettre une poudre dans un container souple étanche constitué généralement de polyuréthane, ce dernier subit à la poudre une haute compression [14].

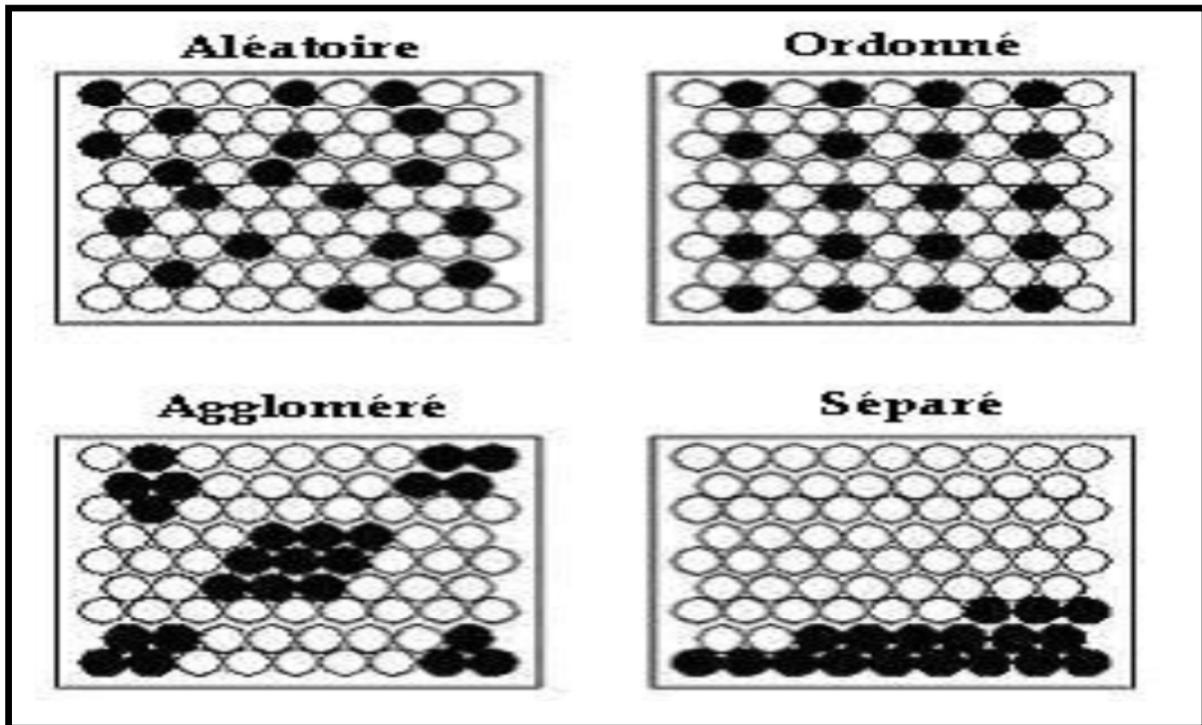
La poudre est alors rendue compacte à travers une pression approximativement identique dans toutes les directions. Ceci conduit à une bonne uniformité de la densité. Ce procédé se distingue par sa capacité à produire des pièces très élancées, telle que les barres.

### **I.9.6 Compression laminage**

Ce procédé est utilisé pour la fabrication de plaques métalliques. La méthode consiste à comprimer les poudres entre deux rouleaux en rotation, ce qui permet d'avoir une production en continu. La densité du produit comprimé dépend de la morphologie de la poudre mais c'est surtout le frottement entre la poudre et les rouleaux et la géométrie de la zone de compression qui sont les facteurs dominants du procédé [15].

### I.10 Mélange de poudre

Dans l'élaboration de matériaux composites par MDP avec par exemple deux phases différentes, la distribution d'une phase par rapport à l'autre, est très importante pour assurer l'homogénéité de l'échantillon. Un compact qui a été mieux mélangé offrira un nombre plus élevé de points de contact entre les composants et donc une meilleure configuration initiale pour le frittage. Le mélange de poudres est spécialement important pour les systèmes frittés en présence d'une phase liquide. On peut trouver différentes configurations de répartition d'une phase par rapport à l'autre dans le compact, comme le montre la figure (I.13). L'arrangement aléatoire est le plus convenable dans la plupart des cas. Néanmoins les autres arrangements peuvent être intéressants pour obtenir des caractéristiques spécifiques [15].



**Figure 1.13:** Distribution des phases dans un mélange de poudres [13].

(Le cas ordonné est très improbable dans la réalité) [Thümmeler \_F.1993]

## **I.11 Etapes d'élaboration par la métallurgie des poudres**

### **I.11.1 Frittage**

Le frittage est un traitement thermique employé pour la consolidation des pièces à vert suite à une élévation de la température, ce qui a pour effet de densifier le matériau et de rehausser ses propriétés mécaniques. Il s'effectue à une température inférieure à celle de fusion du constituant principal. La fabrication des pièces consistant à chauffer une poudre sans la mener jusqu'à la fusion. Sous l'effet de la chaleur, les grains se soudent entre eux ce qui forme la cohésion de la pièce. Lors du frittage les grains s'unissent et se renforcent entre eux, avec formation de joints de grains et élimination de la porosité [16].

### **I.11.2 Paramètres de frittage**

#### **I.11.2.1 Atmosphère de frittage**

Le frittage peut être effectué sous différentes atmosphères et chacune d'elles influe sur la qualité du produit final. Les pièces frittées sous air sont exposées à l'oxygène et à la vapeur d'eau ce qui altère considérablement les propriétés physico-chimiques des produits frittés par l'inclusion des oxydes qui sont souvent fragiles et ils modifient ainsi les propriétés mécaniques. Par contre une atmosphère neutre ou contrôlée (à titre d'exemple l'azote ou l'argon) protège la composition d'une corrosion à haute température durant le frittage mais les oxydes existant avant le frittage restent [16].

#### **I.11.2.2 Température de frittage**

Lors de la mise en température du comprimé, il se produit aux basses températures (inférieures à 300°C), l'élimination du liant et du lubrifiant. Le frittage proprement dit ne débute qu'à des températures supérieures à 400°C et se traduit par un retrait de plus en plus important en fonction de la température. Les températures de frittage sont généralement comprises entre 0.6 et 0.8 fois la température de fusion des matériaux.

$$T_{\text{frittage}} = (0,6 \text{ à } 0,8) T_{\text{fusion}} \dots\dots\dots(I.1)$$

#### **I.11.2.3 Durée de frittage**

La durée de frittage est déterminée en fonction de la température de frittage car la durée augmente plus la porosité diminue. Elle dépend de plusieurs paramètres, mais elle est dominée par la température de frittage. Pour une densification incomplète, un temps prolongé est bénéfique

car il élimine la porosité résiduelle. Cependant un long frittage grossit la microstructure, augmente la taille des pores.

### I.12 Les différents types de frittage

Il existe deux types de frittage: le frittage naturel qui effectue sans contrainte mécanique (chauffage sous air ou sous atmosphère contrôlé). Le deuxième type est le frittage sous charge, qui effectué en appliquant une pression extérieur simultanément au chauffage. Ce dernier est utilisé pour les matériaux difficile a fritter ou pour obtenir des densités proche de la densité proches de la densité maximale théorique.

D'un point de vue physico-chimique, on distingue deux types de frittage: le frittage en phase solide et le frittage en phase liquide.

Si le produit obtenu après frittage a la même composition chimique que la poudre initiale on parle de frittage non réactif. Dans le cas contraire ou le produit formé est composée d'un mélange de deux (Ou plusieurs) composés chimique, dans ce cas le traitement thermique permet d'une part de former un nouveau matériau d'autre part de le densifier on parle alors de frittage réactif [16].

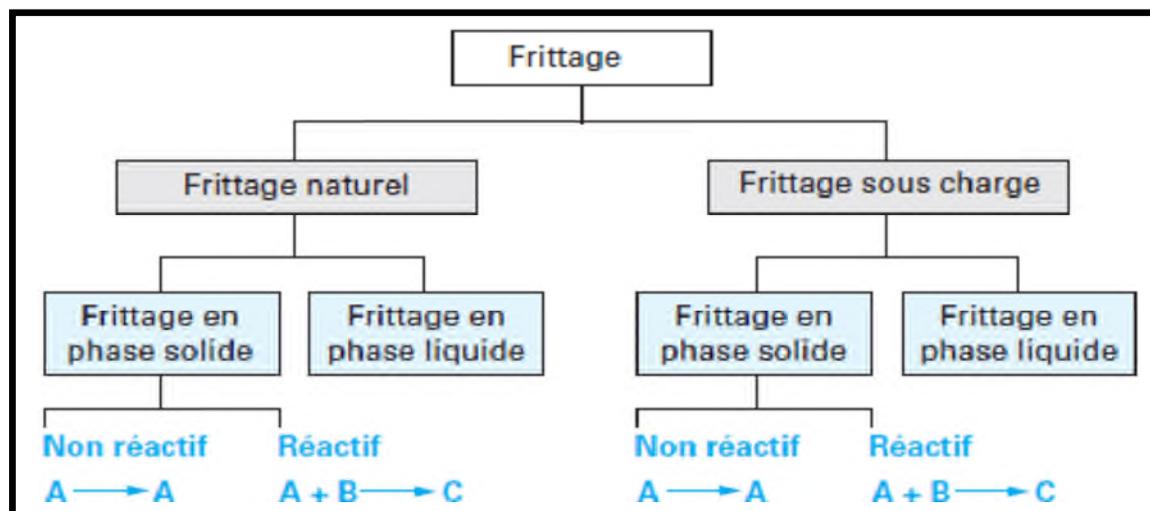


Figure I.14: Différents types de frittage [14]

### I.12.1 Frittage en phase solide

Le frittage en phase solide est un type de frittage au cours duquel tous les constituants restent solides. L'évolution microstructurale menant à la densification du matériau est assurée par un déplacement d'atomes via des mécanismes de transports de masse tels que la diffusion ou l'évaporation-condensation. Le frittage en phase solide se déroule en trois différents stades : le stade initial, le stade intermédiaire et le stade final [17].

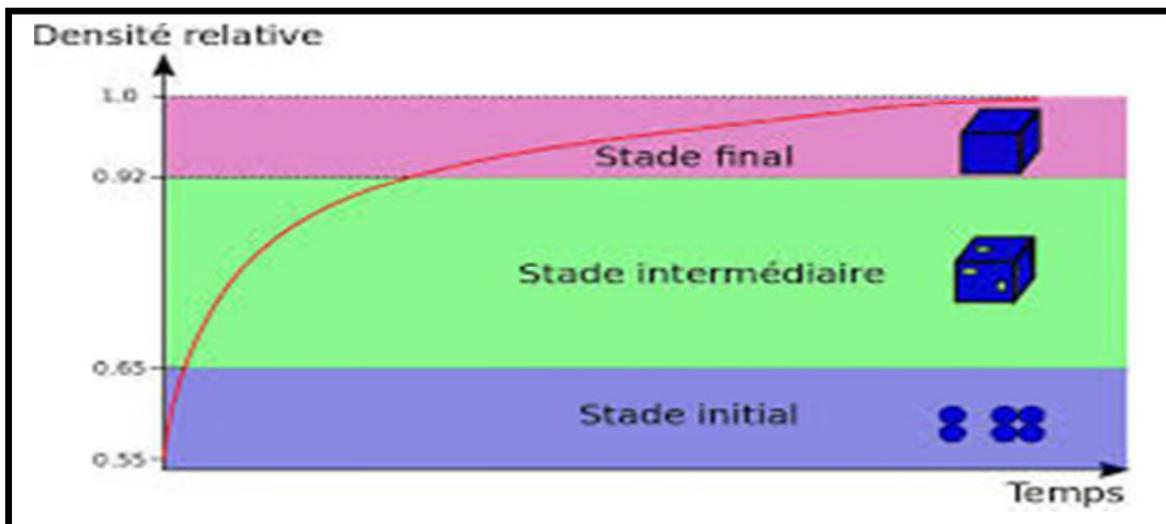
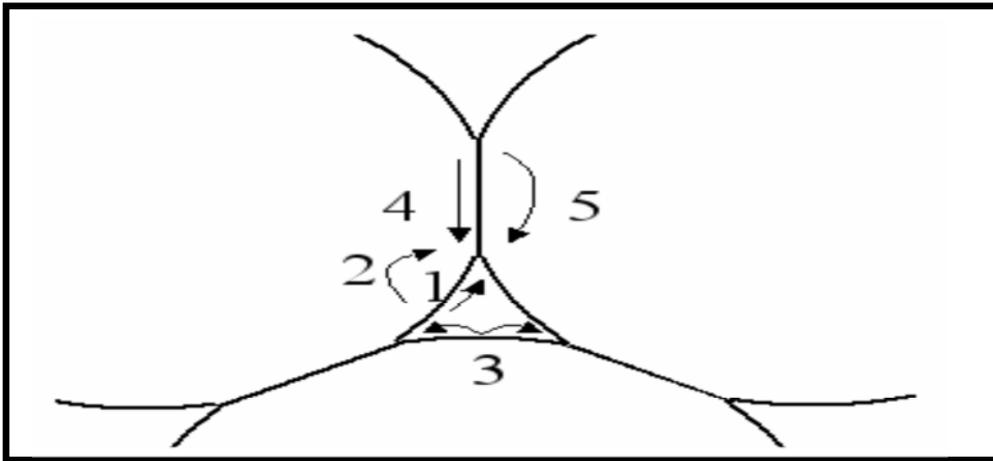


Figure I-15: Différents stades du frittage en phase solide[17]

#### ➤ Stade initial

Ce stade correspond au développement rapide de ponts de matière entre particules en contact. Différents mécanismes, pouvant être modélisés à partir de particules tangentes, sphériques et de taille identique. Permettent d'expliquer la formation des cous figure I.16. Ils font état d'un transport de matière de la surface des grains ou des joints de grains vers les ponts. La diffusion de la matière peut se faire en surface en volume, en phase vapeur ou encore aux joints de grains.



**Figure I.16:** Différents mécanismes de frittage en phase solide

1. Diffusion en surface à partir de la surface,
2. Diffusion en volume à partir de la surface,
3. Transport en phase vapeur depuis la surface,
4. Diffusion par les joints de grains depuis les joints de grains,
5. Diffusion en volume depuis les joints de grains.

Suivant la source de matière (surface des grains ou joint de grains), le processus de frittage induira ou non une densification du matériau.

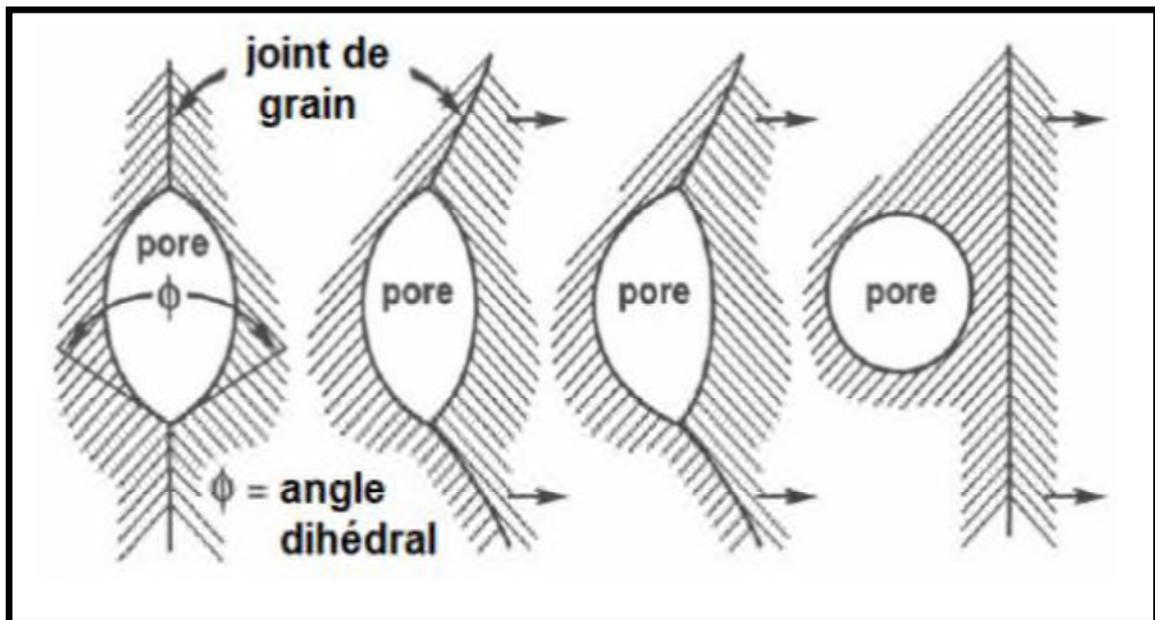
Dans le cas d'un transport de matière au départ de la surface des grains, le matériau se consolide sans se densifier. Aucun retrait n'est observé [18].

#### ➤ **Stade intermédiaire**

C'est au cours du stade intermédiaire que s'opère une grande partie de la densification, du début du grossissement des grains et de l'accommodation de la forme des pores. La densification se poursuit essentiellement par du transport de matière en volume. Le grossissement souvent observé vers la fin du stade intermédiaire est dû à la mobilité des joints de grains dans le matériau déjà densifié et constitué d'une aire importante d'interfaces solide-solide. A la fin de ce stade le système est décrit comme un empilement de grains polyédriques liés par leurs faces, dans lequel passe un réseau de pores assimilés à des canaux cylindriques situés le long des arêtes des grains [19].

### ➤ Stade final

Ce stade grossissement des grains ne prend pas sur la densification. Celui-ci rend géométriquement instable le réseau poreux laissé au stade précédent suite à une diminution du rayon de courbure des canaux poreux cylindrique et une augmentation de la longueur des pores. Cette instabilité géométrique a pour conséquence de la séparation des pores et des joints de grains suivant une séquence proposée à la figure I-17 où un joint de grain se courbe et se sépare d'un pore, situé à son extrémité, qui ralentit son déplacement [19].



**Figure I-17:** Mécanisme de séparation des pores des joints de grains lors du stade final de frittage [19]

### I.12.2 Frittage en phase liquide

le frittage en phase liquide est un type de frittage qui nécessite au moins deux constituants et la présence d'une phase liquide qui assure la densification du matériau. La force motrice de ce type de frittage est la réduction de l'énergie d'interface et le transport de matière s'effectue via la phase liquide à des cinétiques plus élevées que celles observées en phase solide. Le frittage en phase liquide se déroule en trois principaux stades [19].

- Le stade initial : réarrangement des particules ;
- Le stade intermédiaire : dissolution-précipitation ;
- Le stade final : frittage du squelette solide.

### I.13 Energies motrices du frittage

Pour qu'on puisse faire évoluer un système, il faut absolument lui fournir de l'énergie. Cette énergie sert à activer le transport d'atomes par diffusion qui aboutit à une diminution de l'enthalpie. En d'autres termes cette énergie est moteur des mécanismes de frittage et n'est pas d'une seule nature toute au long du processus. On convient de considérer trois types d'énergie motrice [20]:

- L'énergie de surface,
- L'énergie des défauts structuraux,
- L'énergie de contrainte

#### ❖ L'énergie de surface

Cette dernière diminue par réduction la surface globale, lorsque déjà des ponts se forment entre les granules de poudres.

#### ❖ L'énergie des défauts structuraux

Des défauts structuraux tels que des lacunes existent en forte densité dans les grains de poudre. Ces lacunes en excès sont dues à l'existence de courbures de surfaces.

#### ❖ L'énergie de contrainte

Généralement, les poudres de base présentent des parties saillantes où les contraintes mécanique engendrent des dislocation.

### I.14 Avantages du frittage

#### I.14.1 L'avantage technico-économique

La métallurgie des poudres offre plusieurs avantages pour la réalisation de pièces mécaniques, notamment des avantages techniques comme [21] :

Des tolérances semblables à celle des pièces usinées, une précision bien meilleure pour les dimensions situées dans des plans perpendiculaires au sens de compression :

- L'obtention de formes complexes sans répercussion sensible sur les coûts,
- La réalisation de formes et de profils irréalisables industriellement par d'autres méthodes,
- Une très bonne reproductibilité quelle que soit la série,
- Une possibilité de lubrification à vie.

En conclusion on remarque que les pièces mécaniques frittées permettent une réduction pouvant atteindre 50% sur les prix de revient par rapport aux autres modes d'élaboration.

L'avantage économique est un concept largement étendu et utilisé dans la sphère économique, et la différence entre les revenus et les coûts dérivés d'une certaine activité économique. Les pièces frittées revendiquent deux avantages principaux :

La diminution des coûts de matières première : La métallurgie des poudres permet de remplacer le cycle complexe d'élaboration de pièces usinées, (demi-produit ébauches, gamme d'usinage) par une gamme simple (élaboration de la poudre métallique, compression, frittage) sans perte notable de matière.

La réduction très importante des investissements : Le fait que la production de pièces mécaniques frittées peut être sous-traitée à des entreprises disposant des équipements nécessaires permet de réduire considérablement les investissements tant en machine outils d'usinage qu'en locaux industriels.

## **Conclusion**

Cette partie bibliographique nous a permis d'apprendre et de comprendre le procédé de la métallurgie des poudres. La production en chaîne de petites pièces et en grandes quantités est très avantageuse pour les industriels. La métallurgie des poudres est classiquement associée au frittage, qui permet de réaliser des pseudo-alliages impossibles de les obtenir par coulée ou de produire des matériaux poreux.

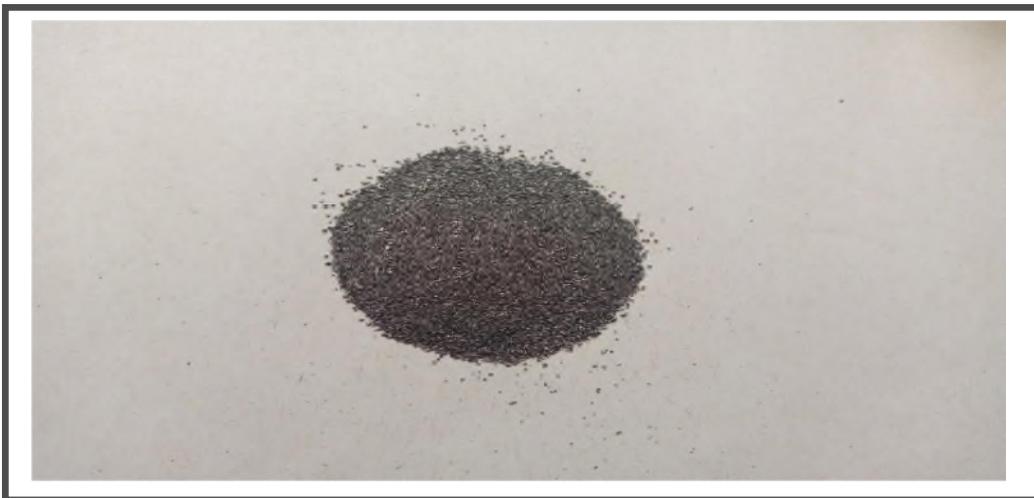
**Chapitre II:**  
**Matériaux et techniques expérimentales**

## **II Introduction**

Dans cette partie nous menons une série d'expériences frittage, imagerie optique et dureté Vickers sur des échantillons d'alliages en poudre Cr/Mg. Identifier l'influence de la température de frittage et son rôle dans les pastilles de Cr/Mg est une procédure importante. L'imagerie optique nous montre la distribution des grains de Cr et de Mg dans la matrice Cr/Mg. Enfin, la mesure de la dureté Vickers nous renseigne sur l'ordre de grandeur de la dureté des ces pastilles.

### **II.1 Morphologie de la poudre Mg/Cr**

La morphologie de nos poudres (Cr/Mg) est représentée sur les figures suivantes:



**Figure II .1:** poudre de magnésium



**Figure II. 2:** poudre de chrome

## II.2 Élaboration d'alliage Mg/Cr

### II.2.1 Mélange de poudre

Le mélange est une étape fondamentale dans la préparation d'une poudre composée de plusieurs constituants. Les variables influencent l'opération de mélange sont liées aux solides (poudre),aux matériels utilisés et aux condition opératoires. Afin d'obtenir un alliage Mg-Cr, on part de poudre de Mg et de Cr purs. afin de procédé à une étude comparative entre celle-ci. Au départ on fabrique des bulles en utilisant des poudres déférentes en pourcentage tel que le tableau en dessous l'explique:

**Tableau II.1:** Les déférents mélanges de poudre utilisés

<b>Enchantions</b>	<b>Poudre Cr %</b>	<b>Poudre Mg %</b>
<b>1</b>	<b>25%</b>	<b>75%</b>
<b>2</b>	<b>75%</b>	<b>25%</b>
<b>3</b>	<b>50%</b>	<b>50%</b>
<b>4</b>	<b>0%</b>	<b>100%</b>

### II.2.2 La préparation des pastilles

Afin de préparer les pastilles, nous suivons les mélanges dans le tableau II.1 précédent, connaissant chaque disque de poinçon contiennent 0,82 g. Voici dans le tableau qui suit les déférents mélanges en fonction de leurs poids.

**Tableau II.2:** Les déférents mélanges en fonction de leurs poids

<b>Poudre</b>	<b>Échantillon 1 25%Cr, 75 %Mg</b>	<b>Échantillon 2 50% Cr , 50% Mg</b>	<b>Échantillon 3 75% Cr , 25% Mg</b>	<b>Échantillon 4 100% Mg</b>
<b>Cr(g)</b>	0.205g	0.41g	0.615g	0
<b>Mg(g)</b>	0.615g	0.41g	0.205g	0.82g

Le moule à pastilles est composé des pièces suivantes voir Figure 3 :

- Deux pastilles (1) en acier inoxydable à faces polies,
- Corps cylindrique (2),
- Joints toriques (3) et (7) ,
- Matrice cylindrique (4) ,
- Embout pour pompe à vide (5), non utilisé ,
- Piston (6),
- Cylindre d'extraction (8) en matière plastique translucide.

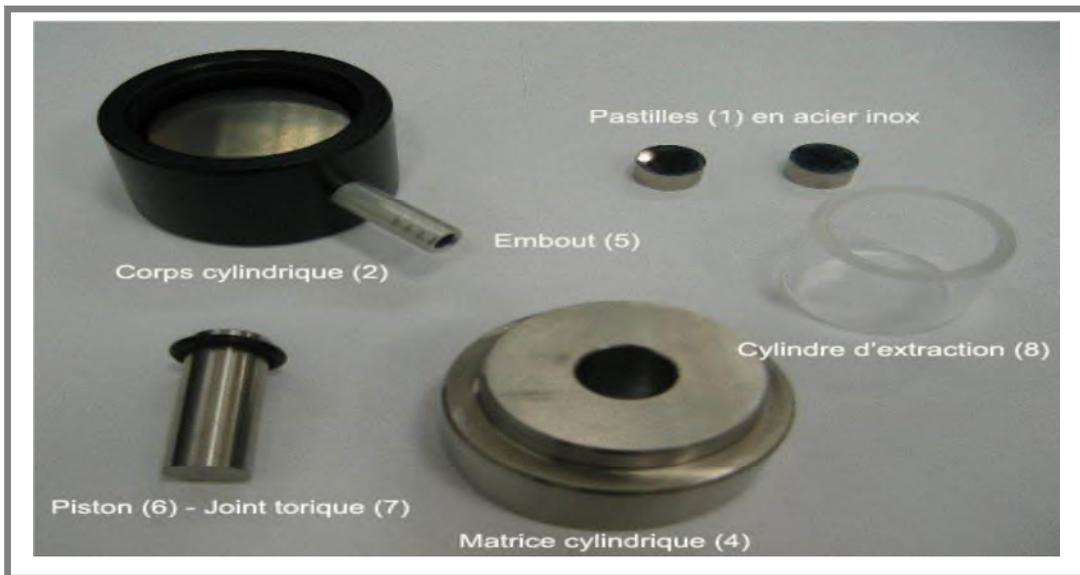


Figure II.3: Moule à pastilles

#### ❖ Précautions d'utilisation

Les pièces doivent toujours être parfaitement propres et sèches. Les faces polies sont à nettoyer avec de l'alcool et un chiffon doux, en aucun cas avec un produit abrasif [22] .

#### ❖ Pesée des produits

Préparer l'échantillon à analyser en le broyant le cas échéant pour le réduire en poudre à l'aide d'un pilon.

- ✓ Plier le papier de pesée en deux suivant la diagonale,
- ✓ Le peser. Masse approximative :

- Ajouter 2 à 4 mg d'échantillon,
- Ajouter 300 mg de KBr,
- Mélanger l'échantillon à analyser au KBr de façon homogène.

❖ **Remplissage du moule**

- Assembler les parties Corps cylindrique (2) et Matrice cylindrique (4) du moule,
- Y introduire une des pastilles (1), face polie vers le haut. Attention : la pastille doit rentrer librement, ne jamais pousser ou forcer. Il suffit de bien l'orienter,
- Y introduire la poudre échantillon + KBr préparée ci-dessus,
- Recouvrir avec la deuxième pastille (1), face polie vers le bas,
- Y introduire le piston (6).

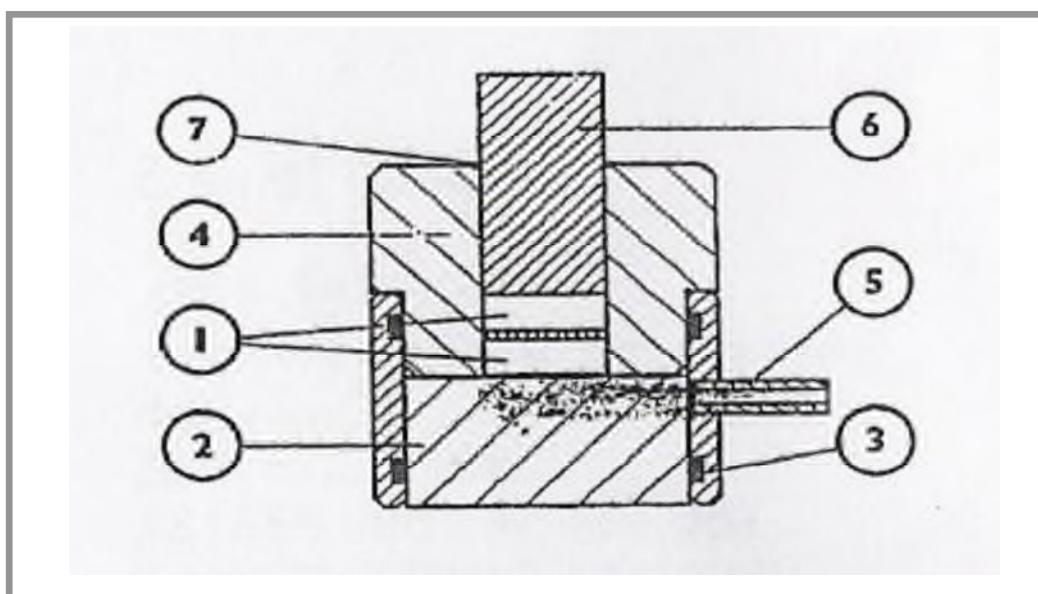


Figure. II. 4 : Position compression

❖ **Passage sous la presse:**

- Emmener votre moule dans le laboratoire de génie mécanique,
- La placer sous la presse et appliquer sur le piston (6) un effort maximum de 8.104 N ou 8 tonnes pendant une à deux minutes.

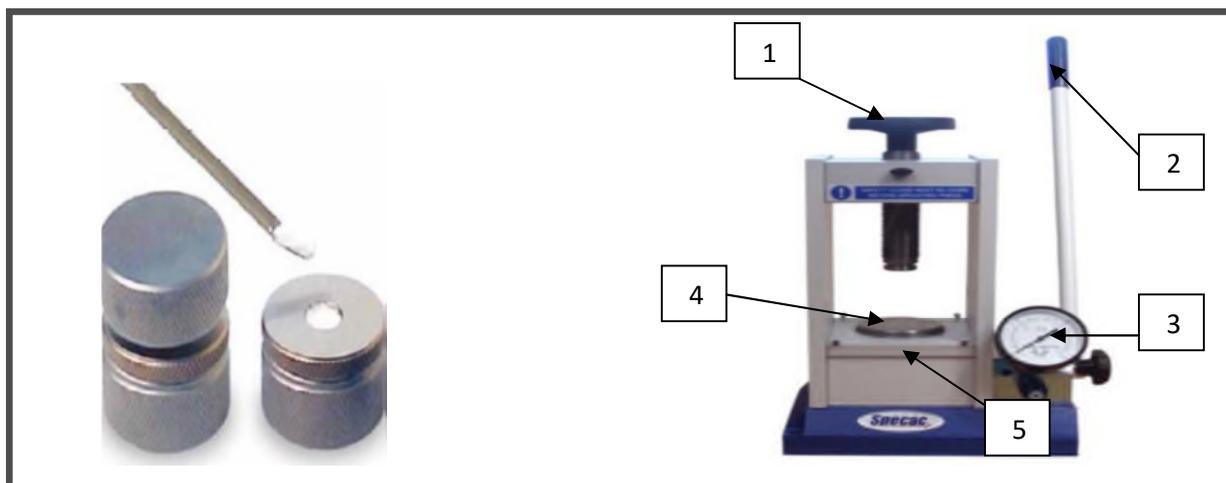


Figure II.5: Moules à pastilles utilisés et Presse hydraulique

### Matériel de Presse hydraulique

1: Tige de fixation ; 2: Lever de pompage ; 3: Manomètre ; 4: Base de la pastilleuse ; 5: Piston.

#### ❖ Éjection de la pastille

- Enlever le corps cylindrique (2),
- Retourner le moule et le placer sous la presse comme indiqué Figure 6,
- Placer le cylindre d'extraction (8),
- Ejecter la pastille et arrêter de pomper dès que la pastille de KBr apparaît,
- Récupérer la pastille et nettoyer le moule avec un chiffon doux imbibé d'alcool.

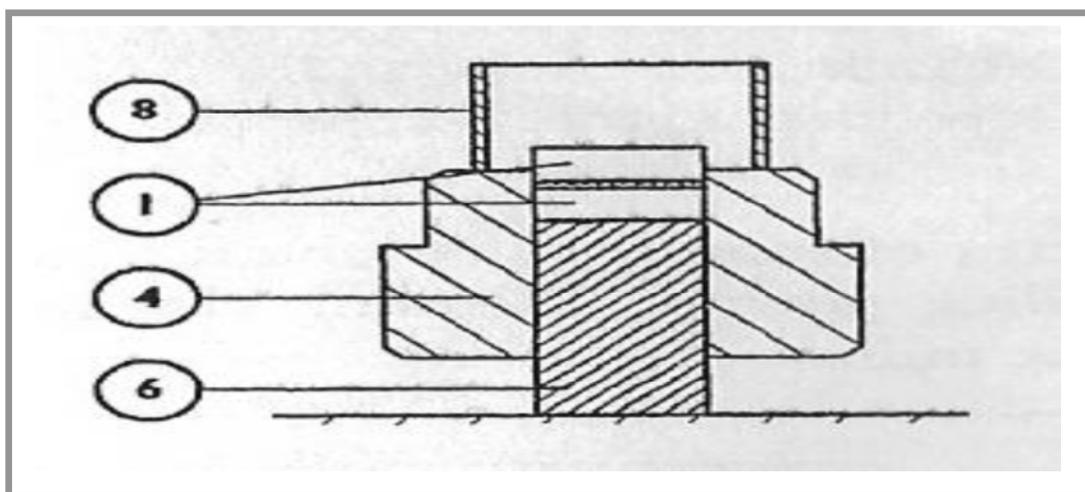


Figure 6: Position éjection

A la fin de cette expérience, nous obtenons ces formes:

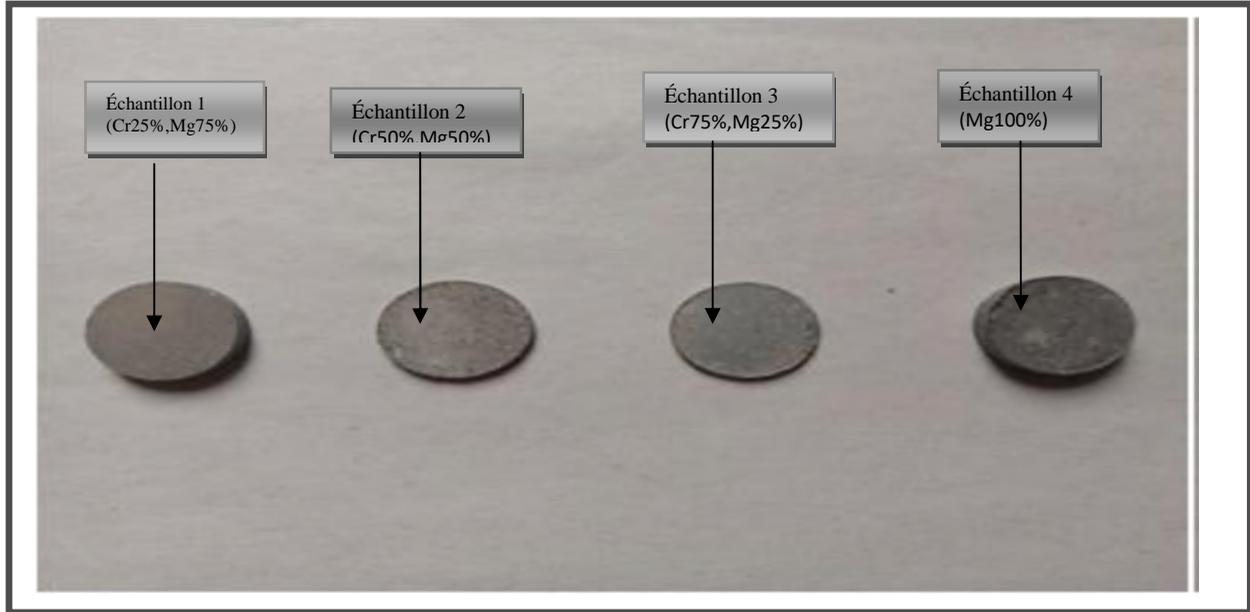


Figure II.7: Les pastilles produites après le processus de compression

### II.2.3 Frittage des pastilles

La température de frittage est un élément essentiel dans on ne peut se passer et pour commencer à la calculée nous devons avoir la température de fusion des deux éléments (Cr/Mg).

- Etat mixte: La température de frittage est  $\frac{2}{3}$  inférieure à la température des composants principaux,
- A l'état pur : La température de frittage ne pas être supérieure à la température de fusion.

Tableau II.3: Les températures de chauffage des pastilles

Poudre	Echantillon 1 75%Mg ,25% Cr	Echantillon2 50% Cr,50% Mg	Echantillon3 75%Cr,25% Mg	Echantillon4 100% Mg
constituant principal	<b>Mg</b>	<b>Mg</b>	<b>Cr</b>	<b>Mg</b>
$T_{fusion}(^{\circ}C)$	650	650	<b>1907</b>	650
$T_{ch}(^{\circ}C)$	433,33	433,33	<b>1271,33</b>	433,33

$$T_{\text{fusions}}(\text{Cr}) = 1907^{\circ}\text{C}$$

$$T_{\text{fusions}}(\text{Mg}) = 650^{\circ}\text{C}$$

$$T_{\text{fusions}}(\text{Cr}) > T_{\text{fusions}}(\text{Mg})$$

$$T_{ch} = \frac{2}{3} \cdot T_{fusion} \dots\dots\dots(\text{II.1})$$

$T_{ch}$  : Température de chauffage.

$T_f$  :Température de fusion

$$T_{frittage} = \frac{1}{4} \cdot T_{fusion} \dots\dots\dots(\text{II.2})$$

Le four est disposé sur quatre pieds métallique à environ 1,5 m du sol, Après cela, nous insérons les granulés dans le four un par un et nous devons contrôler la température car elle a un délai spécifique qui ne peut pas être dépassé si nous augmentons le temps l'expérience sera gâchée compte tenu et l'acheminement des pièces à fritter vers l'enceinte du four s'effectue verticalement par sa partie inférieure à l'aide d'une plate-forme en béton le soulèvement de cette dernière se fait par un moteur électrique. Et enfin maintenir la température maximale 15 min dans le four .



**Figure II.8:** Les fours de traitement thermiques

#### **II.2.4 Température et temps de frittage**

Plus le  $T_f$  est élevé, plus la densité du matériau est élevée et plus le temps est court. Ou  $T_f$  est la température de fusion et  $T$  est la température de frittage, il faut donc choisir le temps le plus approprié car il a un grand rôle dans cette expérience et nous il ne faut pas oublier l'effet de la température élevée et du taux de refroidissement et il faut augmenter la chaleur à des vitesses lentes.

#### **II.2.5 Les températures nécessaires pour former la phase primaire de frittage**

On a trois étapes essentielles pour le frittage :

##### **❖ La première étape, stade initiale**

Dans cette étape, deux phénomènes importants se produisent :

- à ce stade des ponts commencent à se former et à se développer et les degrés de courbure de la surface diminuent,
- Lorsque la flexion est uniforme entre deux joints de grains adjacents et que le retrait global en ce point est très limité, elle se produit lorsque atteindre le matériaux est à sa température de fusion.

##### **❖ La deuxième étape, stade intermédiaire**

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. Cette phase est d'une importante dans le contrôle de développement de la structure. la croissance rapide des grains engendre une diminution importante de la porosité. Et l'agrandissement des ponts continus. Il s'agit dans ce cas d'une porosité continue ouverte .

##### **❖ La troisième étape, stade finale**

- Ce stade consiste en la suppression de la porosité, les pores diffusent le long des joints de grains vers la surface,
- Le retrait dans ce stade devient beaucoup moins marqué, de sorte qu'il est difficile de déterminer avec exactitude le moment ou le processus de frittage peut être considéré comme terminé,
- Le ralentissement de la vitesse de densification.
-

**Tableau II.4:** Les températures nécessaire pour former la phase primaire de frittage

Poudre	Echantillon 1 75% Mg,25% Cr	Echantillon2 50% Cr,50% Mg	Echantillon3 75% Cr,25% Mg	Echantillon4 100% Mg
Le constituant principal	Mg	Mg	Cr	Mg
T <sub>fusion</sub> (°C)	650	650	1907	650
T(°C)	162,5	162,5	476,75	162,5

### II.3 Micrographique

Le but c'est de faire l'examen micrographique et de déterminer la morphologie de nos alliages, c'est-à-dire, déterminer qualitativement la nature, la forme, la répartition de leurs constituants, pour cela les échantillons brut de coulée, sont soigneusement polis, mécaniquement sur papiers abrasifs de grandeurs de grains décroissantes , puis la finition au feutre par l'utilisation d'une poudre d'alumine (3µm), qui permet d'éliminer les fines rayures. L'échantillon poli peut être observé directement avec ou sans attaque sur un microscope optique de marque NIKON, munis d'une camera qui est liée à un ordinateur et transmet instantanément l'image qui s'affiche sur l'écran et qu'on peut stockée dans des fichiers réservés pour chaque type d'échantillons ( figure II .10 ) [23].



**Figure II.9:** Ensemble microscope métallographique - système d'acquisition et traitement d'images (labo SGM)

#### II.4 Test de dureté Vickers et principe de l'essai

Le principe de l'essai de dureté Vickers est le même que celui de l'essai de l'essai brinell mais le pénétrateur est ici une pyramide en diamant à base carrée d'angle au sommet  $136^\circ$ . Appliquée avec une charge  $F=49$  à  $980\text{N}$ . On mesure la longueur  $d$  moyenne des deux diagonales de l'empreinte, à l'aide d'un système optique approprié .

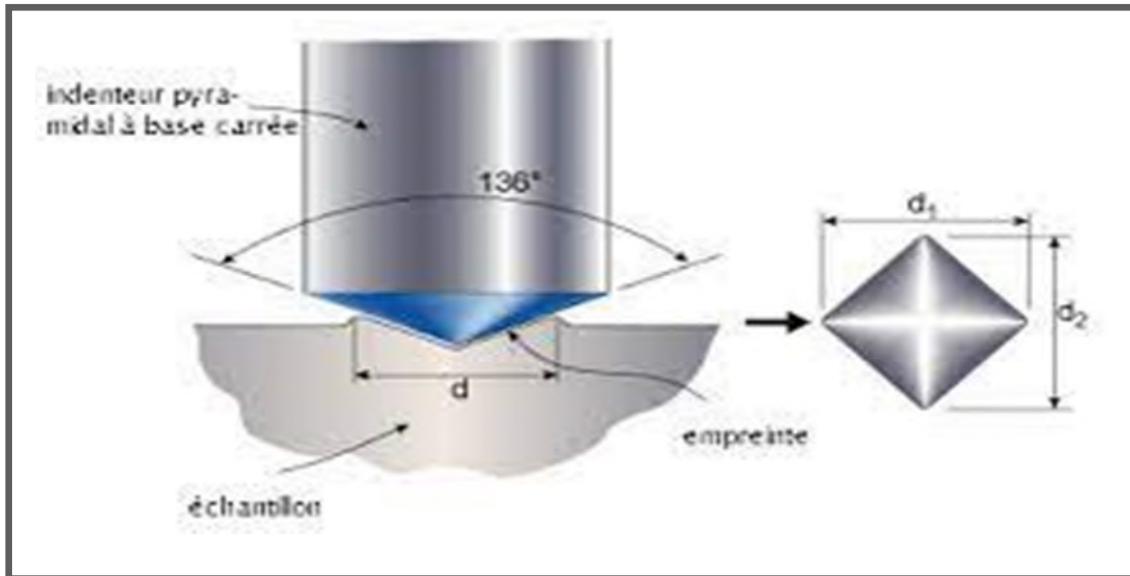


Figure II .10 : Indenteur type Vickers et empreinte laissée par l'indenteur

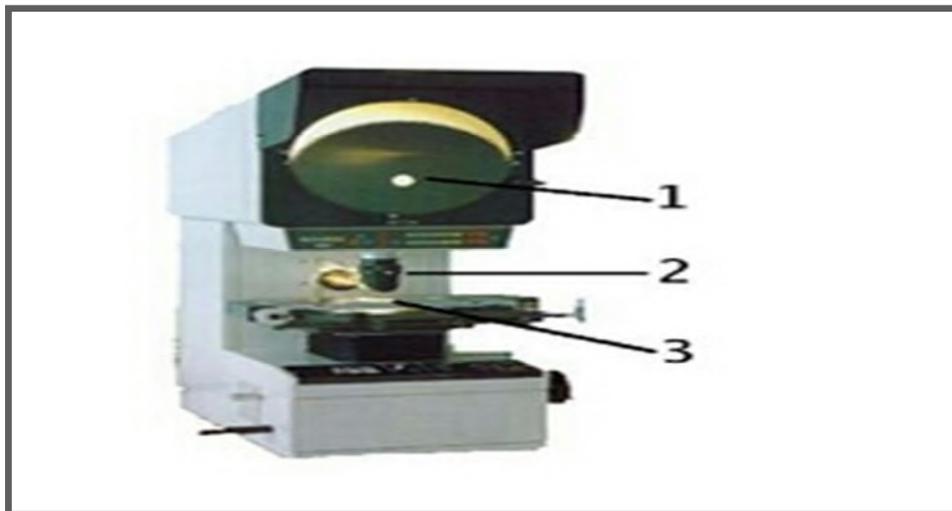


Figure II .11 : Dispositif d'essai de macro dureté

- 1) écran de visualisation de l'empreinte,
- 2) Indenteur,
- 3) Platine porté-échantillon.

Le principe de l'essai Vickers est le même que celui de l'essai Brinell, seule la forme du pénétrateur change. L'essai consiste à enfoncer dans la pièce à essayer un pénétrateur en forme de pyramide droite en diamant, à base carrée, d'angle au sommet égal à  $136^\circ$ , sous une charge  $F$  bien déterminée, et à mesurer sur l'empreinte, laissée sur la surface après enlèvement de la charge, deux diagonales  $d_1$  et  $d_2$  (Fig. 12 et 13 ). La mesure est effectuée à l'aide d'un système optique approprié.

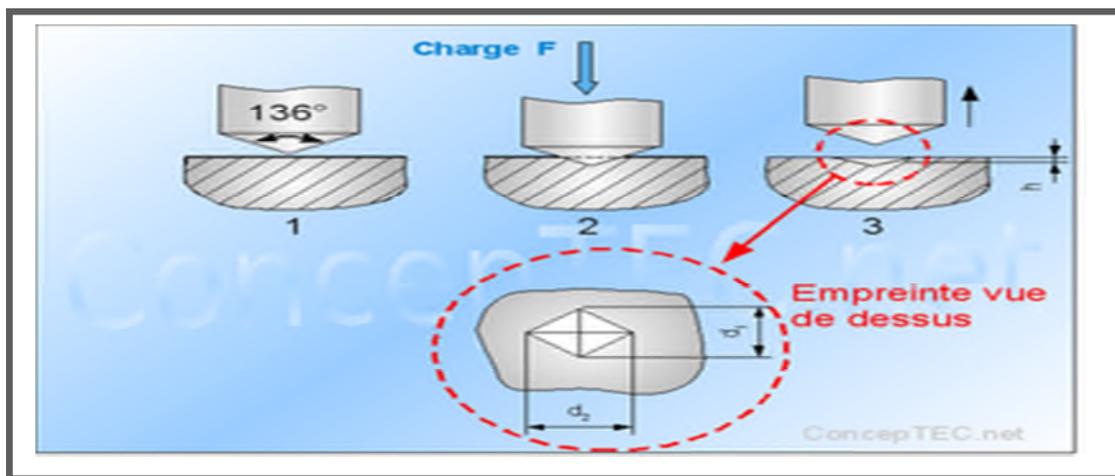


Figure. II. 12:Principe de l'essai Vickers

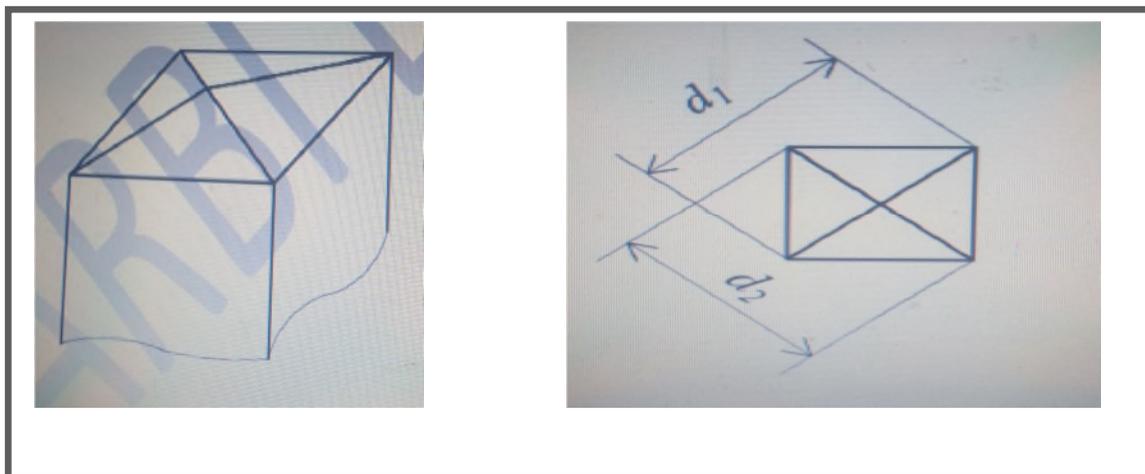


Figure. II.13:Géométrie du Pénétrateur et Mesure de l'empreinte

La dureté Vickers HV est un nombre proportionnel au rapport F/S, où S est la surface de l'empreinte considérée comme pyramide droite ;

$$\mathbf{HV = constante \cdot \frac{F}{S} \dots \dots \dots (II. 3)}$$

Avec :

- **Constante** = 1/g = 1/9,8066 = 0,102    g : accélération de la pesanteur en m/s<sup>2</sup>,
- F = charge d'essai en Newton (N),
- S = surface de l'empreinte (pyramide droite) en mm<sup>2</sup>.

$$\mathbf{HV = 0,102 \cdot 2F \cdot \sin \left( \frac{360^\circ}{2} \right) / D^2 \dots \dots \dots (II. 4)}$$

Soit HV = 0,189 x F/d<sup>2</sup> où d = diagonale de l'empreinte =  $\frac{(d1+d2)}{2}$  en mm (Fig. 13) [24].

## **Conclusion**

Dans ce chapitre, beaucoup de connaissances et d'expériences par exemple comment fabriquer des pastilles à partir de poudre de Cr/Mg et les outils les plus importants utilisés. De nos expériences précédentes nous remarquons que le rôle de la température est important et que le processus de frittage est nécessaire et nous ne pouvons pas nous en passer. Et tout ça permis de mieux comprendre et enrichir nos connaissances.

# **Chapitre III:**

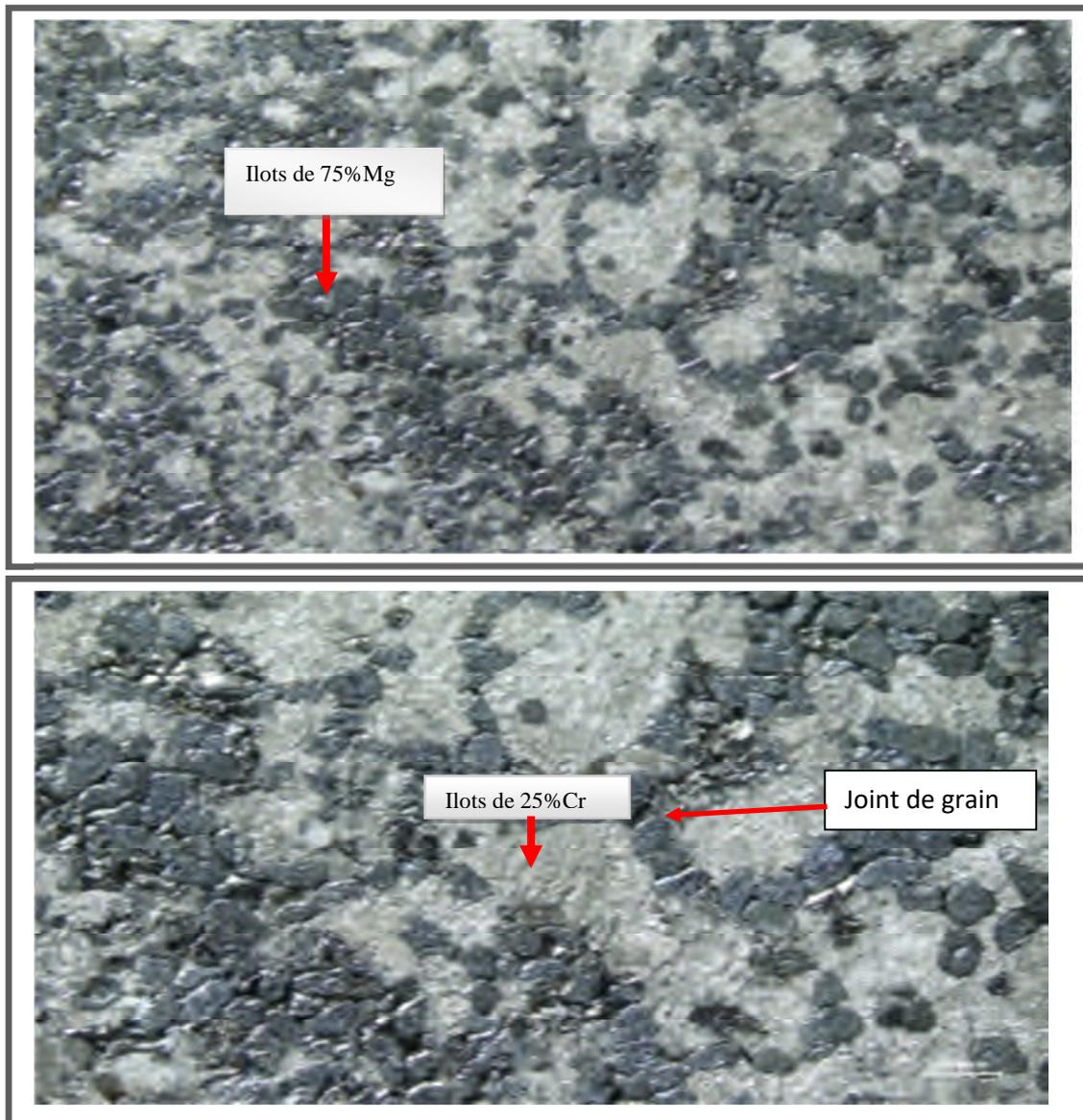
## **Résultats et Discussions**

### III Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus après frittage et test Vickers pour l'alliage Cr/Mg. Les micrographies optiques nous montrent une comparaison entre les différentes compositions de l'alliage.

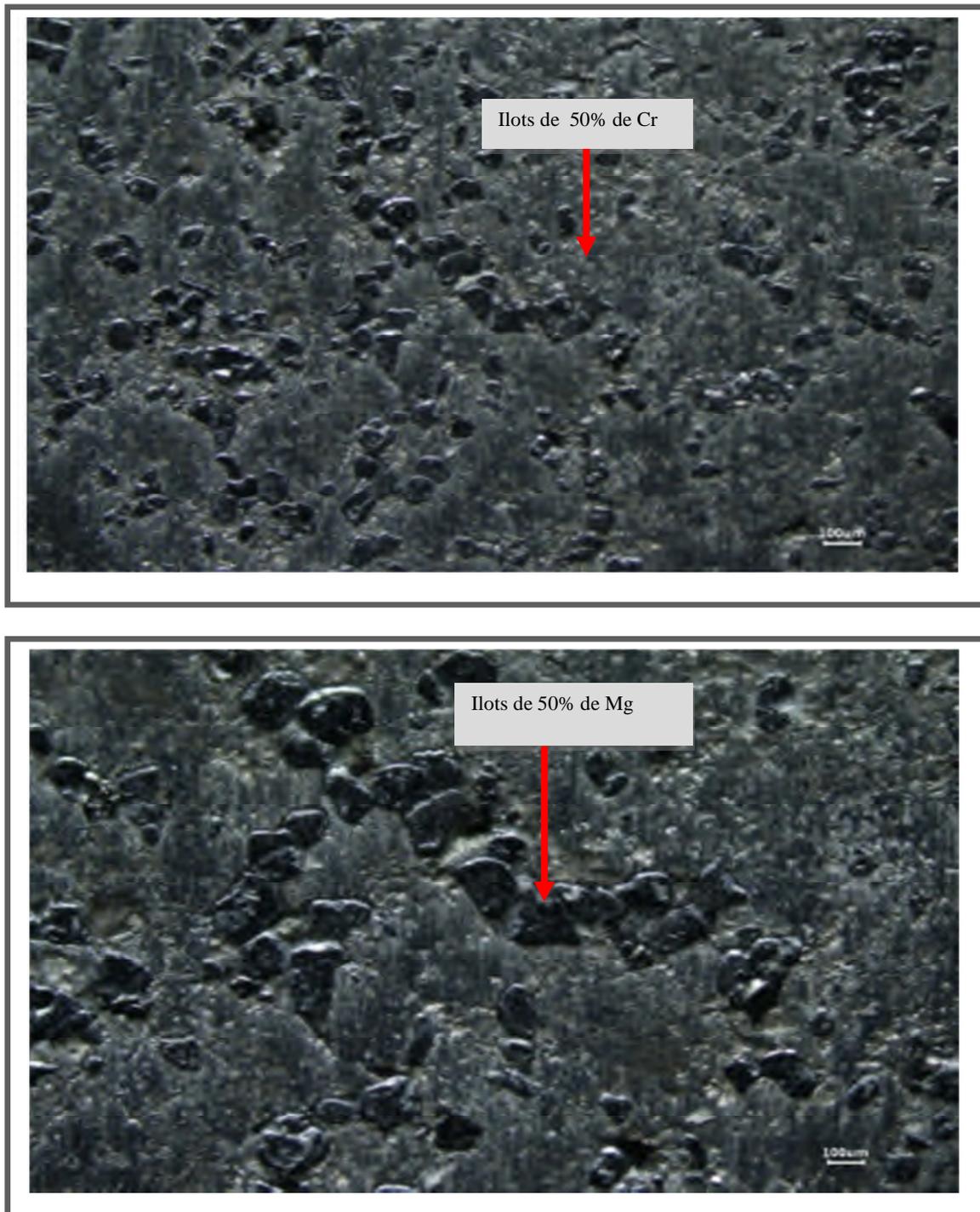
#### III.1 Micrographies optique des alliage Cr/Mg

Les résultats que nous avons obtenus sont pour des échantillons de Cr/Mg. C'est après traitement de frittage à l'aide d'un microscope optique avec une lecture  $\times 100$  et  $\times 5$ . Et étudier la différence entre eux.



**Figure III.1:** Image de l'échantillon 1 (25% Cr, 75% Mg) après frittage

la pastille1 (25% Cr, 75% Mg), on remarques une distribution des grains de Mg plus au moins homogène dans la matrice Cr.



**Figure III.2:** Image de l'échantillon 2 (50% Cr , 50% Mg) après frittage

La pastille2 (Cr50%, Mg50%) , on remarques sur cette image que les il a Les joints de grains sont relativement grandes et une bonne distinction des grains de Mg.

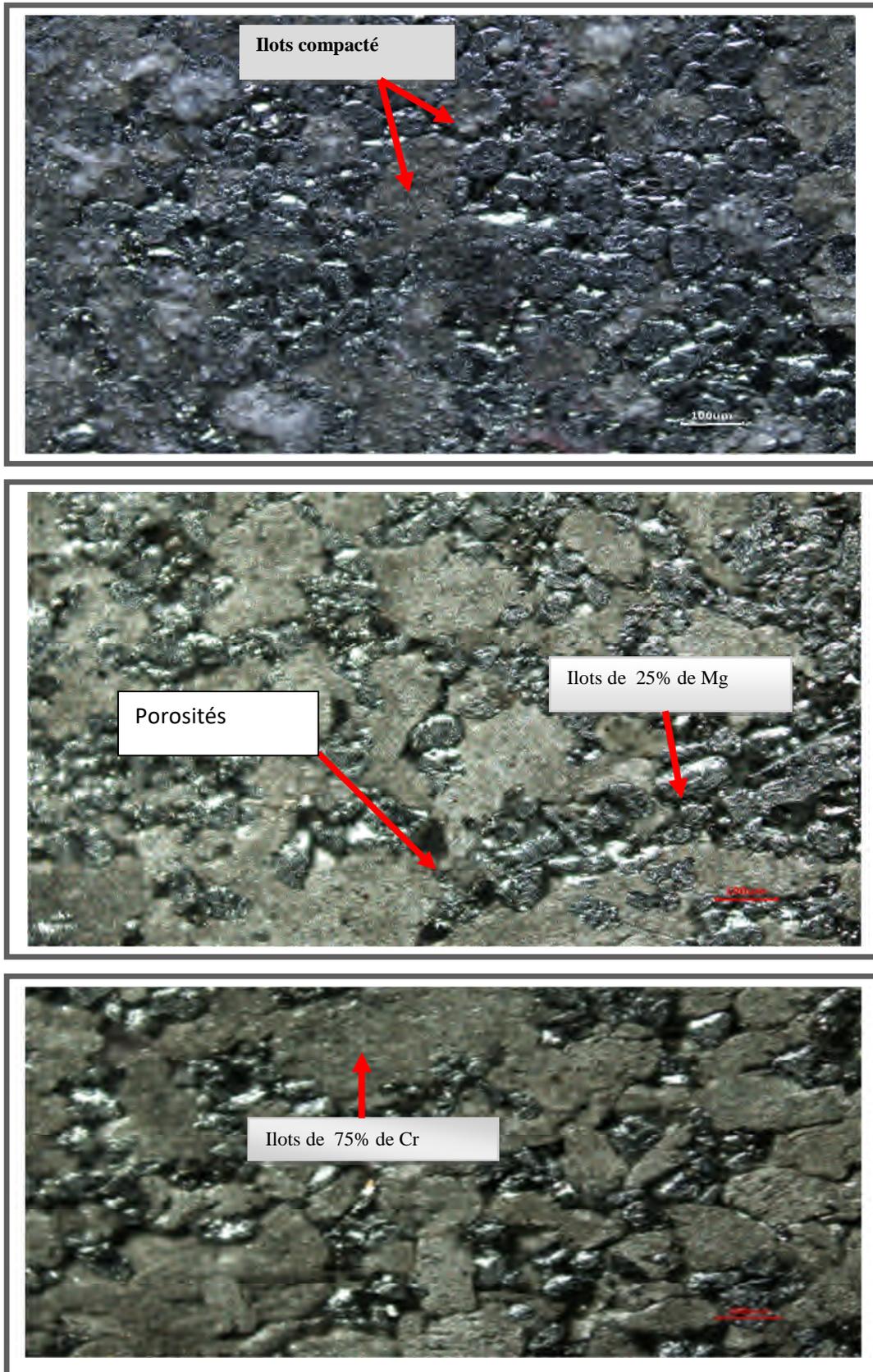
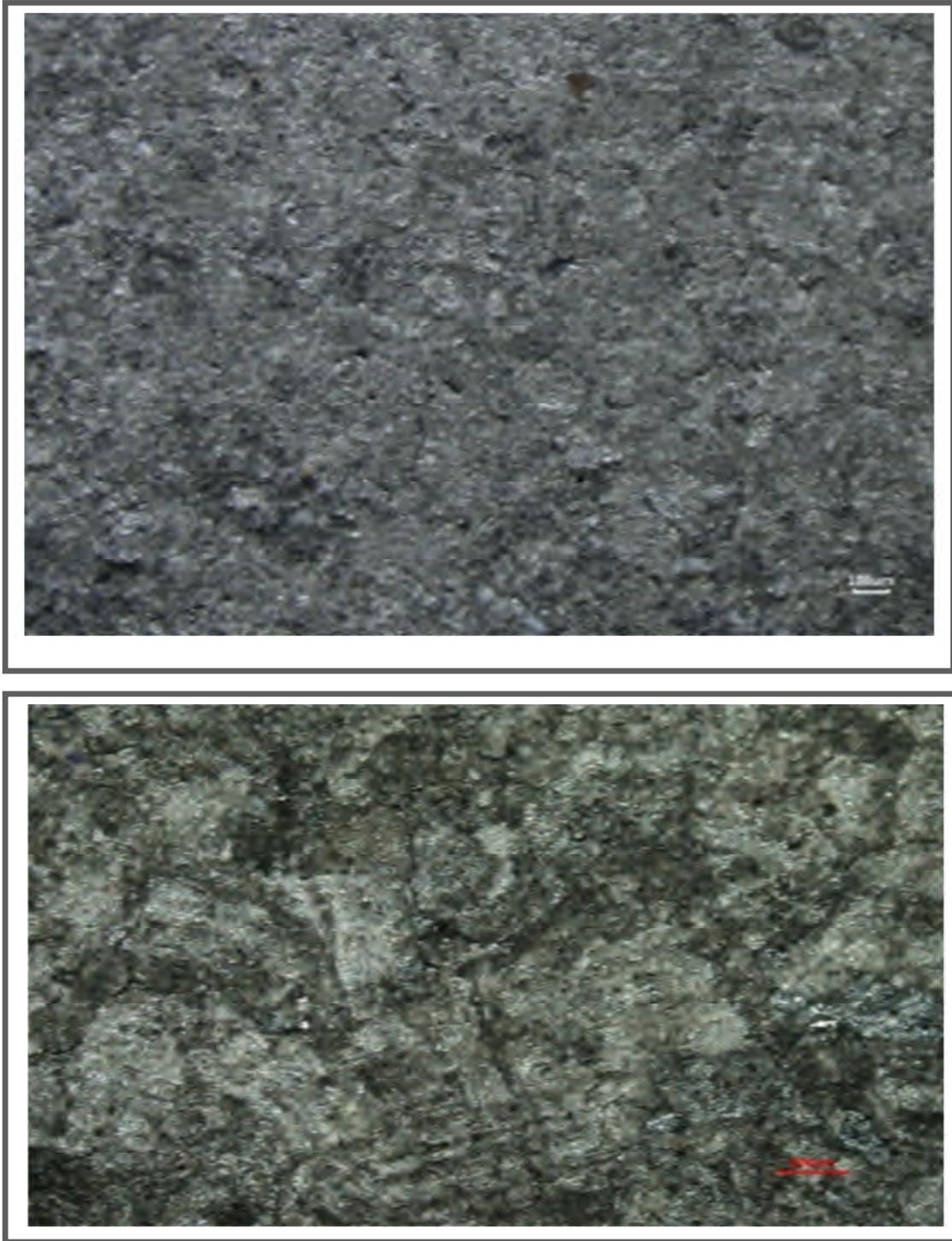


Figure III.3: Image de l'échantillon 3(75% Cr, 25% Mg) après frittage

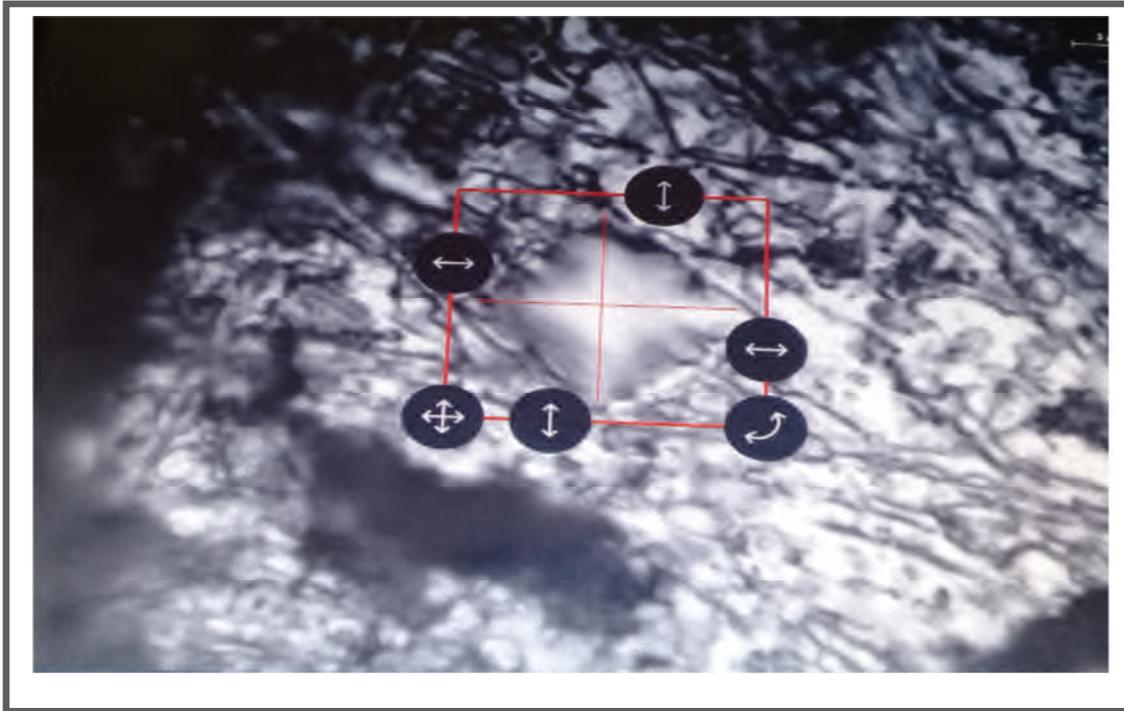
la pastille 3 (Cr75%, Mg25%), En raison de la présence de gros grains et faible densité (présence de porosités), nous remarquons leur retrait dû au processus de frittage.



**Figure III.4 :** Image de l'échantillon 4 (Mg 100%) après frittage

### III.2 Discussions sur les résultats test de dureté Vickers

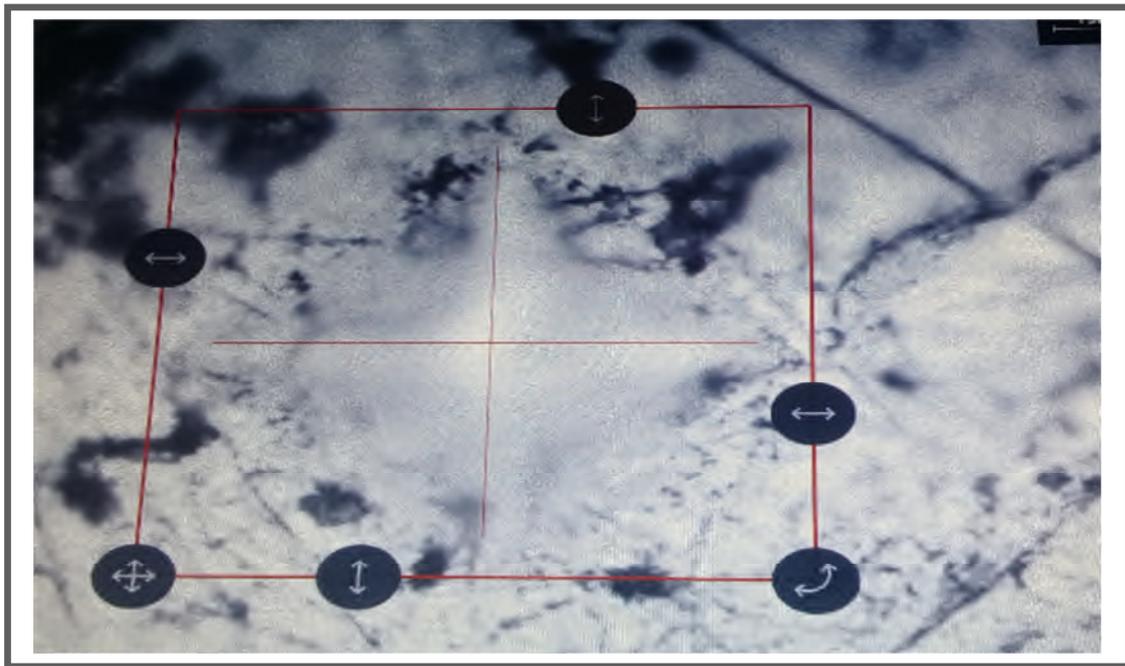
Les micrographies suivantes sont le test Vickers que nous avons fait sur nos 4 échantillons et l'échelle que nous avons prise est  $HV_{0,02}$ .



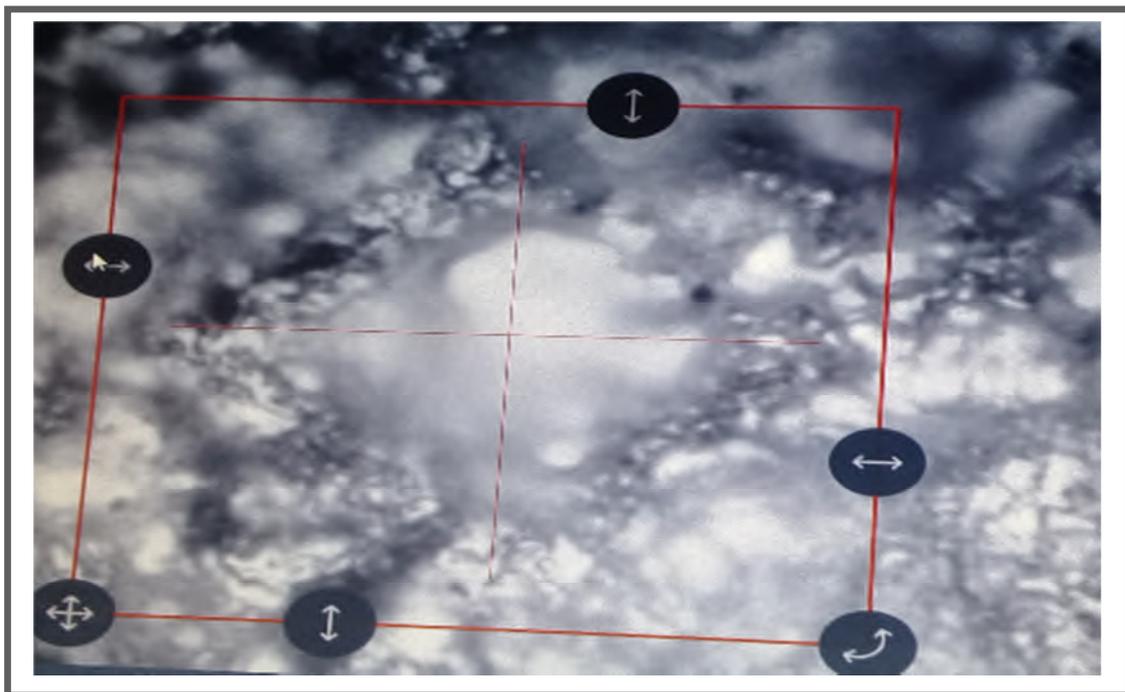
**Figure III.5 :** Photo échantillon 1 (25% Cr, 75% Mg) après le test Vickers



**Figure III.6 :** Photo échantillons 2 (50% Cr, 50% Mg) après le test Vickers



**Figure III.7 :** Photo échantillon 3 (Cr75%, Mg25% ) après l'essai Vickers



**Figure III.8 :** Photo échantillon 4 Mg(100%) après l'essai Vickers

Voici les résultats des essais de nos tests de dureté Vickers sur le tableau suivant.

**Tableau III.1:** Les résultats des essais de dureté Vickers

Pastilles	Nombres d'essai	Dureté Vickers	Moyenne
Échantillon 1 25% Cr, 75% Mg	Essai 1	55,3HV ; d1 = 26,77µm ;d2 = 25,03 µm 263HV; d1 =12,29 µm ;d2 = 11,47µm	159,15HV
	Essai 2		
Échantillon 2 50% Cr, 50% Mg	Essai 1	52,2 HV ; d1 = 27,74 µm ;d2 = 25,55 µm 42,7 HV ; d1 = 30 µm ;d2 = 28,94 µm	47,45HV
	Essai 2		
Échantillon 3 75% Cr, 25% Mg	Essai 1	271HV ; d1 = 11,21 µm d2 = 12,18 µm 268 HV ; d1 =11,72µmd2 = 11,82 µm	269,5HV
	Essai 2		
Echantillon 4 100% Mg	Essai 1	49,9 HV ; d1 = 26,17µm d2 = 28,38 µm 31,6 HV ; d1 = 34,73 µm ;d2 = 33,74 µm	40,75HV
	Essai 2		

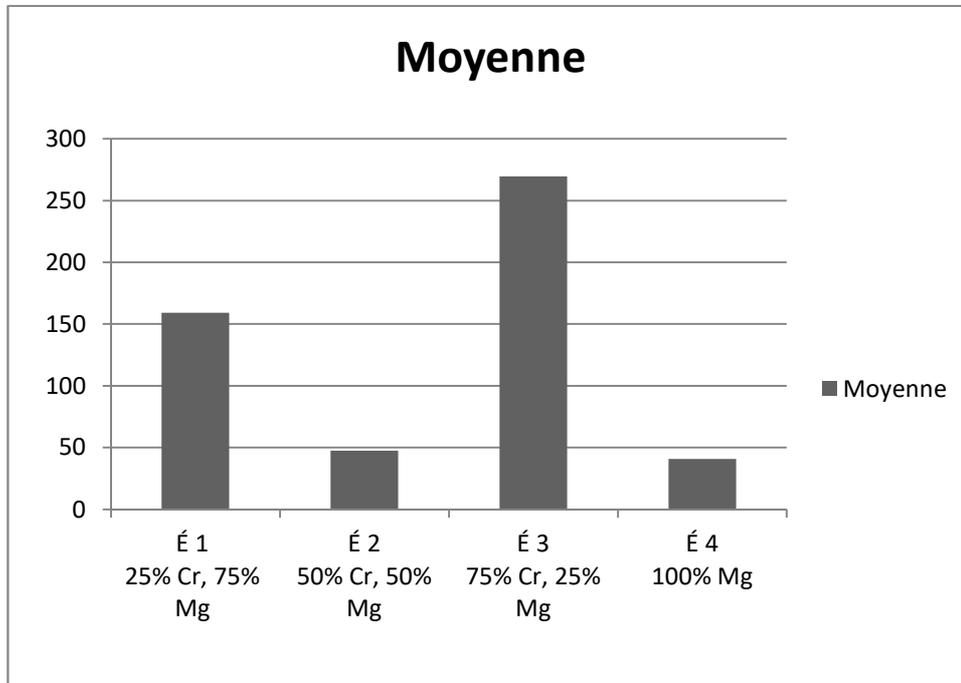
Notez que  $d_1$  et  $d_2$  sont les longueurs des deux diagonales. Après avoir fait le test Vickers, Nous remarquons que l'échantillon 3 (75%Cr et 25% Mg) présente une meilleur dureté Vikers (269,5 HV) par rapport aux autres échantillons. En effet, cela peut être expliqué par le fait que cet échantillon est similaire à un matériau composite. La matrice est en Cr, renforcée par des particules de Mg.

Cette forte dureté est due au phénomène de concentration de contraintes causées par l'introduction des particules de Mg. Au niveau de cristallographique, la coexistence les deux mailles cristallines Cr et Mg bloquent le mouvement des dislocations ce qui naturellement crée une forte contrainte au niveau de l'alliage.

Nous remarquons aussi que l'échantillon 1 (25% Cr et 75% Mg) présente aussi une dureté relativement élevée (159,15 HV). La même explication peur appliquée à ce résultat.

Par contre, les deux autres échantillons 2 et 4, nous remarquons une faible dureté comparativement aux autres échantillons.

L'histogramme ci-dessous présente l'ensemble des résultats de la dureté Vickers des différents échantillons.



**Figure III.9:** Résultat de dureté Vickers de nos pastilles

## **Conclusion**

Les résultats obtenus grâce aux expériences que nous avons faites en voyant la forme des grains produits après le processus de frittage et en découvrant la différence entre les alliages métalliques et en étudiant l'évolution de leurs propriétés mécaniques. Le test de dureté Vickers nous a permis de voir l'effet de la forte teneur en Mg.



**Conclusion:**

L'objectif des travaux menés sur les alliages Cr/Mg de trois choses très importantes à savoir: La poudre, le pressage et le frittage. Nous avons choisis de développer ces alliages en raison de leurs propriétés physico-mécaniques adaptées à ce type d'utilisation.

En menant de nombreuses études et expériences, il a été conclu que la métallurgie des poudres est un processus de production de base et plus avancé qui a le potentiel de produire de petites pièces dans de grandes chaînes. Le but de ce travail est d'apprendre à fabriquer des pièces métalliques à travers le processus de mélange de poudre Cr/Mg, puis nous les broyons à l'aide de plusieurs outils tels que le broyeur et lorsque nous terminons le broyage, nous les mettons dans des moules à granulés puis passons au pressage étape où on les met sous un piston en utilisant une force maximale en tenant compte du temps à la fin du processus de pressage avec un dispositif de pression hydraulique et ils sont sous forme de granulés, nous les frittons, qui sont utilisés pour unifier les parties vertes après l'augmentation de la température, où les grains s'unissent et se renforcent en formant des joints de grain et en éliminant la porosité qui vise à renforcer les matériaux.

A la fin du travail concluez par ce qui suit:

- La pastille 1 ( Cr 25% , Mg 75% ).
- La pastille 2 ( Cr 50 % , Mg 50 %).
- La pastille 3 (Cr 75 % , Mg 25% ).
- La pastille 4 (Mg 100% ).

La pastille (1) et (2) on observe la croissance des ponts entre les deux qui se forment lors du frittage et c'est pourquoi le processus de croissance des grains apparaît. Comme pour la pastille (3) on constate une grande dureté et un retrait des granulés dû au procédé de frittage et que la température est supérieure à la température de fusion. Et la pastille (4) les grains sont très nets du fait de la présence de pression qui de ces la frontière.

Au fin on obtient un alliage Cr/Mg dont 3 est très résistant à la dureté.

## **Résumé**

Ce travail consiste à perfectionner la production de pastilles de poudre de Cr/Mg , par opposition aux méthodes traditionnelles de production d'alliages.

Nous examinerons comment les pastilles sont préparées et traitées par frittage et l'importance de la température dans cette expérience. En prenant 4 échantillons dont 3 sont un mélange de Cr/Mg et l'autre échantillon Mg qui est pur et enfin on les soumet à la dureté Vickers pour voir s'ils résistent bien à ce test. Et à l'issue du travail réalisé et des résultats obtenus afin d'extraire un échantillon plus tolérant endurance et d'ouvrir des horizons dans le domaine des différentes technologie.

## **summary**

This Works consists in perfecting the production of Cr/Mg powder pellets. as opposed to traditional alloy production methods.

We will examine how pellets are prepared and processed by sintering and the importance of temperature in this experiment. By taking 4 samples, 3 of which are a mixture of Cr/Mg and the other Mg sample which is pure and finally they are subjected to the Vickers hardness to see if they resist this test well. And at the end of the work carried out and results obtained in order to extract a more endurance-tolerant sample and to open up horizons in the field of different technologies.

## **Références bibliographiques**

[1] **LAHCENE . MEBARKI** : Elaboration et caractérisation d'un acier a outil résistant a l'usure obtenu par la métallurgie des poudre . UNIVERSITE MOHAMED KHIDER - BISKRA .Année 20/03/2019.

[2] **CHEBALLAH . KARIMA** : RÉCUPÉRATION DU CHROME HEXAVALENT PAR DE NOUVEAUX PROCÉDÉS CHIMIQUES (DOCTORAT). UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI DE TIZI-OUZOU. Année 19 / 10 / 2017.

[3] **ABDOUDOU . ANIS et MOULAOU MOHAND** : Elaboration et caractérisation des alliages métalliques de type Cr –Mg par la métallurgie des poudres. UNIVERSITE Abderrahmane MIRA BEJAIA. Année 20/10/2021.

[4;5] **SALAH . KHELIL** : Etude et caractérisation de certains alliages de magnésium (MEMOIRE). UNIVERSITE FRERES MENTOURI CONSTANTINE. Année 16/12/2015.

[6] **BEN ABDESSELAM . DJEDJIGA** : Elaboration de matériaux nanostructures Fe-Cr par mécano-synthèse et frittage : étude structurale des produits par diffraction des rayons X. UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI de Tizi-Ouzou. Année 2016/2017.

[7] **ABDELOUAHAB. REDJECHTA**: Etude microstructurale et mécanique des alliages Cu-Zn frittés sous pression et par électrodéposition. UNIVERSITE FERHAT ABBAS - SETIF – 1. Année 30 Mai 2015.

[8] **BEN ABDESSELAM . DJEDJIGA** : Elaboration de matériaux nanostructures Fe-Cr par mécano-synthèse et frittage : étude structurale des produits par diffraction des rayons X. UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI de Tizi-Ouzou. Année 2016/2017.

[9] **LAHCENE . MEBARKI** : Elaboration et caractérisation d'un acier a outil résistant a l'usure obtenu par la métallurgie des poudre , Université MOHAMED KHIDER - BISKRA .Année 20/03/2019.

[10] **BEN ABDESSELAM . DJEDJIGA** : Elaboration de matériaux nanostructures Fe-Cr par mécano-synthèse et frittage : étude structurale des produits par diffraction des rayons X. UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI de Tizi-Ouzou. Année 2016/2017.

---

[11] **BAROURA . LAZHAR** : Contribution à l'étude des propriétés mécaniques de l'alliage Fe-Cu (Thèse doctorat). UNIVERSITE DE BATNA 2 – MOSTEFA BEN BOULAID . Année 2018.

[12] **LAHCENE . MEBARKI** : Elaboration et caractérisation d'un acier a outil résistant a l'usure obtenu par la métallurgie des poudre , Université MOHAMED KHIDER - BISKRA .Année 20/03/2019.

[13] **ABDELOUAHAB. REDJECHTA**: Etude microstructurale et mécanique des alliages Cu-Zn frittés sous pression et par électrodéposition. UNIVERSITE FERHAT ABBAS - SETIF – 1. Année 30 Mai 2015.

[14] **BEN ABDESSELAM . DJEDJIGA** : Elaboration de matériaux nanostructures Fe-Cr par mécano-synthèse et frittage : étude structurale des produits par diffraction des rayons X. UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI de Tizi-Ouzou. Année 2016/2017.

[15] **LUIS RAFAEL . OLMOS** : Etude du frittage de poudres par micro-tomographie in situ et modélisation discrète (Thèse doctorat). Génie des procédés. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2009. Français. Année 24 – Février - 2009 .

[16] **KAHINA . KHELOUI** : Elaboration de l'intermétallique Fe Al utilisé comme renfort particulaire dans les matériaux composites (Mémoire). UNIVERSITÉ MOULOUD MAMMERI DE TIZI-OUZOU. Année 2010-2011.

[17] **ARNAUD . NDAYISHIMIYE** : Sur un nouveau procédé de frittage de céramiques à basse température : le frittage hydrothermal. Développement et approche mécanistique. UNIVERSITÉ DE BORDEAUX. Année 19 décembre 2017

[18] **AMARA . CHAHRAZED**: Effet de la température de frittage sur les propriétés structural d'une céramique industrielle (Mémoire).UNIVERSITE MOHAMED KHIDER - BISKRA .Année Juin 2015.

[19] **ARNAUD . NDAYISHIMIYE** : Sur un nouveau procédé de frittage de céramiques à basse température : le frittage hydrothermal. Développement et approche mécanistique. UNIVERSITÉ DE BORDEAUX. Année 19 décembre 2017

[20] **SAMIR . BARECHE**: Élaboration et Oxydation de l'alliage (Ni-11% Al) en masse. UNIVERSITÉ MOULOUD MAMMERI DE TIZI OUZOU. Année 03/03/2011

---

[21] **BALIT.HADJILA** : Elaboration et caractérisation de poudres métalliques constituées de nanoparticules à base de Ti Ni. Université Abderrahmane MIRA BEJAIA . Année 03/10/2021.

[22] S.T.S Systèmes Photoniques – Lycée Jean Mermoz – 68300 SAINT-LOUIS. Dossier technique, interféromètre de Michelson, interféromètre T.R . IFS28 BRUKER .

[23] **NASSIMA. FOUCHAL**: Etude du frittage par infiltration dans la fabrication des outils de forage. UNIVERSITÉ HOUARI BOUMEDIEN. Année 28 décembre 2006.

[24] **GHARBI. Brahim**: Essais de dureté. UNIVERSITE DE BATNA 2 FACULTE DE TECHNOLOGIE ( Travaux Pratiques) .