

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 :

ABDOUDOU Anis

MOULAOUI Mohand

Thème

**Elaboration et caractérisation des alliages métalliques de type Cr –Mg par la
métallurgie des poudres.**

Soutenu le 20/10/2021 devant le jury composé de:

Mr. professeur	Khelfaoui youcef	Président
Mr. docteur	Amari djamel	Rapporteur
Mr. docteur	Rassim younes	Examineur

Année Universitaire 2020-2021

Remerciement

*En préambule à ce mémoire nous remerciant **Allah** qui nous a aidés et nous a donné la patience et le courage durant la réalisation de ce travail.*

*Nous remerciant tout d'abord notre promoteur Dr **AMARI DJAMEL** pour ses précieux et pertinents conseils et ses orientations, ajusté le long de ce travail, Nos lui témoigne toute nos gratitude, pour sa disponibilité, sa patience, son savoir et sa modestie.*

*Nous sommes très honorée que Monsieur le Professeur **Khelfaoui youcef** , ait accepté d'être le président de notre jury de mémoire, nous le prie de trouver ici l'expression, de nos remerciements les plus sincères.*

*nous remercie vivement Monsieur le Dr **Rassim younes** . qui a bien voulu examiner ce travail, qu'il soit assuré de notre sincère appréciation et de notre respect.*

*Nous tenon aussi a remercié **massinissa bettach** et **madame bradai** et tout le personnel du département génie mécanique, pour leur collaboration, ainsi qu'a tous les techniciens du hall technologie.*

Pour finir, nous remerciant nos enseignants qui ont été toujours à nos côtés toute au long des cycles de nos études.

Dédicaces

Je dédie ce travail,

A mon cher père SALEM, qui ma apporté un grand aide durant tout mon parcours, et qui ma toujours embellit avec son savoir et ces connaissance, aucune dédicace ne saurait exprimer ma reconnaissance envers les sacrifices que tu ma consentis, que dieu te garde pour moi.

A la femme qui a souffert sans me laisser souffrir, qui ma entouré d'amour et d'affection et qui na épargné aucun effort pour me rendre heureux, les mots ne pourrais jamais exprimer mon respect et ma gratitude pour toi ma cher mère NASSIMA que dieu te protège et te grade pour moi.

A mes deux frères ADEL et ABDOU et ma petite sœur CHINZA.

A tout mes cousins et cousines, en particulier yuyu, aksil , samir , abdel ghani

A mes amis les plus proche, mazigh , massaoud, hocine ...

Ames mes oncles et mes tantes.

A la mémoires de mon grand père et a ma grande mères.

ABDOUDOU ANIS

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail

*A ceux qui m'ont éclairé le chemin
et m'ont offert tout ce qui est cher et
Comble le cœur dans la vie avec une
immense*

Générosité et une tendre affection.

*A toi ma très chère mère NOUARA et à toi
mon père ABD ELKADER*

*A mon frère ADEL MOULAOUÏ, à mes
sœurs et à leurs enfants.*

A toutes mes amies.

À tous ceux qui m'ont apporté leur aide.

MOHAND MOULAOUÏ

Abréviations

HV : la dureté Vickers.

F : force appliquée.

Cr : chrome.

Mg : magnésium.

N : nombre d'atomes.

N₀ : nombre totale des atomes.

e : énergie d'activation.

K : constant de Boltzmann.

W : tungstène.

WC : carbure de tungstène.

Mo : Molybdène.

Cu : Cuivre.

Ag : L'argent.

MEB : Microscopie électronique à balayage.

Hc : hexagonale compacte.

Al : aluminium.

Fe : fer

Liste des figures

Chapitre I: Métallurgie des Poudres

Figure I.1 : Procédé de fabrication des poudres.....	9
Figure I.2 : Broyages des materiau (fragile/ductile).....	11
Figure I.3 : Mécanisme de frittage.....	12
Figure I.4 : Forme de grains de poudres metallique	13
Figure I.5 : Les étapes à suivre pour réalisé un comprimé.....	17
Figure I.6 : Les trois principales étape de frittage en phase liquide.	20
Figure I.7 : Le changement d'importance de porosité au cour de frittage	22
Figure I.8 : Premier stade frittage	23
Figure I.9 : Phase intermediaire de frittage	23
Figure I.10 : Phase finale de frittage	24

Chapitre II : Matériaux et techniques expérimentales

Figure II.1 : Poudre de magnésium	28
Figure II.2 : Poudre chrome	28
Figure II.3 : La forme des grains de poudre du chrome au microscope optique.....	29
Figure II.4 : La forme des grains de poudre du magnésium au microscope optique	29
Figure II.5 : Moules à pastilles	31
Figure II.6 : Presse de laboratoire.....	32
Figure II.7 : Les pastilles produites de processus de compression	32
Figure II.8 : Les fours de traitement thermiques	34
Figure II.9 : Microduromètre Zwick ZHV 10	36
Figure II.10 : Principe de dureté Vickers	37

Chapitre III: Résultat et discussion

Figure III.1 : Image de l'échantillon 1 après frittage..... 39

Figure III.2 : Image de l'échantillon 2 après frittage 39

Figure III.3 : Image de l'échantillon 3 après frittage 40

Figure III.4 : Image de l'échantillon 5 après frittage 40

Figure III.5 : Photo échantillon 1 (Cr25%, Mg75%) après le test Vickers..... 41

Figure III.6 : Photo échantillons 2 (Cr50%, Mg50%) après le test Vickers..... 41

Figure III.7 : Photo échantillon 3 (Cr75%,25%) après l'essai Vickers. 42

Figure III.8 : Photo échantillon 5 Mg(100%) après l'essai Vickers..... 42

Figure III.9 : Résultat de dureté Vickers de nos pastilles..... 44

Liste des tableaux

Chapitre I: Métallurgie des Poudres

Tableau I.1 : Séparation des grains.....	14
--	----

Chapitre II : matériaux et techniques expérimentale

Tableau II.1 : Propriété de (Cr/Mg).....	27
Tableau II.2 : Les différents mélanges de poudre.....	30
Tableau II.3 : Les différents mélanges en fonction de leurs poids	31
Tableau II.4 : Les températures de chauffage des pastilles	33
Tableau II.5 : Les températures nécessaire pour former la phase primaire de frittage	35

Chapitre III: Résultat et discussion

Tableau III.1 : Les résultats des essais de dureté Vickers.....	43
---	----

Sommaire

Remerciement

Dédicaces

Abréviation

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale..... 1

Chapitre I : Métallurgie des Poudres

I.1 Introduction..... 3

I.2 Quelques définitions..... 3

I.3 Présentation de chrome (Cr)..... 4

I.3.1 Généralités sur le chrome (Cr) 4

I.3.2 Impact sur l'environnement..... 4

I.3.3 Impact sur la santé 5

I.3.4 Toxicité de chrome 5

I.3.5 Utilisation 6

I.4 Présentation de magnésium (Mg) 6

I.4.1 Généralités sur le magnésium (Mg)..... 6

I.4.2 Métallurgie de magnésium 7

I.5 Métallurgie des poudres 8

I.6 Élaboration des poudres métalliques..... 9

I.6.1 Procédés mécaniques	10
I.6.1.1 Le broyage	10
I.6.1.2 Atomisation	11
I.6.2 Procédé physique	12
I.6.3 Procédé chimique	12
I.7 Principe de frittage	12
I.8 propriétés des poudres métalliques.....	13
I.8.1 Les formes de poudres	13
I.8.2 Caractéristique morphologique et dimensionnelle	13
I.8.3 Caractéristique physique et chimique	14
I.9 Technique de frittage	15
I.9.1 Mélange	15
I.9.2 Formage par compression	15
I.10 Etapes d'élaboration par métallurgie des poudres	17
I.10.1 Le frittage	17
I.10.2 Paramètres de frittage	18
I.10.2.1 Température de frittage	18
I.10.2.2 Durée de frittage	19
I.10.2.3 Compression des poudres	19
I.10.2.4 Atmosphère de frittage	19
I.10.2.5 La grosseur des grains	19
I.10.3 Mécanisme de frittage	19

I.10.4 Les différents types de frittage	20
I.10.4.1 Frittage en phase solide	21
I.10.4.2 Frittage en phase liquide	21
I.10.5 Changement dimensionnelle est le retrait	21
I.10.6 Les stades de frittage	22
I.10.6.1 Stade primaire de frittage	22
I.10.6.2 Stade intermédiaire (cristallisation)	23
I.10.6.3 Stade finale	24
I.10.7 Les différentes voies de diffusion en phase solide	24
I.10.7.1 Au joint de grain	25
I.10.7.2 En surface	25
I.10.7.3 En volume	25
I.10.7.4 Par évaporation condensation	25
I.10.7.5 Frittage en phase liquide	26
I.11 Conclusion	26
Chapitre II : <u>Matériaux et techniques expérimentales</u>	
II.1 Introduction	26
II.2 Propriété de (Cr/Mg)	26
II.3 La morphologie des poudres (Mg-Cr)	27
II.4 Élaboration d'alliage (Mg-Cr)	29
II.4.1 Mélange de poudre	29
II.4.2 La préparation des pastilles	29
II.4.3 Frittage des pastilles	32
II.4.4 Les températures nécessaires pour former la phase primaire de frittage	33

II.5 Test de dureté Vickers35

 II.5.1 Essai VICKERS35

II.6 Conclusion37

Chapitre III : Résultat et discussion

III. 1 Introduction39

III.2 Discussion sur les résultats de frittages39

III.3 Discussions sur les résultats test de dureté VIKERS41

III.5 Conclusion44

Conclusion générale45

Références bibliographiques.....46

Résumé.....48

Introduction générale

L'homme se sert de matériaux depuis qu'il construit son habitat, ses outils, ses armes et ses bijoux. Bref, depuis qu'il est homme. Sa capacité à créer des matériaux utiles, plus efficaces pour les tâches journalières constitue depuis toujours un avantage social important et une source de puissance et de maîtrise de son milieu. C'est pourquoi, de tout temps, les hommes qui savaient créer des matériaux nouveaux à partir de matières banales jouissent d'un grand prestige. Pourtant on considère généralement que la science des matériaux ne date que du début du XXe siècle.

La Métallurgie des poudres est aussi ancienne que l'art des potiers et des céramistes. Cependant, ce qui n'était que techniques ancestrales purement empiriques s'est transformé en une discipline scientifique dans les années 1930, dès qu'on a commencé à comprendre les phénomènes observés. Cette compréhension est d'autant plus nécessaire que les techniques relevant de la métallurgie des poudres présentent un grand intérêt pour certaines fabrications industrielles : préparation de céramiques et de métaux réfractaires, de pièces mécaniques structurales, de coussinets, de filtres, de barrières de diffusion, de combustibles nucléaires.

La métallurgie des poudres diffère de la plupart des techniques métallurgiques en ce qu'elle n'implique jamais la fusion totale du matériau mis en œuvre. Elle est employée soit parce qu'elle est un moyen commode de produire certains métaux ou alliages dotés de propriétés physiques ou mécaniques particulières (élaboration de métaux réfractaires, tel le tungstène, d'alliages ou de pseudo-alliages de deux matériaux non miscibles à l'état liquide, comme le cuivre et le graphite, ou encore de pièces poreuses dans toute leur masse), soit parce qu'elle est une méthode de fabrication relativement économique quand un grand nombre de petites pièces mécaniques identiques est requis. Elle permet en outre d'obtenir directement les pièces à la forme voulue, avec peu ou pas de finition

La Technologie d'aujourd'hui se doit d'être écologique et économique, par une réduction de la consommation d'énergie et des matières premières. L'élaboration des pièces à base de fer par la métallurgie des poudres est l'une des techniques pour atteindre cet objectif. Les pièces mécaniques à base de fer qui composées de plusieurs éléments d'addition peuvent répondre à différentes exigences fonctionnelles mécaniques ou physicochimiques. Par exemple, l'emploi conjoint d'un acier et d'un carbure cémenté permet d'obtenir une pièce à la fois tenace et dure. Ce mélange de matériau est ainsi utilisé dans différentes applications telles

que les outils de coupe et de forage ou les matériaux de blindage. La réalisation classique de ce type des alliages passe généralement par plusieurs étapes de fabrication tel que:

L'élaboration des deux matériaux, l'assemblage, l'usinage. L'utilisation de la métallurgie des poudres permet de diminuer le temps et le coût d'usinage. Les pièces peuvent ainsi être fabriquées en quelques étapes : compression des poudres dans la forme souhaitée, frittage puis rectification des pièces.

La métallurgie des poudres est un procédé d'élaboration direct sans fusion de pièces métalliques mais elle est plus développée. Elle s'associe de plus en plus en procédé anciens d'élaboration ou de transformation des métaux. Pour contribuer à créer des voies nouvelles d'obtention de alliages métalliques. Le procédé assure l'uniformité des dimensions et des propriétés des pièces, vu que la compression et le frittage sont des opérations répétitives, identiques pour les grandes séries. Ce procédé d'élaboration des alliages par le frittage est en plein développement car il est généralement plus simple que les autres techniques. Elle présente également l'avantage d'une grande souplesse d'utilisation et conduit à la formation de structure de haute qualité. Dans cette perspective, le frittage en phase solide a été choisi comme méthode alternative pour la synthèse de nos alliages.

L'Objectif primaire de ce mémoire est de bien définir la métallurgie des poudres afin d'élaborer un alliage de Cr / Mg, tout en définissons les étapes essentiels.

Le premier chapitre est consacré pour présenter la bibliographie de Cr/Mg, les généralités sur la métallurgie des poudres, son élaboration et ces propriétés avec les procédés mécaniques physiques et chimiques, est enfin les techniques de frittage.

Dans le chapitre deux, nous allons présenter les propriétés de Cr/Mg ainsi sa morphologie, et élaborer notre alliage avec frittage, est nous finirons par un test dureté Vickers.

Dans le chapitre trois, nous allons discuter les résultats de nos expériences.

Chapitre I

Métallurgie des Poudres

I.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous mènerons une étude bibliographique sur la métallurgie des poudres, nous allons aussi définir nos deux poudres (Cr/Mg), est nous finirons par présenter les diverses méthodes utilisées pour l'élaboration des poudres métalliques ainsi que les techniques des mises en forme de ces poudres.

On y trouve plusieurs procédés de mises en forme des matériaux métalliques, voici les principaux :

- Usinages/décolletages,
- Fonderie,
- Forgeage,
- Métallurgie des poudres.

I.2 Quelques définitions

Le rôle de la métallurgie des poudres est de rassembler les techniques qui permettent d'obtenir un objet à partir de poudre. En principe, un ou plusieurs métaux ou céramique en poudres sont comprimés et portés en température sans que le composant principal n'entre en fusion (frittage).

On a trouvé des matériaux qu'il n'est pas possible ou difficile de mettre en forme par un autre procédé, que la métallurgie des poudres :

- Les matériaux réfractaires : tungstène ($T_{\text{fusion}} = 3410^{\circ}\text{C}$), tantale ($T_{\text{fusion}} = 2996^{\circ}\text{C}$), molybdène ($T_{\text{fusion}} = 2610^{\circ}\text{C}$).
- Les céramiques ($T_{\text{fusion céramique}} > T_{\text{fusion métaux}}$).
- Les matériaux réagissant violemment avec l'atmosphère.
- Les alliages de matériaux qu'il est impossible d'obtenir par d'autres voies que le mélange initial des poudres solides: substances insolubles l'une dans l'autre à l'état liquide ou dont les températures de fusion sont très différentes Exemple : Contacteurs électriques (W, Mo ou WC + de 30 à 50% de Cu).

La métallurgie des poudres est une technique tout à fait originale et diffère totalement des autres techniques classiques de mise en forme d'objet métallique. Cette originalité vient du fait de la matière première qui est sous forme de poudre, ce qui permet de créer un large éventail de pièces tout en restant économiquement favorable.

La métallurgie des poudres est l'ensemble des techniques de fabrication des pièces métalliques par frittage et compression de poudres.

I.3 Présentation de chrome (Cr)

I.3.1 Généralités sur le chrome (Cr)

Le chrome est l'un des métaux les plus largement employés dans l'industrie grâce à sa solidité, sa dureté et sa résistance à la corrosion. Dans les industries chimiques, ce sont surtout les bichromates qui sont les plus employés. Les sels hexavalent, totalement solubles, sont utilisés en tannerie, dans la peinture et la teinture, les explosifs, la céramique, le traitement du bois de même que par l'industrie papetière. Les sels trivalents sont utilisés comme mordants en teinture, en céramique, en verrerie et en photographie. Cependant, le stockage inadapté et des structures défaillantes sont à l'origine de graves pollutions industrielles. Le sol étant le plus touché avec 900 tonnes de chrome rejetées par an. Viennent ensuite les eaux de surface qui récupèrent environ 140 tonnes par an et l'atmosphère avec 30 tonnes par an.

Le chrome est utilisé à profusion dans l'industrie métallurgique pour la production d'alliage de fer-chrome comme l'acier inoxydable, l'acier rapide, les alliages de fonte et les alliages non ferreux. Le chrome est aussi utilisé dans la fabrication de briques réfractaires, de revêtements intérieurs de fournaies, de mortiers et de produits mis en forme par moulage, de même que dans les matériaux de revêtement pour fermer les ports et pour joindre les briques dans les fournaies. Un autre usage important du chrome est dans les applications chimiques comme la finition des métaux Cr (VI), le contrôle de la corrosion Cr (III), le tannage Cr (III) et la finition du cuir, le traitement du bois Cr (VI) et la production dépigmentes Cr (VI) et Cr (III) [1].

I.3.2 Impact sur l'environnement

Il y a plusieurs types de chrome. Le chrome pénètre dans l'air, l'eau et le sol sous formes chroment (+III) et chrome (+VI) lors des processus naturels et du fait de l'activité humaine. Les principales activités humaines qui augmentent les concentrations en chrome (+III) sont la fabrication de l'acier, du cuir et des textiles.

Les principales activités humaines qui augmentent les concentrations en Chrome (VI) sont la fabrication de produits chimiques, de cuir et de textile, l'électro-peinture et autres applications du Chrome (+VI) dans l'industrie. Ces applications augmentent principalement les concentrations en chrome dans l'eau. Lors de la combustion du charbon, il peut aussi se retrouver dans l'air et lors de l'évacuation des eaux le chrome peut se retrouver dans le sol. La plupart du chrome se lie fortement aux particules du sol et, par conséquent, il ne se déplace pas jusqu'aux eaux souterraines. Dans l'eau, le chrome est absorbé sur les sédiments et devient immobile, seule une petite partie du chrome qui se retrouve dans l'eau finit par se dissoudre. Mais lorsque la quantité du chrome dans le sol augmente, cela peut mener à des concentrations plus élevées dans les cultures.

L'acidification des sols influence aussi la consommation de chrome par des cultures. En général, les plantes absorbent uniquement le chrome (+III). C'est peut-être le type essentiel de chrome, mais lorsque les concentrations dépassent une certaine valeur, des conséquences négatives peuvent toujours se produire.

I.3.3 Impact sur la santé

On sait que le chrome (+VI) a diverses consistances sur la santé, quand il est composé dans les produits en cuir, il peut provoquer des réactions allergiques, telles que des éruptions cutanées. Lorsqu'on respire le chrome (+VI), il peut provoquer des irritations nasales et des saignements de nez.

Le chrome (VI) peut avoir d'autres conséquences qui sont [5] :

- Éruption cutanée.
- Estomac dérangé et ulcères.
- Système immunitaire affaibli.
- Problèmes respiratoires.
- Dommages au foie et au rein.
- Altération du matériel génétique.

I.3.4 Toxicité de chrome

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 diverses conséquences sur la santé, sur la faune et la flore [6]. Les effets néfastes connus du chrome hexavalent sur la santé sont la nécrose du foie, les allergies cutanées et le cancer des poumons [8,9]. Ces maladies résultent souvent de l'ingestion des sels de chrome par voie orale, d'une simple dose de chrome hexavalent à 10 mg/kg de poids corporel.

Les composés hexavalents du chrome sont absorbés plus facilement que les composés trivalents. Les données chez l'animal suggèrent une absorption pulmonaire de 53 à 85 % et de 5 à 30 % pour les particules inhalables de chrome (+VI) et de chrome (+III), respectivement [10].

I.3.5 Utilisation de la poudre de Cr

En métallurgie, pour améliorer la résistance à la corrosion, et rajouter un fini brillant :

- Comme constituant d'alliage (par ex. dans l'acier inoxydable).
- Dans le plaquage au chrome (chromage).
- Dans l'aluminium anodisé.

- Comme catalyseur dans certaines réactions d'hydrogénation.
- Les sels de chrome sont utilisés pour donner une couleur verte au verre.
- Les chromates et les oxydes sont utilisés dans les colorants et les peintures. Au début du 19^{ème} siècle le chromate de plomb, d'un jaune vif, bien opaque et résistant à la lumière, est utilisé comme pigment, ses couleurs vont du jaune vert au jaune orangé mais ont l'inconvénient d'être toxiques.
- Le chrome est extrait des mines sous forme de minerai de chromite FeCr_2O_4 . Le chrome est obtenu commercialement en chauffant le minerai en présence d'aluminium ou de silicium.
- À peu près la moitié du minerai de chromite est produit en Afrique du Sud. Le Kazakhstan, l'Inde et la Turquie sont aussi des producteurs importants. On trouve des dépôts de chromite importants, mais géographiquement concentrés au Kazakhstan et en Afrique du Sud.

- Approximativement 15 millions de tonnes de chromite ont été produites en 2000, et converties en à peu près 4 millions de tonnes de ferrochrome pour une valeur marchande de 2,5 milliards de dollars.

I.4 Présentation de magnésium (Mg)

I.4.1 Généralités sur le magnésium (Mg)

Le Mg constitue le huitième élément le plus abondant sur la Terre, de par ses importantes ressources géologiques (2% de la croûte terrestre) dans lesquelles il se présente principalement sous la forme de carbonates (magnésite, dolomie), et de par sa concentration élevée sous forme de sels dans l'ensemble des océans et mers (1,3 kg de Mg pour 1 m³ d'eau de mer).

Outre son abondance, le Mg présente une masse volumique très faible de 1,74 g/cm³, 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 pour le Mg, dans lequel l'allègement des structures est fortement recherché.

En comparaison de l'aluminium et du fer qui sont les métaux de structure les plus utilisés actuellement dans ce secteur, la densité du Mg est respectivement 35 % et 75 % inférieure à celles de ces métaux, tout en présentant des propriétés mécaniques spécifiques proches. A ces précédents points s'ajoute une capacité à amortir les vibrations plus importante que l'Al et le Fe.

I.4.2 Métallurgie de magnésium

La structure cristalline hexagonale compacte (HC) du mg, dont le rapport des paramètres de maille a/c est environ égal à 1,62, lui confère une ductilité limitée, plus faible que l'Al et le Fe.

En effet, la structure HC comporte un nombre de systèmes de glissement restreint à température ambiante: 3 géométriques et 2 indépendants. Ce nombre limité de systèmes de glissement fait que le Mg ne respecte pas les critères de Von Mises, qui stipulent la nécessité d'en posséder au moins 5 indépendants, afin de garantir l'intégrité des joints de grains lors de la déformation plastique. Ce manque de systèmes de glissement est néanmoins résolu par la génération de macles au cours de la déformation plastique du Mg.

À 225°C, le Mg montre un changement dans son comportement ductile, causé par l'activation de systèmes de glissement supplémentaires [11].

-En dessous de 225°C, la déformation du Mg est limitée au système de glissement basal et à la création de macles qui s'initie une fois le système basal saturé.

-Au-dessus de 225°C, les systèmes de glissement non basaux (prismatiques puis pyramidaux) deviennent actifs [11].

La déformation plastique est facilitée par la formation de dislocations émanant de ces systèmes et continue à être accompagnée par la création de macles. Ce mécanisme de déformation constitue la principale raison pour laquelle le Mg ne développe pas une forte capacité à se déformer plastiquement.

Par ailleurs, le Mg est un puissant réducteur, capable de se combiner à l'oxygène, au soufre et aux composés halogénés. Suivant l'application, ce pouvoir réducteur peut s'avérer être un avantage ou un inconvénient majeur. Il trouve par exemple son intérêt dans la production d'anodes sacrificielles, permettant de prévenir la corrosion par galvanisation de composés métalliques plus nobles [11].

Toutefois, il représente un frein important pour l'utilisation du Mg en tant que matériau de structure. Outre sa faible résistance à l'oxydation le menant à une durée de vie limitée, le Mg peut être à l'origine de vives réactions d'oxydoréduction, conduisant au déclenchement de feux difficilement contrôlables.

Cette instabilité fait que le Mg est rarement employée sous sa forme pure, mais est généralement allié à des éléments tels que l'aluminium, le zirconium et l'yttrium. Deux raisons sont venues pour la réduction de l'utilisation de magnésiums :

- La première a été leur résistance à l'oxydation qui demeurait faible et les conduisait à avoir une durée de vie plus courte que celle des autres métaux concurrents (alliages d'Al et acier).

-La seconde a été les risques potentiels d'inflammation qu'ils présentaient [12].

I.5 Métallurgie des poudres :

La métallurgie des poudres peut être caractérisée par les trois mots clés suivants : **poudre**, **pression** et **température**. Les différents modes de fabrication sur laquelle elle repose, permettent l'obtention des pièces poreuses ou non, de formes, dimensions et masses variés. Les techniques intervenant successivement au cours de l'élaboration d'un composant peuvent se résumer de façon suivante [13] : élaboration de la poudre, densification et mise en forme, frittage, calibrage, traitements thermiques, finitions.

I.6 Élaboration des poudres métalliques

C'est un ensemble des particules dont la taille est généralement comprise entre 1 et $500\mu\text{m}$ [11], on y trouve de nombreux procédés de fabrication de poudre [11], dans ce qui suit, on essaye de donner un aperçu sur ces méthodes.

On peut diviser la technique de fabrication des poudres métallique comme dans ce qui suit :

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

La figure I.1, nous montre le procédé de fabrication des poudres .

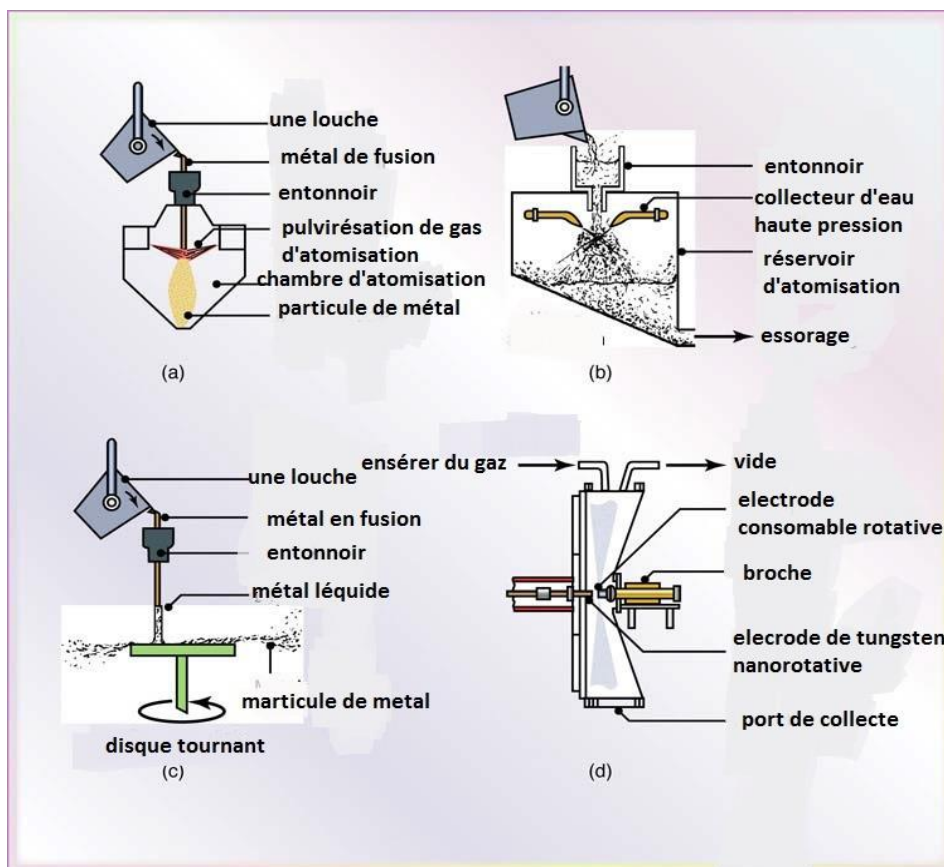


Figure I.1: Procédé de fabrication des poudres [14].

I.6.1 Procédés mécaniques

I.6.1.1 Le broyage

Bien que connu depuis longtemps, le broyage est aujourd'hui une technique d'une importance capitale dans la production industrielle des poudres.

Cette technique garantit les plus forts tonnages dans le cas des matériaux fragiles, mais elle peut être aussi mise à contribution pour le broyage de certains matériaux ductiles, et cela dans le cas de la mécano-synthèse ou technique d'obtention d'alliages à froid.

On y trouve deux types de broyage :

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

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

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

Le matériau fragile est pris entre deux billes en mouvement ou entre la paroi et la bille, il se désintègre par clivage (rupture fragile). Dans le cas d'un matériau ductile, il y a déformation plastique et écouissage. Une désintégration fragile intervient alors après l'écrouissage. **La figure I.2** illustre les résultats du broyage de matériau fragile et de matériau ductile [15].

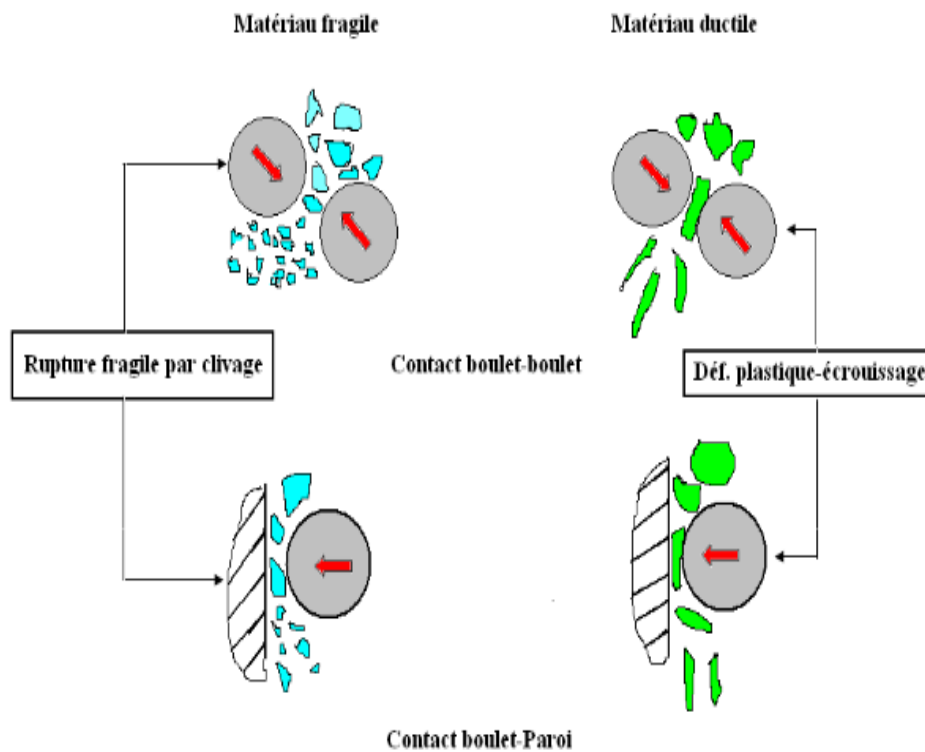


Figure I.2: Broyages des matériaux (fragile/ductile) [15].

I.6.1.2 Atomisation

Principale technique de production des poudres de métaux ou d'alliages (poudres de fer pur, aciers, poudres d'aluminium, cuivre, titane, nickel, chrome, aciers inoxydables, alliages et superalliages...). Les poudres atomisées représentent 60% de la production globale des poudres [11].

❖ Principe de l'atomisation

Le métal liquide est dispersé en fines gouttelettes qui se solidifient rapidement dans le milieu de refroidissement (eau, air, gaz inerte) pour donner une poudre.

On cite aussi qu'il ya déférente technique par atomisation comme :

- Atomisation a l'eau.
- Atomisation au gaz.
- Atomisation subsonique au gaz.

I.6.2 Procédé physique

La méthode physique se réfère 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. Ils existent d'autres techniques physiques telles que l'ultrason.

I.6.3 Procédé chimique

Parmi les techniques chimiques, on distingue une diversité de méthodes de préparation des poudres qui consistent à faire intervenir un réactant et un réactif.

L'une des méthodes chimiques existant pour l'élaboration des poudres métalliques, la réduction des oxydes qui consiste à broyer mécaniquement les oxydes métalliques puis les réduire par chauffage à une température inférieure à la température de fusion de métal

Constituant et cela en présence d'agent réducteurs. Il existe d'autres méthodes telles que :

L'électrolyse et les méthodes basées sur la réduction à partir d'un réactant liquide (élimination de solvant, la précipitation, le procédé sol/gel, ... etc) [11].

I.7 Principe de frittage

Le mécanisme de base du frittage est la création de liaisons entre les grains de poudres par diffusion d'atomes sous l'action de contrainte superficielle et de la température.

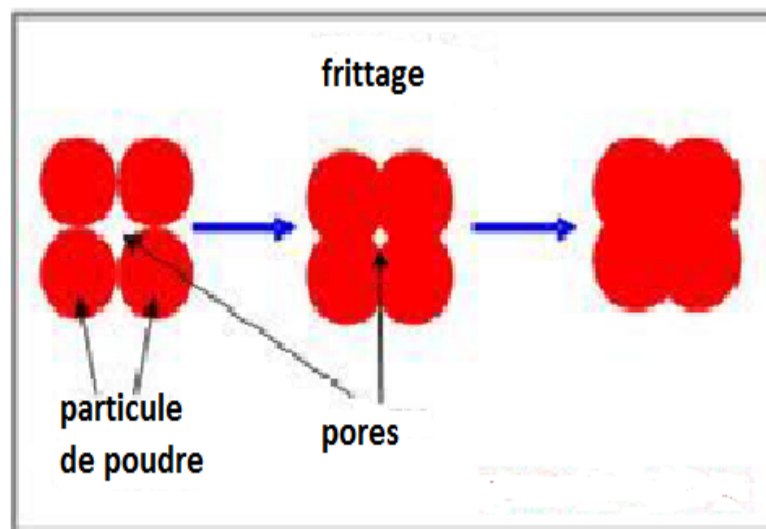


Figure I.3 : Mécanisme de frittage.

Nous avons défini le principe de frittage parce que c'est le l'un des paramètres fondamentaux pour élaborer notre poudre.

I.8 Propriétés des poudres métalliques

I.8.1 Les formes de poudres

La forme de la particule est étroitement reliée au mode de production et au matériau utilisé. La principale méthode utilisée pour clarifier la forme des particules de poudre est le microscope électronique à balayage (MEB).

Les principales formes de particules observées sont regroupées à la **(figure I.4)** [14]. La forme des particules joue un rôle très important afin de fabriquer les pièces par technique de la métallurgie des poudres.

I.8.2 Caractéristique morphologique et dimensionnelle

A. morphologie

L'observation par microscope montre que la forme des grains varie selon le procédé d'obtention de la poudre, comme l'on aperçoit sur la **(figure I.4)** [14].

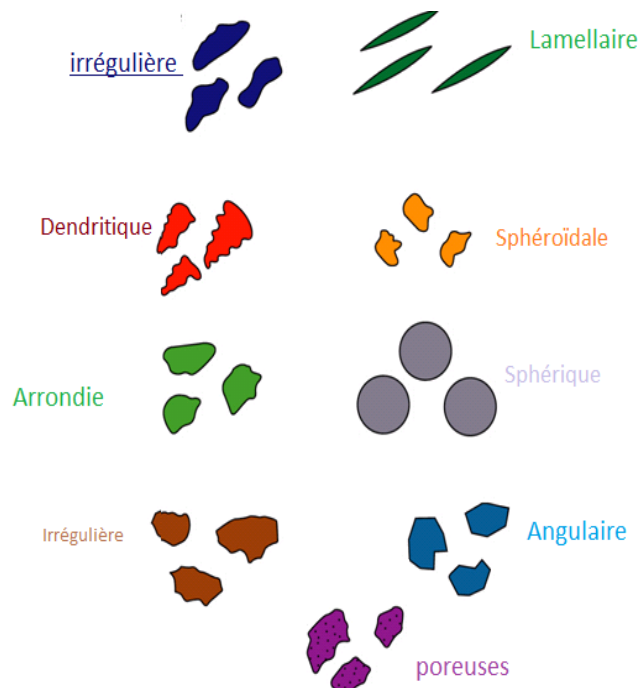


Figure I.4 : Forme de grains de poudres métallique [14].

Depuis la sphère parfaite jusqu'aux aiguilles et à la lamelle, la propriété des poudres métalliques a une importance fondamentale sur le résultat de frittage.

B. Analyse granulométrique

La grosseur des grains, leurs formes et leurs répartitions granulométriques est une caractéristique importante pour l'utilisation des poudres. Pour cela il existe plusieurs méthodes d'analyse dans le but de séparer les poudres selon les tailles.

Tableau I.1 : Séparation des grains [14].

Méthodes de séparation	Taille des grains
Tamis	60-100 (μm)
Microscope optique	0.5-100 (μm)
Sédimentation	1-80 (μm)
Microscope électronique	5-1000 (μm)

I.8.3. Caractéristique physique et chimique

Pour garantir l'aptitude ultérieure des poudres au frittage, il est important de connaître leurs propriétés physiques et chimiques, qui peuvent être :

A. Aptitude à l'écoulement

Cette grandeur, liée au temps d'écoulement d'une masse donnée de poudre dans un entonnoir détermine, permet d'évaluer la durée du remplissage de la matrice [16].

B. Masse volumique

La masse ou densité apparente de la poudre à l'état libre ou après tassage à volume constant: cette caractéristique sert à déterminer le volume occupé par la poudre avant compression ce qui définit les dimensions de l'outillage sur presse [11].

C. Volume massique apparent

Cette donnée permet de déterminer le volume à prévoir pour la cavité de la matrice. Le volume massique apparent augmente avec la finesse de la poudre, avec la rugosité des grains, avec leur porosité; il est minimal quand la poudre est un mélange en proportions convenables de particules de diverses dimensions.

D. Compressibilité

Le comportement d'une poudre à la compression dépend de deux facteurs : variation de la masse volumique en fonction de la pression, et aptitude à la mise en forme (netteté des arêtes vives).

E. Cohésion du comprimé

Cela représente un critère de qualité du mélange des poudres résistant à la flexion ou à tout autre essai mécanique de rupture par flexion, compression ou cisaillement d'un comprimé en forme de barreau.

I.9 Technique de frittage

I.9.1 Mélange

Avant de passer au procédé de mise en forme, la poudre doit être bien choisie à fin d'avoir des avantages économiques, au cours de ce choix, il faut tenir compte des facteurs suivants [11] :

- Forme de particule poudreuse.
- Grosseur de la particule.
- Qualité de fluage.
- Compressibilité.
- Aptitude au frittage.

Ce mélange s'effectue soit à sec, soit à la présence d'un liquide. Le liquide (hydrocarbure, solvant chloré acétone ...) protège les produits de l'oxydation par l'air et facilite le mélange [11].

I.9.2 Formage par compression

Nous allons décrire quelque technique de compression vue leur importance dans les procédés de mises en forme avec poudres métallurgiques.

a. Compression uniaxiale

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

b. Compression unilatérale

Dans ce type de compression, un seul poinçon est mobile pendant la compression. Ce qui fait le mouvement des grains les uns par rapport aux autres est plus important dans la partie voisine du poinçon mobile qu'en s'éloignant ainsi, on obtient une uniformité de la densité de

l'aggloméré: Forte densité près du poinçon mobile et faible densité près du poinçon immobile (fixe).

c. Compression bilatérale

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

d. Compression isostatique à froid

Le principe de ce procédé, dont la sollicitation sont purement mécaniques, consiste à émerger un conteneur souple rempli de poudre dans un liquide, Habituellement de l'eau, qui est comprimé à une haute pression. 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.

e. Compression isostatique à chaud

Ce procédé combine des sollicitations mécaniques et thermiques son principe consisté à placé de la poudre dans un conteneur sur lequel est appliquée une pression isotrope. Celle-ci est portée à une température proche de la température de fusion de matériau. La méthode est utilisé pour la consolidation de matériau telle que les outils en acier, le super alliage à base de nickel, titan, et composite a matricé en aluminium. Les pièces obtenues par ce procédé ont des propriétés physiques et mécaniques isotrope avec une porosité minime, en particulier pour les pièces massives.

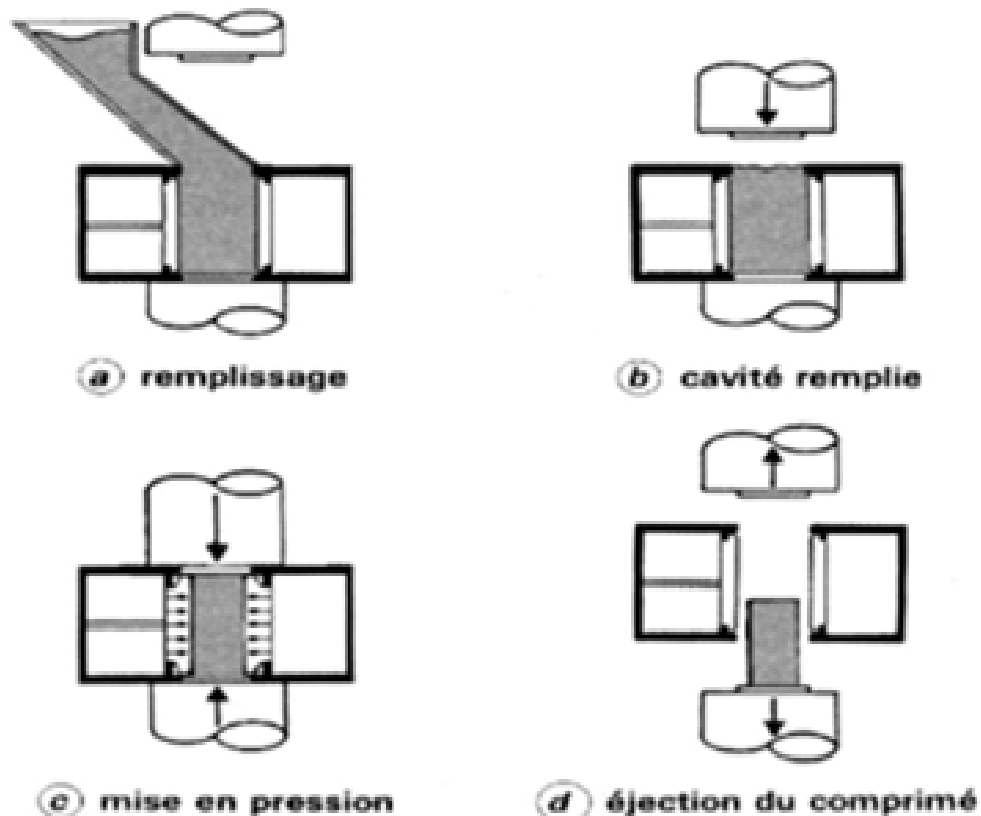


Figure I.5 : Les étapes à suivre pour réaliser un comprimé en poudre [14].

Remarque :

La compression utilisée :

- Uniaxiale (le plus souvent).
- Isostatique (parfois).

Elle est réalisée :

- À froid (le plus souvent).
- À chaud (parfois).

I.10 Etapes d'élaboration par métallurgie des poudres

I.10.1 Le frittage

Comme nous avons défini le principe de frittage (**figure I.4**) .

Le frittage est donc un procédé de 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.

I.10.2.2 Durée de frittage

Les durées peuvent être plus courtes que la température de frittage s'approche de la température de fusion du matériau utilisé de l'opération de frittage comprend la montée et le maintien en température ainsi que le refroidissement [11].

I.10.2.3 Compression des poudres

La densité et la dureté du produit finis après avoir terminé la pression du comprimé. Alors, il ne faut pas oublier qu'il y a une pression optimale pour chaque mélange et qui fait le dépassement de cette pression n'améliore pas notablement les qualités du produit fini [14].

I.10.2.4 Atmosphère de frittage

L'atmosphère doit être neutre ou réductrice et parfaitement sèche, pour éviter toute oxydation qui propagerait dans la masse du comprimé l'atmosphère réductrice favorise en supprimant la pellicule d'oxyde qui recouvre les grains de poudre [11].

I.10.2.5 La grosseur des grains

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

I.10.3 Mécanisme de frittage

Le processus de frittage est un processus continu et non séparable, mais on le divise en trois stades, juste pour comprendre au moins en première approximation les différents mécanismes cinétiques. Au cours de l'opération de frittage, plusieurs mécanismes sont lieu entre les grains de poudres agglomérés. Ces mécanismes sont habituellement étudiés en trois phases essentielles, une phase primaire, intermédiaire et une phase finale [14].

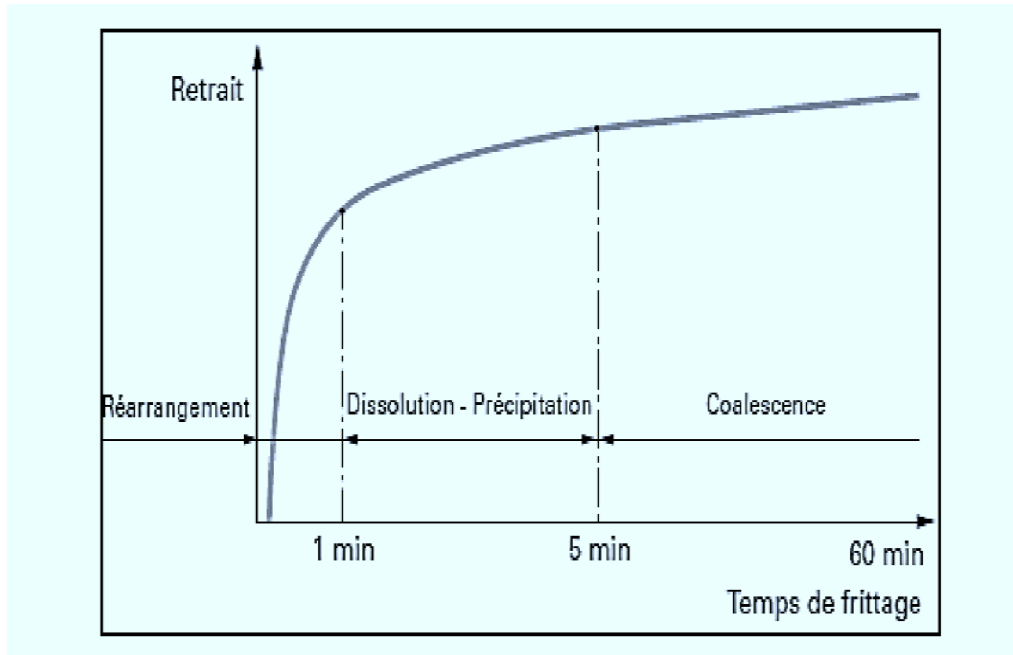


Figure I.6 : Les trois principales étape de frittage en phase liquide [15].

La diffusion s’active thermiquement elle suit la loi d’Arrhenius :

$$\frac{N}{N_0} = e^{\frac{-e}{KT}} \dots\dots\dots (I.2)$$

N /N₀ : Rapport entre le nombre d’atomes activés et le nombre totale des atomes.

e: Énergie d’activation.

K : Constant de Boltzmann, $K = 1.380649 \times 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$.

T : Temps (s).

Avec une température suffisamment élevée, la diffusion de la matière dans le réseau cristallin devient possible et le transfert de la matière peut s’opérer, le système particulaire qui se caractérise par une grande énergie libre est converti en un état plus stable et un corps moins poreux, puisque les pores, dans le comprimé, se réduisent voire ce ferment, entraînent la densification de la pièce est l’amélioration de ces propriétés mécanique. Le frittage est un procédé irréversible [15].

I.10.4 Les différents types de frittage

On a deux types de frittage, le frittage naturel qui effectue sans contrainte mécanique (chauffage sous aire ou sous atmosphère contrôlé) .le deuxième type est le frittage sous charge, qui s’opère en appliquant une pression extérieur simultanément au chauffage. Ce

dernier est utilisé pour les matériaux difficile a fritté ou afin d'obtenir des densités proche de la densité maximale théorique.

D'un point de vue physicochimique, on distingue deux autres types, le frittage en phase solide et le frittage en phase liquide, si le produit obtenu après frittage a la même composition chimique que les poudres initiales, on parle de frittage non réactif dans le cas contraire ou le produit formé est composé d'un mélange de deux (ou plusieurs) composés chimiques ; 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.

I.10.4.1 Frittage en phase solide

Ce type de frittage s'effectue à une température avoisinante la température de fusion du constituant, le plus fusible par activation de la diffusion à l'état solide. Il peut être utilisé pour un système mono ou polyphasé. Dans l'industrie, ce mode de frittage est particulièrement utilisé pour la fabrication de pièces dont les propriétés d'usage exigeant une grande pureté des joints de grains. L'étude de frittage en phase solide repose sur des concepts bien connus exigeant la maîtrise des paramètres liés à la poudre et qui influent sur le processus et les propriétés du produit final (le fritté) [14].

Deux mécanismes de frittage en phase solide sont possibles :

- Les mécanismes sans retrait.
- Les mécanismes avec retrait.

I.10.4.2. Frittage en phase liquide :

Le frittage en phase liquide fait intervenir la fusion d'au moins l'un des constituants initiaux. En conséquence, il se fait à une température comprise entre le plus haut et le plus bas des points de fusion des constituants des poudres à fritté. Les mécanismes mis en jeu font intervenir des phénomènes de fusion, de mise en solution, de diffusion, découlement liquide par capillarité, de réarrangements des particules solides et éliminations de la porosité dans un milieu géométrique tridimensionnel aléatoire (**Figure I.6**) [15].

I.10.5. Changement dimensionnelle est le retrait :

la réduction de la porosité dépend de la porosité initiale, de la température et du temps de frittage, avec cela on arrive à aboutir à des changements dimensionnels, la réduction de cette porosité qui est causée par le procédé de frittage est déterminée par le niveau de porosité initiale du comprimé, la température et le temps de frittage, ce qui aboutit à des changements dimensionnels généralement et la densité de la pièce tend à augmenter au cours de frittage.

L'augmentation de la densité sous-entend, évidemment, un retrait global. Mais on constate parfois une dilatation pendant le frittage liée au départ des gaz occlus, de la vapeur

d'eau ou des produits de décomposition du lubrifiant. La croissance peut également provenir des réactions entre les différents constituants du mélange de poudre, ce qui est par exemple le cas pour des poudres du fer contenant du cuivre.

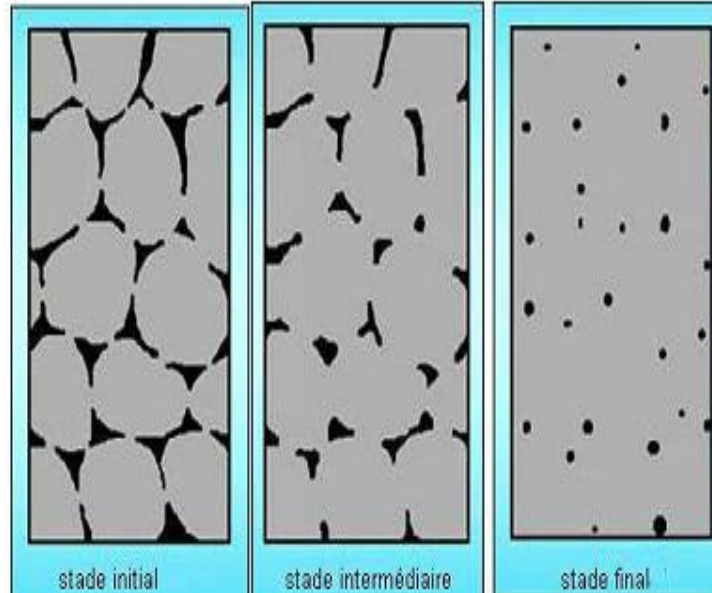


Figure I.7 : Le changement dimensionnel de porosité au cours de frittage [16].

I.10.6 Les stades de frittage

I.10.6.1 Stade primaire de frittage

Ce stade correspond à la formation et à la croissance des ponts, par les mécanismes évoqués plus haut au fur et à mesure que les ponts grossissent, les gradients de courbures à la surface diminuent.

Le premier stade se termine lorsque la courbure est uniforme entre deux joints de grains voisins. Le retrait total dans cette étape est très limité. Cette dernière a lieu quand la substance atteint le 1/4 de la température de fusion.

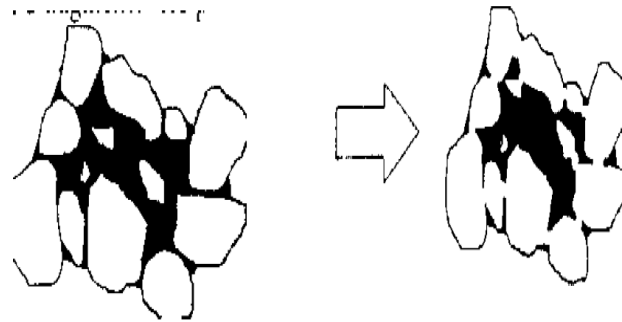


Figure I.8 : Premier stade frittage [15].

D'ici nous avons deux hypothèse, après que ce traitement thermique continu :

1. Soit que les sphères granulaires se rapprochent. Créant de la un fluage de matériau
2. Soit qu'ils ne se rapprochent pas, Dans ce cas la matière a tendance à s'évaporer de la calotte sphérique du granule pour aller se condenser dans la cavité formée entre les particules.

Dans les deux cas nous aurons une naissance de ce qu'en appellent des « ponts », ou ce moment la porosité reste importante.

I.10.6.2 Stade intermédiaire (cristallisation)

On peut d'ici la observe la croissance des grains, tandis que la particule commence à perdre leur identité. Ce changement morphologique est causé par le transport de matière à partir des joints de grains vers les pores.

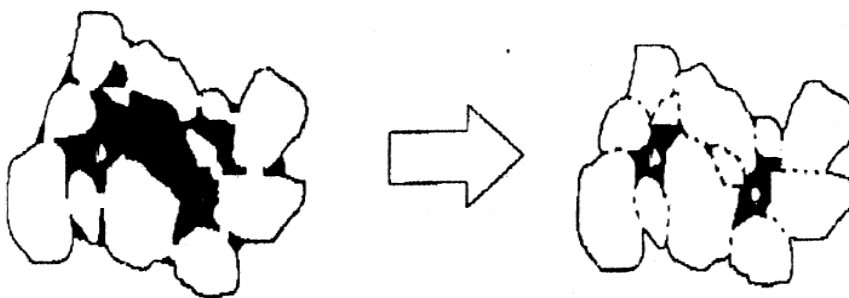


Figure I.9 : Phase intermédiaire de frittage [16].

Les grains-de-poudre, étant écrouis lors de la compression, subissent une recristallisation suite à un grossissement de grains tant que le processus de frittage se poursuit. Cette phase est d'une importance dans le contrôle du développement de la structure. Elle est aussi le siège du maximum de densification. À ce stade, 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.

I.10.6.3 Stade finale

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

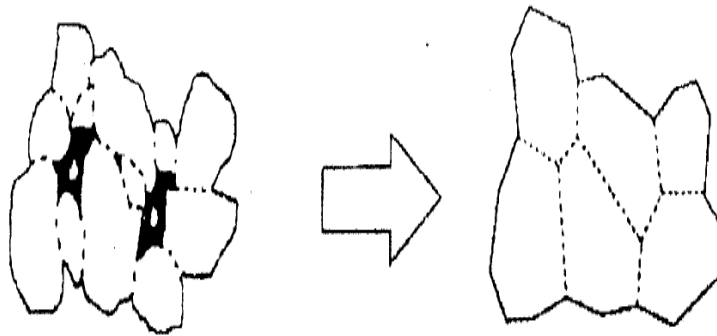


Figure I.10 : Phase finale de frittage [15].

Les pores ce ferme est débuté a donné naissance à la phase final après que 80 à 90 pour cent de la densité théorique est atteinte. Les pores ce dise fermé parce que ils ont tendance à rester isoler dans la masse du produit à cause de la croissance rapide des grains. La vitesse de densification subit en fin un ralentissement et le retrait.

I.10.7 Les différentes voies de diffusion en phase solide

Le flux de matières est proportionnel au gradient de potentiel chimique, mais il dépend également d'un paramètre appelé Coefficient de diffusion.

Ce coefficient dépend, en plus de la température, des caractéristiques du milieu. Si la loi de Fick nous donne le sens général du flux de matière, il faut toutefois considérer séparément les différentes voies de diffusion. Nous allons les présenter brièvement dans le cas de deux grains monocristallins en contact. Il existe quatre modes de diffusion principaux.

I.10.7.1 Au joint de grain

Transfert de matières se fait depuis le centre du joint de grains vers la surface du coin. En retirant de la matière de la zone de contact, la diffusion au joint de grains provoque le rapprochement des particules en contact, c'est ce que l'on appelle le retrait. Le surplus de matière apporté à la surface du cou est redistribué par diffusion surfacique et entraîne le grossissement du coin.

I.10.7.2 En surface

Le transfert de matière se fait le long de la surface libre des grains. En raison du grand nombre de lacunes en surface des cristaux, ce mode de diffusion est généralement plus rapide que la diffusion en volume ou au joint de grains. La diffusion en surface peut jouer plusieurs rôles : si la diffusion au joint de grains est lente, elle contribue au grossissement du cou en apportant de la matière depuis la surface libre des grains vers la surface du coin. Dans le cas où la diffusion au joint de grains est rapide, elle permet de redistribuer, à la surface des grains, la matière déposée à la surface du coin par diffusion au joint de grains [17].

I.10.7.3 En volume

La diffusion se fait grâce aux lacunes du cristal. Un atome saute sur un site vacant, libérant son ancien site qui devient vacant et ainsi de suite. Ce mode de diffusion est beaucoup plus lent qu'en surface ou au joint de grains. Dans le cas des matériaux homogènes, il ne joue qu'un rôle mineur.

I.10.7.4 Par évaporation condensation

Le transport se fait par voie gazeuse. Il dépend de la combinaison de trois phénomènes évaporation, diffusion par voie gazeuse et condensation. L'origine de ce flux de matières est le gradient de pression d'équilibre de la phase gazeuse pour une surface courbe. Ce phénomène est analogue à la condensation capillaire. Les conséquences sont identiques à la diffusion en surface. En plus de ces quatre voies de diffusion principales, la migration du joint de grains intervient pour des grains de tailles différentes. Il y a alors un saut de contrainte de part et d'autres de l'interface qui provoque la courbure puis la migration du joint de grains à travers le grain le plus petit. Ce phénomène peut être interprété en matière de migration des dislocations qui constituent le joint de grains

Il peut également être assimilé à de la diffusion au joint de grains dans la mesure où il est engendré par des flux de matières perpendiculaires au joint. La migration du joint de grains intervient principalement pour les stades avancés du frittage et contribue au

grossissement des grains. Ainsi, les différents modes de diffusion ont des conséquences diverses sur l'évolution du frittage. Une autre façon de définir le rôle des flux de matière est de raisonner en termes de point de départ des flux de matière.

I.10.7.5 Frittage en phase liquide

Au cours du frittage en phase liquide, au moins l'un des constituants est en phase liquide et l'autre en phase solide. La phase liquide peut être transitoire ou permanente.

On peut distinguer trois étapes :

- le réarrangement des particules.
- la dissolution-précipitation.
- la coalescence des grains.

I.11 Conclusion

La métallurgie des poudres est un procédé essentiel et économique susceptible de produire des petites pièces en grand séries, elle rend possible alors la production des métaux réfractaires pouvant fortement résister à la chaleur et à l'usure. Le processus du frittage nous permet d'obtenir des formes complexes à partir de l'outillage de compactage, sans opérations d'usinages supplémentaires.

Chapitre II : Matériaux et techniques expérimentales

II.1 Introduction

Nous allons dans ce chapitre mener une expérience avec la métallurgie des poudres, grâce à l'étude bibliographique qu'on a réalisée dans le chapitre précédent nous allons maintenant réaliser des échantillons d'alliage à partir de deux poudres (Cr/Mg) en suivant les étapes nécessaires.

Dans le but d'étudier les caractéristiques de ces alliages nous allons finir par mener des tests qui vont nous révéler l'utilité et le domaine d'utilisation de ce dernier, Tout en étudiant nos deux poudres utilisées.

II.2 Propriété de (Cr/Mg)

Tableau II.1: Propriété de (Cr/Mg) [18,19].

Propriétés	Cr	Mg
Numéro atomique	24	12
Masse atomique	51.996 g/mol	24.305 g/mol
Masse volumique	7.19g.cm ⁻³ à 20°C	1,74 g.cm ⁻³ à 20 °C
Température de fusion	1875°C	650 °C
Température d'ébullition	2672°C	1107 °C
Rayon atomique	0.127 nm	0,16 nm
Rayon ionique	0.061 nm (+3) ; 0.044 nm (+6)	0,065 nm
Configuration électronique	[Ar] 3d4 4s2	[Ne] 3s ²
Énergie de première ionisation	651,1KJ/mol	737,5 kJ.mol ⁻¹
Potentiel standard	E _{Cr³⁺/Cr} = 0,71V	- 2,34 V

II.3 Morphologie de nos poudres (Mg-Cr)

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



Figure II.1 : Poudre de magnésium (Mg).

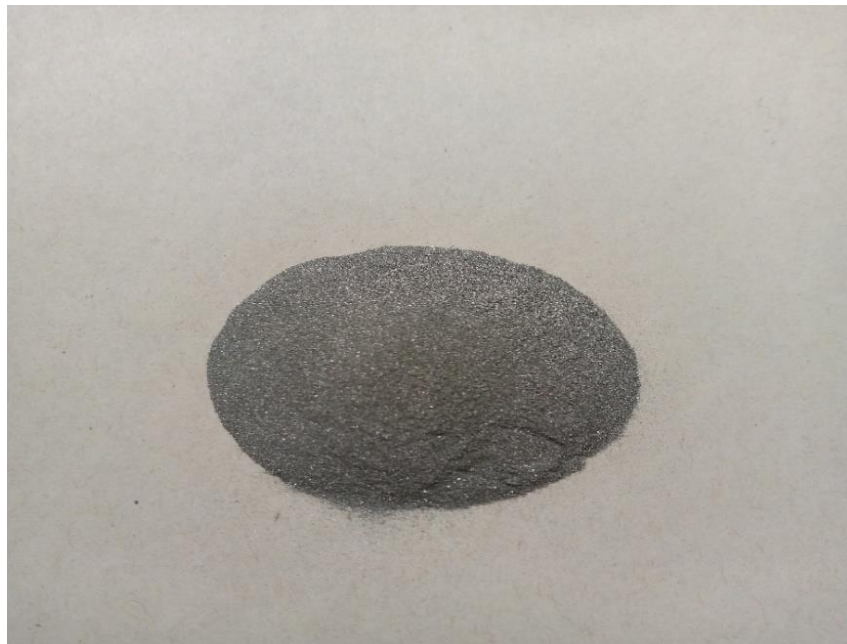


Figure II.2: Poudre chrome (Cr).

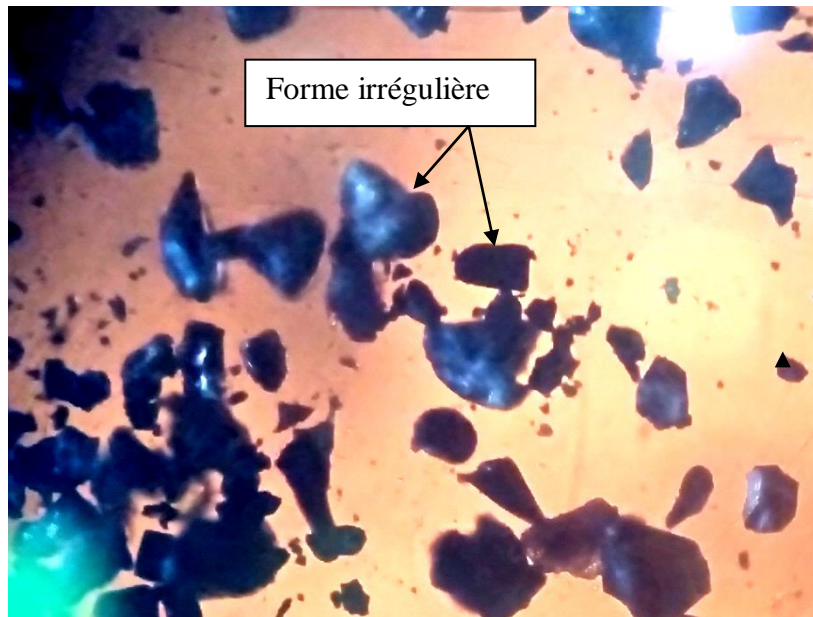


Figure II.3: Forme des grains de poudre Cr au microscope optique (5×/0.40pal).

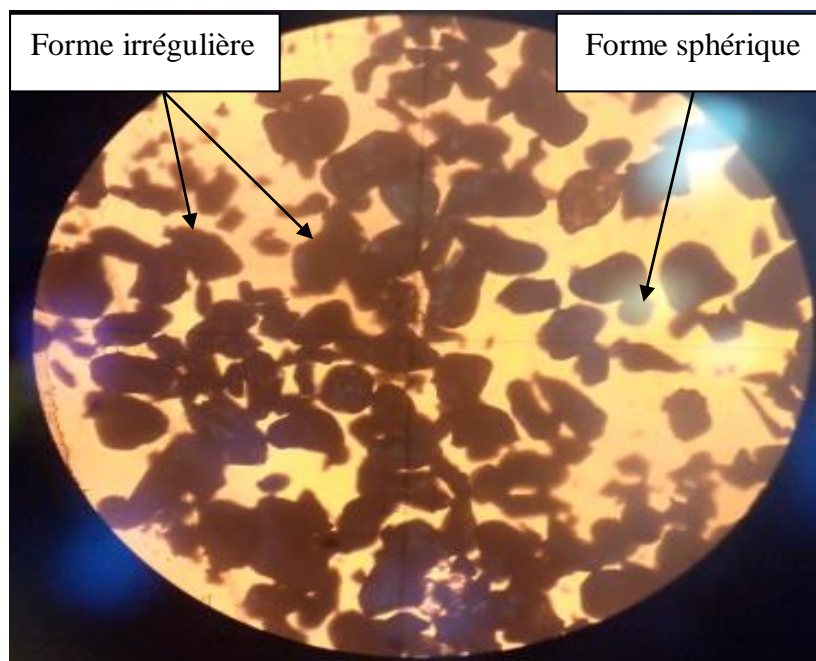


Figure II.4: Forme des grains de poudre du magnésium au microscope optique (5×/0.12pal).

- La morphologie de la poudre de chrome est de forme irrégulière.
- La morphologie de la poudre de magnésium est irrégulière avec quelques particules sphériques.

La taille et La forme des particules jouent un rôle très important sur les résultats de frittage; et la nature de ces formes est utile lors de l'étape de compactage.

II.4 Élaboration d'alliage (Mg-Cr)

II.4.1 Mélange de poudre

Nous allons maintenant réaliser des échantillons d'alliage de poudre Cr- Mg, afin de procéder à une étude comparative entre celle-ci.

Pour commencer nous allons réaliser des pastilles par des mélanges différents des deux poudres Cr-Mg, représenté dans le tableau suivant.

Tableau II.2: Les différents mélanges de poudre.

Enchantions	Pourcentage poudre de Cr	Pourcentage poudre de Mg
1	25%	75%
2	50%	50%
3	75%	25%
4	100%	0%
5	0%	100%

Nous avons donc bien mélangé nos poudres dans des récipients différents, ensuite, nous avons passé à l'étape de compression et frittage de nos pastilles.

II.4.2 La préparation des pastilles

Chaque pastille pèse 0.82 g, donc nous allons préparer chaque pastille en fonction des mélanges dans le tableau précédent.

Voici dans le tableau qui suit les différents mélanges en fonction de leurs poids :

Tableau II.3: Les différents mélanges en fonction de leurs poids.

Poudre	Échantillon 1 (Cr25%,Mg75%)	Échantillon 2 (Cr50%,Mg50%)	Échantillon 3 (Cr75%,Mg25%)	Échantillon 4 (Cr100%)	Échantillon 5 (Mg100%)
Cr(g)	0.205g	0.41g	0.615g	0.82g	0
Mg(g)	0.615g	0.41g	0.205g	0	0.82g

Avec chaque échantillon nous avons préparé une pastille à l'aide d'une machine à compression. Nous avons rempli donc des petites préformes (moule) avec chaque échantillon avant de les mettre dans la presse.

Voici dans la photo suivante la machine utilisé :



Figure II.5 : Moules à pastilles utilisé.



Figure II.6: Presse de laboratoire.

Une fois les moules sont mis dans la presse hydraulique manuelles, nous avons compressé à 80 (KN), pendant toute une minute ($t=1\text{ min}$) a froid.

Après la compression nous avons finis par avoir des pastilles avec déférente épaisseurs.

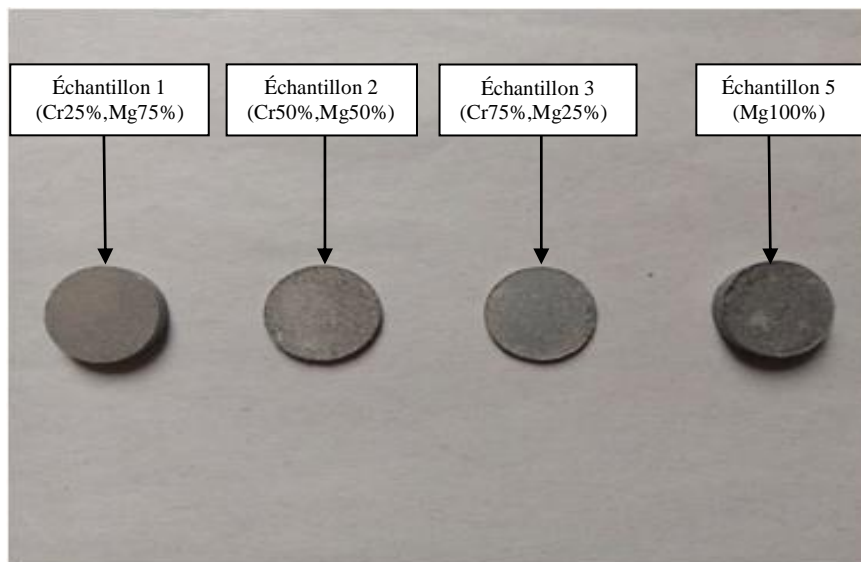


Figure II.7: Les pastilles produites après le processus de compression.

Remarque

On n'a pas pu élaborer la pastille de Cr (échantillon 4) par cette technique, car la poudre de celui-ci été danse est se compacter pas facilement, ces grains occupés beaucoup d'espace et n'arrivait pas à se compresser entre eux. La préforme avait une surface mal adaptée pour notre poudre.

II.4.3 Frittage des pastilles

Pour commencer, la température de frittage est une fonction indispensable dans cette expérience, pour la calculer nous aurons besoin de la température de fusions de chaque élément (Cr/Mg).

$$T_{\text{fusions}}(\text{Cr}) = 1875^\circ\text{C}.$$

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

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

- Dans l'état mélange la température de frittage s'effectue à une température inférieure de 2/3 de celle de constituantes principales.
- Dans l'état pur la température de frittage ne dépasse pas la température de fusion.

Le tableau suivant représente les températures de chauffages nécessaires pour chaque échantillon :

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

T_{ch} : Température de chauffage.

T_{fusion} : Température de fusion.

Tableau II.4: Les températures de chauffage des pastilles.

poudre	Echantillon 1 (Mg75%,Cr25%)	Echantillon2 (Cr50%,Mg50%)	Echantillon3 (Cr75%,Mg25%)	Echantillon5 (Mg100%)
Le constituant principal	Mg	Mg	Cr	Mg
$T_{\text{fusion}}(^{\circ}\text{C})$	650	650	1875	650
$T_{ch}(^{\circ}\text{C})$	433,33	433,33	1250	433,33

D'ici là, nous avons mis nos pastilles une par une dans le four, et régler la température en suivant respectivement le tableau précédent, la température va se progresser en fonction d'un pat de 2 secondes. Et enfin maintenir la température maximale 15 min dans le four.



Figure II.8: les fours de traitement thermiques.

II.4.4 Les températures nécessaires pour former la phase primaire de frittage

Dans notre cas, on prend l'échantillon 1 pour un exemple, on a trois étapes essentielles pour le frittage :

- **La première étape (stade initiale) :** il se produit lorsque la température est atteinte $\frac{1}{4}$ de la température de fusion du chaque échantillons selon le tableau ci-dessus :

$$T(\text{stade initiale}) = \frac{1}{4} \cdot T_{\text{fusion}} \quad (\text{constituant principal}) \dots \dots \dots \text{(II. 2)}$$

$T(^{\circ}\text{C})$: La température nécessaire pour former la phase primaire (stade initiale).

$T_{\text{fusion}}(^{\circ}\text{C})$: La température de fusion de constituant principale.

Tableau II.5: Les températures nécessaires pour former la phase primaire de frittage.

poudre	Echantillon 1 (Mg75%,Cr25%)	Echantillon2 (Cr50%,Mg50%)	Echantillon3 (Cr75%,Mg25%)	Echantillon5 (Mg100%)
Le constituant principal	Mg	Mg	Cr	Mg
T_{fusion} (°C)	650	650	1875	650
T(°C)	162,5	162,5	468,75	162,5

Dans cette étape, deux phénomènes importants se produisent :

- La naissance des ponts entre les grains.
- La porosité reste importante dans cet état.

La deuxième étape (stade intermédiaire) :

- Les particules Mg commencent à perdre leurs formes initiales.
- La continuité de grandissement des ponts.
- Diminution importante de la porosité.

La troisième étape (stade finale) :

- La suppression de la porosité.
- Le retrait devient moins remarquable.
- Le ralentissement de la vitesse de densification.

Après le processus de frittage, on va mener nos pastilles à la dureté de Vickers.

II.5 Test de dureté Vickers

II.5.1 Essai VICKERS



Figure II.9 : Microduromètre Zwick ZHV 10.

Il consiste à imprimer dans le métal testé un pénétrateur en diamant de forme géométrique pyramidale à base carrée, d'angle au sommet entre deux faces opposées de 136° , sous l'action d'une force connue (**Figure II.10**). On mesure la diagonale de l'empreinte carrée laissée par le pénétrateur.

Généralement la gamme des forces utilisables (5 à 100 kgf) permet d'appliquer cette méthode avec toutes les dimensions d'échantillons. En choisissant la force donnant une empreinte telle que la diagonale d doit être inférieure aux deux tiers de l'épaisseur.

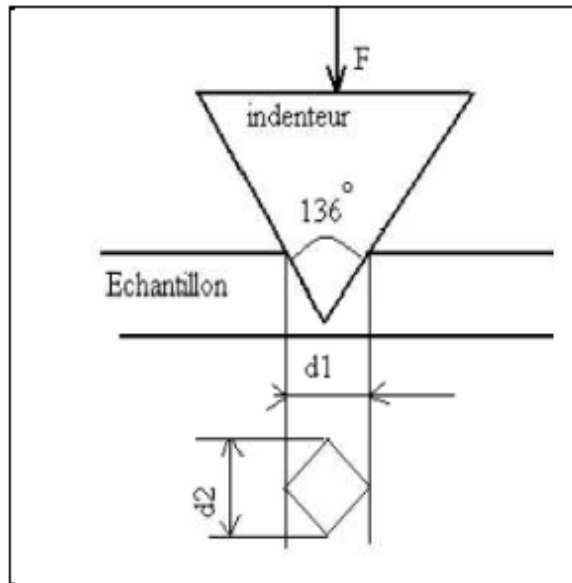


Figure II.10 : Principe de dureté Vickers.

Dans l'essai Vickers (Smith et Sand land 1925), une pyramide à base carrée en diamant est utilisée comme pénétrateur. La dureté Vickers HV est définie par :

HV= la charge applique / la surface de l'empreinte.

$$\mathbf{HV = 0.189 F/d^2 \dots \dots \dots \mathbf{II.3}}$$

Avec:

HV= la dureté Vickers.

F (N) : La charge appliquée au pénétrateur.

d (mm) : La diagonale moyenne de l'empreinte.

Des précautions opératoires nécessaire de l'essai Vickers tel que :

Les empreintes étant petites, les irrégularités de la surface prennent une importance plus grande encore que dans les essais précédents, particulièrement pour les fortes duretés et les faibles charges aussi parfait.

- La distance entre le centre d'une empreinte et le bord de la pièce ou les côtes d'une autre empreinte ne doit pas être inférieure à 2,5 fois la diagonale. L'épaisseur de la pièce doit être supérieure à 1,5 fois la diagonale de l'empreinte.
- La pièce doit reposer sur le support de façon régulière et uniforme.
- L'état du diamant doit être fréquemment vérifié.

Nous avons emmené un essai Vickers sur nos échantillon en suivant soigneusement les étapes suivantes :

- Placer l'échantillon sur la platine.
- Utiliser le glisser-déposer de la souris pour mettre l'échantillon en position.
- Mettre au point avec la molette.
- Sélectionner la méthode d'essai et la charge.
- Choisir un objectif et un nom de tâche.
- Utiliser la caméra d'observation macro pour positionner le pénétrateur.
- Démarrer l'essai.

Conclusion

Ce chapitre, nous a permis de connaître les procédures expérimentales qu'il faut entamées pour caractériser nos poudres. Le choix des températures ainsi que le procédé de frittage été une tâche nouvelle pour nous, mais ceci nous a permis de mieux comprendre et enrichir nos connaissances.

Chapitre III : Résultat et discussion

III.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons discuter sur les résultats qu'on a eu après le frittage et le test de Vickers, cela nous permet de déterminer l'échantillon le mieux adapté à la création d'alliage Cr-Mg, avec des propriétés mécanique améliorés.

III.2 Discussion sur les résultats de frittages

Voici les images résultantes de nos échantillons prise par microduromètre après traitement de frittage avec microscope de lecture $\times 10$:

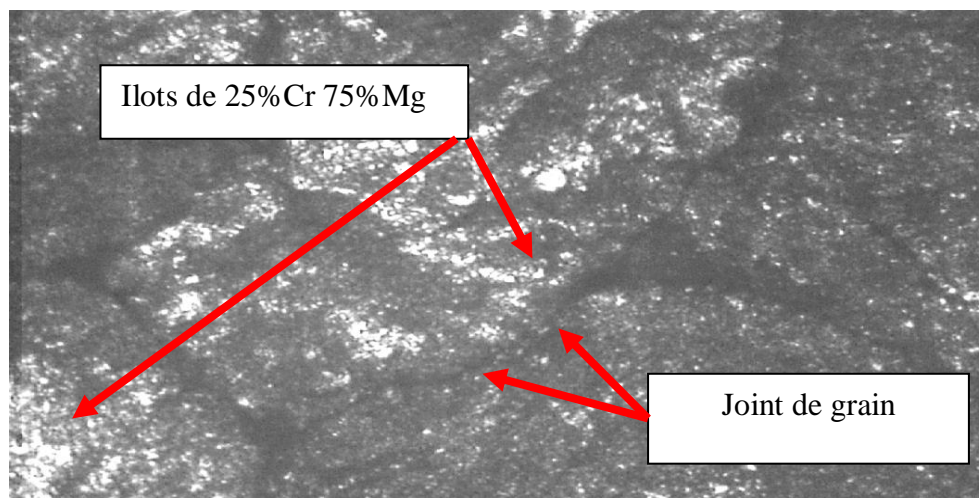


Figure III.1 Image de l'échantillon 1 (Cr25%, Mg75%) après frittage.

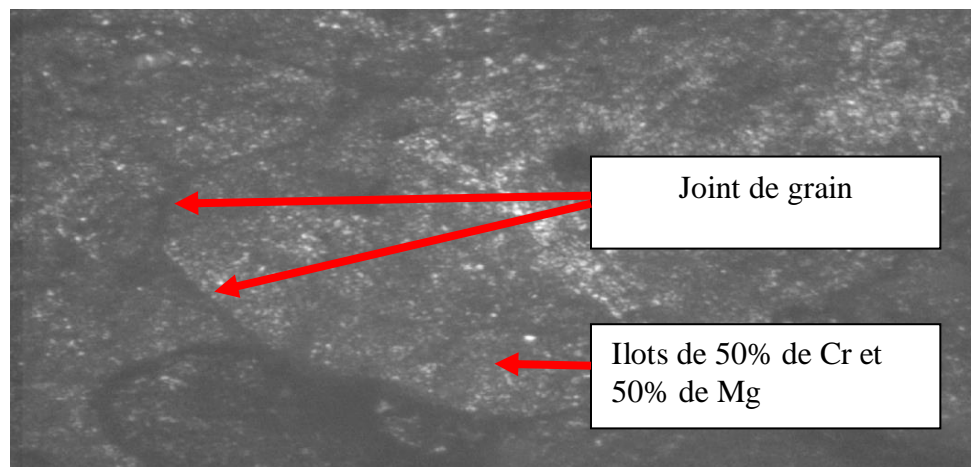


Figure III.2 Image de l'échantillon 2 (Cr50%, Mg50%) après frittage.

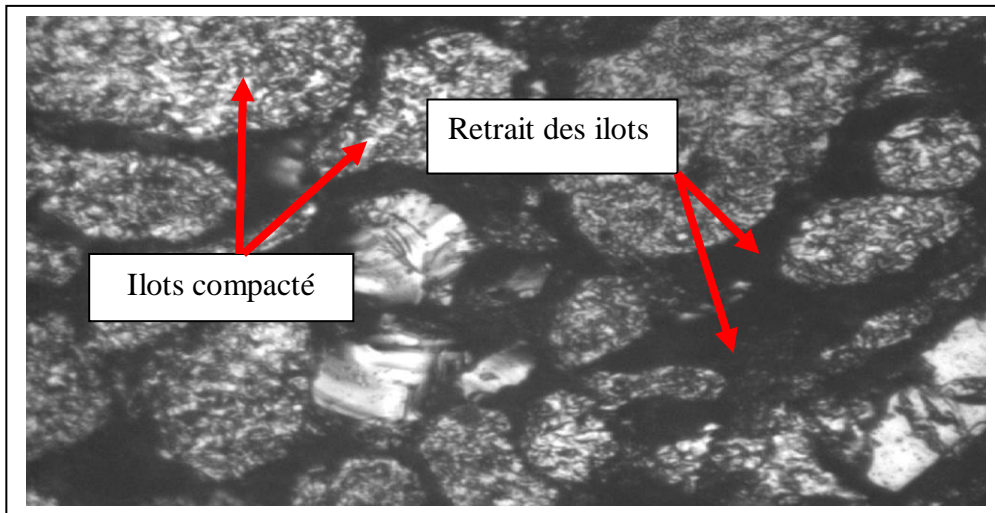


Figure III.3 Image de l'échantillon 3 (Cr75%, Mg25%) après frittage.

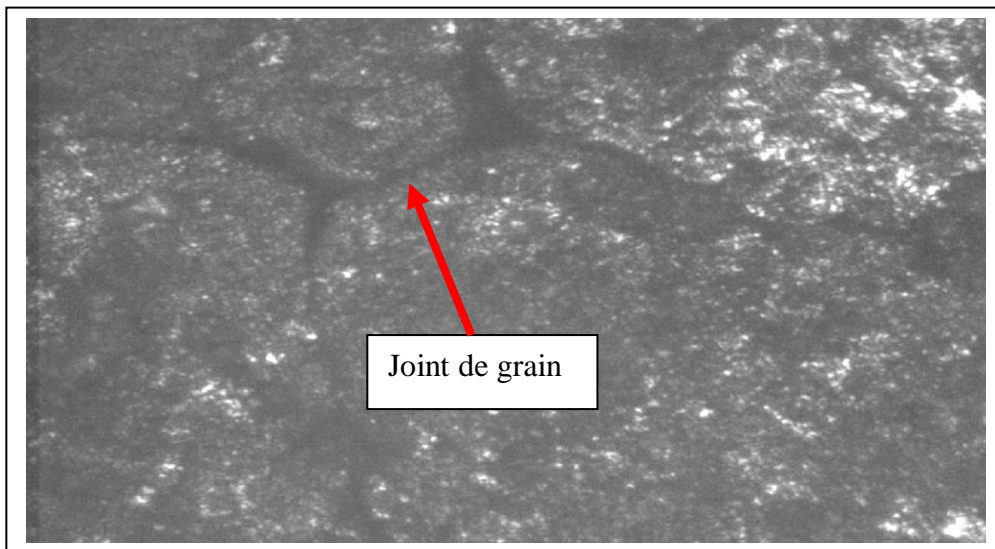


Figure III.4 Image de l'échantillon 5 (Mg 100%) après frittage.

Après avoir effectué le test frittage, on remarque :

- Sur la **Figure III.1** : la pastille1 (Cr25%, Mg75%), des ilots de Cr-Mg compacté, avec des assez gros due certainement au phénomène de diffusion, des joints de grains plus au moins grand.
- Sur la **Figure III.2** : la pastille2 (Cr50%, Mg50%), des grains assez gros.

- Sur la **Figure III.3** : la pastille3 (Cr75%, Mg25%), des grains plus au moins gros avec des retrait très apparent que les précédent, des joint de grains plus au moins grand.
- **Figure III.4** : Les joints de grains dans la pastille 5 Mg(100%) sont très visible par rapport aux pastilles1 (Cr25%, Mg75%), et 2 (Cr50%, Mg50%).
- Le retrait est apparent dans la pastille 3(Cr75%, Mg25%) sans doute due à la mauvaise compaction de notre poudre, ou bien à un mauvais frittages.

III.3 Discussions sur les résultats test de dureté Vickers

Voici les photos microscopiques après le test Vickers effectué sur nos 4 échantillons montrant l’empreinte laissé par le pénétrateur à l’échelle de Hv 0.3 :

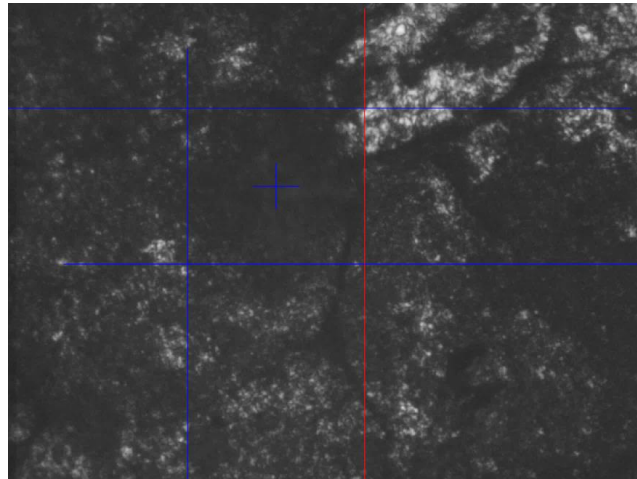


Figure III.5 : Photo échantillon 1 (Cr25%, Mg75%) après le test Vickers.

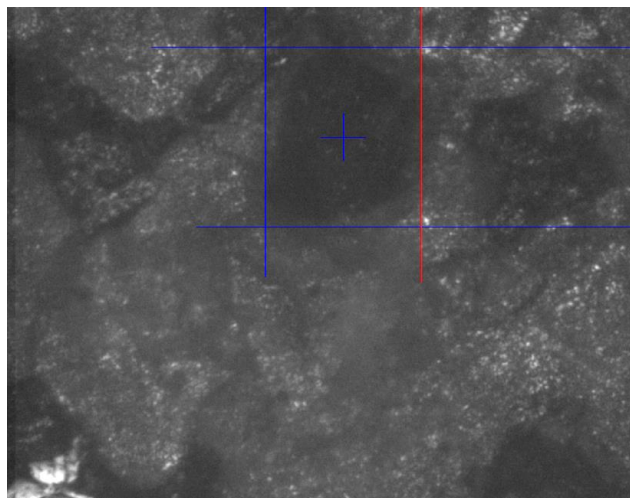


Figure III.6 : Photo échantillons 2 (Cr50%, Mg50%) après le test Vickers.

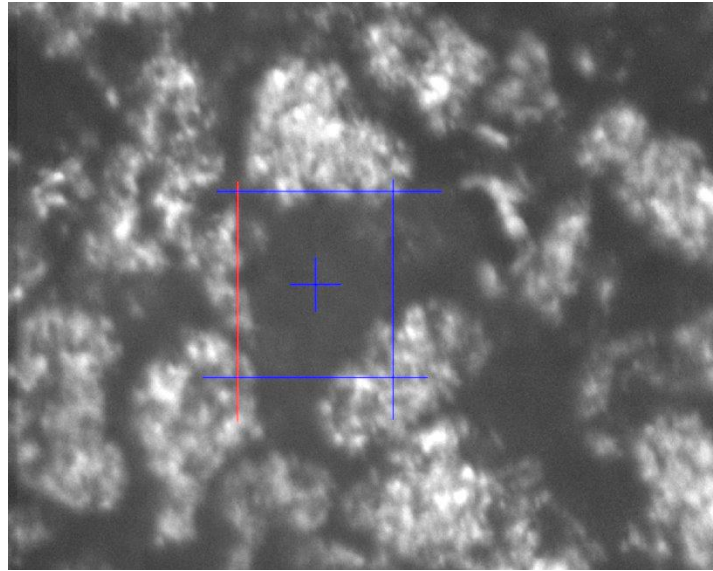


Figure III.7 Photo échantillon 3 (Cr75%,25%) après l'essai Vickers.

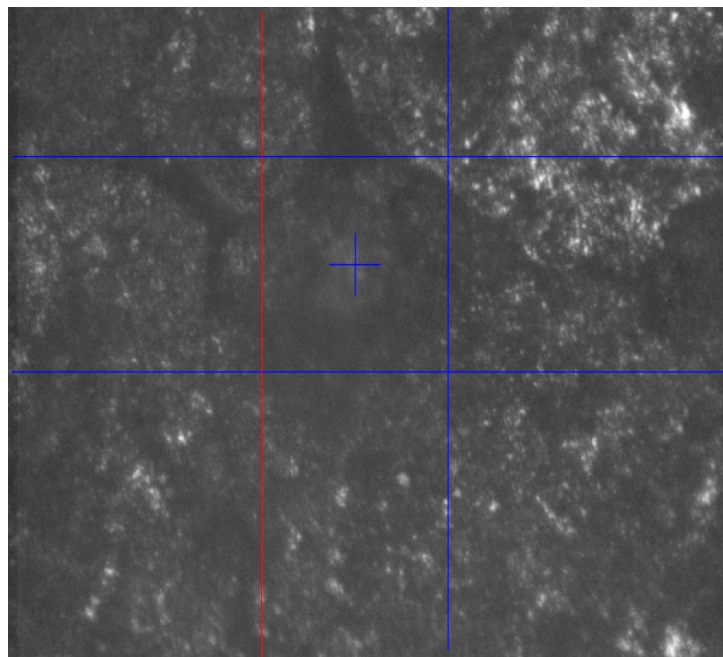


Figure III.8 Photo échantillon 5 Mg(100%) après l'essai Vickers.

Voici les résultats des essais de nos tests de dureté Vickers sous une charge 200g à vide, dans le tableau suivant :

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

Pastilles	Nombres d'essai	Dureté Vickers	Moyenne
Échantillon 1 (Cr25%, Mg75%)	Essai 1	82 HV ; $d_1 = 79,9 \mu\text{m}$ $d_2 = 62,9 \mu\text{m}$	83HV
	Essai 2	84HV ; $d_1=67,2 \mu\text{m}$ $d_2= 65,8 \mu\text{m}$	
Échantillon 2 (Cr50%, Mg50%)	Essai 1	84HV ; $d_1=63 \mu\text{m}$ $d_2=70,2 \mu\text{m}$	83,5HV
	Essai 2	83HV ; $d_1=63,8$ $d_2= 70,2 \mu\text{m}$	
Échantillon 3 (Cr75%, Mg25%)	Essai 1	139HV; $d_1 = 51,7 \mu\text{m}$ $d_2 = 51,4 \mu\text{m}$	121,5HV
	Essai 2	104HV; $d_1 = 56,4 \mu\text{m}$ $d_2 = 56 \mu\text{m}$	
Echantillon 5 (Mg100%)	Essai 1	88HV; $d_1 = 66,7 \mu\text{m}$ $d_2 = 63,4 \mu\text{m}$	87HV
	Essai 2	86HV; $d_1 =73,6 \mu\text{m}$ $d_2 = 57,5 \mu\text{m}$	

Sachant que d_1 et d_2 sont les longueurs des diagonales horizontales et verticales, respectivement.

Après avoir réalisé le test Vickers, nous avons conclu que l'échantillon 3 présente les meilleurs conditions par rapport au autre échantillon.

Cela semble logique parce que l'échantillon 3 est formé en majeure partie de Cr (75%), et de Mg (25%), le Cr qui est donc connu par ces propriétés mécaniques intéressantes voir augmentation de la dureté.

Voilà un diagramme qui montre la dureté des échantillons obtenue par frittage simple :

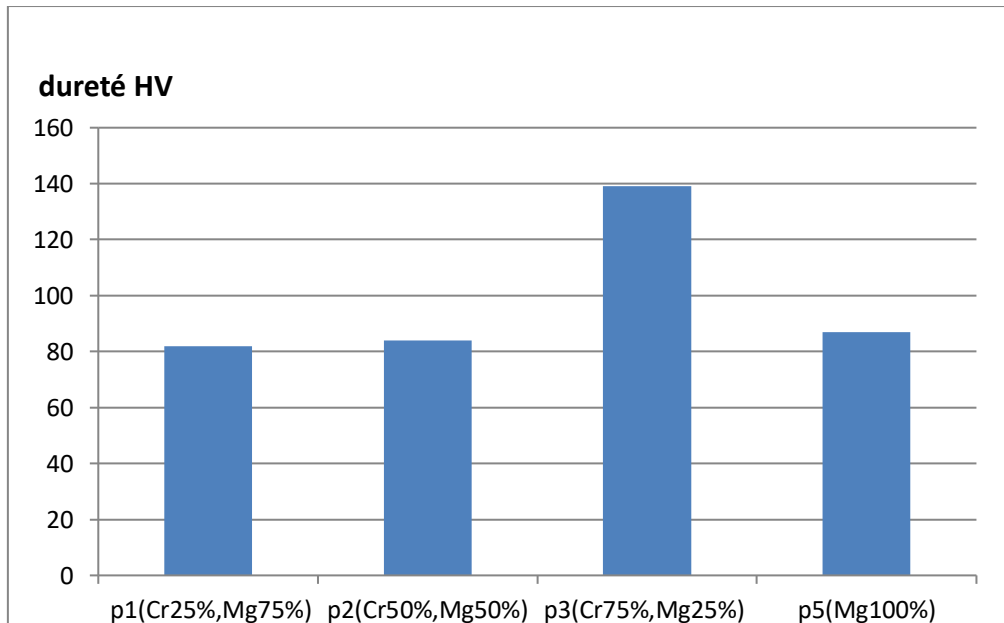


Figure III.9: Résultat de dureté Vickers de nos pastilles.

On observe que :

- Dureté plus grande dans la pastille 3 (Cr75%, Mg25%).

La densité de chrome dans l'échantillon 3(Cr75%, Mg25%), le retrait et les joints de grain observé, ont contribué à l'augmentation de la dureté.

Conclusion

Ce chapitre nous a permis de voir de près la morphologie des pastilles élaborées après frittage, et de constater la différence entre les morphologies des alliages métalliques habituels. Les tests de dureté Vickers nous ont permis de voir l'influence du Cr à forte teneur dans les pastilles.

Conclusion générale

Le but de notre étude était d'élaborer des pastilles en poudres Cr/Mg par la métallurgie des poudres, contrairement aux méthodes conventionnelles d'élaboration des alliages par fonderie. Comprendre leur morphologie et solidification lors du frittage.

Ce travail nous a permis de conclure les points suivants :

- Pastille de Cr mal formée due à la poudre très fine et probablement à la pression appliquée.
- La morphologie des poudres vient en aide à la réalisation d'un bon compactage.
- Le type de compression joue un rôle primordial sur la nature de mélange (poudre).
- Dureté plus grande dans la pastille 3 (Cr75%, Mg25%) certainement parce que les propriétés de chrome sont plus importantes que celle de Mg.
- Les retraits importants dans la pastille 3 (Cr75%, Mg25%) parce que on a procédé un frittage en phase liquide, ou la température de frittage est supérieure au point de fusion de Mg.
- La pastille 1 (Cr25%, Mg75%) et la pastille 2 (Cr50%, Mg50%) sont formées d'îlots denses parce qu'il y a une formation des ponts entre les deux constituants au fur et à mesure que le frittage se produit, c'est pour cela qu'on observe une croissance des grains.
- Les joints de grains dans la pastille 5 Mg(100%) sont très visibles par rapport aux pastilles 3 (Cr75%, Mg25%) parce qu'il y a une compaction (Mg-Mg) ce qui a conduit à la formation de ces joints.

En conclusion du travail effectué, les résultats obtenus sont très prometteurs. L'alliage Cr-Mg de pastille 3 offre un bon tenu à la dureté.

Références bibliographiques

- [1] M. IKHLASS MARZOUK TRIF, Etude de l'éliminant ion du chrome (VI) par, adsorption Sur l'alumine activée et par dialyse ionique croisée, thèse de doctorat Université Paris-Est, 2012. Français.
- [2] Moussaceb K, BelebchoucheCh, Aït-Mokhtar A (2013) : Modélisation et évaluation des Performances du procédé de Stabilisation/Solidification (S/S) du Cr (VI) par le test TCLP. Proceedings of the International Symposium on Materials and Sustainable Development, Boumerdes.
- [3] Wang S, Vipulanandan C (2000) : Solidification/stabilization of Cr (VI) with cement: Leachability and XRD analyses. Cement and Concrete Research 30:385-389.
- [4] Zamorani E, Sheikh IA, Serrini G (1988): Physicalpropertymeasurements and Leachingbehaviour of chromium compound solidified in a cement matrix. Waste management8 :239-245.
- [5] KHOUAN F, LEBDIRI Z, Caractérisation et utilisation de poussières de four de ciment CKD dans la Stabilisation/Solidification des déchets de l'unité B.C.R Bordj-Ménaiel Boumerdès, mémoire de master, université de bejaia, 2016.
- [6] A. K. Shanker, C. Cervantes, H. LozaTavera, S. Avudainayagam, Environment International, 31 (2005)739-753.
- [8] A. Leonard, R. R. Lauwerys, Hazard Assessment of Chemicals, Volume 7(1980) 1990340.
- [9] E. Otabbong, Plant and Soil, 123(1990)89-93.
- [10] D. G. Barceloux, ClinicalToxicology, 37(2) (1999)173-194.
- [11] F. Czerwinski, Controlling the ignition and flammability of magnesium for aerospace applications, Corrosion Science, 86, 2014, pp. 1-16.
- [12] G. Neite, K. Kubota, K. Higashi et F. Hehmann, Chapter 4 - Magnesium-Based Alloys, Livre "Structure and Properties of Nonferrous Alloys", VCH, 1996, pp. 113-212.
- [13] Lahcene. Mebarki. Contribution à l'étude de précipitation du carbure dans les aciers fortement allies (frittée) Thèse 2014.
- [14] Abdelouahab Redjehta, Etude microstructurale et mécanique des alliages Cu-Zn frittés sous pression et par électrodéposition, 2015, pp 12.
- [15] S Boudebane, Dpt de Métallurgie et Génie des Matériaux chapitre 1, page 6.

[16] F. Parhamiet R.M. McMeeking. A network model for initial stage sintering. *Mechanic Of Materials*.1998.

[17] R.F. Klie, I. Arslan, et N.D. Browning. Atomic resolution electron energy-loss spectroscopy. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*. Electron Energy Loss Spectroscopy in the Electron Microscope Electron Energy Loss Spectroscopy in the Electron Microscope. 2005.

[18] Lenntech (European Head Office) distributieweg 3 2645EG Delfgaw pays bas.

[19] élaboration et caractérisation d'alliage a base chrome pour application a très haut température par Laurent royer page 8.

Résumé

L'objectif de ce travail est d'élaborer des pastilles en poudres Cr/Mg par la métallurgie des poudres, contrairement aux méthodes conventionnelles d'élaboration des alliages par fonderie. Comprendre leur morphologie et solidification lors du frittage.

La poudre sera divisée en 5 échantillons afin que 3 échantillons soient un mélange de Cr/Mg, et les deux autres échantillons sont Cr et Mg à l'état pur. Ils sont soumis à une pression afin de le préparer sous forme de pastille, ces derniers seront traités par frittage sans dépasser la température de fusion du constituant principal. Ensuite, ils sont exposés à la dureté Vickers afin de déterminer leur tolérance à ce test. Ensuite, ces résultats sont comparés pour extraire l'échantillon le plus tolérant.

Abstract

The objective of this work is to produce Cr / Mg powder pellets by powder metallurgy, unlike conventional methods of alloying by foundry. Understand their morphology and solidification during sintering.

The powder will be divided into 5 samples so that 3 samples are a mixture of Cr / Mg, and the other two samples are Cr and Mg in pure state. They are subjected to pressure in order to prepare it as a pellet, these The latter will be treated by sintering without exceeding the melting temperature of the main constituent, then they are exposed to Vickers hardness in order to determine their tolerance to this test, then these results are compared to extract the most tolerant sample.