

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 : fabrication mécanique et productique

Par :

OUBRAHAM Ramzi

YOUCEF KHODJA Lotfi

Thème

Fabrication Additive, Compression Et Frittage Des Poudres Métalliques

Soutenu le 08/10/2020 devant le jury composé de:

Mr. AMARI Djamel

Rapporteur

Mr. BRADAI Mohand Amokrane

Président

Mr. YOUNES Racim

Examineur

Année Universitaire 2019-2020

Remerciements

Nous remercions Dieu, le tout puissant de nous avoir accordé santé et courage pour accomplir ce travail.

*Nous tenons à formuler l'expression de notre profonde reconnaissance à notre promoteur Dr **AMARI** pour ses pertinents conseils et ses orientations ainsi que sa disponibilité tout au long de ce travail.*

Nous remercions également tout le personnel du département génie mécanique pour leur sérieux, gentillesse et leurs collaborations.

DEDICACES

Je dédie ce travail :

A Mes chers parents qui m'ont toujours soutenu et qui ont veillé sur moi pour que rien ne manque durant tout mon parcours universitaire.

*A mes chers frères **Souhil et Elhadi***

*A ma sœur **Friel***

*A toute ma famille de loin ou de près pour leurs soutiens et aides quelques soit la nature. et mon entraîneur **Achour Rachid***

A mes cousins et mes oncles en particulier mes grandes parents .

Enfin, je ne saurais remercier tout le monde, toute personne que j'ai croisée ou j'ai connu durant toute ma vie étudiante, Merci du fond du cœur.

YOUCEF KHODJA LOTFI.

Dédicace

C'est avec grand respect et gratitude que je tiens à exprimer toute ma Reconnaissance et ma sympathie et dédier ce travail modeste à :

- *Mes parents, les mots ne sauraient exprimer l'immense et profonde Gratitude que je leur témoigne ici pour leur précieux soutien, pour leur Patience, pour avoir crus en moi, pour leurs sourires réconfortants et pour Leurs sacrifices qui m'ont permis d'atteindre cette étape dans ma vie et Qu'ils m'ont jamais cessé de consentir pour mon instruction et mon bien Être. Que dieu me les gardes et les protège.*
- *Toute ma famille.*
- *Mes frères et ma sœur*
- *Tous mes amis.*
- *Tous mes enseignants tout au long des cycles de mes études.*
- *Tous ceux qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

Oubraham ramzi

Sommaire

Chapitre I.....	2
Généralités sur la métallurgie des poudres	2
I La Métallurgie des poudres.....	3
I.1 Procédés d'élaboration des poudres métalliques.....	5
I.2 Procédés mécaniques.....	5
I.2.1 Le broyage	5
I.2.2 Broyage par mécano-synthèse	5
I.2.3 Principe de mécano-synthèse.....	6
I.2.4 Conditions expérimentales du broyage.....	7
I.2.5 Nature des poudres	7
I.2.6 Le broyeur.....	7
I.2.7 L'intensité de broyage	8
I.2.8 Rapport massique billes/poudre (RBP)	9
I.2.9 Atmosphère de broyage	9
I.2.10 Température de broyage	9
I.2.11 Procédés chimiques	9
I.2.12 La réduction.....	10
I.2.13 L'électrolyse	10
I.3 Propriétés des poudres métalliques.	12
I.3.1 Les formes de poudres	12
I.4 I.1 Domaines d'application de la métallurgie des poudres	12
I.4.1 Les avantages de la métallurgie des poudres.....	12
I.4.2 Inconvénients de la métallurgie des poudres.....	13
I.5 Définition de la fabrication additive.....	13
I.5.1 La fabrication additive métallique SLM.....	14
I.5.2 La technologie de fabrication (WAAM).....	14
I.6 Quels sont les enjeux de la fabrication additive pour l'aéronautique	15
I.6.1 Fabrication additive des polymères	15
I.6.2 Jet de matières.....	15
I.6.3 Jet de liant.....	16
I.6.4 Indicateurs de performance.....	16
I.7 Les enjeux de la fabrication additive.....	16

I.8 Les procédés de fabrication additive directe des alliages métalliques	18
I.8.1 Le procédé de fabrication par laser.....	18
I.8.2 Le procédé SLM métallique	19
I.8.3 Le procédé EBM.....	20
I.8.4 Comparatif des procédés de fabrication directe métallique.....	21
I.9 Conclusion	22

Chapitre II Caractérisations des poudres métalliques

Chapitre II.....	23
Caractérisations des poudres métalliques	23
II Caractérisations des poudres métalliques	24
II.1 Granulométrie laser.....	24
II.2 Compressibilité	24
II.2.1 Cohésion du comprimé.....	25
II.2.2 La compression des poudres.....	25
II.2.3 Compaction sèche des poudres.....	25
II.2.4 Compression uni-axiale.....	25
II.2.5 Compression unilatérale.....	26
II.2.6 Compression bilatérale.....	26
II.2.7 Compression isostatique.....	26
II.3 Propriétés mécaniques des poudres.....	27
II.3.1 Caractéristiques physiques et chimiques des poudres.....	27
II.3.2 Caractéristiques morphologiques et dimensionnelle.....	27
Morphologie.....	27
II.3.3 Aptitude à l'écoulement.....	28
II.3.4 Masse volumique.....	28
II.3.5 Volume massique apparent	28
II.3.6 Changements dimensionnels et retrait.....	28
II.3.7 Les stades du frittage.....	29
II.3.8 Les différentes Types de frittage.....	29
II.3.9 Les Paramètres de frittage	31
II.3.10 Température et durée de frittage	31
II.3.11 Atmosphère de frittage	32
II.3.12 Grosseurs des grains.....	32

II.3.13 Mécanisme de frittage et transfert de masse	32
Conclusion générale	34

Liste des figures

Figure I.1: les différents processus de la métallurgie des poudres	4
Figure I.2: Le procédé de fabrication en métallurgie des poudres	4
Figure I.3 : Les broyeurs (a) broyeur à boulets, b) agitateur, c) broyeur planétaire.....	5
Figure I.4: Schéma de principe du broyage.	6
Figure I.5 : Évolutions de la dureté Vickers et du temps de broyage du fer pur broyé dans un broyeur planétaire (●) taille moyenne des grains, (○) taux de déformations.	7
Figure I.6 : Différents types de broyeurs.	8
Figure I.7 : Les différentes étapes de la fabrication de la poudre par électrolyse.....	10
Figure I.8: Les techniques d'atomisation.....	11
Figure I.9 : Domaines d'application de la métallurgie des poudres.....	12
Figure I.10 : Photo montrant la technique de fabrication WAAM	14
Figure I.11 : ailettes d'un moteur d'un avion élaborées par fabrication additive.....	15
Figure I.12 : Principaux domaines d'application de la fabrication additive de pièces.	16
Figure I.13 : Évolution par année des ventes de machine de fabrication additive métallique	17
Figure I.14 : Revenus de la FA métallique en fonction du temps et en M\$.....	17
Figure I.15 : Cycle de fabrication des procédés de Fabrication Additive de matériaux.	18
Figure I.16: Procédé de fabrication directe par projection laser : (a) schéma du procédé, (b) procédé en cours.	19
Figure I.17 : Exemples d'utilisation du procédé de FDPL : (a) machine industrielle BEAM, (b) pièces avant et après ré-usinage, (c) élaboration de multi-matériaux acier-cuivre.....	19
Figure I.18 : Principe du procédé de SLM.....	20
Figure I.19 : Procédé EBM : (a) descriptif du procédé, (b) interaction faisceau. poudre. ...	21
Figure I.20 : Exemples de pièces réalisées par EBM.	21
Figure II.1 : Principe de fonctionnement d'une granulométrie laser.	24
Figure. II.2 : Les types de compression unie axiale	25
Figure. II.3: Les phases à suivre pour la compression.....	26
Figure II.4: Les formes des grains de poudres métalliques.	27
Figure II.5 : Le changement dimensionnel de porosité au cours du frittage	28
Figure II.6 : L'évolution de la densité relative au cours du frittage	29
Figure II. 7 : L'illustration des opérations séquentielles dans un four de frittage.....	30
Figure II.8 : Les trois principales étapes du frittage en phase liquide.	32

Liste des tableaux

Tableau I.1: Comparatif des procédés de fabrication additive directe.....21
Tableau II.1: Température et temps de frittage pour divers métaux.31

Introduction

générale

Introduction générale

La technologie d'aujourd'hui doit d'être écologique et économique, par une réduction de la consommation en énergie, en matières premières et bénéficier d'un gain de temps. L'élaboration des pièces par la métallurgie des poudres est l'une des techniques pour atteindre cet objectif.

Les pièces métalliques sont 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 de fabrication et le coût d'usinage [1]. Les pièces peuvent ainsi être fabriquées en quelques étapes :

- ✓ Compression des poudres dans la forme souhaitée ;
- ✓ Frittage de ces poudres ;
- ✓ 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 et 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. Il présente également l'avantage d'une grande souplesse d'utilisation et conduit à la formation de structures de haute qualité. Dans cette perspective, le frittage et compression en phase solide a été choisi comme méthode alternative pour la synthèse de nos alliages.

Les aciers ont été développés initialement pour la fabrication d'outils d'usinages et de moules ou de matrices, ils sont de plus en plus utilisés dans la fabrication de pièces semi-finies ou finies qui ont une résistance à l'usure élevée comme les sièges de soupapes et les plaquettes des freins. L'objectif de ce mémoire théorique est de présenter dans un premier temps, une bibliographie sur des poudres métalliques en Titane (Ti), Chrome (Cr), Aluminium (Al), Nickel (Ni), magnésium

(Mg) et cuivre (Cu). Le procédé de l'obtention de ces dernières et leur utilisation dans l'industrie seront abordé. Le deuxième chapitre sera consacré au différentes techniques de caractérisation des ces poudres, notamment la technique de frittage et compression avant leur élaboration par la fabrication additive.

Chapitre I
Généralités sur la métallurgie
des poudres

Introduction

Dans ce chapitre nous parlerons sur la métallurgie des poudres, ses avantages et les domaines de son utilisation. Nous présenterons aussi les diverses méthodes utilisées pour l'élaboration des poudres métalliques ainsi que les techniques de mise en forme des poudres (frittage en phase solide et liquide).

I La Métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres (MDP) est définie par le grand dictionnaire terminologique comme étant le domaine de la métallurgie traitant la production des poudres de métaux ou d'alliages ainsi que la fabrication des pièces métalliques à partir de ces poudres [1]. C'est un ensemble de procédés technologiques permettant la réalisation de composants de formes prédéterminées à partir de poudres (métalliques, céramiques ou composites) dont la granulométrie et la composition sont maîtrisées. Dans un premier temps, la forme du composant est donnée par l'intermédiaire d'une matrice, avec possibilité de démoulage. Selon le procédé, différents paramètres interviennent, parmi lesquels la vitesse, la température, les liants. Le composant obtenu est densifié par frittage dans un four. Le composant final ainsi réalisé présente la forme, les tolérances dimensionnelles et les propriétés mécaniques désirées.

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

Élaboration de la poudre ;

- Densification et mise en forme ;
- Frittage ;
- Calibrage ;
- Traitements thermiques ;
- Finitions.

La métallurgie des poudres est utilisée principalement en vue de l'obtention de pièces dont les propriétés ne peuvent être obtenues que par ce moyen (figure I.1). Une deuxième raison d'utiliser des méthodes spécifiques de la métallurgie des poudres est d'obtenir des pièces frittées avec des propriétés correspondantes, dans les conditions où il y a un avantage économique par rapport aux méthodes classiques de mise en forme.

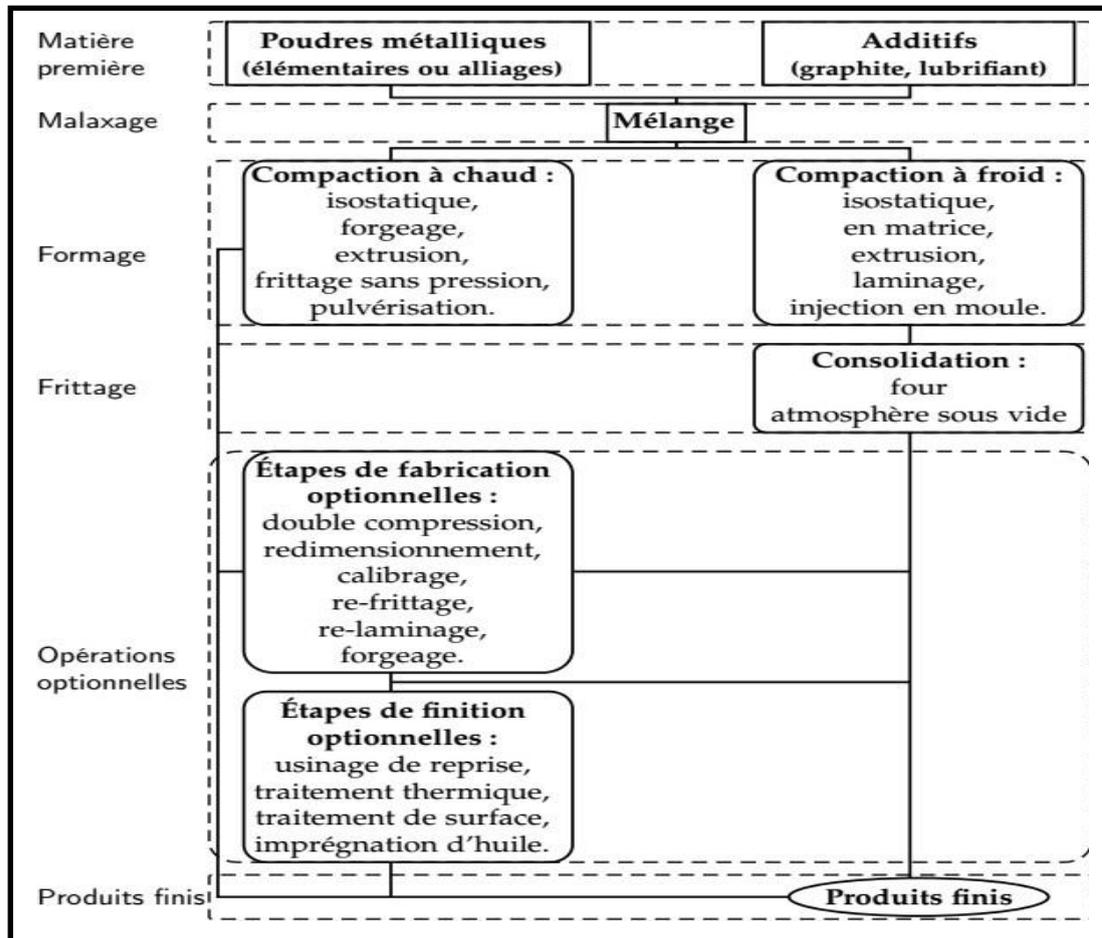


Figure I.1: les différents processus de la métallurgie des poudres [1].

Au cours des années 1930 et 1940, certaines applications spécifiques ont été développées, comme les brosses Cu-graphite pour les moteurs électriques, les cermets WC-Co pour les matrices et les outils de coupe et les coussinets autolubrifiants de bronze et d'aciers.

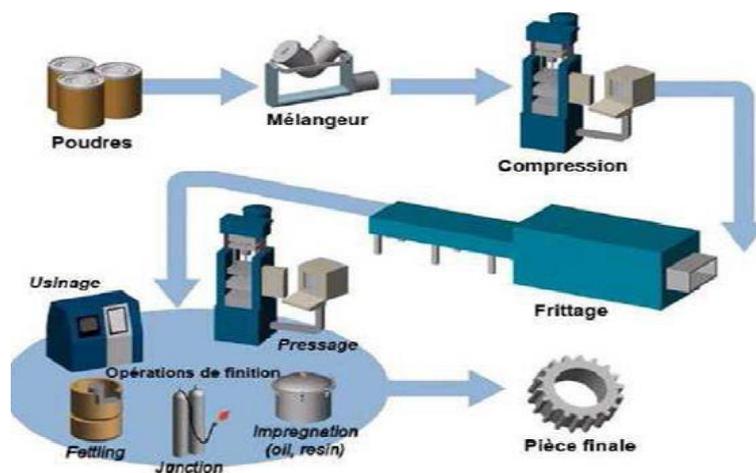


Figure I.2: Le procédé de fabrication en métallurgie des poudres [2].

I.1 Procédés d'élaboration des poudres métalliques

La poudre peut être définie comme un ensemble de particules dont les dimensions sont habituellement inférieures à 1mm. Pour l'élaboration des poudres métalliques, plusieurs techniques sont utilisées, classées en trois catégories principales, comme rapporté dans la (figure I.1) : par procédés mécaniques, chimiques et atomisation [3].

Généralement, le choix de la méthode dépend de la nature du métal, les caractéristiques des poudres, le coût de fabrication ainsi que le domaine de l'utilisation.

I.2 Procédés mécaniques

Les méthodes mécaniques consistent à broyer un métal par un moyen approprié. Elles sont basées sur le choc, l'attrition, le cisaillement et la compression.

I.2.1 Le broyage

L'opération de broyage est la synthèse de plusieurs autres phénomènes tels que la fracturation, la déformation ou la soudure à froid. Pour les matériaux fragiles, le premier phénomène prime avec un peu de déformation tandis que pour les matériaux ductiles les trois phénomènes sont présents. Les particules obtenues sont dépendantes des propriétés physiques et chimiques du matériau, du milieu dans lequel le broyage est effectué (vide, gaz ou liquide) et des conditions opératoires de broyage (quantité et grosseur des boulets, appareils utilisés). Les appareils utilisés sont essentiellement des broyeurs (Figure I.3) à mâchoires, à marteaux, à billes... Ils sont fréquemment employés pour les métaux fragiles (éléments purs tels que Mn, Sb, Bi Cr, ou alliage Fe-Al, Ni-Al, Fe-Si, ...).

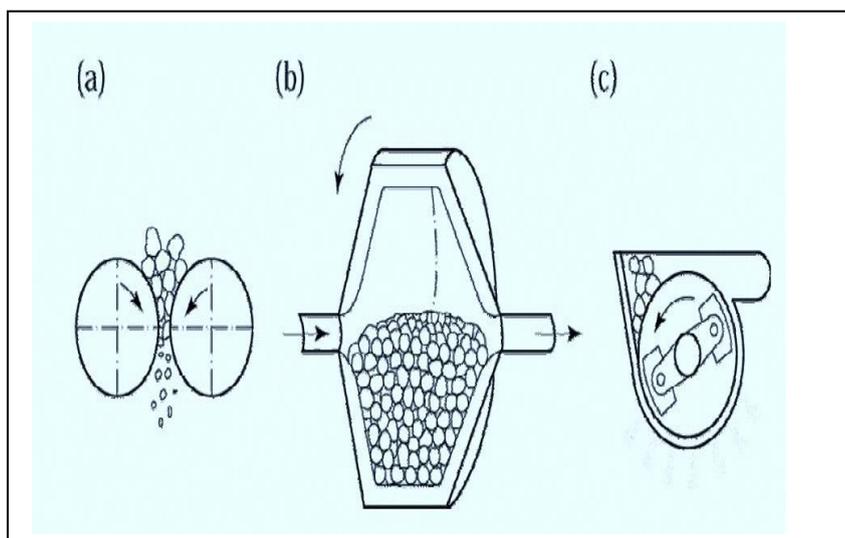


Figure I.3 : Les broyeurs (a) broyeur à boulets, b) agitateur, c) broyeur planétaire.

I.2.2 Broyage par mécano-synthèse

Le broyage mécanique, opérant par mécano-synthèse, a été développé dans les années 1960, par John BENJAMIN [4] pour réaliser des dispersions d'oxydes (Al_2O_3 , Y_2O_3) dans des alliages

de nickel dans le but de renforcer leurs propriétés mécaniques. À partir des années 1980, cette technique fut utilisée pour réaliser des alliages amorphes, des solutions solides sursaturées constituées d'éléments immiscibles et des matériaux nano-structurés [4]. La technique de mécano-synthèse a un potentiel d'application assez vaste. Elle permet d'obtenir des structures uniques avec des coûts d'élaboration compétitifs. C'est pourquoi elle a connu un véritable essor dans les décennies en question (80 et 90). Deux terminologies sont employées pour définir le broyage : on parle de mécano-synthèse quand les poudres initiales ont une composition différente de celle d'arrivée, et de la mécanique, dans le cas contraire.

I.2.3 Principe de mécano-synthèse

Le broyage consiste à agiter plus ou moins violemment, une poudre et des billes contenues dans une enceinte étanche. Sous l'effet des collisions, les grains de poudre sont alternativement déformés plastiquement, fracturés et recollés les uns aux autres, conduisant à un mélange des différents constituants [5].

C'est le rapport des fréquences de fracture et de collage qui fixe la taille finale des agrégats de poudre. Ces trois phénomènes sont à l'origine de l'obtention d'une structure nanocristalline (Figure I.4.). La poudre subit donc, au cours du broyage, de sévères déformations plastiques qui engendrent la formation de nombreux défauts ponctuels (lacunes, interstitiels, ...), ainsi que des bandes de cisaillement constituées de réseaux de dislocation. La réorganisation de ces dislocations se fait en parois par annihilation et recombinaison afin de former des sous-joints, et donc des sous-grains.

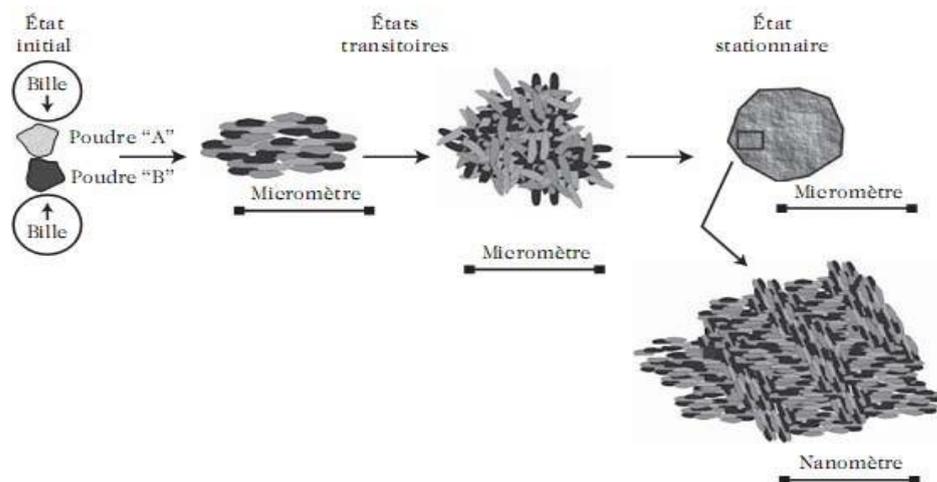


Figure I.4: Schéma de principe du broyage.

Sous broyage, le taux de déformation plastique augmente énormément, ce qui entraîne, d'une part, une augmentation considérable de la dureté du matériau avec le temps du broyage et, d'autre part, un stockage important d'énergie (de l'ordre de 1 à quelques dizaines de kJ/mol), qui ne pourra être libérée que lors de recuits post-broyage [4]. Lorsque la taille limite des grains est atteinte, le taux de déformation se met à diminuer légèrement du fait des recombinaisons des dis

locations lors de la phase de désorientation des sous-grains les uns par rapport aux autres, puis se stabilise (Figure 1.5) [4]

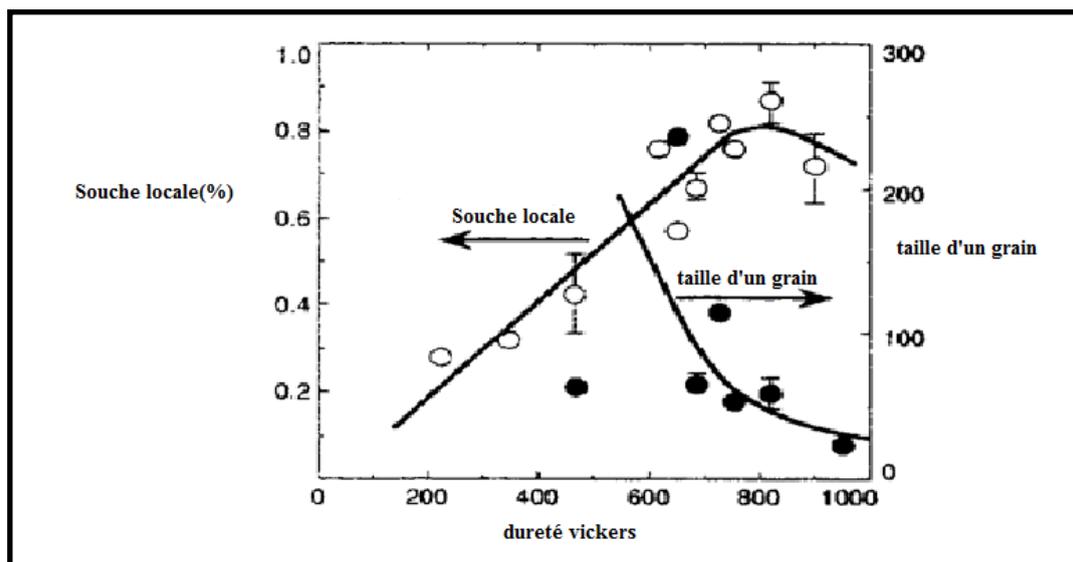


Figure I.5 : Évolutions de la dureté Vickers et du temps de broyage du fer pur broyé dans un broyeur planétaire (●) taille moyenne des grains. (○) taux de déformations.

I.2.4 Conditions expérimentales du broyage

La difficulté de la technique de la mécano-synthèse est de prévoir quel sera le produit final pour des conditions de broyage données. Dans la plupart des cas, c'est une approche empirique qui permet de dégager l'influence des paramètres de broyage. Ce paragraphe introduit tout d'abord les paramètres importants du broyage : La nature des poudres de départ, le broyeur (type du broyeur, taille et nombre des billes, intensité et durée du broyage, etc.), puis l'atmosphère et la température de broyage.

I.2.5 Nature des poudres

La structure, la taille et la forme des particules de poudre du produit final sont fortement liées aux caractéristiques du mélange de poudres initiales, telles que la nature chimique, la miscibilité des éléments, la granulométrie ou la dureté dont va dépendre la déformation subie (élastique, plastique) ainsi que la composition du mélange initial. Ainsi, il est plus facile d'élaborer des alliages à partir des éléments de propriétés voisins plutôt qu'à partir des éléments de propriétés complètement différentes.

I.2.6 Le broyeur

Le broyage agit par chocs et ou par frottements des billes sur la poudre, suivant le type de broyeur utilisé. Lors du contact des billes avec la poudre, la majeure partie de l'énergie cinétique des billes transférée à la poudre se transforme aussitôt en chaleur. On assiste donc à une hausse locale de température à l'endroit des cisaillements, hausse entretenue lorsque le broyage agit par

frottements ponctuels et aussi lorsque le broyage agit par chocs. Les interactions billes/creuset sont également à l'origine d'une élévation de température de ces derniers. Elles dépendent du mode d'action du broyeur, du nombre de billes présentes dans le creuset, ainsi que de l'intensité du broyage. Lors d'un broyage par frottements, l'énergie mise en jeu, plus élevée entraîne la température moyenne du creuset, qui sera plus élevée que lors d'un broyage par chocs.

Les trois types de broyeurs de laboratoire (ils permettent de fabriquer au maximum quelques dizaines de grammes) les plus courants sont les broyeurs planétaires, attriteurs et vibratoires.

Le broyeur le vibratoire le plus fréquemment utilisé est le SPEX 8000, qui agit d'un mouvement de plus haute fréquence la charge constituée des billes et de la poudre dans trois directions orthogonales. L'avantage de ce broyeur réside dans sa capacité de produire des poudres nanocristallins en un temps relativement court. Pour le broyeur vertical à billes, tel l'attriteur, les billes et la poudre sont placées dans une cuve verticale, le mouvement des billes est assuré au moyen de palettes horizontales brassant la charge. La capacité des broyeurs attriteurs utilisés varie entre 4 et 400 dm³. Le broyeur planétaire doit son nom au mouvement des jarres par rapport au disque qui est identique à celui des planètes. Leur capacité est comprise entre 10 et 250 cm³.

I.2.7 L'intensité de broyage

L'intensité de broyage a été définie grâce à des études paramétriques réalisées sur deux types de broyeurs instrumentés afin de pouvoir régler l'intensité de broyage dans le cas où le broyage n'agit que par chocs. Dans le cas où il agit par frottements, la cinématique du système est beaucoup plus compliquée.

Le temps de broyage est un paramètre très important. Il est choisi de façon qu'un état stationnaire entre les phénomènes de fracture et de soudage des particules de poudre soit atteint à la fin du processus. L'état stationnaire signifie que la composition de chaque particule est proche de celle du mélange des poudres de départ.

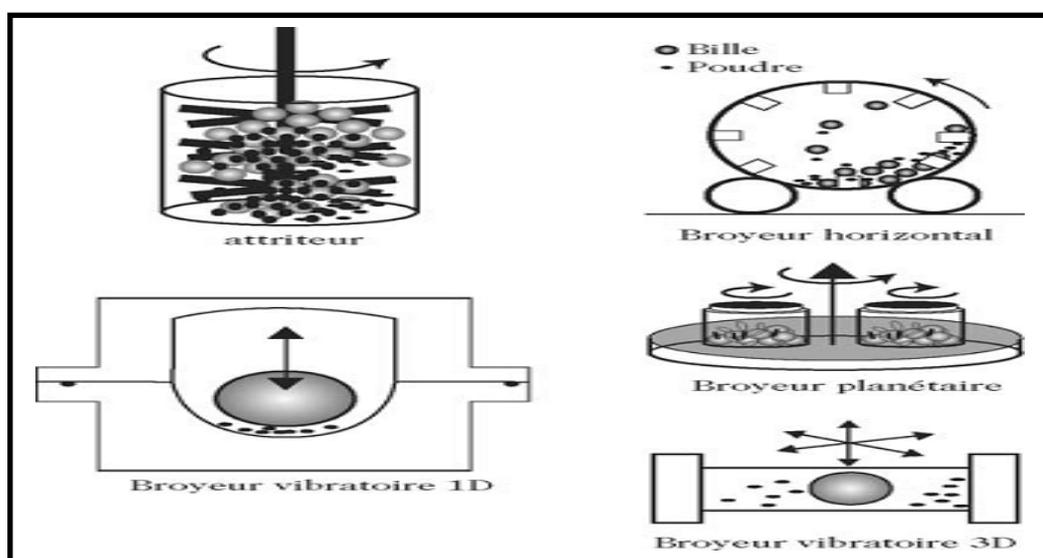


Figure I.6 : Différents types de broyeurs.

I.2.8 Rapport massique billes/poudre (RBP)

Ce rapport doit être choisi de façon judicieuse car il est intimement lié au nombre de collisions par unité de temps qui augmente avec l'augmentation du nombre de billes. De plus, l'augmentation de la fréquence de collisions entraîne une élévation de la température locale qui favorise le processus de diffusion. Généralement, le rapport bille/poudre est compris entre 10:1 et 20:1. Dans le cas du broyeur planétaire, la valeur 20:1 est la plus utilisée. Alors, ce rapport présente un effet significatif sur le temps nécessaire pour atteindre une phase particulière dans la poudre broyée. Ce temps sera d'autant plus bref que le rapport RBP sera grand. La formation de la phase amorphe dans le composé Ti-33 at.% a été observée après 7h, 2h et 1h de broyage pour des RBP respectifs de 10:1, 50:1 et 100:1 [4].

I.2.9 Atmosphère de broyage

L'un des désavantages du broyage mécanique réside dans les risques de contamination associés à l'atmosphère de broyage et/ou aux particules de matière qui peuvent être arrachées aux outils de broyage (jarres et billes) durant des chocs. Pour empêcher des réactions, telles que l'oxydation, de se produire, on utilise des outils de nature comparable à celle des mélanges à broyer. Les jarres doivent être scellées dans une boîte à gants sous atmosphère non réactive (Ar, He) ou sous vide secondaire. Toutefois, certains broyages sont réalisés sous atmosphère gazeuse non neutre (O_2 , N_2 , H_2 , etc...) afin de faire réagir le matériau avec celle-ci ; on parle alors de broyage réactif.

I.2.10 Température de broyage

Lors du broyage, la poudre est soumise à d'importantes contraintes de cisaillement, d'où résulte un pic de température au niveau de l'impact. Cette élévation de température peut être significative, et favoriser certaines transformations thermiquement activées. La température locale reste cependant inférieure à la température de fusion. À ce pic local de température vient s'ajouter une augmentation de la température moyenne des outils de broyage qui dépendent essentiellement du broyeur utilisé et des paramètres de broyage. Il est très difficile de mesurer la température locale pendant le broyage, cependant on peut l'estimer en utilisant des modèles appropriés. La température la plus élevée qu'on a pu mesurer ($180^\circ C$) a été atteinte lors du broyage d'un alliage Ni-Zr [4]. Il reste à souligner que dans certains cas, la température atteinte pourrait excéder $1000^\circ C$, comme cela a été estimé dans le cas du broyage de l'hydroxyde d'aluminium $Al(OH)_3$.

I.2.11 Procédés chimiques

Différentes méthodes chimiques interviennent dans 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 grains pouvant varier de quelques dixièmes à plusieurs dizaines de μm .

I.2.12 La réduction

La réduction est la méthode de production chimique la plus employée. Elle consiste en la réduction d'un composé (un oxyde ou un chlorure), broyé en une fine poudre, par un agent chimique (gaz liquide ou solide) qui fractionne le composé en métal à l'état de fins granules et en un sous-produit qui peut être éliminé. Si le composé initial est un solide, la dimension des granules du métal résultant dépendra fortement de la morphologie du composé de départ. Par exemple, l'oxyde de cuivre est réduit par l'hydrogène (à $350\text{ }^{\circ}\text{C}$) en cuivre métallique et en vapeur d'eau. [5].

I.2.13 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 ci-dessous (Figure I.7).

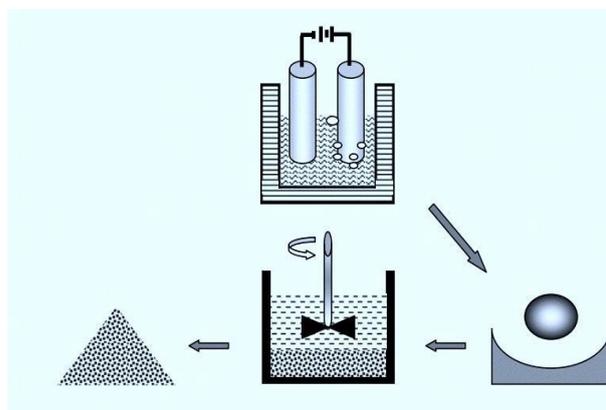


Figure I.7 : Les différentes étapes de la fabrication de la poudre par électrolyse [5].

Le procédé d'atomisation s'applique aux métaux purs et aux alliages peuvent être facilement fondus, les plus répandues sont : cuivre, fer, aluminium et surtout des alliages tels que les laitons, les bronzes, les aciers. Il consiste en la désintégration d'un métal fondu en fines gouttelettes qui se solidifient pour ensuite donner la poudre désirée. L'atomisation n'est limitée que par deux facteurs, soit : là l'incapacité de fondre les matériaux ou la volatilité et la miscibilité en solution liquide des composants de l'alliage atomisé. De plus, grâce aux vitesses de refroidissement très élevées pouvant atteindre 10^7 K/sec , ceci est connu sous le nom de solidification rapide, il est possible d'obtenir des métaux amorphes et des alliages en solution sur saturée. Les différents procédés d'atomisation sont .

L'atomisation par un fluide (plus de 95% des poudres atomisées) pour lequel le métal liquide est désintégré par l'impact de jets d'un fluide sous haute pression (gaz, eau ou huile), (Figure I.8).

L'atomisation sous vide ou par gaz soluble dans lequel le métal liquide est en solution sursaturée avec un gaz qui provoque l'atomisation sous vide (Figure I.8).

L'atomisation par centrifugation pour lequel le bain de métal fondu est éjecté sous forme de gouttelettes par la rotation à grande vitesse d'un disque, d'un bol ou d'une électrode Figure I.9

L'atomisation par ultrasons dans lequel le métal liquide est agité par une vibration ultrasonique (figure I.9). La technique d'atomisation à l'eau est la plus utilisée pour la production de poudres métallique à partir des métaux et alliages ne réagissant pas à l'eau et présente moins d'impuretés que l'atomisation à l'air. Mais avec une teneur en oxygène élevée, l'atomisation par un gaz inerte ou sous vide présente le moins d'impureté.

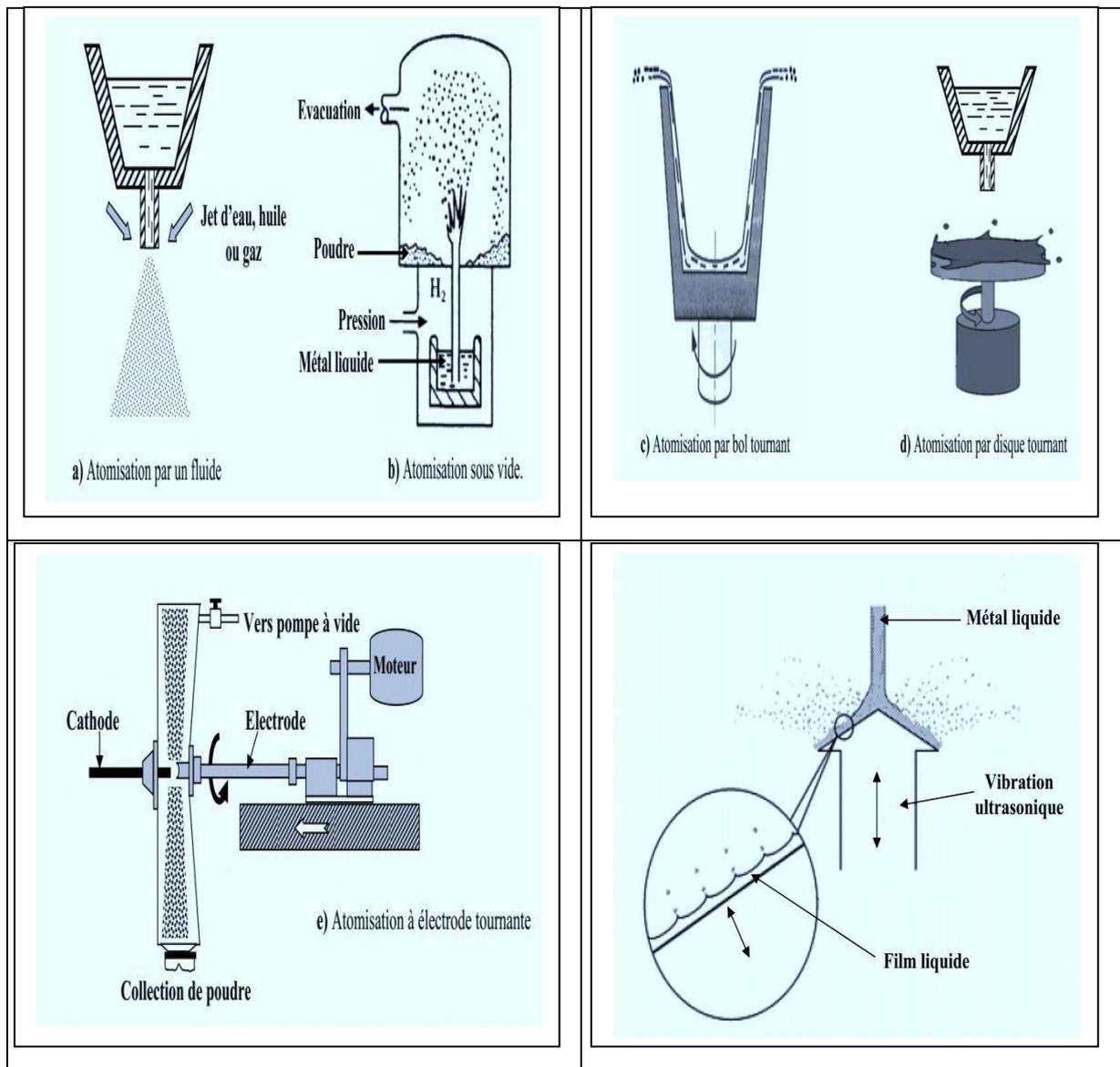


Figure I.8: Les techniques d'atomisation[6].

I.3 Propriétés des poudres métalliques.

I.3.1 Les formes de poudres

La forme des particules est étroitement reliée au mode de production et au matériau utilisé. Le principal moyen utilisé pour qualifier la forme des particules de poudre est le microscope électronique à balayage (MEB). Les principales formes de particules observées sont regroupées à la (figure I 10). La forme des particules joue un rôle très important pour fabriquer les pièces par technique de la métallurgie des poudres.

I.4 I.1 Domaines d'application de la métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres, qui consiste à travailler le métal sous forme de poudre, au lieu de le fondre, connaît aujourd'hui un regain d'intérêt. Elle concerne en effet la fabrication de pièces pour la plupart des secteurs industriels. L'utilisation de poudres dans le domaine de la métallurgie se concentre dans le domaine de l'automobile, qui représente une part de 74 %. Pour les autres utilisations, on trouve 13 % dans les domaines conjoints des transports et de l'espace et 13 % pour les loisirs (Figure I.9) [7].

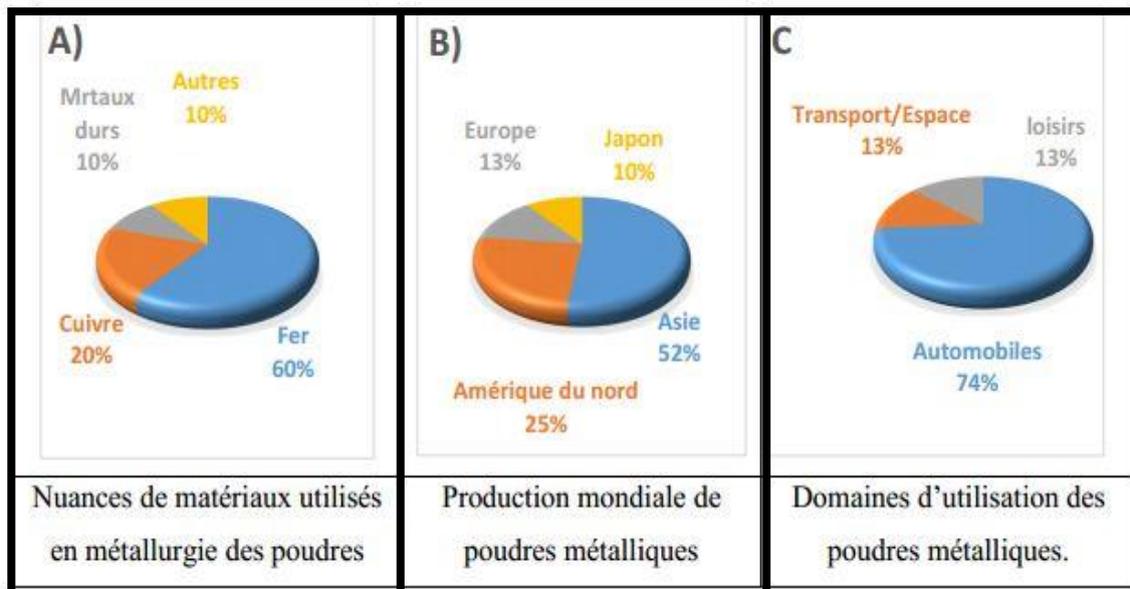


Figure I.9 : Domaines d'application de la métallurgie des poudres [7].

I.4.1 Les avantages de la métallurgie des poudres

Les avantages de la fabrication de pièces par le procédé de la métallurgie des poudres sont nombreux [7] :

- Diminution des pertes de matières premières ;
- Diminution ou élimination de l'usinage ;
- Contrôle précis de la composition et des propriétés physiques et mécaniques ;

- Contrôle précis des dimensions et finition de surface ;
- Fabrication de pièces complexes ;
- Possibilité de combiner des matériaux qui ne peuvent l'être par d'autres méthodes ;
- Possibilité de remplacer des assemblages de plusieurs pièces par une seule pièce.

I.4.2 Inconvénients de la métallurgie des poudres

Il existe évidemment certaines limitations associées au procédé, parmi lesquelles certaines contraintes liées à la forme et à la géométrie des pièces. Il est impossible, par exemple, de faire des trous filetés, des ressorts ou des pièces avec des trous transversaux en utilisant le procédé de la métallurgie des poudres. De plus, dans le cas de certaines pièces à géométrie complexe, il est parfois difficile d'obtenir une densité distribuée de façon homogène dans la pièce. Cette non-uniformité de la distribution de la densité peut amener des problèmes de formes finales et de faiblesses dans certaines parties de la pièce [7]. Il est un fait notable aussi que la taille maximale des pièces qu'il est possible d'obtenir par métallurgie des poudres est directement liée à la pression maximale que les presses sont capables d'appliquer.

I.5 Définition de la fabrication additive

La fabrication additive (FA) a une histoire vieille de 26 ans pour le plastique, mais la capacité à faire des objets métalliques satisfaisant aux contraintes industrielles remonte à 1995.

Procédé consistant à assembler des matériaux pour fabriquer des pièces à partir de données de modèle en 3D, en général couche après couche, à l'inverse des méthodes de fabrication soustractive et de fabrication mise en forme comme ceci :

- Préparation des fichiers (Correction fichiers, orientation, placement pièces, support, tranchage) ;
- Fabrication (pièces support...)
- Finitions (Nettoyage, enlèvement des supports, sablage, usinage,...).

La fabrication additive des alliages métalliques, selon la norme NF E67-001 & ASTM F42 est l'ensemble des procédés permettant de fabriquer couche par couche, par ajout de matière (généralement poudre ou fil), un objet physique à partir d'un objet numérique en opposition aux procédés de fabrication dits soustractifs tels que l'usinage ou la forge qui travaillent par enlèvement de matière ou déformation d'un brut initial.

On peut distinguer trois types d'usage de la fabrication additive:

- le prototypage rapide (pièces prototypes) ;
- L'outillage rapide (par exemple, réalisation de moules ou de matrices de forge) ;
- La fabrication directe (pièces répondant directement aux caractéristiques fonctionnelles attendues

du produit final).

Avant de se lancer dans un projet de fabrication additive, il est nécessaire d'analyser finement ses besoins et d'évaluer si la FA est réellement nécessaire et avantageuse en partant d'une analyse fonctionnelle. Cette démarche globale, à faire d'une façon méthodique, demande une ouverture d'esprit importante et une bonne connaissance des procédés.

I.5.1 La fabrication additive métallique SLM

Le procédé de Fusion Sélective par Laser permet de produire des pièces métalliques à partir d'un laser et de poudres d'alliage. Dans l'aéronautique, le SLM est très utilisé pour la fabrication de pièces à géométrie complexe qui sont difficilement usinables.

Ainsi, le SLM a été utilisé pour la production des injecteurs de carburant des moteurs des hélicoptères. Grâce à ce procédé, il a été possible de passer d'un assemblage de 12 pièces à un système monobloc contenant des formes irréalisables auparavant par les procédés conventionnels.

I.5.2 La technologie de fabrication (WAAM)

Les procédés de fabrication additive métallique sont nombreux. Contrairement au SLM qui nécessite des poudres et un laser, la technologie Wire Arc Additive Manufacturing (WAAM) ou fabrication additive par dépôt de fil fondu, utilise un arc électrique pour fondre un fil métallique. Cette technique proche du soudage permet ainsi de réaliser des pièces en titane, aluminium et superalliage.

À titre d'exemple, l'entreprise française STELIA Aerospace a eu recours au WAAM pour la création d'un design disruptif de panneaux de fuselage. Les raidisseurs en aluminium sont ainsi directement intégrés aux panneaux par fabrication additive sans qu'il soit nécessaire de les fixer par soudure ou assemblage.

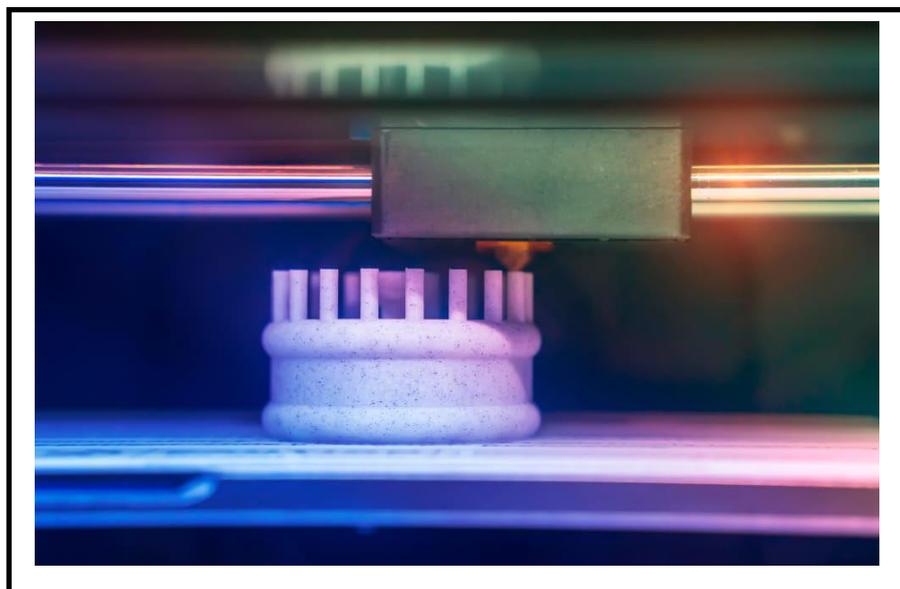


Figure I.10 : Photo montrant la technique de fabrication WAAM .

I.6 Quels sont les enjeux de la fabrication additive pour l'aéronautique

Dans le secteur aéronautique, les procédés de fabrication additive permettent de répondre à certains des grands défis que rencontrent les industriels. La possibilité de concevoir des pièces complexes par fabrication additive permet notamment de réduire le nombre d'étapes de production et d'alléger les structures.

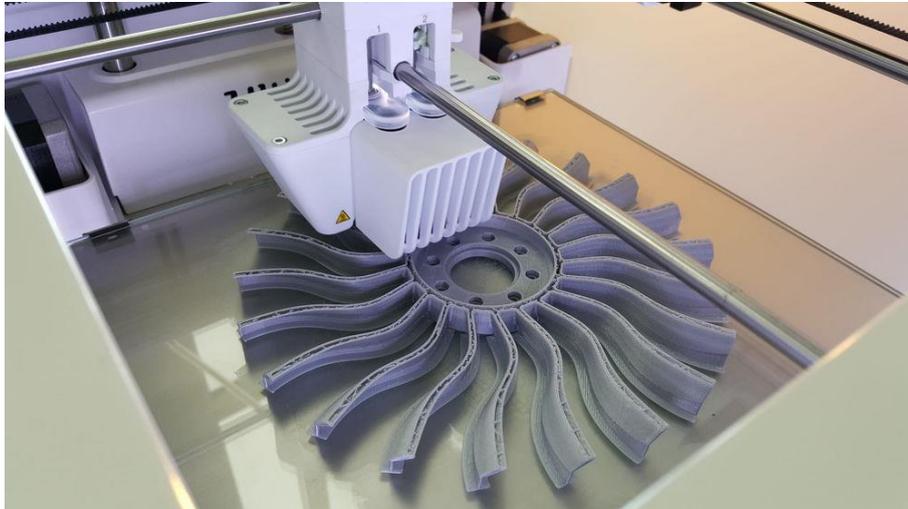


Figure I.11 : ailettes d'un moteur d'un avion élaborées par fabrication additive.

I.6.1 Fabrication additive des polymères

Les polymères ont passé par plusieurs étapes de fabrication où interviennent plusieurs technologies.

Les plus en vue de ces technologies sont :

- ✓ Impression 3D ;
- ✓ Stéréolithographie apparatus (SLA) ;
- ✓ Dépôt fil FDM (fused deposition modeling) ;
- ✓ Frittage laser SLS (sélective laser sintering).

I.6.2 Jet de matières

Projection au-travers de multiples têtes d'impression d'un matériau de construction (à l'état liquide ou fondu) et d'un matériau support. Puis polymérisation par flashage sous ultraviolet de ces matériaux thermodurcissables à chaque couche. Enfin élimination des supports par étuvage ou nettoyage au jet d'eau sous pression. Possibilité de déposer simultanément plusieurs matériaux. Procédé d'impression 3D très précis, pièces avec une finition très lisse (résolution de couches à 16 microns et une précision à 0,1 mm).

I.6.3 Jet de liant

La matière projetée est un liant, pulvérisée de manière sélective dans un lit de poudre de la matière de la pièce à fusionner. On retient notamment trois de ces avantages :

- ❖ pas besoin de supports car le lit de poudre soutient la pièce en construction ;
- ❖ gamme large de matériaux possibles, y compris la céramique et de la nourriture ;
- ❖ possibilité d'ajouter facilement une palette de couleurs (ajoutée au liant).

I.6.4 Indicateurs de performance

Hormis le tort que représente sa sensibilité à la lumière, elle compte les positifs suivants :

- ❖ Objet bi-matière mou et dur sans assemblage ;
- ❖ Facilité d'emploi ;
- ❖ Précision d'impression ;
- ❖ Transparence ;

I.7 Les enjeux de la fabrication additive

La fabrication additive (FA) englobe un ensemble de procédés de fabrication directe qui concurrencent de plus en plus les procédés dits conventionnels comme la fonderie et la forge. C'est pour ces raisons que les industriels se tournent vers ces procédés, et ce dans un nombre important de secteurs d'application (Figure 1-12).[8]

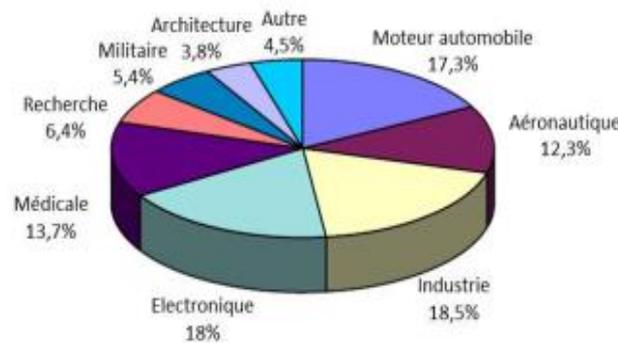


Figure I.12 : Principaux domaines d'application de la fabrication additive de pièces.

La fabrication additive est une thématique transversale que l'on retrouve dans les différents Domaines d'Actions Stratégiques du pôle : historiquement la FA concernait à ses débuts les matériaux polymères. Petit à petit, les avancées technologiques ont permis de rendre la FA attractive pour les matériaux métalliques notamment pour élaborer des pièces difficilement usinables ou pour mettre en forme des matériaux fortement réactifs. La courbe de l'évolution des ventes de machine de FA métalliques depuis les années 2000 ou la courbe des revenus de la FA métallique

depuis 2009 (Figure I.13) montrent bien l'engouement pour ces procédés qui permettent de produire des pièces complexes rapidement [8].

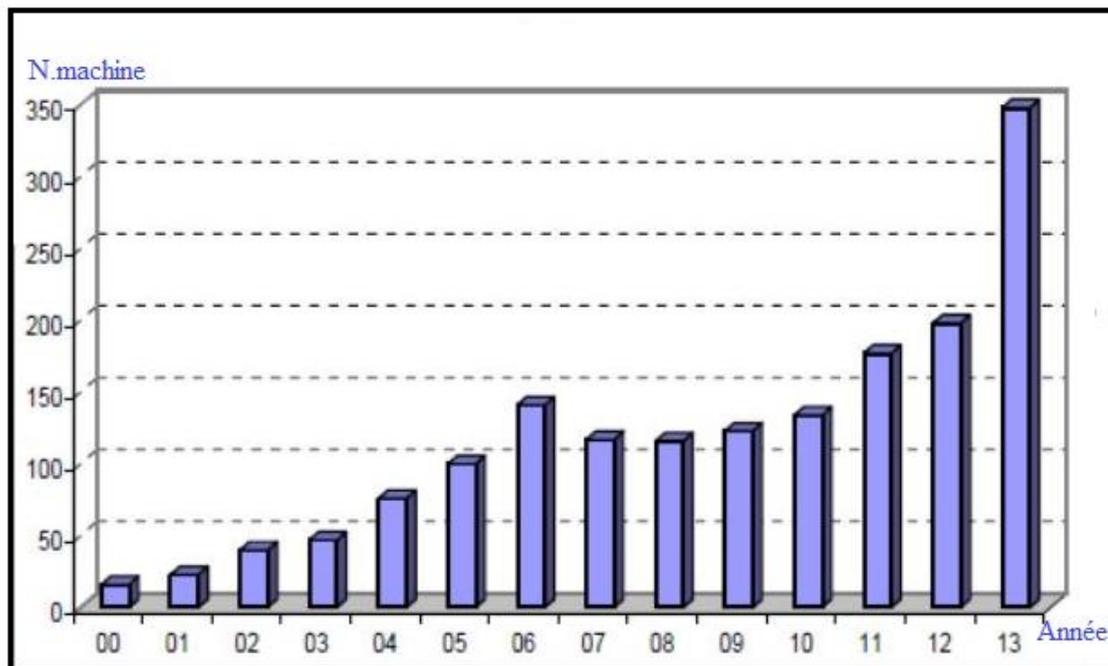


Figure I.13 : Évolution par année des ventes de machine de fabrication additive métallique

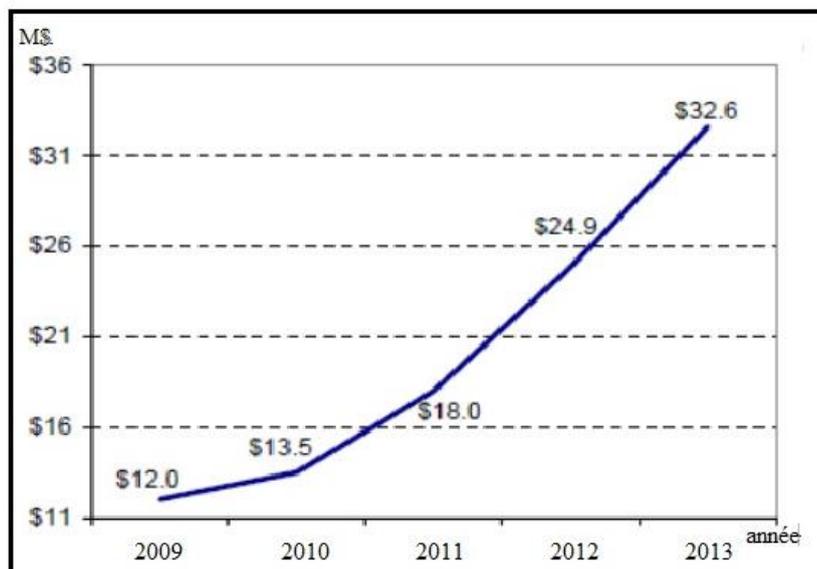


Figure I.14 : Revenus de la FA métallique en fonction du temps et en M\$

La FA est un cycle complet d'étapes, de préparation et de transformation de la matière (Figure I.15). Le matériau initial se présente sous forme de poudre. Les deux premières étapes concernent : (1) la préparation et la mise en condition des poudres, (2) la conception réalisation des pièces via un modèle CAO, qui sera par la suite directement envoyé à la machine pour commander et réaliser les différentes trajectoires et étapes nécessaire à la réalisation de la pièce.

Ce sont les étapes de préfabrication. A l'issue de la mise en œuvre du procédé additif (par les différents procédés évoqués plus loin), interviennent les étapes de post-fabrication donc de finition, qui sont au nombre de quatre :

Le traitement thermique de dimensionnement, La désolidarisation du substrat, Le traitement de densification par HIP et enfin, La finition des états de surface et l'éventuelle remise aux cotes. La remise en condition de la machine passera ensuite par des étapes de nettoyage et surtout de recyclage des poudres [8].

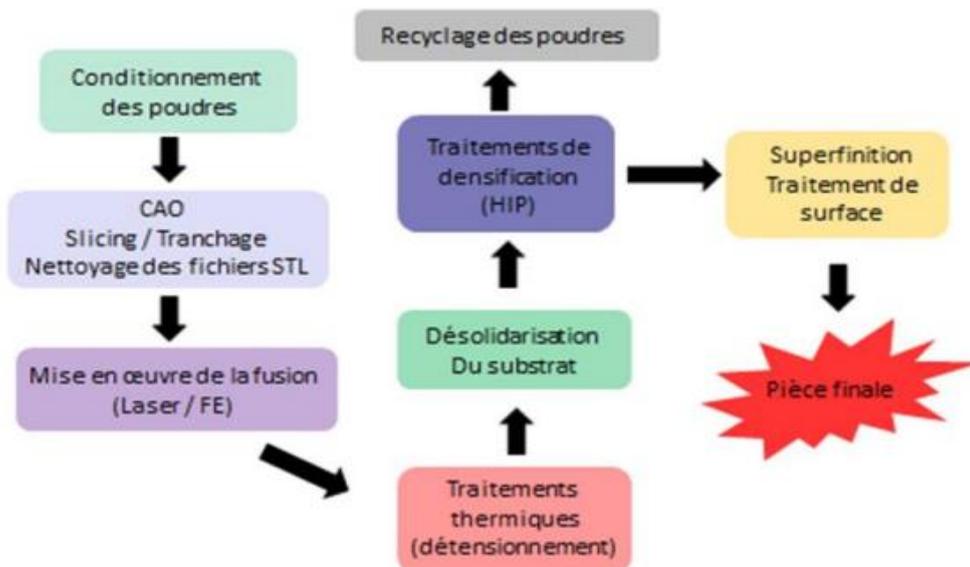


Figure I.15 : Cycle de fabrication des procédés de Fabrication Additive de matériaux.

I.8 Les procédés de fabrication additive directe des alliages métalliques

I.8.1 Le procédé de fabrication par laser

Le procédé de fabrication directe par fusion laser de poudre projetée est un procédé additif dérivé du procédé d'échelonnement et de rechargement laser utilisés pour le traitement de surface ou la réparation des pièces métalliques.

Le procédé repose sur l'utilisation combinée d'un laser de puissance et d'un dispositif de distribution de poudre (buse) injectée dans le bain liquide métallique formé dans le substrat par l'interaction laser-matière [8].

La poudre peut alors s'échauffer, et même fondre pendant son envol, mais la fusion intervient surtout lors du contact avec le bain liquide métallique. Le substrat peut alors être considéré comme un creuset alimenté en poudre métallique, et les hauteurs des couches unitaires formées dépendent des paramètres du procédé. Par l'utilisation d'une machine 5 axes, tranchant les pièces, des pièces complexes peuvent alors être construites couche par couche par montée successive de la buse de projection et par repositionnement simultané du substrat (Figure I.16).

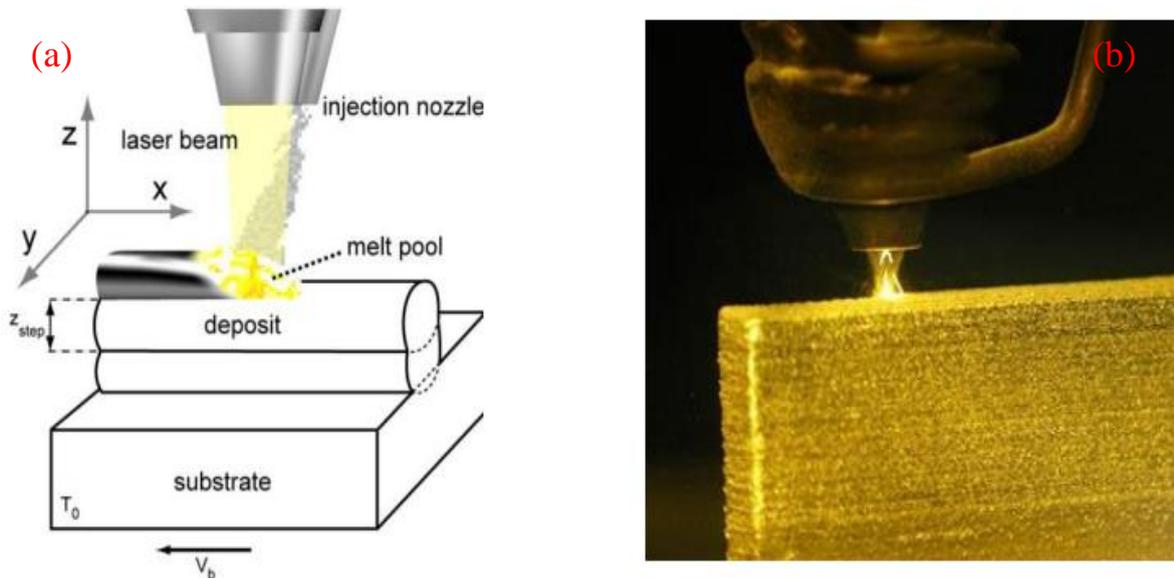


Figure I.16: Procédé de fabrication directe par projection laser : (a) schéma du procédé, (b) procédé en cours.

Les différents paramètres opératoires conditionnent alors la qualité des pièces formées, à commencer par :

- ✓ puissance laser (W) ;
- ✓ vitesse de déplacement de la table ou du système de projection (m/s) ;
- ✓ Débit massique de poudre (g/s).

Au second ordre :

- ✓ pression du gaz porteur ;
- ✓ type de gaz porteur utilisé ;
- ✓ distribution spatiale de puissance laser (W/m^2) et de débit massique (g/s.m).

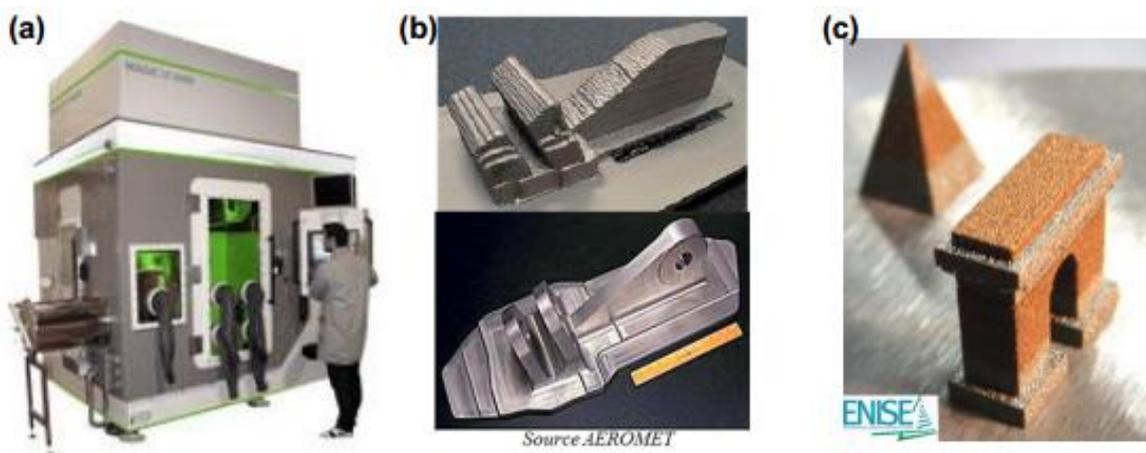


Figure I.17 : Exemples d'utilisation du procédé de FDPL : (a) machine industrielle BEAM, (b) pièces avant et après ré-usinage, (c) élaboration de multi-matériaux acier-cuivre

I.8.2 Le procédé SLM métallique

Le procédé Sélective Laser Melting (SLM) est issu du frittage par laser des matériaux métalliques. Historiquement, le frittage laser Sélectifs (SLS).

Le procédé SLM permet la fabrication rapide de pièces finies ou semi-finies complexes en petite et moyenne séries. Les pièces sont réalisées par une fusion laser sélective d'une succession de lits de poudre et permet d'obtenir des résistances de pièce comparables aux résistances obtenues par des procédés de fonderie.

Le procédé repose sur la fusion sélective d'un lit de poudre par couches successives. Une couche de poudre est ainsi étalée sur un substrat. Le laser va alors fusionner sélective ment la poudre métallique. Une fois consolidée une nouvelle couche est déposée puis fondue jusqu'à création de la pièce complète (Figure 1-18).

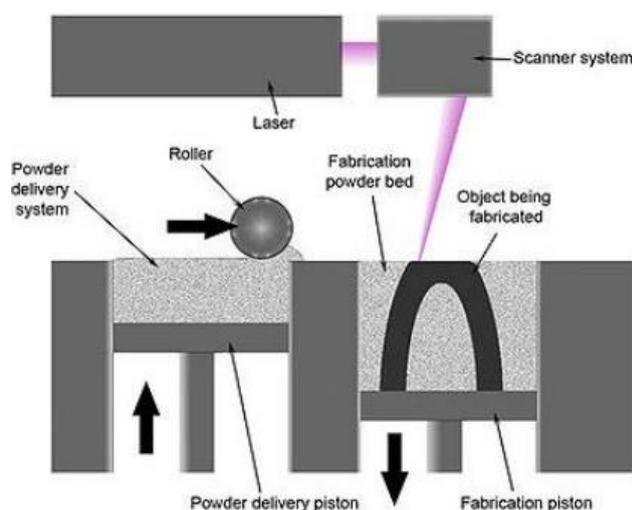


Figure I.18 : Principe du procédé de SLM.

I.8.3 Le procédé EBM

La technique de fusion en « *lit de poudre* » par faisceau d'électrons Électron Beam Melting (EBM) a été mise au point par la société suédoise ARCAM, industrialisée à partir de 2002. Par rapport au procédé SLM, le procédé EBM (Figure 1-19 (a)) présente les particularités suivantes : Pratiquement, les électrons sont guidés et accélérés par un système électromagnétique (8 à 20 mA). Ils percutent alors la poudre avec une énergie de quelques dizaines de keV.

Le procédé est mis en œuvre dans une enceinte sous vide secondaire. Le vide favorise la densification des pièces par dégazage, et limite leur contamination par l'oxygène. Le procédé est donc bien adapté aux alliages réactifs comme les alliages de titane. Le lit de poudre est préchauffé à grande vitesse par le faisceau d'électron avant la fusion, afin d'améliorer sa conductivité électrique. Ce préchauffage, en diminuant les gradients thermiques, diminue les contraintes résiduelles dans le matériau.

I.9 Conclusion

Afin de répondre à la demande de plus en plus importante de prototypes et de pièces fonctionnelles, les technologies stéréo-lithographiques et celles du frittage laser ont atteint un degré de développement industriel satisfaisant indispensable à beaucoup de domaines d'applications.

Les matériaux métalliques présentent un handicap pour la fabrication additive par laser. Une limitation de ce développement réside dans un choix restreint de matériaux et constitue un champ d'investigation et de recherche important. C'est dans ce cadre que nous explorons le développement de nouveaux matériaux utilisant des alliages métalliques complexes pour ces procédés. Dans le but de doter de propriétés mécaniques et tribologiques des nouvelles pièces fabriquées, nous envisageons l'utilisation des poudres d'alliages métalliques complexes. Les pièces seront fabriquées soit à partir de poudres, soit à partir d'une suspension de poudre (époxy/alliages métalliques complexes) [9].

Chapitre II
Caractérisations des poudres
métalliques

II Caractérisations des poudres métalliques

Avant de passer à la fabrication additive nous devons caractériser les poudres métalliques à savoir la détermination de sa granulométrie, sa géométrie, le stade de frittage et sa compression.

II.1 Granulométrie laser

La distribution de la poudre est assurée par gravité. La répartition granulométrique est un indicateur des propriétés rhéologiques d'une poudre et donc de sa capacité à s'écouler.

La granulométrie par diffusion laser est une technique de mesure indirecte. Le principe est schématisé sur la (figure II-1) et comporte trois étapes principales :

L'unité optique de la granulométrie enregistre l'image de la diffusion (diffraction, réflexion, réfraction) d'un rayonnement monochromatique par une suspension de particules, des images de diffusion sont calculées à partir d'un modèle de diffusion, en fonction de distributions granulométriques théoriques les images calculées et l'image mesurée sont ajustées par la méthode des moindres carrés [10].

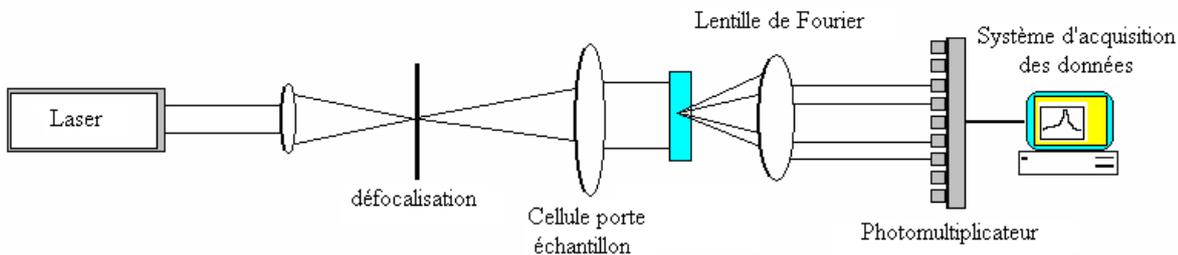


Figure II.1 : Principe de fonctionnement d'une granulométrie laser [10].

Dans notre cas, cette méthode est adaptée car nous travaillons avec des poudres normalement sphériques. En effet, la mesure nous donne la répartition des diamètres moyens des particules de la poudre analysée. Ainsi, si la géométrie des particules n'était pas sphérique, les résultats obtenus par ce moyen ne seraient en rien représentatifs.

Du fait du caractère dangereux de la mise en suspension des poudres d'aluminium (risques Alex), la voie liquide a été préférée. Après plusieurs essais comparatifs, le milieu dispersant sélectionné est l'eau osmose.

II.2 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.

II.2.1 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 barre.

II.2.2 La 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 un axiale à froid. Le cycle de compaction est décrit conformément à la (figure II.3)[11].

II.2.3 Compaction sèche des poudres

Dans cette technique, les poudres sont successivement versées dans un moule en acier, sous une faible compression exercée. Généralement, Ce procédé est suivi par une pression isostatique. Ce dernier peut être envisagé pour la fabrication de pièces de formes complexes.

II.2.4 Compression uni-axiale

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, (Figure II.2).

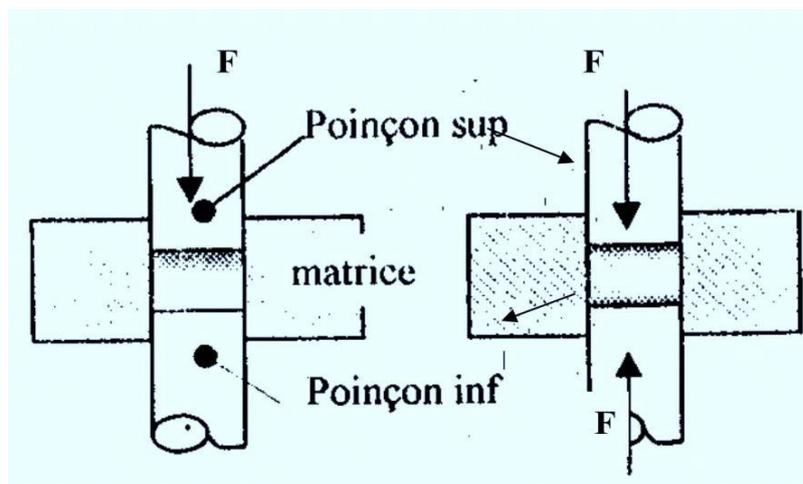


Figure. II.2 : Les types de compression unie axiale [11].

II.2.5 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. On obtient une uniformité de la densité de l'aggloméré : Forte densité près du poinçon mobile et faible densité près du poinçon immobile.

II.2.6 Compression bilatérale

La pression est exercée par deux poinçons mobiles convergents l'un vers l'autre. Dans ce cas le déplacement des particules au voisinage des deux poinçons fait que les densités des parties supérieure et inférieure soient plus fortes que celle de la partie centrale.

II.2.7 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 [11].

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, (Figure II.3).

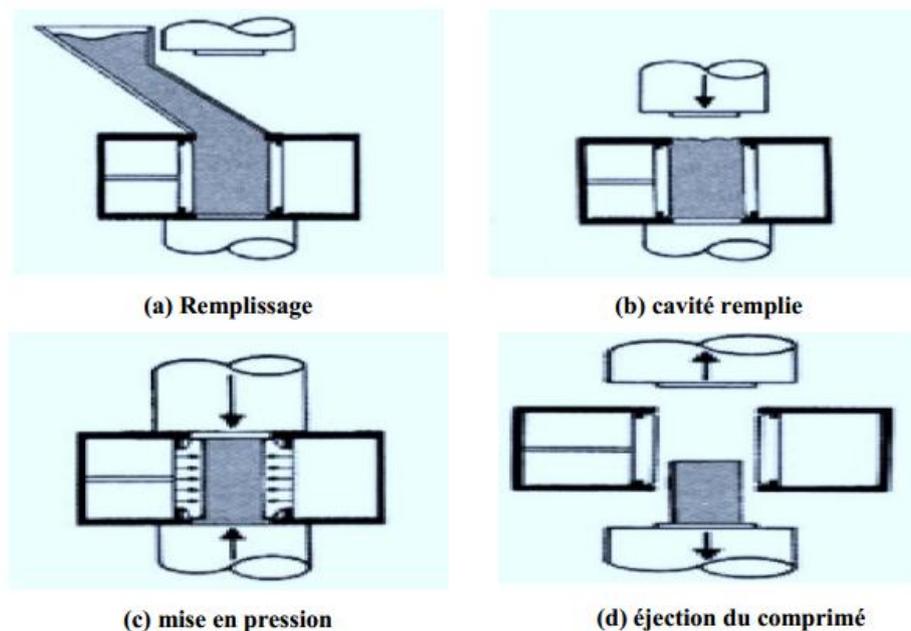


Figure. II.3: Les phases à suivre pour la compression. [11]

Le pressage isostatique est employé pour la réalisation de pièces difficiles à obtenir en pressage uni-axiale :

Pièces présentant une direction allongée (tubes), pièces de forme complexes et/ou de volume important. Cette méthode de pressage offre l'avantage de conduire à une répartition homogène de la pression au sein de la pièce et est donc également utilisée pour élaborer des pièces nécessitant une densité en cru élevée et très uniforme (billes de roulement et de broyage, prothèses médicales).

II.3 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.

II.3.1 Caractéristiques physiques et chimiques des poudres

Pour assurer l'aptitude ultérieure des poudres au frittage, il est important de connaître leurs Propriétés physiques et chimiques.

II.3.2 Caractéristiques morphologiques et dimensionnelle

Morphologie

L'observation en microscope montre que la forme des grains varie depuis la sphère parfaite jusqu'aux aiguilles aux lamelles et aux dendrites Figure. (II.4) .

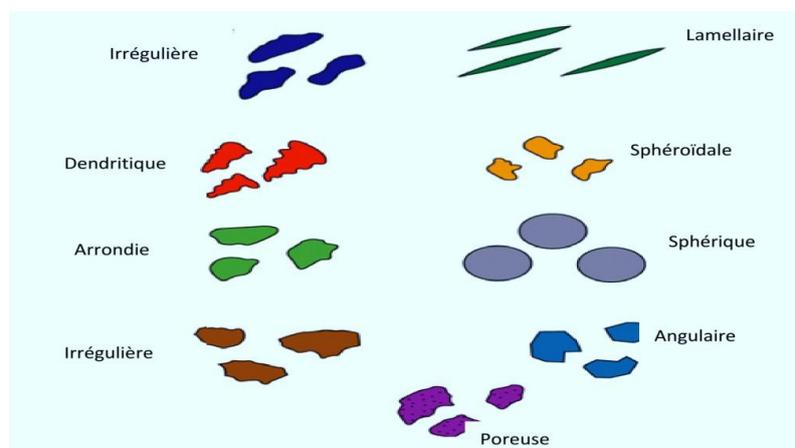


Figure II.4: Les formes des grains de poudres métalliques.

II.3.3 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 .

II.3.4 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].

II.3.5 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.

II.3.6 Changements dimensionnels et retrait

La réduction de la porosité est fonction du niveau de porosité initial, de la température et du temps de frittage et aboutit à des changements dimensionnels, (Figure II.5).La réduction de la porosité causée par le procédé de frittage est déterminée par le niveau de porosité initial 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 du 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 :

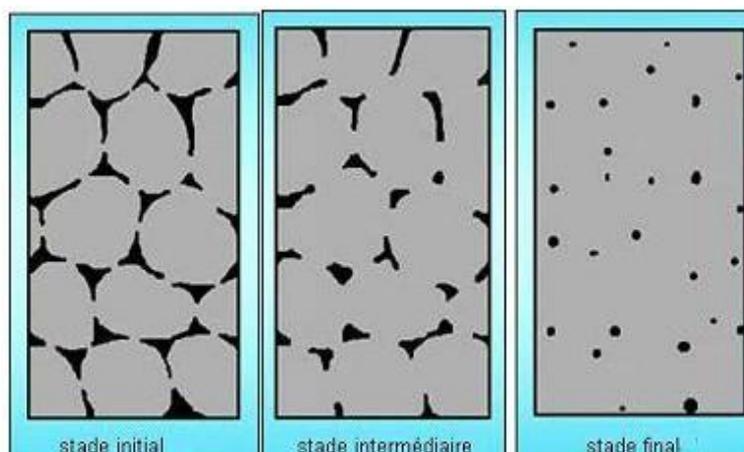


Figure II.5 : Le changement dimensionnel de porosité au cours du frittage .

II.3.7 Les stades du frittage

La réduction de l'énergie inter faciale durant le frittage est liée à la croissance des consistances -particulaires conduisant ainsi vers l'équilibre thermodynamique. Ceci entraîne une évolution microstructurale. Selon la forme de la porosité, le frittage a été divisé en trois stades [23]. Lorsque la poudre a subi une compaction avant le frittage, tous les stades de frittage n'apparaissent pas forcément. Dans les cas étudiés durant ce travail, à l'état initial les particules sont non déformées et les contacts sont ponctuels, donc les trois stades du frittage montrés sur la (figure II.6).

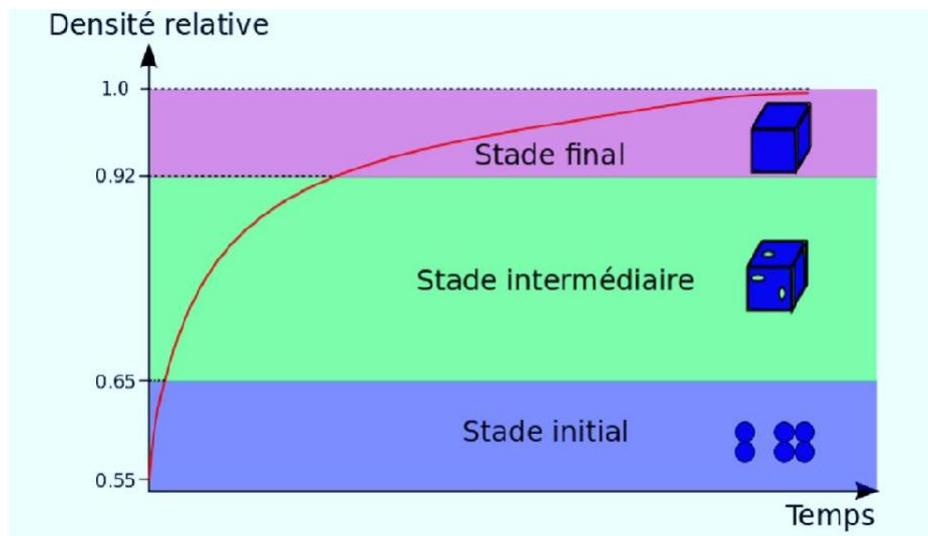


Figure II.6 : L'évolution de la densité relative au cours du frittage [12].

Le premier stade du frittage correspond à la formation et la croissance des cous entre les particules. Au cours du deuxième stade il existe un réseau de pores interconnectés de forme à peu près cylindrique dont le volume se réduit progressivement. Finalement, durant le troisième stade, les pores sphériques isolés sont éliminés

II.3.8 Les différents Types de frittage

Le frittage selon Hirschhorn [13], est le processus par lequel un ensemble de particules de poudre, comprimé ou non, se transforme en un matériau cohérent sous l'influence d'une élévation de température". Il s'agit donc d'un traitement thermique de la poudre ou du comprimé qui, contrairement aux élaborations par fusion, se fait à une température inférieure à la température de fusion du constituant principal, ou au 3/4 de la température de fusion en général. Il existe cependant plusieurs techniques de frittage et le choix entre les diverses méthodes de frittage se fera selon le matériau que l'on désire obtenir,

selon la nature de la poudre, mais aussi en prenant en compte des considérations économiques.

- ✓ Frittage en phase solide
- ✓ Frittage en phase liquide.
- ✓ Frittage-réaction
- ✓ Frittage-infiltration

La dernière étape dans la production des matériaux par MP est la consolidation par frittage, au cours de laquelle la pièce acquiert la résistance et les dimensions du composant final. Le frittage est un traitement thermique effectué à une température au-dessous du point de fusion du composant principal du matériau qui permet la génération de liaisons fortes entre les particules par diffusion de matière. Dans la plupart des cas, le frittage est accompagné d'un retrait (réduction des dimensions de la pièce) et donc d'une densification (réduction de volume de la pièce).

Le cycle de frittage comprend généralement une période de chauffage à la température de frittage, ensuite une période isotherme et finalement un refroidissement, (figure II.8). Les vitesses de chauffage et refroidissement doivent être contrôlées pour éviter une fissuration des pièces .

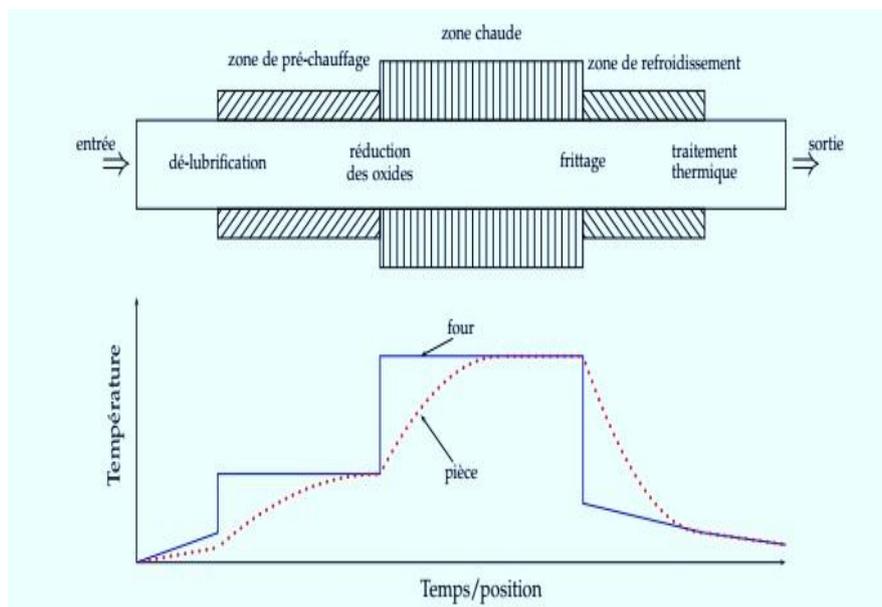


Figure II. 7 : L'illustration des opérations séquentielles dans un four de frittage.

L'élimination des lubrifiants et liants ajoutés à la poudre avant la mise en forme se déroule au début de la période de chauffage. Le palier isotherme permet la croissance des liaisons inter particulaires, la densification du matériau et entraîne parfois un grossissement de grains. Le frittage peut se faire en phase solide ou en présence d'une phase liquide. Industriellement, le frittage en phase solide est le plus utilisé, surtout pour la fabrication de pièces métalliques,

car le changement de dimensions est faible. Le frittage avec phase liquide est surtout utilisé pour la fabrication de composites de matrice métallique ou céramique.

La zone de préchauffage : élimine les lubrifiants du mélange de poudre et augmente la température du comprimé la zone de frittage : la diffusion se produit et le frittage est effectué.

La zone de refroidissement : les pièces frittées se refroidissent dans une atmosphère protectrice en dessous de la plage d'oxydation.

II.3.9 Les Paramètres de frittage

Le frittage est un phénomène très complexe car les facteurs qui interviennent sont nombreux: facteurs dépendant des conditions de l'opération : température, durée ; compression ;

Facteurs dépendant de la nature de l'atmosphère dans laquelle est effectué le frittage : vide, atmosphère réductrice, oxydante, Facteurs dépendant du matériau : morphologie, granulométrie, pureté

II.3.10 Température et durée de frittage

Les températures sont choisies en principe dans un intervalle limité par les deux tiers (2/3) et les trois quart (3/4) de la température de fusion du matériau principal avec des durées assez courte (de 15 min à 2h) afin d'éviter le grossissement exagéré des grains. Le frittage d'une poudre contenant plusieurs constituants peut s'effectuer, soit à une température telle que l'ensemble des constituants reste en phase solide, soit à une température telle qu'un des constituants soit en phase liquide tableau (II. 1).

Tableau II.1: Température et temps de frittage pour divers métaux.

Matières	Température (%C)	Temps (min)
Cuivre .laiton. bronze	760-900	10-45
Fer et fer graphite	1000-1150	8-45
Nickel	1000-1150	30-45
Aciers inoxydables	1150-1290	30-60
Alliage alnico	1200-1300	120-150
Ferrites	1200-1500	10-600
Carbure de tungstène	1420-1500	20-30
Molybdène	2050	120
Tungstène	2350	480
Tantale	2400	480

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

II.3.11 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 favorisée en supprimant la pellicule d'oxyde qui recouvre les grains de poudre.

II.3.12 Grosseurs des grains

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

II.3.13 Mécanisme de frittage et transfert de masse

En principe, le processus de frittage est un processus continu et non séparable, mais on le divise en trois stades, juste pour comprendre au moins en première approximation les différents mécanismes cinétiques. Au cours de l'opération de frittage, plusieurs mécanismes 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.

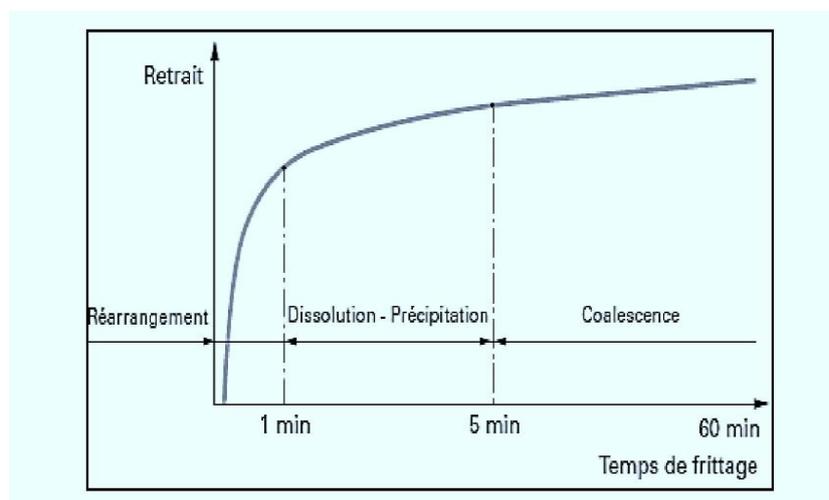


Figure II.8 : Les trois principales étapes du frittage en phase liquide.

La diffusion est thermiquement activée, le nombre d'atomes ayant une énergie supérieure à l'énergie d'activation varie avec la température suivant une loi d'Arrhenius :

$$\frac{N}{N_0} = \exp\left(\frac{Q}{Kt}\right) \dots\dots\dots(\text{I.1})$$

$\frac{N}{N_0}$: rapport entre le nombre d'atomes activés et le nombre total des atomes

Q : énergie d'activation

K : constante de Boltzmann

t : temps

À une température suffisamment élevée, la diffusion de la matière dans le réseau cristallin devient possible et le transfert de matière peut s'opérer. Le système particulaire (comprimé de poudre) qui se caractérise par une grande énergie libre est converti en un état plus stable et en un corps moins poreux puisque les pores, dans le "comprimé", se réduisent voire se ferment, entraînant la densification de la pièce et l'amélioration de ses propriétés mécaniques. Thermodynamiquement, le frittage est un procédé irréversible dans lequel une réduction de l'énergie libre est entraînée par la réduction de la surface. Cela signifie que des quantités importantes de matière doivent être transportées, pendant le frittage, par la diffusion à l'état solide dans l'agglomérat de poudre.

Conclusion générale

Conclusion générale

Ce modeste mémoire théorique, sur la métallurgie des poudres, leur compression et frittage, dans le but de l'utiliser dans la fabrication additive, nous a permis de comprendre quelques notions sur la métallurgie des poudres, leur obtention et leur élaboration.

Pour fabriquer une pièce fonctionnelle, il existe une multitude de procédés d'obtention ayant chacun des spécificités différentes permettant de répondre au cahier des charges. La fabrication additive apparaît comme une solution pertinente pour la réalisation de composants du fait de ses nombreux avantages (liberté de conception, simplification des assemblages...)

La fabrication additive devient un des maillons incontournables dans la conception d'un produit. Tous les secteurs de la production d'objets développent des procédés adaptés à leurs besoins, y compris le domaine du vivant avec des recherches pour produire des tissus et organes en vue d'être greffés sur l'humain.

Ce qui était, hier, impossible à produire sans outillages et processus lourds et coûteux devient petit à petit réaliste. La fabrication additive est à l'aube de son développement, les connaissances sur les matériaux et leur mise en œuvre évoluent sans cesse, offrant aux ingénieurs de nouveaux principes de réalisation toujours plus rapides et plus performants. De la taille nanométrique à plusieurs dizaines de mètres des nouveaux procédés vont révolutionner la façon de créer des outils et des objets de notre quotidien.

Références bibliographiques

- [1] Lahcene Mebarki : Contribution à l'étude de précipitation du carbure dans les aciers fortement alliés (frittée), Université de Batna 2- Mustafa Ben Boulaid, thèse 2014.
- [2] Jean-François Jerier : Modélisation de la compression haute densité des poudres métalliques ductiles par la méthode des éléments discrets, Université Joseph-Fourier - Grenoble I, thèse 2009.
- [3] Leo Antony ; Ramana Reddy : Procédés de production de poudres métalliques de haute pureté, Université De Alabama, USA, 2003.
- [4] Mebarka GHERIB. Élaboration et caractérisation des matériaux nanostructures et Leurs propriétés, Université de Annaba – Badji-Mokhtar, thèse 2013.
- [5] George Zheng CHEN, ELENAGORDO : préparation électrolytique directe de poudre de chrome, 2004.
- [6] Seshadri SEETHARAMAN : Fondamentaux de la métallurgie, Publier a Cambridge England livre 2005.
- [7] W.B. JAMES : Considérations dans le développement d'alliages ferreux P / M pour les applications de durcissement par frittage. Industrial Heating (USA), 1999.
- [8] Sébastien Pouzet : Fabrication additive de composites à matrice titane par fusion laser de poudre projetée, mécanique des matériaux, École nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM,. Français, 2015.
- [9] Adnene SAKLY : Fabrication additive de pièces à base d'alliages métalliques complexes, Université de Lorraine, Français, thèse,. 2013.
- [10] Cassiopee Galy : Étude des interactions matériau/procédé en vue d'une optimisation des conditions opératoires du procédé de fabrication additive SLM sur des alliages d'aluminium pour des applications aéronautiques, Université de Bordeaux. Français thèse 2019.
- [11] Abdelouahab Redjehta : Étude microstructurale et mécanique des alliages Cu-Zn frittés sous pression et par électrodéposition, Université De Sétif, thèse 2015.

[12] R. Bjork, V. Tikare, H. L. Frandsen, et N. Pryds :L'effet des distributions granulométriques sur l'évolution microstructurale lors du frittage, Technique Université De Danemark DTU 2013.

[13] M. Winning : Mécanique aux limites des grains interactions entre les contraintes mécaniques et les joints de grains ; nouvelles approches du contrôle de la microstructure et de la conception des matériaux, Université Joseph-Fourier-Grenoble I. Français.2005.

Résumé

Les matériaux composites occupent une place de plus en plus importante dans la Réalisation de structures à hautes performances mécaniques (aérospatiale, aéronautique, automobile.....) L'objectif de notre travail est axé en premier lieu sur la métallurgie des poudres, les différentes techniques et technologies de fabrication additive ou l'impression 3D dans certains domaines d'industries, et l'utilisation de différentes techniques.

Dans la deuxième partie nous avons essentiellement parlé sur les Caractérisations des poudres métalliques et les Propriétés mécaniques des poudres.

Abstract

Composite materials occupy an increasingly important role in the realization of structures with high mechanical performance (aerospace, aviation, automotive). The objective of our work is focused primarily on powder metallurgy, the various techniques and technology of additive manufacturing and 3D printing in some areas of industry, and the use of different techniques.

In the second part we have talked mainly above the characterization of metal powders and mechanical properties of powders.