

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



**Université Abderrahmane Mira-Bejaia**  
**Faculté de Technologie**  
**Département de Génie des Procédés**

# *MEMOIRE DE FIN D'ETUDES*

En vue de l'obtention du diplôme de  
Master En Génie des Procédés  
Option : Génie des Matériaux

## *Thème*

***Caractérisation physico-chimiques des alliages intermétalliques de Type (Fe/AL).***

Préparé par : ***BEN CHALLAL Zouina***

***Soutenue le 14/09/2023 Devant le jury composé de :***

<b>Nom et Prénom</b>	<b>Grade</b>	<b>Université</b>	<b>Qualité</b>
<b>M<sup>r</sup> RASIM Younes</b>	Docteur	Université de Bejaia	Président
<b>M<sup>r</sup> A/ Hek IDIR</b>	Docteur	Université de Bejaia	Examinateur
<b>M<sup>r</sup> Djamal AMARI</b>	Docteur	Université de Bejaia	Promoteur

*Année Universitaire : 2022/2023*

# *Remerciements*

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

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

*Je remercie également le président et les membres du jury. Et à ceux qui ont participé directement ou indirectement à la réalisation de ce travail.*

*Je remercie toutes les personnes qui travaillent dans le département de génie des procédés et qui travaillent dans la halle technologie.*

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

# *Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail*

*A mes très chers parents qui ont été toujours là  
pour moi, qui m'ont soutenus me donnés les  
conseils durant mes études.*

*A mon marie **Yacine.***

*Ma copine adorée que j'aime trop qu'elle était  
avec moi au cours de ce travail **Kenza KRIMI.***

*A ma grande mère **Zineb.***

*A mes frères **Koussaila et Yacine.***

*A ma p'tite sœur **Malek.***

*A ma belle-famille et à mes cousines.*

*A mes amis de l'université de Bejaia.*

# ***LISTE D'ABRIVIATION***

MDP: Métallurgie des Poudres.

HC: Hexagonale compacte.

Fe: Fer.

Al: Aluminium.

T<sub>ch.</sub> : Température de chauffage.

T<sub>f</sub>: Température de fusion.

T: Température de frittage.

d : Diagonale de l'empreinte (d1+d2)

HV: La dureté Vickers.

F: Force applique.

S: La surface.

N : nombre d'atomes.

N<sub>0</sub> : nombre totale des atomes.

e : énergie d'activation.

# ***LISTE DES FIGURES***

## ***Chapitre I : Recherche bibliographique***

<b>Figure I.1</b> : Les broyeurs (a) broyeur à boulets b) agitateur SPEX (c) broyeur Planétaire.....	10
<b>Figure I.2</b> : Les différentes étapes de la fabrication de la poudre par électrolyse.....	11
<b>Figure I.3</b> : Les techniques d'atomisation .....	12
<b>Figure I.4</b> : Les formes des grains de poudres métalliques.....	13
<b>Figure I.5</b> : Les types de compression unie axiale .....	15
<b>Figure I.6</b> : Les phases à suivre pour la compression.....	16
<b>Figure I.7</b> : L'illustration des opérations séquentielles dans un four de frittage.....	19
<b>Figure I.8</b> : Les trois principales étapes du frittage en phase liquide .....	21
<b>Figure I.9</b> : Le changement dimensionnel de porosité ou cour de frittage .....	23
<b>Figure I.10</b> : L'évolution de la densité relative au cours des frittages .....	24
<b>Figure I.11</b> : Les étapes de frittage .....	26

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

<b>Figure II.1</b> : Poudre de fer .....	29
<b>Figure II.2</b> : Poudre de L'aluminium .....	29
<b>Figure II.3</b> : Moule à pastilles.....	30
<b>Figure II.4</b> : Moules à pastilles utilisé.....	31
<b>Figure II.5</b> : Presse hydraulique de laboratoire.....	32
<b>Figure II.6</b> : Les pastilles produites après le processus de compression .....	33
<b>Figure II.7</b> : Les fours de traitement thermiques.....	34
<b>Figure II.8</b> : Ensemble microscope métallographique.....	36
<b>Figure II.9</b> : Dispositif d'essai de macro dureté .....	36
<b>Figure II.10</b> : Principe de dureté Vickers .....	37

<b>Figure II.11</b> : Géométrie du Pénétrateur et Mesure de l’empreinte .....	38
<b>Figure II.1</b> □ : Balance analytique.....	38
<b>Figure II.13</b> : Les essais de corrosion.....	39

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

<b>Figure III.1</b> : Echantillon (1) 100% Al avant frittage à l'aide d'un microscope optique .....	41
<b>Figure III.2</b> : Echantillon (2) 100% Fe avant frittage à l'aide d'un microscope optique .....	42
<b>Figure III.3</b> : Image échantillon (3) 50% Al 50% Fe avant frittage à l'aide d'un microscope optique .....	42
<b>Figure III.4</b> : Image échantillon (4) 75% Al 25% Fe avant frittage à l'aide d'un microscope optique .....	42
<b>Figure III.5</b> : Image échantillon (5) 25% Al 75% Fe avant frittage à l'aide d'un microscope optique .....	43
<b>Figure III.6</b> : Image échantillon (6) 86.20% Al 13.80% Fe avant frittage à l'aide d'un microscope optique.....	43
<b>Figure III.7</b> : Photo échantillon (1) 100% Al après l’essai Vickers.....	44
<b>Figure III.8</b> : Photo échantillon (2) 100% Fe après l’essai Vickers.....	44
<b>Figure III.9</b> : Photo échantillon (3) 50% Al 50% Fe après l’essai Vickers.....	45
<b>Figure III.10</b> : Photo échantillon (4) 75% Al 25% Fe après l’essai Vickers .....	45
<b>Figure III.11</b> : Photo échantillon (5) 25% Al 75% Fe après l’essai Vickers .....	46
<b>Figure III.12</b> : Photo échantillon (6) 86.20% Al 13.80% Fe après l’essai Vickers .....	46
<b>Figure III.13</b> : Résultat de dureté Vickers de nos pastilles .....	48
<b>Figure III.14</b> : Image échantillon (1) 100% Al après frittage à l'aide d'un microscope optique .....	49
<b>Figure III.15</b> : Image échantillon (2) 100% Fe après frittage à l'aide d'un microscope optique .....	49
<b>Figure III.16</b> : Image échantillon (3) 50% Al 50% Fe après frittage à l'aide d'un microscope optique .....	50

<b>Figure III.17</b> : Image échantillon (4)75% Al 25% Fe après frittage à l'aide d'un microscope optique .....	50
<b>Figure III.18</b> : Image échantillon (5)25% Al 75% Fe après frittage à l'aide d'un microscope optique .....	51
<b>Figure III.19</b> :Image échantillon (6)86.20% Al13.80%Fe après frittage à l'aide d'un microscope optique.....	51
<b>Figure III.20</b> : Courbe corrosion 100% Al.....	53
<b>Figure III.21</b> : Courbe corrosion 100% Fe .....	53
<b>Figure III.22</b> : Courbe corrosion 50% Al 50% Fe .....	54
<b>Figure III.23</b> : Courbe corrosion 75% Al 25% Fe .....	54
<b>Figure III.24</b> : Courbe corrosion 25% Al 75% Fe .....	55
<b>Figure III.25</b> : Courbe corrosion 86.20% Al 13.80% Fe.....	55

# ***LISTE DES TABLEAUX***

## ***Chapitre I : Recherche bibliographique***

**Tableau I.1:** Propriétés physiques de l'aluminium ..... 4

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

**Tableau II.1 :** Les différents mélanges de poudre utilisés ..... 30

**Tableau II.2 :** Les différents mélanges en fonction de leurs poids ..... 30

**Tableau II.3 :** Les températures nécessaires pour former la phase primaire de frittage ..... 34

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

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

**Tableau III.2 :** résultats de corrosion..... 52



# SOMMAIRE

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale ..... 1

## *Chapitre I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE*

I.1 Introduction.....	2
I.2 Définitions de métallurgie .....	2
I.3 Présentation du L'aluminium.....	2
I.3.1 Généralités sur L'aluminium .....	2
I.3.2 Les caractéristiques d'aluminium.....	2
I.3.2.1 Légèreté .....	2
I.3.2.2 La conductivité électrique et thermique.....	3
I.3.2.3 La tenue à la corrosion.....	3
I.3.2.4 Aptitudes aux traitements de surfaces .....	3
I.3.2.5 Le recyclage .....	3
I.3.2.6 Propriétés physiques .....	3
I.3.2.7 Propriétés mécaniques .....	4
I.3.3 Les applications de l'aluminium .....	4
I.3.3.1 Domaine de transport.....	4
I.3.3.2 Domaine d'alimentation .....	5
I.3.3.3 Domaine de l'énergie électrique.....	5
I.4 Présentation du fer .....	5
I.4.1 Généralités sur le fer.....	5
I.4.1.1 LE FER .....	5
I.4.2 Utilisation.....	5
I.4.3 Toxicité du fer .....	6
I.5. Les alliages intermétalliques .....	6
I.5.1. Alliages aluminium-magnésium de la série 5000.....	6
I.5.2. Les caractéristiques des alliages «aluminium-magnésium .....	7
I.5.3. Principaux alliages Al-Mg, leurs caractéristiques et leurs domaines d'applications .....	7
I.6. Métallurgie de poudres .....	8

I.7. Procédés d'élaboration des poudres métalliques.....	9
I.7.1 Procédés mécaniques.....	9
I.7.1.1 Le broyage .....	9
I.7.1.2 Mécano synthèse .....	10
I.7.2 Procédés chimiques .....	10
I.7.2.1 La réduction .....	10
I.7.2.2 L'électrolyse.....	11
I.7.3 Techniques d'atomisation .....	11
I.8 Propriétés des poudres métalliques .....	13
I.8.1 Les formes de poudres.....	13
I.8.2 Caractéristiques morphologiques et dimensionnelle.....	13
I.8.2.1 Morphologie.....	13
I.8.2.2 Analyse granulométrique .....	13
I.8.3 Propriétés mécaniques des poudres.....	14
I.8.4 Caractéristiques physiques et chimiques des poudres.....	14
I.8.4.1 Aptitude à l'écoulement .....	14
I.8.4.2 Masse volumique.....	14
I.8.4.3 Volume massique apparent.....	14
I.8.4.4 Compressibilité .....	15
I.8.4.5 Cohésion du comprimé .....	15
I.9 la compression des poudres .....	15
I.9.1 Compaction sèche des poudres .....	15
I.9.2 Compression uni axiale.....	15
I.9.3 Compression unilatérale .....	16
I.9.4 Compression bilatérale .....	16
I.9.5 Compression isostatique .....	16
I.10. Les avantages de la métallurgie des poudres.....	17
I.11. Les inconvénients de la métallurgie des poudres.....	17
I.12. Domaines d'application de la métallurgie des poudres.....	18
I.13. Le Frittage.....	18
I.13.1 Paramètres de frittage .....	19
I.13.1.1 Température et durée de frittage .....	20
I.13.1.2 Atmosphère de frittage .....	20
I.13.1.3 Grosseurs des grains .....	20

I.13.2 Mécanisme de frittage et transfert de masse .....	20
I.13.3 Les différents types de frittage .....	21
I.13.3.1 Frittage en phase solide.....	22
I.13.3.2 Frittage en phase liquide .....	22
I.13.4 Changement dimensionnelle est le retrait.....	22
I.13.5 Les stades de frittage .....	23
I.13.5.1 Stade primaire .....	24
I.13.5.2 Stade intermédiaire (cristallisation).....	25
I.13.5.3 Stade finale.....	25
I.13.6 Les différentes voies de diffusion en phase solide .....	26
I.13.6.1 Au joint de grain.....	27
I.13.6.2 En surface.....	27
I.13.6.3 En volume .....	27
I.13.6.4 Par évaporation condensation.....	27
I.13.6.5 Frittage en phase liquide .....	28
I.14. Conclusion .....	28

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

II.1 Introduction .....	29
II.2 La morphologie des poudres (Fe-Al) .....	29
II.3 Élaboration d'alliage (Fe-Al).....	30
II.3.1 Mélange de poudre.....	30
II.3.2 La préparation des pastilles .....	30
II.3.3 Frittage des pastilles.....	33
II.3.4 Les températures nécessaires pour former la phase primaire de frittage .....	34
II.4 Micrographique.....	35
II.5 Test de dureté Vickers.....	36
II.6 les essais de corrosion (perte de masse) .....	38
II.7 Conclusion.....	40

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

III.1. Introduction .....	41
III.2. Micrographies optique des alliages Al / Fe avant frittage .....	41

III.3. Discussions sur les résultats test de dureté Vickers après le frittage.....	44
III.4. Micrographies optique des alliages Al / Fe après frittage.....	49
III. 5. Les résultats de corrosion.....	52
III.6. Conclusion.....	56

***INTRODUCTION***  
***GENERALE***

# *INTRODUCTION GENERALE*

---

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

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

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

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

Pour cela, notre mémoire est structuré selon trois chapitres, comme suit :

- Le premier chapitre est consacré pour présenter la bibliographie d'Al/Fe, 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.
- Le deuxième chapitre est dédié aux méthodes expérimentales et présentation des matériaux utilisés, est nous finirons par un test dureté Vickers et le teste de corrosion.
- Le troisième chapitre est réservé aux résultats expérimentaux obtenus grâce aux études et recherches que nous avons faites, et enfin ce travail se termine par une conclusion générale.

# *CHAPITRE*

## *I*

## **I.1. Introduction**

Ce chapitre consacré à la présentation des principaux éléments bibliographiques relatifs à notre sujet.

La première partie traite la métallurgie des poudres, décrire nos deux poudres (AL/Fe), 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, et leurs paramètres seront aussi présentées.

## **I.2. Définitions de métallurgie**

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.

Le rôle de la métallurgie des poudres est de rassembler les techniques qui permettent d'obtenir un objet à partir de poudre.

## **I.3. Présentation du L'aluminium**

### **I.3.1. Généralités sur L'aluminium**

L'aluminium est un élément métallique, parmi les métaux les plus abondants dans la croûte terrestre, c'est un élément du troisième groupe de la classification de Mendeleïev juste après le silicium et l'oxygène, dont le numéro atomique 13 [1].

### **I.3.2. Les caractéristiques d'aluminium**

#### **I.3.2.1. Légèreté**

L'aluminium est plus léger, et présente des caractéristiques mécaniques très élevées, il est largement utilisé dans les transports terrestres rapides et la fabrication des carrosseries des véhicules [2].



**I.3.2.2. La conductivité électrique et thermique**

L'aluminium fournit une excellente prise électrique, et est utilisé de plus en plus pour les lignes à haute tension parce qu'un poids inférieur à celui du cuivre, et aussi il offre un fort pouvoir caloporteur comme l'utilisation dans des dispositifs de refroidissement [3].

**I.3.2.3. La tenue à la corrosion**

L'aluminium et ses alliages ont généralement une bonne tenue à la corrosion (atmosphérique, en milieu marin). L'aluminium est couramment utilisé par les architectes, ainsi que dans les bâtiments publics (La pyramide du Louvre « constituée de verre et de métal »). Les utilisateurs disposent ainsi :

- D'une durée de vie des équipements accrue. Il n'est pas rare de trouver intacts des toitures, des bardages, des équipements de portes, des bateaux..., vieux de plusieurs décennies [2, 4].
- D'une esthétique pérenne. Les produits de corrosion de l'aluminium sont blancs et propices à traitements de coloration [4].

**I.3.2.4. Aptitudes aux traitements de surfaces**

Les traitements de surfaces sur l'aluminium ont plusieurs objectifs parmi lesquels :

- La protection de certains alliages, quand leur résistance à la corrosion « naturelle » est jugée insuffisante.
- La pérennité de l'aspect en évitant la corrosion par piqûre ou le noircissement.
- La modification des propriétés de surface comme la dureté superficielle.
- La décoration du métal par anodisation puis colmatage pigmentaire [5].

**I.3.2.5. Le recyclage**

Le recyclage de l'aluminium plus efficace par rapport à d'autres métaux, et ne représente que 5% de l'énergie nécessaire à l'élaboration du métal à partir d'un minerai (plan économique), et l'expérience montre que les déchets d'aluminium ont une valeur marchande supérieure à celle des ferrailles car une tonne d'aluminium recyclé permet d'économiser quatre tonnes de bauxite, en évitant l'étape de l'électrolyse, ce qui nécessite beaucoup d'énergie et d'éviter les polluants associés émissions. L'aluminium est quasiment recyclable à l'infini sans perdre ses qualités [2, 4].

**I.3.2.6. Propriétés physiques**

Les propriétés physiques de l'aluminium non allié sont résumées dans tableau suivant :

**Tableau I.1:** Propriétés physiques de l'aluminium [7].

Propriété	Unité	Valeur
Paramètre de maille (à 298.15 K)	Å	4.05
Point de fusion	°C	660.45
Point d'ébullition	°C	2056
Pression de vapeur	Pa	0.0037
Energie interne massique $\mu$	J Kg <sup>-1</sup>	398000
Capacité thermique massique Cp (à 298.15 K)	J kg <sup>-1</sup> k <sup>-1</sup>	897
Conductivité thermique $\lambda$ (à 298.15K)	W m <sup>-1</sup> k <sup>-1</sup>	237
Résistivité électrique $\rho$ (à 298.15 K)	10 <sup>-9</sup> Ω m	26.548

### I.3.2.7. Propriétés mécaniques

L'aluminium commercialement pur dans l'état recuit a une faible propriété mécanique mais peut grandement améliorer ces propriétés par écrouissage, par addition d'éléments d'alliage ou par traitements thermiques, selon les cas. Ainsi, il apparaît à l'état recuit une excellente ductilité par rapport aux aciers. L'aluminium est un matériau relativement élastique mais peu malléable [3, 5]. La résistance mécanique et la résistance à la fatigue de l'aluminium sont tout aussi différentes de celles de l'acier [3, 5].

### I.3.3. Les applications de l'aluminium

#### I.3.3.1. Domaine de transport

En raison de sa légèreté, l'aluminium et ses alliages peut être utilisé dans le domaine de transport, dans le sens de la construction des automobiles, des véhicules ferroviaires (les trains, les tramways, les métros), ainsi que l'aéronautique (les avions). Car il réduit les émissions de carburant et le bruit, les vibrations et la résistance à la corrosion de la consommation, et absorbe aussi le choc de l'accident, l'aluminium ne rouille pas dans la petite voiture, le poids de la structure de l'aluminium peut être jusqu'à 45 % inférieurs à la structure en acier, et aujourd'hui, 50 % des moteurs hors-bords sont fait d'aluminium. Une coque en aluminium peut tenir plus de 30 ans sans donner le moindre signe de fatigue,

demande peu d'entretien que ces matériaux sont le résultat de son utilisation dans le domaine de la marine [3, 5].

### **I.3.3.2. Domaine Agro-Alimentaire**

L'aluminium a un grand champ d'utilisation dans le domaine de l'alimentation, par exemple il est utilisé dans la construction des boîtes de conservation, les papiers aluminium, canettes, barquettes, ustensiles de cuisine. Cependant, l'aluminium en cas d'ingestion importante peut parfois avoir des effets néfastes pour le système nerveux. Il a été reporté que des personnes aient développé une encéphalopathie (forme de démence) [3, 4].

### **I.3.3.3. Domaine de l'énergie électrique**

Les lignes aériennes et des câbles d'alimentation de la distribution et la transmission de l'énergie électrique, des câbles électriques à usage industriel. L'aluminium est particulièrement bien adapté à cet usage en raison de sa conductivité électrique élevée, une densité et une bonne résistance à la corrosion de base [6].

## **I.4. Présentation du fer**

### **I.4.1. Généralités sur le fer**

Le fer est un élément chimique, de symbole Fe dont le numéro atomique est 26. C'est le métal et le matériau ferromagnétique le plus courant dans la vie quotidienne, sous forme pure ou alliages. Le fer pur est un métal de transition ductile, mais l'adjonction de très faibles quantités d'éléments d'additions modifie considérablement ses propriétés mécaniques. Allié au carbone et avec d'autres éléments d'additions il forme les aciers, dont la sensibilité aux traitements thermomécaniques permet de diversifier encore plus les propriétés du matériau. Au même titre que les vitamines et les minéraux, les oligoéléments sont indispensables à notre organisme. Parmi ces substances, le fer est certainement l'un des plus important composant essentiel de l'hémoglobine, il permet aux globules rouges de transporter l'oxygène indispensable à nos cellules [8].

### **I.4.2. Utilisation**

Le fer est largement utilisé dans la technologie et l'industrie généralement sous forme d'acier [9]. On le trouve :

- Dans la construction métallique
- Dans la construction automobile (carrosserie de voiture),

- Dans l'emballage (boîtes de conserve, canettes) et il est aussi utilisé en électronique pour fixer les informations analogiques sur des supports appropriés (bande magnétique, cassette audio)
- En pharmacie : le fer est utilisé en tant que médicament, Il est utilisé dans les cas de carences en fer (dites « carence martiale ») pouvant provoquer une asthénie, voire une anémie ferriprive. Il peut être donné par voie orale ou en injection.
- En chimie : comme catalyseur (procédées d'oxydation avancée) traitement des eaux usées (coagulation /floculation).

### **1.4.3. Toxicité du fer**

Un excès de fer dans l'organisme entraîne la plupart du temps l'hémochromatose, qui a comme conséquences des dépôts de fer importants dans les tissus. La plupart de ces dépôts de fer se forment au niveau du foie et du pancréas et peuvent engendrer une cirrhose du foie et le diabète [10].

Un excès de fer peut aussi créer des troubles hormonaux, des douleurs abdominales, de l'asthénie, des douleurs articulaires, de l'ostéoporose, des dépressions et des maladies cardiaques diverses [11]. Une équipe de chercheurs belges a récemment publié un article qui confirme que l'aluminium et le fer, au fil des années, s'accumulent dans le cerveau [12].

Le fer est un pro-oxydant, ce qui expliquerait que les hommes n'ayant pas leurs règles, ont donc un taux de fer plus important tout au long de leur vie, et subissent un stress oxydatif qui raccourcirait leur durée de vie.

## **1.5. Les alliages intermétalliques**

Un composé intermétallique (CIM), ou semi-métallique, est l'association de métaux ou de métalloïdes entre eux par une liaison chimique. Le composé existe à une composition précise (composé stœchiométrique) ou dans un domaine de composition (composé non-stœchiométrique) défini et distinct des domaines de solutions solides basés sur les éléments purs. Il se forme également sous certaines conditions de pression et de température.

### **1.5.1. Alliages aluminium-magnésium de la série 5000**

L'ajout du magnésium à la matrice de l'aluminium améliore la dureté, La soudabilité et La résistance de la corrosion favorable. Grace à leur excellente résistance à la corrosion, les Alliages constituant le magnésium comme un élément principal sont utilisés dans les coques de bateaux, les planches de passages et d'autres produits exposés aux milieux marins [13].

### I.5.2. Les caractéristiques des alliages «aluminium-magnésium

Des caractéristiques mécaniques proportionnelles au taux de magnésium et d'écroutissage sont :

- Bonne aptitude à la déformation à chaud et à froid, qui augmente avec la diminution du taux de magnésium ;
- Une très grande susceptibilité à la corrosion inter granulaire et la corrosion sous contrainte pour les forts pourcentages de magnésium et l'exposition à des températures supérieures à 60°C ;
- Un excellent comportement à la soudure ;
- Excellent comportement aux basses et très basses températures, d'où les applications en cryogénie [14].

### I.5.3. Principaux alliages Al-Mg, leurs caractéristiques et leurs domaines d'applications

L'alliage **5005**, le moins chargé en magnésium, remplace l'aluminium non allié lorsqu'une légère augmentation des caractéristiques est nécessaire : domaine de l'emboutissage, du chaudronnage, de l'architecture (bardages), du mobilier métallique... [15].

L'alliage **5050, 5052, 5454, 5754** : ont l'avantage de combiner une bonne aptitude à la mise en forme, une bonne résistance à la fatigue et une très bonne résistance à la corrosion. Ses domaines d'application sont les plus divers, en particulier en chaudronnerie sous forme de Réservoirs et tuyauteries pour l'industrie chimique, pétrolière, les transports maritimes et Aéronautiques. Forme de produits filés (barres, fils, tubes) ou de tubes soudés pour l'irrigation [15].

Les alliages **5086** et **5083**, sont les plus performants parmi les différents alliages de la Série 5000. Sont utilisés toutes les fois que l'on recherche, en plus des caractéristiques générales des alliages Al-Mg, une résistance mécanique élevée, ce qui est le cas des applications ci-après :

- Transports terrestres : semi-remorques, citernes ;
- Transports maritimes : superstructures de paquebots ;
- Travaux publics : manutention, ponts roulants ;
- Industrie mécanique : matériel ménager, machines textiles ;

- Industries chimique et cryogénique : installations de liquéfaction, de gazéification, réservoirs
- De stockage de gaz liquéfiés, cuves de transports et de stockage du méthane liquide ; ces alliages sont, en particulier, les matériaux de choix pour les installations cryogéniques en raison de leur très bon comportement jusqu'aux très basses températures.

Leurs applications sont toutefois limitées en raison des risques de corrosion intergranulaire et de corrosion sous tension [15].

La nuance **5283** est spécialement réservée à la fabrication des bouteilles à gaz sous pression appelées à travailler dans des conditions sévères : cas par exemple des bouteilles de plongée sous-marine [15].

## I.6. Métallurgie de poudres

La métallurgie des poudres MP est définie par le grand dictionnaire terminologique comme étant le domaine de la métallurgie traitant de la production des poudres de métaux ou d'alliages ainsi que de la fabrication des pièces métalliques à partir de ces poudres [16].

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 constitution 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 comme 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 laquelle elle repose, permettent l'obtention de 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 [16].

- Élaboration de la poudre.
- Densification et mise en forme.
- Frittage.

- Calibrage.
- Traitements thermiques.
- Finitions.

## I.7. 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 on cite principalement trois catégories. Elles sont présentées sur la **Figure (I.1) [17]**.

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

### I.7.1. Procédés mécaniques

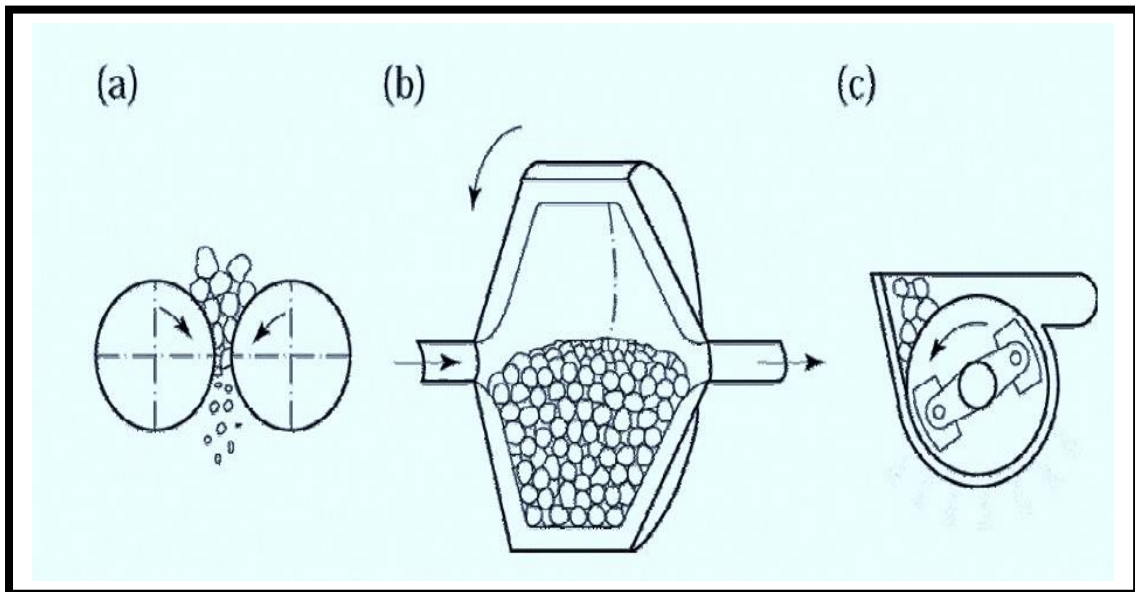
Les méthodes mécaniques consistent à broyer un métal par un moyen approprié, ces techniques sont basées sur le choc, l'attrition, le cisaillement et la compression.

#### I.7.1.1. Le broyage

L'opération de broyage est la synthèse de plusieurs phénomènes tels la fracturation, la déformation et le soudage à froid [18].

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, liquide) et des conditions opératoires de broyage (quantité et grosseur des boulets, appareils utilisés).

Les appareils utilisés sont essentiellement des broyeurs **Figure (I.1)** à mâchoires, à marteaux, billes... Ils sont très employés pour les métaux fragiles (éléments purs tels que Mn, Sb, Bi Cr,... ou alliage Fe-Al, Ni-Al, Fe-Si, ...



**Figure(I.1):** Les broyeurs (a) broyeur à boulets b) agitateur SPEX (c) broyeur planétaire.

### I.7.1.2. Mécano synthèse

Contrairement au broyage classique utilisé depuis la préhistoire pour réduire en poudre des matériaux, le broyage à haute énergie permet de synthétiser, à température ambiante, des matériaux organisés à l'échelle nanométrique, difficiles, voire impossibles à obtenir par des méthodes classiques telles que la fusion-solidification. Les différents types de broyeurs décrits précédemment peuvent être utilisés pour la mécano synthèse (broyeurs vibrants, broyeur à tambour tournant.....etc. [19].

### I.7.2. Procédés chimiques

Ils existent différentes méthodes chimiques utilisées pour la production des poudres, de par leur diversité et leur souplesse.

Elles permettent de produire les poudres de n'importe quel élément ou composé, avec des tailles moyennes de grain pouvant varier de quelques dixièmes à plusieurs dizaines de  $\mu\text{m}$ . [19].

#### I.7.2.1. La réduction

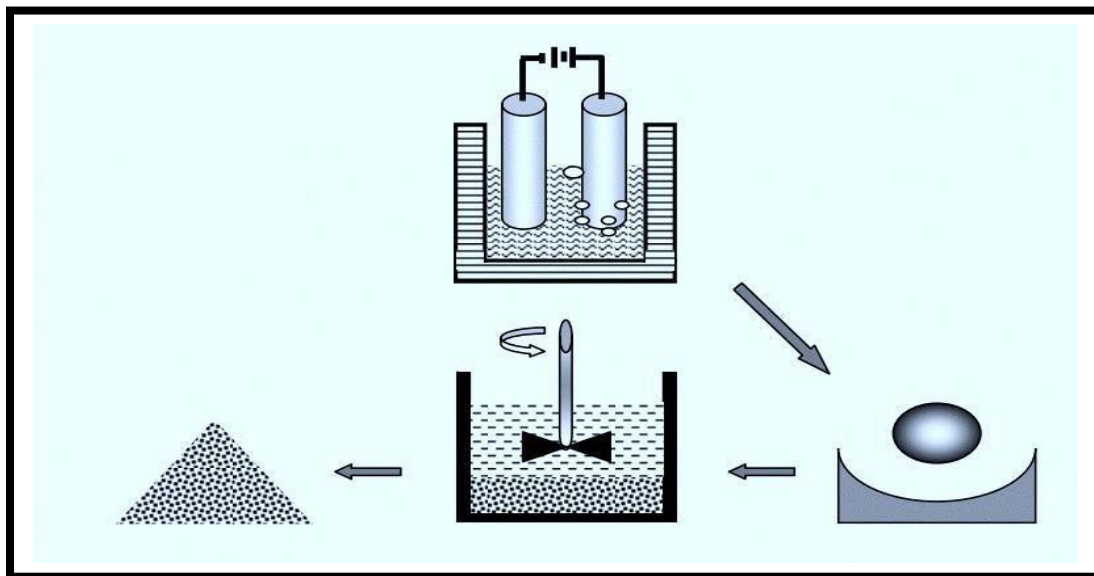
La réduction est la méthode de production chimique la plus employée. Elle consiste en la réduction d'un composé (un oxyde ou un chlorure), broyé en une fine poudre, par un agent chimique (gaz liquide ou solide) qui fractionne le composé en métal à l'état de fins granules et en un sous-produit qui peut 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 °C) en cuivre métallique et en Vapeur d'eau [20].

### I.7.2.2. L'électrolyse

La production de la poudre par électrolyse est une réduction dans laquelle un ion métallique contenu dans une solution liquide du sel ou dans sel fondu (électrolyse ignée) du métal désiré, est neutralisé par le courant cathodique. Le dépôt cathodique très poreux est ensuite raclé, broyé, lavé, et séché [20].



**Figure(I.2) :** Les différentes étapes de la fabrication de la poudre par électrolyse sont présentées ci-dessous.

### I.7.3. Techniques d'atomisation

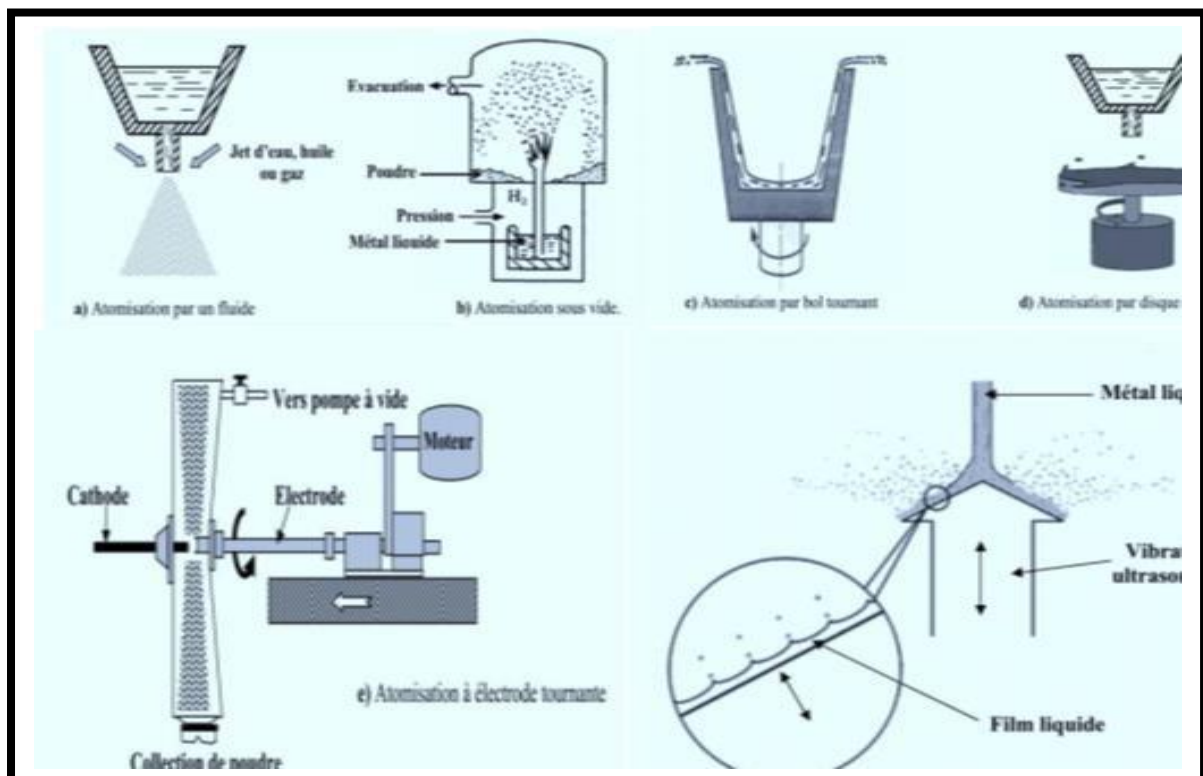
Le procédé d'atomisation s'applique aux métaux purs et aux alliages peuvent être facilement fondus, les plus répandues sont : cuivre, fer, aluminium et surtout des alliages tels que les laitons, les bronze, les aciers. Il consiste en la désintégration d'un métal fondu en fines gouttelettes qui se solidifient 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 107 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.5 a)**.
- ❖ L'atomisation sous vide ou par gaz soluble dans lequel le métal liquide est en solution sursaturée
- ❖ 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 (5c, 5 d et 5 e)**
- ❖ L'atomisation par ultrasons dans lequel le métal liquide est agité par une vibration ultrasonique **figure (I.3)**.

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 avec un gaz qui provoque l'atomisation sous vide **Figure (I.3)**.



**Figure(I.3):** Les techniques d'atomisation.

## I.8. Propriétés des poudres métalliques

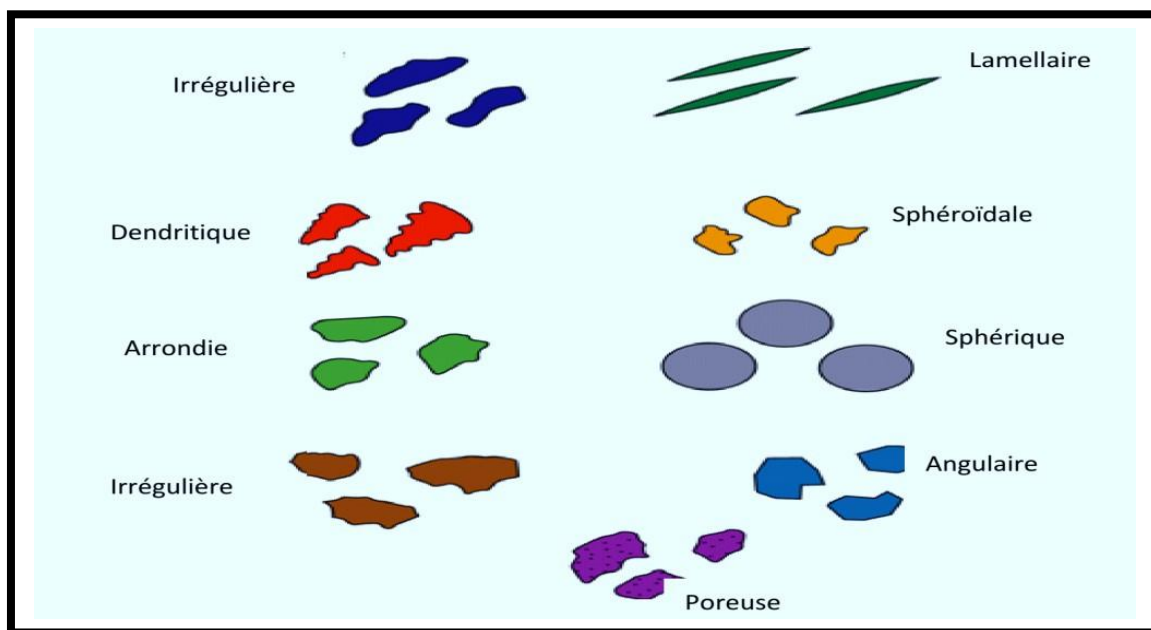
### I.8.1. Les formes de poudres

La forme des particules est étroitement liée 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.4). La forme des particules joue un rôle très important pour fabriquer les pièces par technique de la métallurgie des poudres (MP).

### I.8.2. Caractéristiques morphologiques et dimensionnelle

#### I.8.2.1. 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. (I.4)**.



**Figure(I.4) : Les formes des grains de poudres métalliques [21].**

#### I.8.2.2. Analyse granulométrique

La grosseur des grains est une caractéristique importante pour l'utilisation des poudres. Pour cela il existe plusieurs méthodes d'analyse dans le but de séparer les poudres .

**I.8.3. 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.

**I.8.4. 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.

**I.8.4.1. 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.

**I.8.4.2. 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 [21].

**I.8.4.3 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.

#### I.8.4.4. 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.

#### I.8.4.5. 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. La compression des poudres

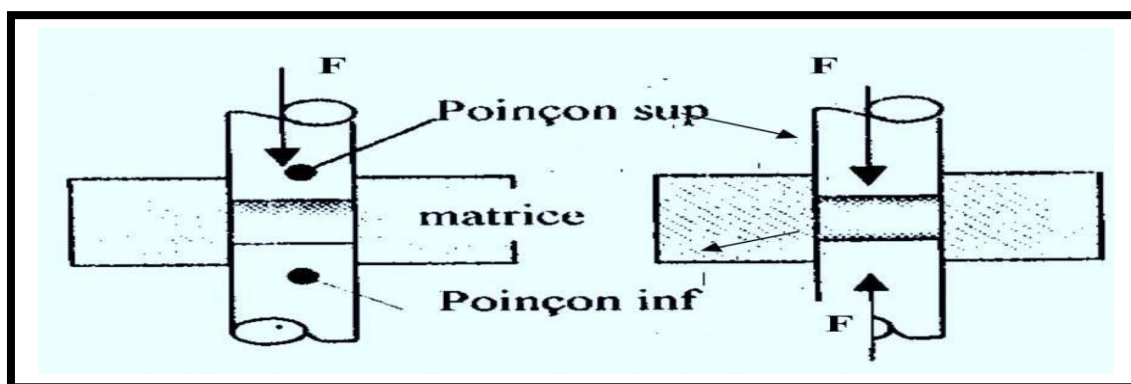
La phase compression vise deux buts que sont la densification par rapprochement et déformation des grains solides à l'aide d'une pression externe, et l'obtention de comprimés ayant la forme et les dimensions désirées. Au cours de la compression, le lubrifiant sec mélangé initialement avec la poudre est 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 uni axiale à froid. Le cycle de compaction est décrit conformément à la **figure (I.6)** [21].

#### I.9.1. 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.

#### I.9.2. 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 (I.5)**.



**Figure. (I.5) :** Les types de compression uni axiale.

### I.9.3. Compression

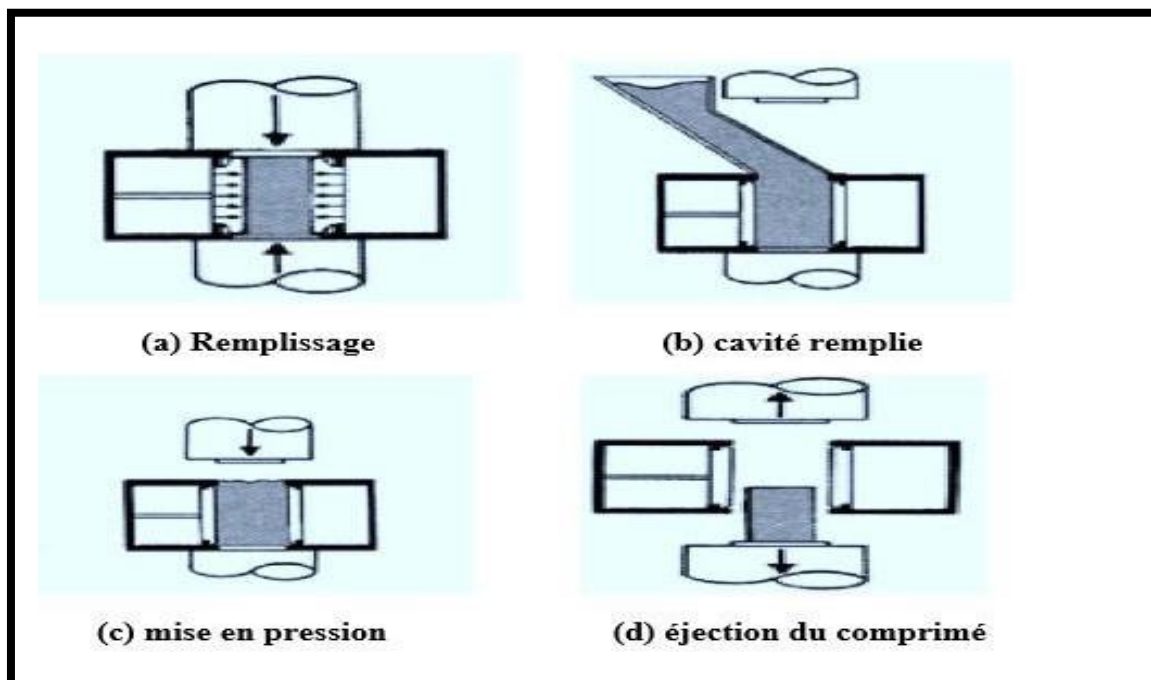
Dans ce type de compression, un seul poinçon est mobile pendant la compression. Ce qui fait le mouvement des grains les uns par rapport aux autres est plus important dans la partie voisine du poinçon mobile. On obtient une uniformité de la densité de l'aggloméré : Forte densité près du poinçon mobile et faible densité près du poinçon immobile.

### I.9.4. 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.

### I.9.5. 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. 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 (I.6)**.



Figure(I.6) : Les phases à suivre pour la compression.

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).

### **I.10. Les avantages de la métallurgie des poudres**

Les avantages de la fabrication de pièces par le procédé de la métallurgie des poudres sont nombreux. Les autres avantages du procédé sont décrits ci-dessous [22].

- Diminution des pertes de matières premières ;
- Diminution ou élimination de l'usinage ;
- Contrôle précis de la composition et des propriétés physiques et mécanique ;
- Contrôle précis des dimensions et du fini 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.11. Les inconvénients de la métallurgie des poudres**

Il existe bien sûr certaines limitations associées au procédé. Parmi celles-ci, signalons certaines contraintes quant 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 [22].

Finalement, il est à noter que la taille maximale des pièces qu'il est possible de faire par métallurgie des poudres est directement liée à la pression maximale que les presses sont capables d'appliquer.

## I.12. 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 des poudres se concentre dans le domaine de :

- **L'industrie automobile**, le marché le plus important, à travers les pièces suivantes :  
Moteurs partie haute, Moteurs partie basse, Distributions Transmissions, Boîtes de vitesses, Amortisseurs, Accessoires divers.
- **Outillages électroportatif** : pignonerie diverse, leviers, crabots, percussions ;
- **Électroménager** : compresseurs (pistons, bielles,...), diverses pignonerie de transmission ;
- **Secteurs agricole**, poids lourds.
- **Travaux publics** : à peu près les mêmes applications que pour l'automobile avec les limitations de dimensions et de volume minima.
- **Patins de freins**, depuis les cycles jusqu'à l'aviation, en passant par le ferroviaire.

## I.13. Frittage

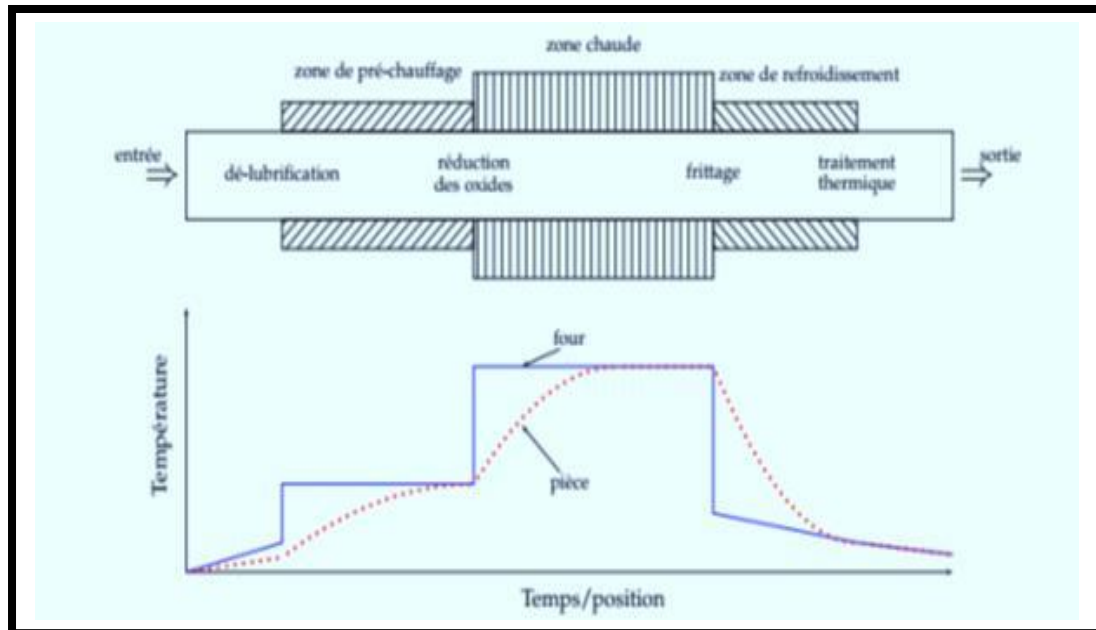
La dernière étape dans la production des matériaux par MP est la consolidation par frittage, au cours de laquelle la pièce acquiert la résistance et les dimensions du composant final.

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 (I.10). Les vitesses de chauffage et refroidissement doivent être contrôlées pour éviter une fissuration des pièces [23].





**Figure (I.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.

- 1. La zone de préchauffage :** élimine les lubrifiants du mélange de poudre et augmente la température du comprimé.
- 2. La zone de frittage :** la diffusion se produit et le frittage est effectué.
- 3. La zone de refroidissement :** les pièces frittées se refroidissent dans une atmosphère protectrice en dessous de la plage d'oxydation.

### **I.13.1. 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

#### **I.13.1.1. 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.

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.

#### **I.13.1.2. 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.

#### **I.13.1.3. 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.

#### **I.13.2 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 (1.9)**.

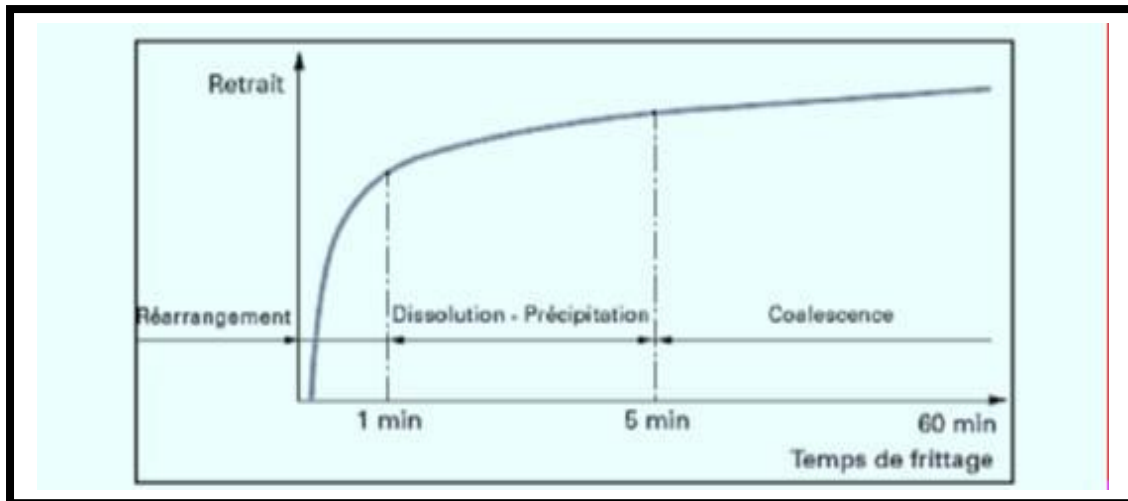


Figure (1.8) : Les trois principales étapes du frittage en phase liquide.

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 :

$$N/N_0 = e^{[-e/KT]} \dots\dots\dots I.2$$

$N/N_0$ : rapport entre le nombre d'atomes activés et le nombre total des atomes.

$e$ : énergie d'activation.

$K$ : constante de Boltzmann.

$T$ : temps.

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.

**I.13.3. Les différents types de frittage**

On à 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.13.3.1. 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 exigent 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) [24].

Deux mécanismes de frittage en phase solide sont possibles :

1. Les mécanismes sans retrait.
2. Les mécanismes avec retrait.

#### **I.13.3.2. 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**) [25].

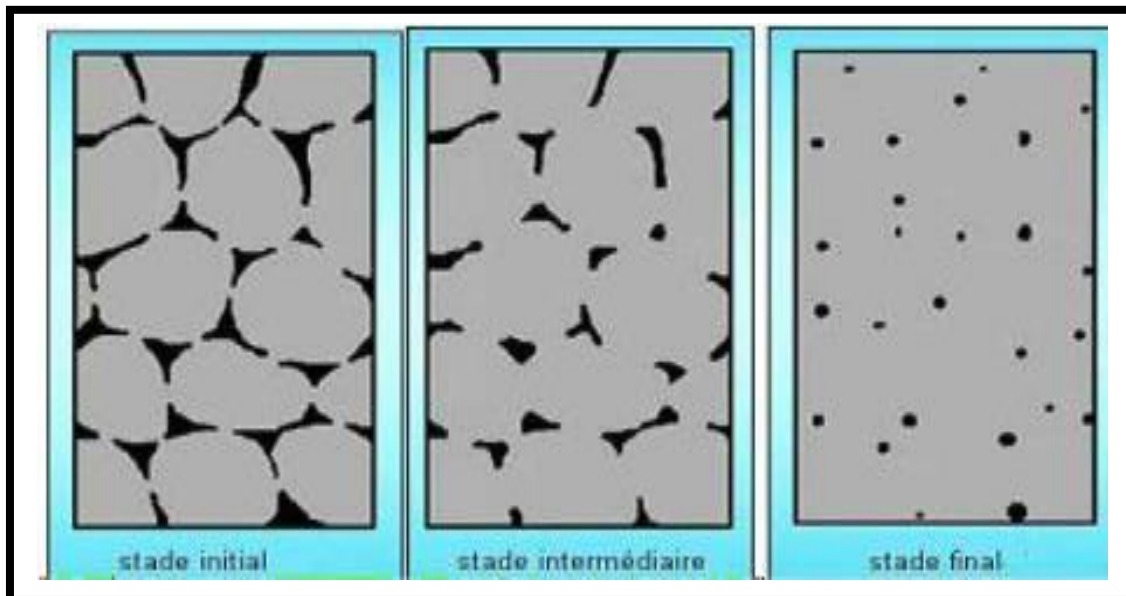
#### **I.13.4. Changement dimensionnelle est le retrait**

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

Dimensionnelle 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 de l'aluminium.



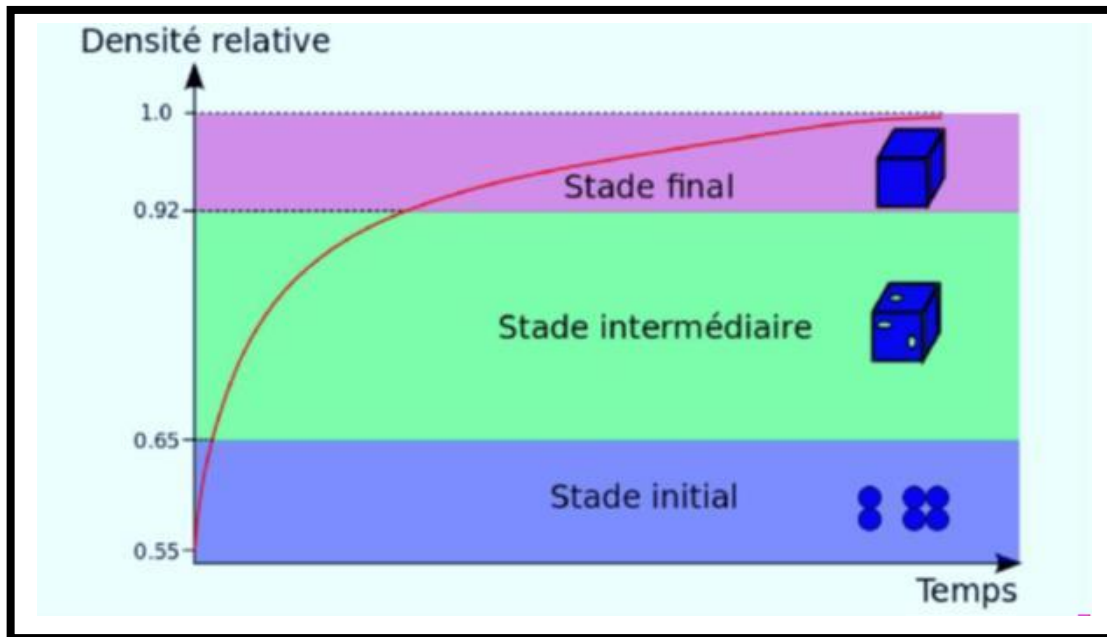
**Figure (I.9) :** Le changement dimensionnel de porosité ou cour de frittage.

#### I.13.5. Les stades du frittage

La réduction de l'énergie interraciale durant le frittage est liée à la croissance des coins sinter-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. 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 (I.10)**.



**Figure (I.10) :** L'évolution de la densité relative au cours des frittages.

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.

#### 1.13.5.1. Stades primaires

Le premier stade du frittage est normalement achevé durant la période de chauffage, avant d'atteindre la température du palier de frittage. Pendant ce stade, se créent les premiers contacts entre les particules (à noter que quelques auteurs considèrent une étape d'adhésion préliminaire au premier stade) et les cous commencent à croître.

L'accroissance des coins inter particulaires entraîne une réduction de l'énergie interfaciale de plus de 50 % et une faible densification.

La fin du premier stade se produit quand le rapport du rayon de contact au rayon de particule vaut environ 0.3 pour des particules de même taille. Mais elle pourrait aussi être déterminée par d'autres paramètres comme le retrait, l'aire de la surface libre des particules ou la densité. 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.

#### **1.13.5.2. Stade intermédiaire (cristallisation)**

Le deuxième stade de frittage est particulièrement associé à la densification du compact et s'accompagne d'un grossissement de grains et de l'arrondissement de pores.

Les pores quasi cylindriques forment un réseau interconnecté. À la fin du 2<sup>ème</sup> stade, les pores deviennent sphériques et sont principalement situés en périphérie des joints de grains, et l'élimination de petits grains entraîne une coalescence de pores attachés aux coins des joints de grains, au fur et à mesure que la densification du compact progresse.

Les gros pores croissent aux dépens des plus petits, en utilisant les joints de grains comme trajectoires de transport. Au fur et à mesure que le frittage se produit, on peut observer une croissance des grains, tandis que les particules commencent à perdre leur identité. Ce changement morphologique est causé par le transport de matière à partir des joints de grains vers les pores.

Les grains de poudre, étant écrasés lors de la compression, subissent une recristallisation suite à un grossissement de grains tant que le processus de frittage se poursuit. Cette phase est d'une importance dans le contrôle de développement de la structure.

Elle est aussi le siège du maximum de densification. A ce stade, la croissance rapide des grains engendre une diminution importante de la porosité. Et l'agrandissement des ponts continus. Il s'agit dans ce cas d'une porosité continue ouverte.

#### **1.13.5.3. Stades finals**

Le troisième stade du frittage commence quand les pores se ferment, approximativement à 8% de porosité. Les pores continuent à se combler par transport de matière, soit depuis les joints de grains, soit depuis le cœur des grains. Le troisième stade est relativement lent comparé aux stades précédents.

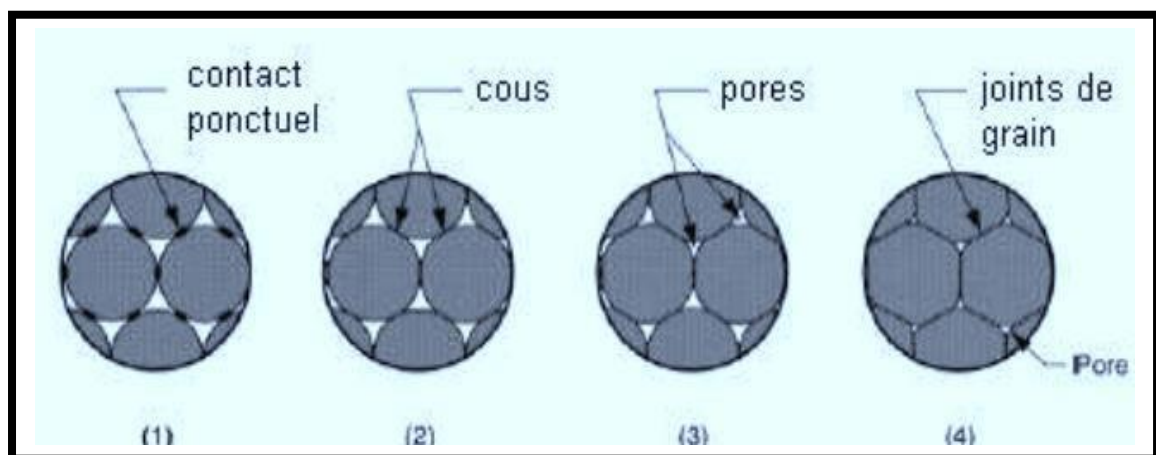
Le grossissement de grains se déroule par migration de joints de grains. Durant ce stade du frittage il peut se produire un phénomène de séparation entre les pores et les joints de grains. Pendant la croissance de grains, un pore attaché à un joint de grain peut ralentir le déplacement du joint quand il est moins mobile que le joint.

Ce joint se courbe alors, jusqu'à une situation critique où le pore se sépare du joint de grain, comme on le montre sur .L'élimination ultérieure de ce pore au milieu d'un grain, qui

peut se faire seulement par diffusion en volume, est généralement très difficile séquence de la séparation du pore et de joint de grain, durant le stade final du frittage.

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 marquant, de sorte qu'il est difficile de déterminer avec exactitude le moment où le processus de frittage peut être considéré comme terminé. Lorsque les 80 à 90 de la densité théorique sont atteints, des pores fermés débute et mène au stade final du frittage.

Les pores dites « fermes » parce qu'ils ont tendance à rester isolés dans la masse du produit à cause de la croissance rapide des grains. A ce moment, la vitesse de densification subit un ralentissement et le retrait, qui est le phénomène macroscopique le plus frappant de la phase précédente, devient beaucoup moins marqué.



**Figure (1.11) :** Les étapes de frittage.

#### **I.13.6. 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.13.6.1. 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.13.6.2. 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.

**I.13.6.3. 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.13.6.4. 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.13.6.5. 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.14. 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 suppléme.

# *CHAPITRE*

## II

### **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 (Fe-Al) 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 Morphologie de nos poudres (Fe/Al)**

La morphologie de nos poudres (Fe/Al) est représentée sur les figures suivantes :



**Figure (II .1) : Poudre de fer.**



**Figure (II .2) : Poudre de L'aluminium.**

### II.3. Élaboration d'alliage Al/Fe

#### II.3.1 Mélange de poudre

Le mélange est une étape fondamentale dans la préparation d'une poudre composée de plusieurs Constituants. Les variables influencent l'opération de mélange sont liées aux solides (poudre), aux Matériels utilisés et aux conditions opératoires.

Afin d'obtenir un alliage (Al-Fe), on part de poudre de (AL) et de (Fe) purs. Afin de procéder à une étude comparative entre celle-ci. Au départ on fabrique des bulles en utilisant des poudres différentes en pourcentage tel que le tableau en dessous l'explique:

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

Échantillon	Pourcentage poudre de Al	Pourcentage poudre de Fe
100 % Al	100%	0%
100 % Fe	0%	100%
50% Al 50% Fe	50%	50%
75 % Al 25%Fe	75%	25%
25% Al 75 % Fe	25%	75%
86.2%AL 13.8 Fe	86.20%	13.80%

#### II.3.2 La préparation des pastilles

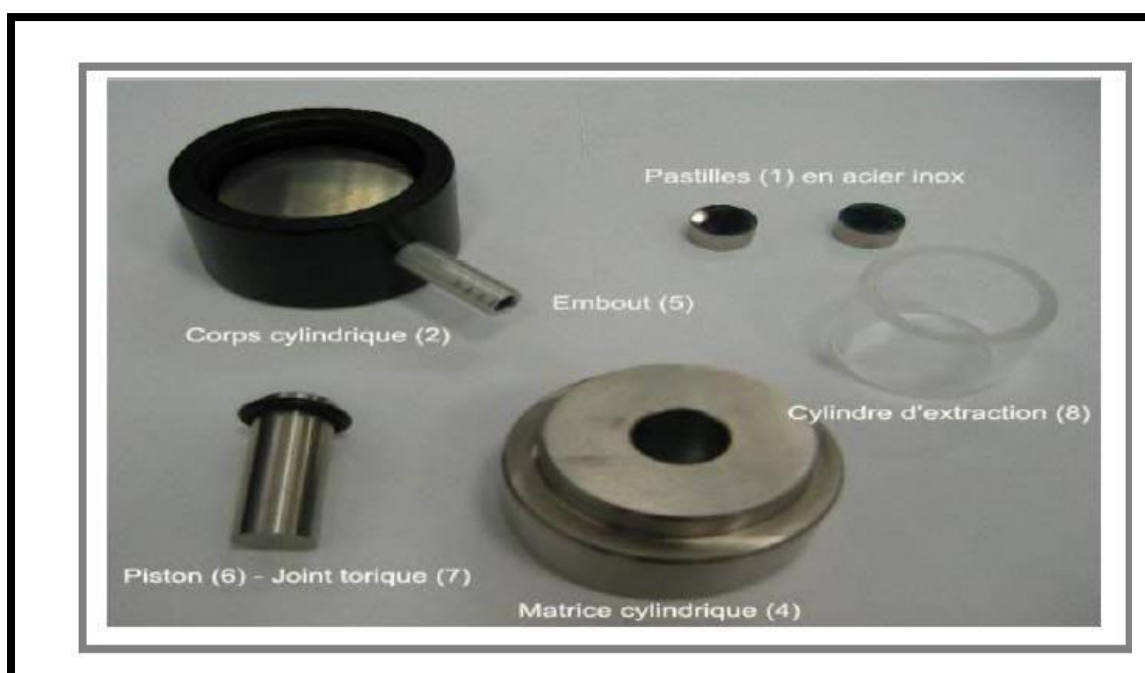
Afin de préparer les pastilles, nous suivons les mélanges dans le **tableau II.1** précédent, connaissant chaque disque de poinçon contiennent 0,82 g. Voici dans le tableau qui suit les différents mélanges en fonction de leurs poids.

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

Échantillon	AL(g)	Fe(g)
100 % Al	0.82g	0g
100 % Fe	0g	0.82g
50% Al 50% Fe	0.41g	0.41g
75 % Al 25%Fe	0.615g	0.205g
25% Al 75 % Fe	0.205g	0.615g
86.2%AL 13.8 Fe	0.707g	0.113g

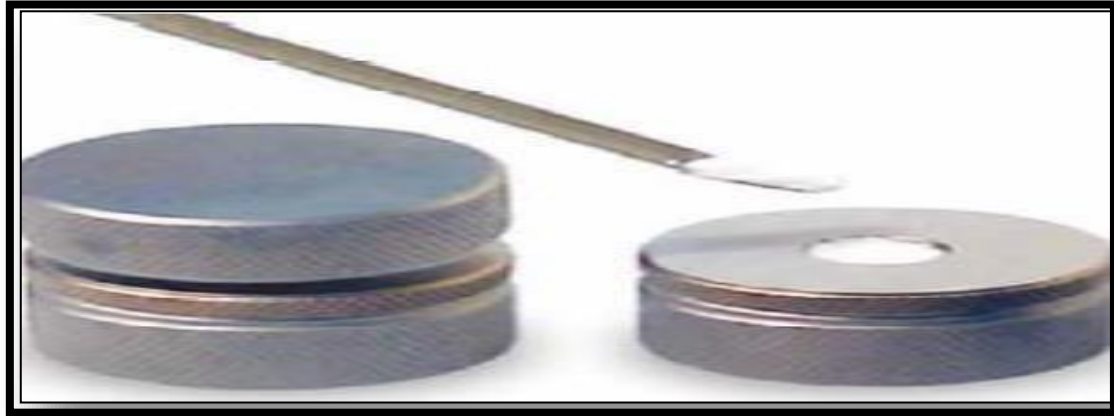
Le moule à pastilles est composé des pièces suivantes voir **Figure II.3** :

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



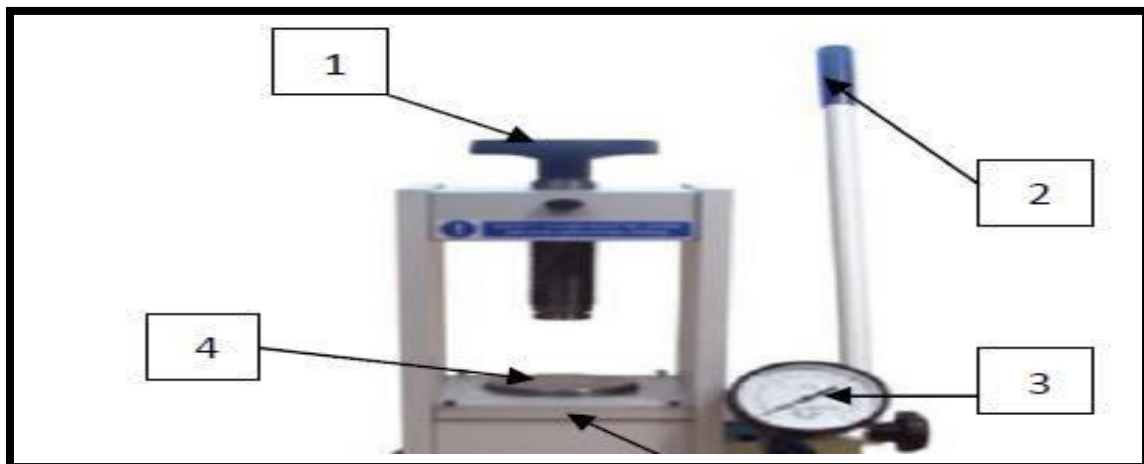
**Figure (II.3)** : Moule à pastilles.

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.4) :** Moules à pastilles utilisé.

Une fois les moules sont mis dans la presse hydraulique manuelles, nous avons compressé à 70 (KN), pendant deux minute (t=2min) a trois minute (t=3min) a froid.

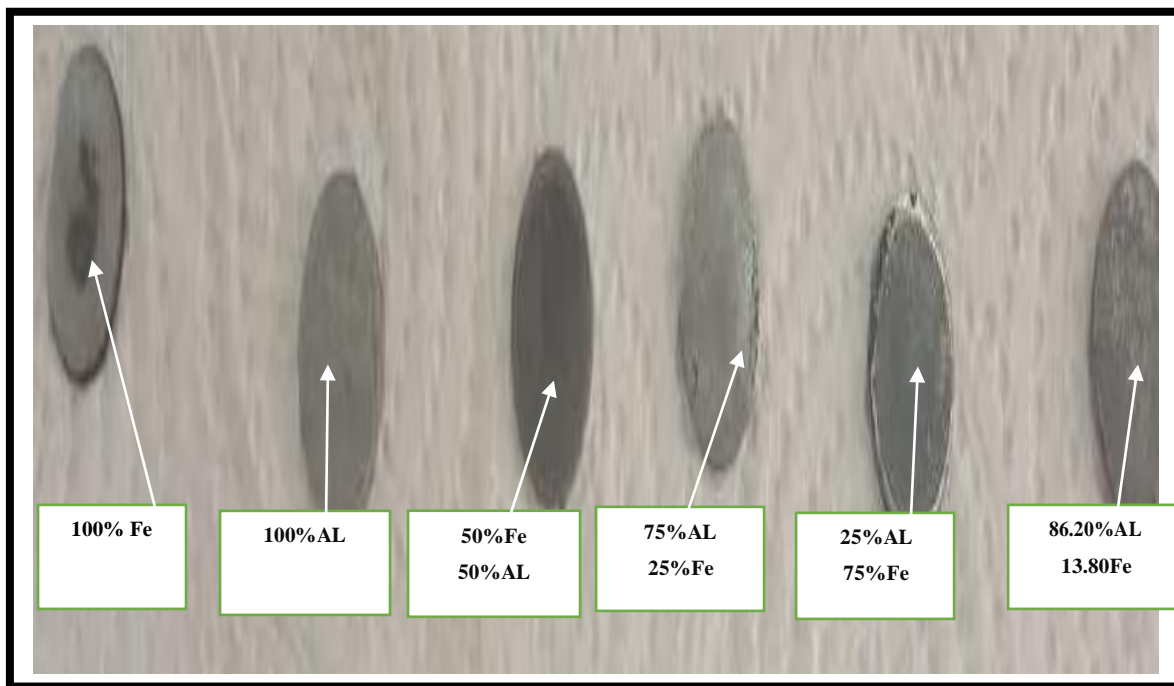


**Figure (II.5) :** Presse hydraulique de laboratoire.

### ❖ Matériel de Presse hydraulique

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

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



**Figure (II.6) :** Les pastilles produites après le processus de compression

### II.3.3. 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 (AL/Fe).

$$T_{\text{fusions}}(\text{AL}) = 660.3^{\circ}\text{C}.$$

$$T_{\text{fusions}}(\text{Fe}) = 1538^{\circ}\text{C}.$$

$$T_{\text{fusions}}(\text{Fe}) > T_{\text{fusion}}(\text{AL}).$$

- Dans l'état mélange la température de frittage s'effectue à une température inférieure de  $\frac{2}{3}$  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 :

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

- $T_{\text{frittage}}$ : Température de frittage.
- $T_{\text{fusion}}$ : Température de fusion.



**Tableau II.3:** Les températures nécessaires pour former la phase primaire de frittage.

Poudre	Echantillon 1	Echantillon 2	Echantillon 3	Echantillon 4	Echantillon 5	Echantillon n 6
<b>Le constituant Principal</b>	Al	Fe	Al	Al	Al	Al
<b>T<sub>max</sub> (°C)</b>	660.3°C	1538 °C.	660.3°C	660.3°C	660.3°C	660.3°C
<b>T<sub>h</sub> (°C)</b>	166°C	384°C	440.2°C	440.2°C	440.2°C	440.2°C

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 pas de 2 secondes. Et enfin maintenir la température maximale 20 min dans le four.



**Figure (II.7) :** Les fours de traitement thermique.

### II.3.4 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 :

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

$T$  (°C): La température nécessaire pour former la phase primaire (stade initiale).

$T_{fus}$  (°C) : La température de fusion de constituant principale. 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 Al 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 L'examen micrographique.

## II.4. Micrographique

L'examen micrographique mis en œuvre par microscopie optique a pour but de faire ce examen peut être réalisé pour contrôler la santé matière d'un matériau métallique (afin de vérifier si sa structure correspond à celle attendue) et déterminer notamment la nature de la structure, les différentes phases en présence, la taille de grain, la nature et la teneur des inclusions mais également de mettre en évidence la présence d'un éventuel traitement thermique ou traitement de surface.



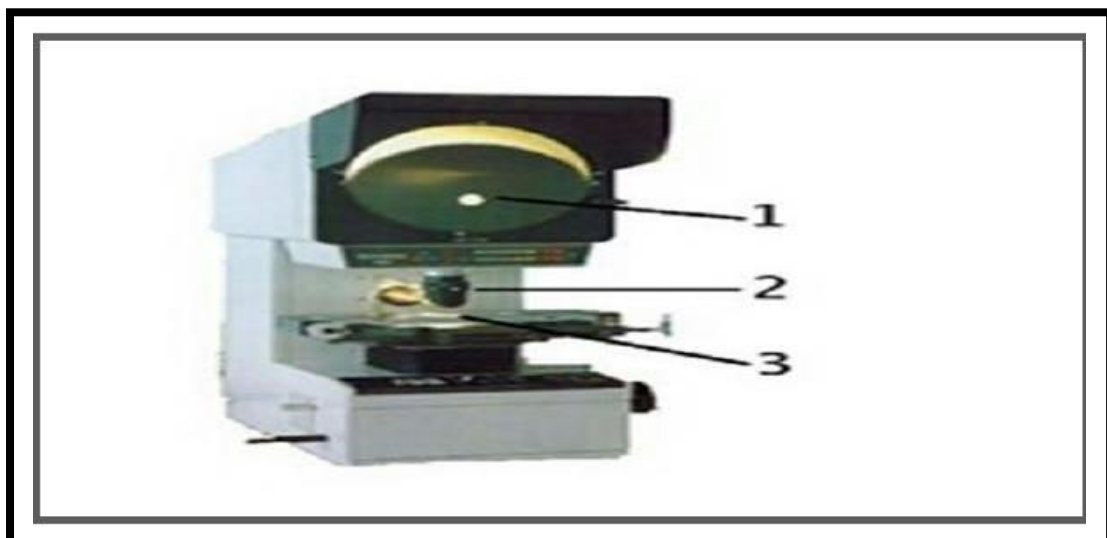
**Figure (II.8) :** Ensemble microscope métallographique.

### **II.5. Test de dureté Vickers**

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

**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.

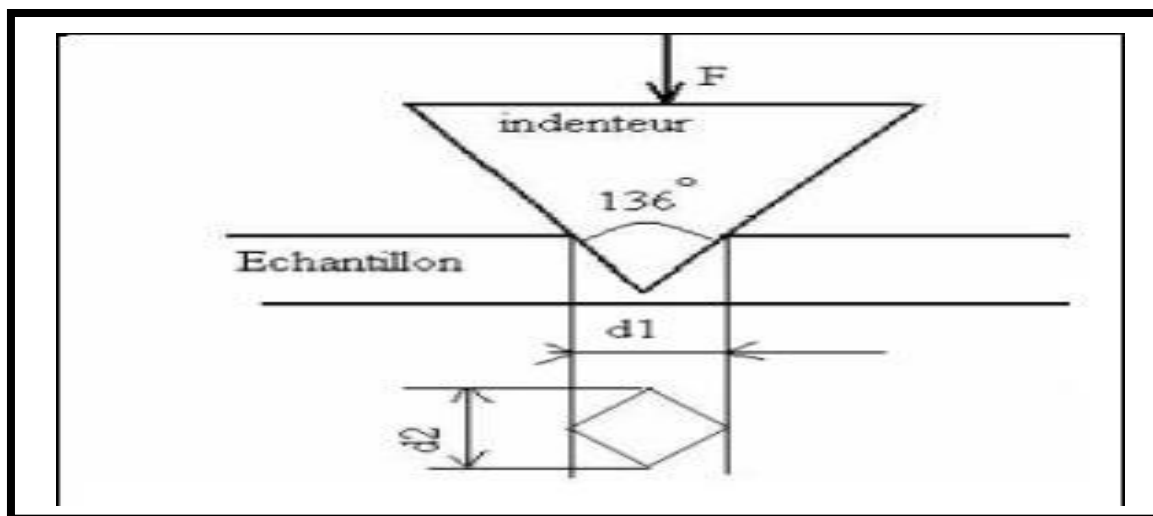


**Figure (II .9) :** Dispositif d'essai de macro dureté.

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

Le principe de l'essai de dureté Vickers est le même que celui de l'essai de l'essai brinell mais le Pénétrateur est ici une pyramide en diamant à base carrée d'angle au sommet 136°. Appliquée avec une charge F=0.2.

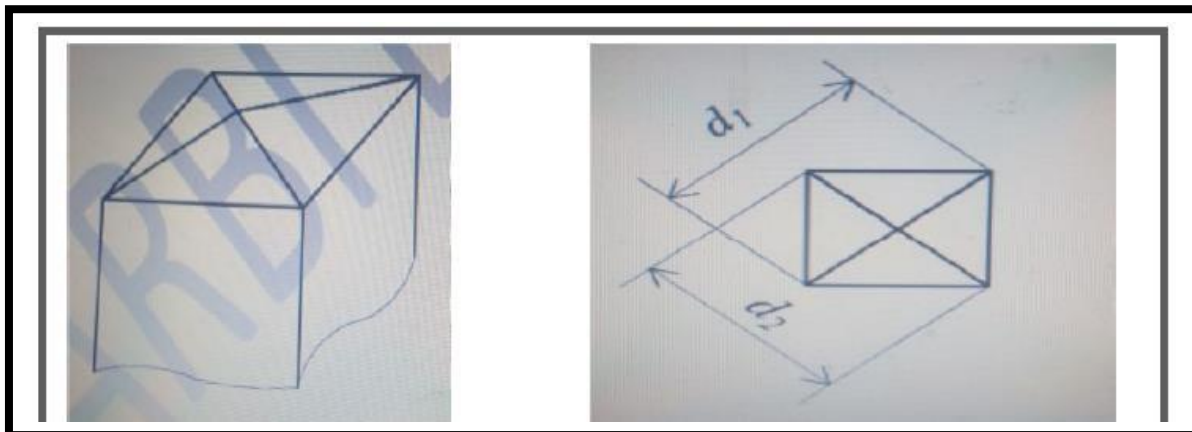
On mesure la longueur d moyennes des deux diagonales de l'empreinte, à l'aide d'un système optique approprié.



**Figure (II.10) : Principe de dureté Vickers.**

La dureté Vickers HV est un nombre proportionnel au rapport  $\frac{F}{S}$ , où S est la surface de L'empreinte considérée comme pyramide droite ;

$$HV = \frac{2F \sin\left(\frac{136}{2}\right)}{g d^2} \dots\dots\dots (II.3)$$



**Figure (II.11) : Géométrie du Pénétrateur et Mesure de l'empreinte.**

## **II.6 les essais de corrosion (perte de masse)**

La corrosion est définie généralement comme un processus de dégradation ou de Détérioration des propriétés du métal ou l'alliage, sous l'effet des actions chimiques, Electrochimiques ou biologiques. Les échantillons ont été pesés sur une balance de type KERN ayant une précision de  $10^{-5}$  mg, avant L'immersion dans la solution salée, après une nouvelle pesée permet de noter une variation de masse en fonction du temps.

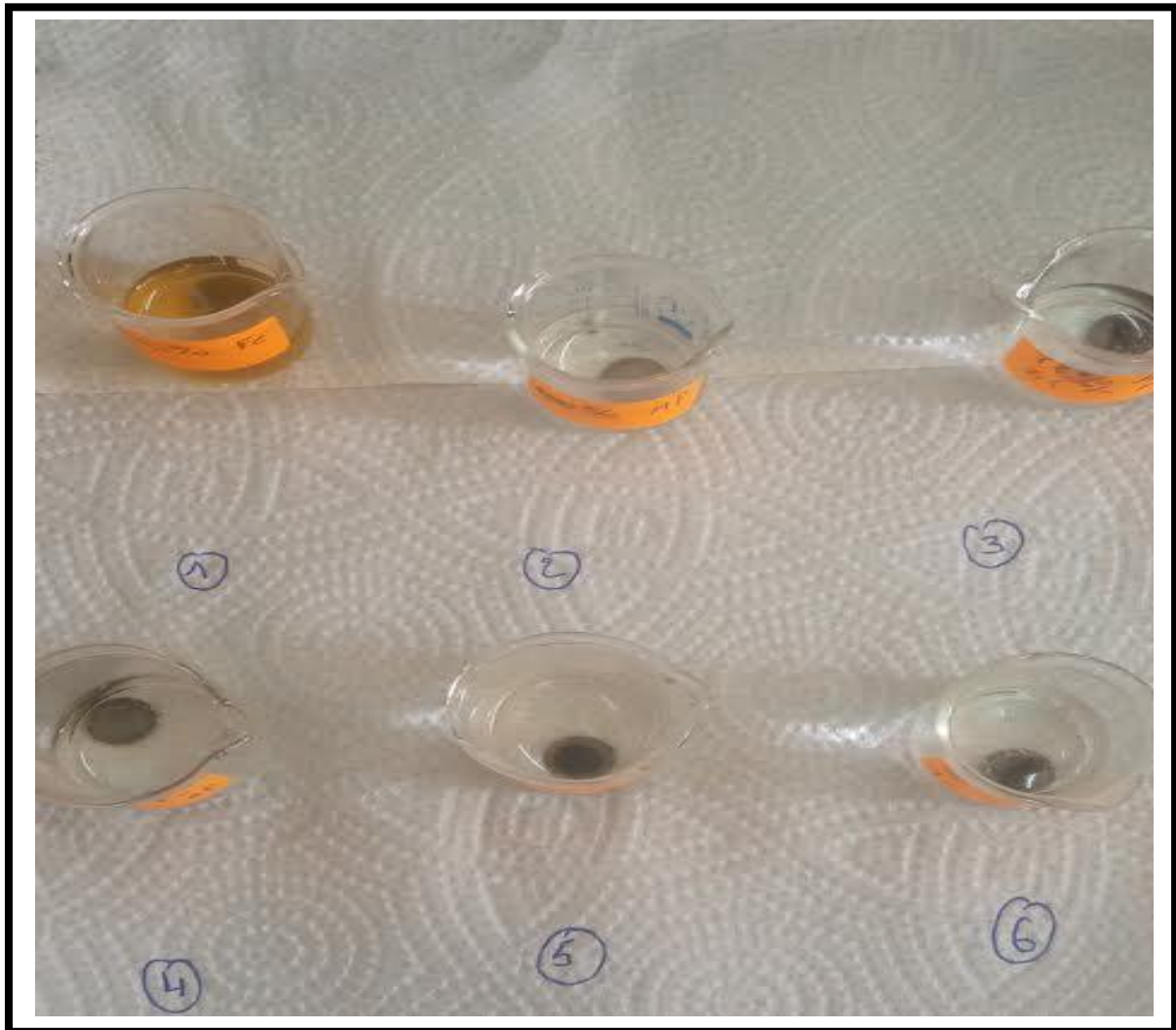


**Figure (II.12) : Balance analytique.**

## CHAPITRE II      *MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES*

Après on prépare une solution qui contient 3% de (NaCl) avec l'eau distillé dans les conditions PH égale 7.6 et ça conductivité thermique égale 40.5Um/cm dans une fiole de  $\square$ 50 ml nous remplissons dans les 6 petits Béchers de 10 ml et on ajoute les pastilles à chaque béchers on le laisse pendant une semaine (7jours).

Cette opération répétée plusieurs fois pendant ( $\square$ 1 jours) nous a permis d'enregistrer la variation relative de masse cours du temps.



**Figure (II.13) :** Les essais de corrosion.

### **II.7. Conclusion**

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

# *CHAPITRE*

## *III*



### III.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous allons discuter sur les résultats Micrographies optique qu'on a eu avant et après le frittage et le test de Vickers et Les résultats de corrosion, cela nous permet de déterminer l'échantillon le mieux adapté à la création d'alliage Al/Fe, avec des propriétés mécanique améliorés.

### III.2. Micrographies optique des alliages Al / Fe avant frittage

Les résultats que nous avons obtenus sont pour des échantillons de Al / Fe. C'est Traitement de avant frittage à l'aide d'un microscope optique avec une lecture  $\times 100$  et  $\times 200$ . Et étudier la différence entre eux.

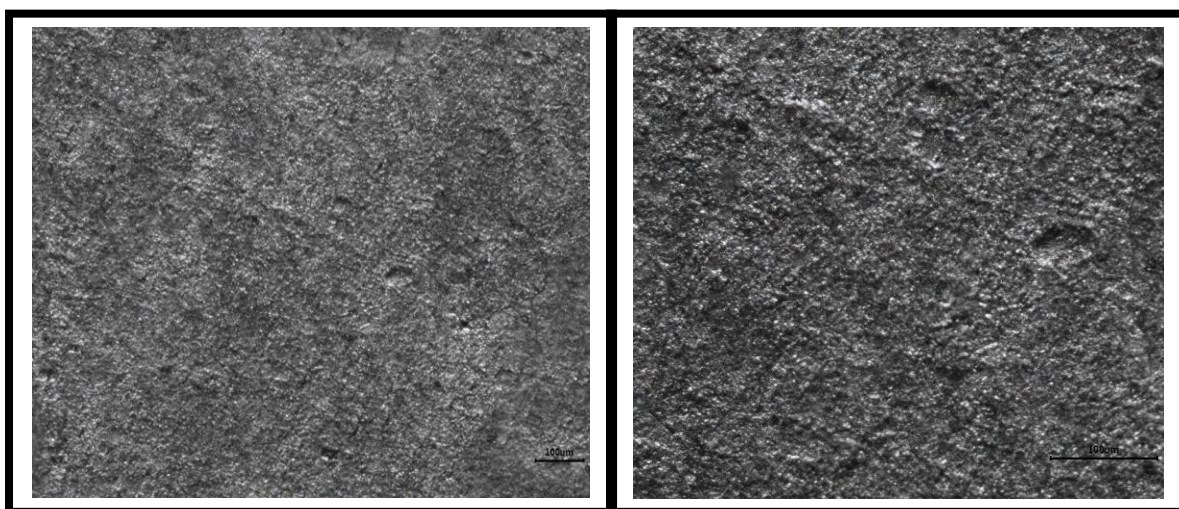


Figure (III.1) : Micrographies optique 100% Al avant frittage.

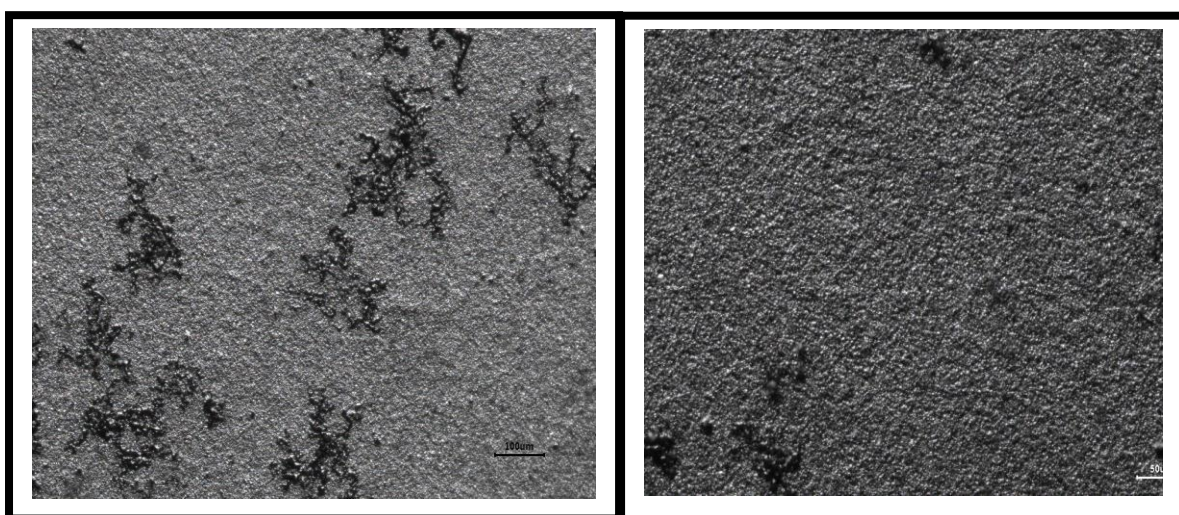
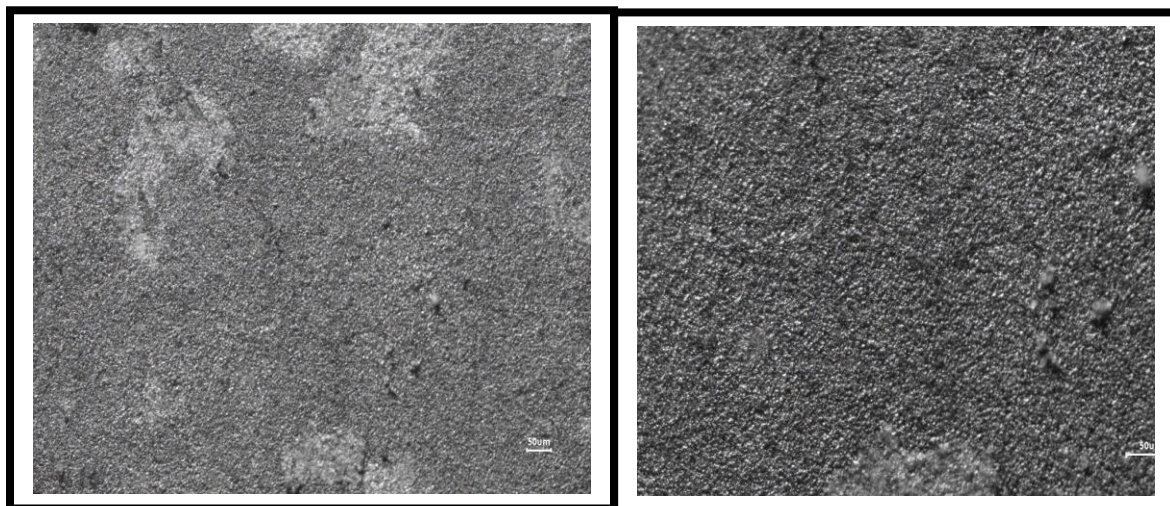
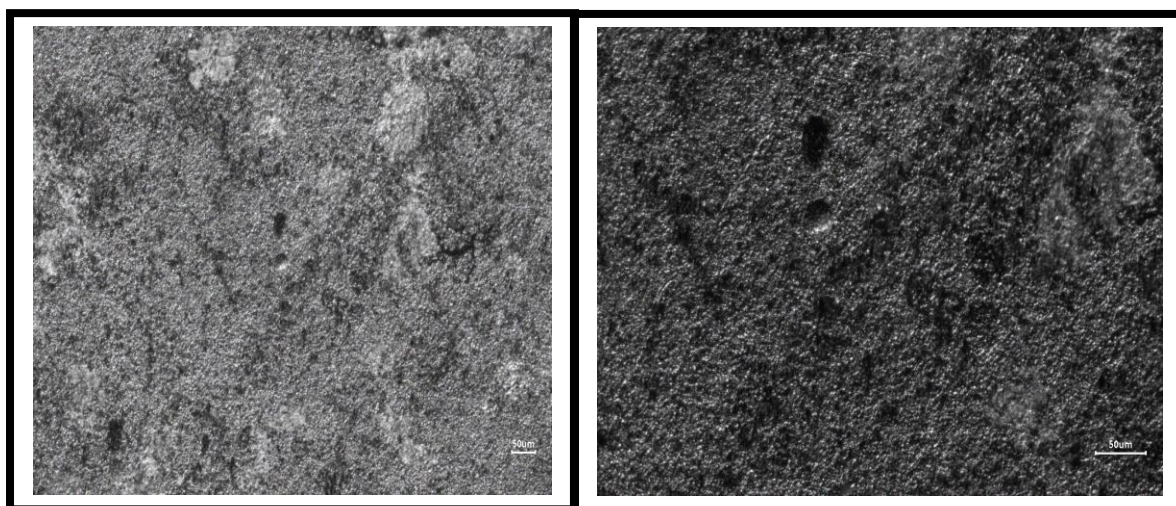


Figure (III.2) : Micrographies optique 100% Fe avant frittage.

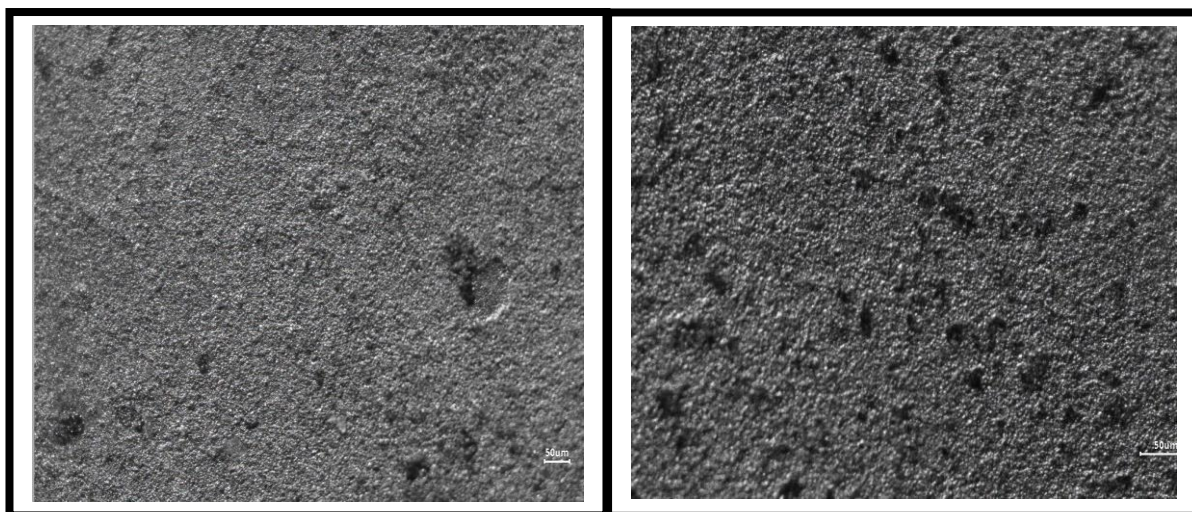


**Figure (III.3) :** Micrographies optique (3) 50% Al 50% Fe avant frittage.

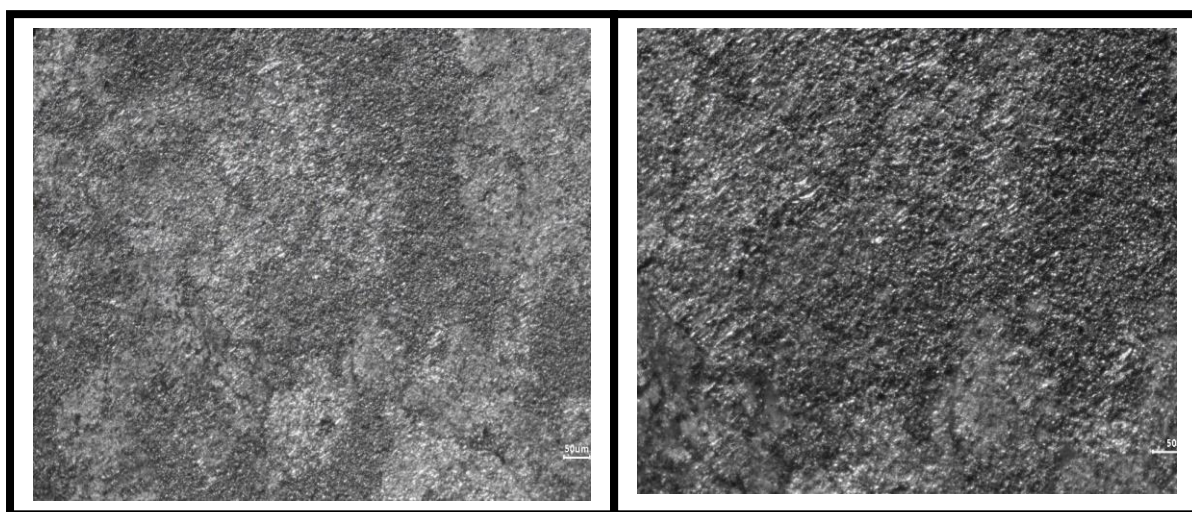


**Figure (III.4) :** Micrographies optique (4) 75% Al 25% Fe avant frittage.





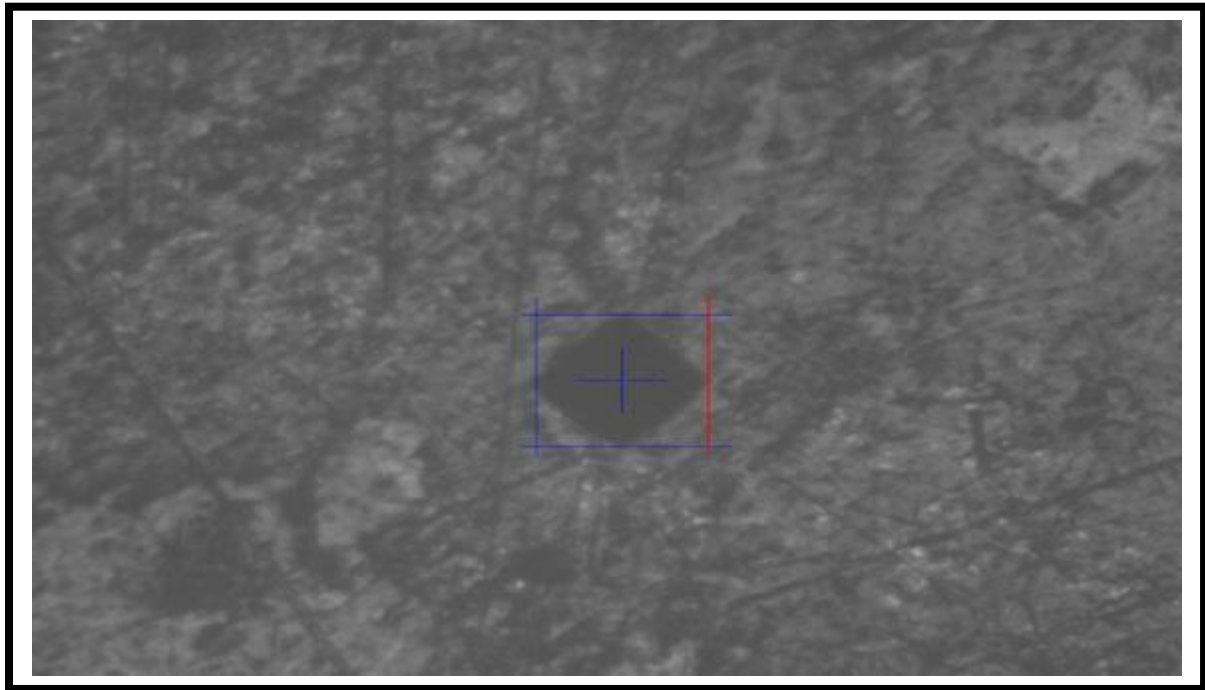
**Figure (III.5) :** Micrographies optique (5) 25% Al 75% Fe avant frittage.



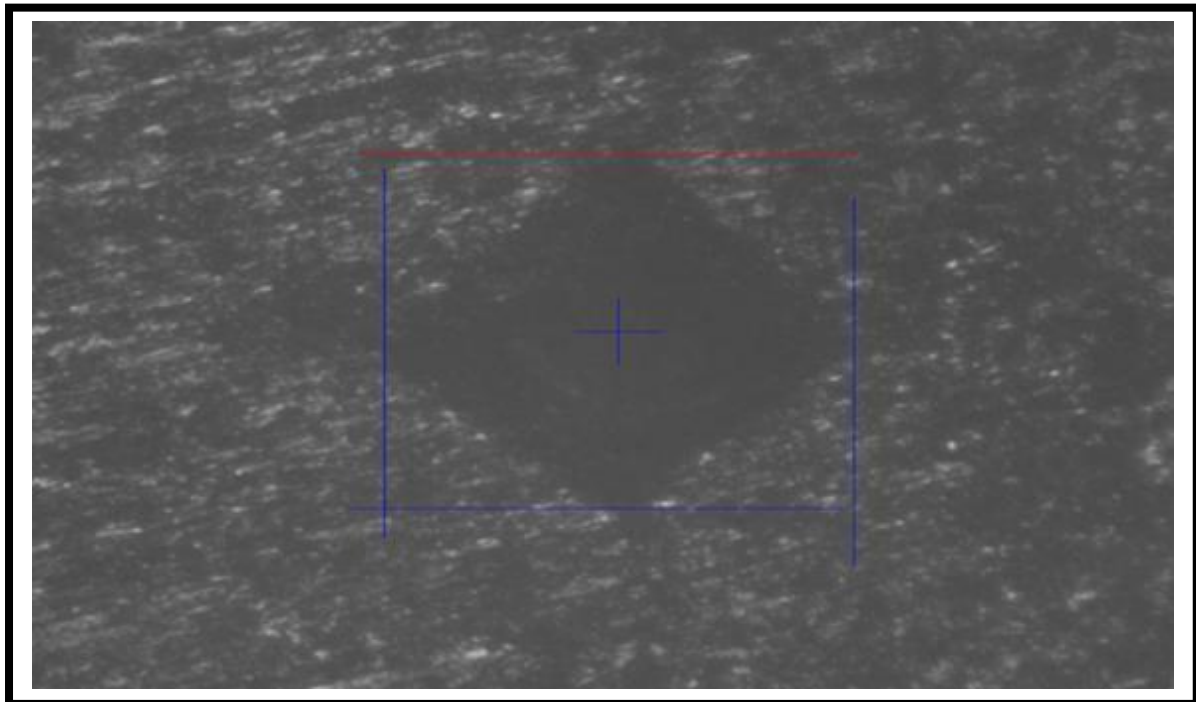
**Figure (III.6) :** Micrographies optique (6) 86.20% Al 13.80% Fe avant frittage à l'aide d'un microscope optique.

### III.3. Discussions sur les résultats test de dureté Vickers après le frittage

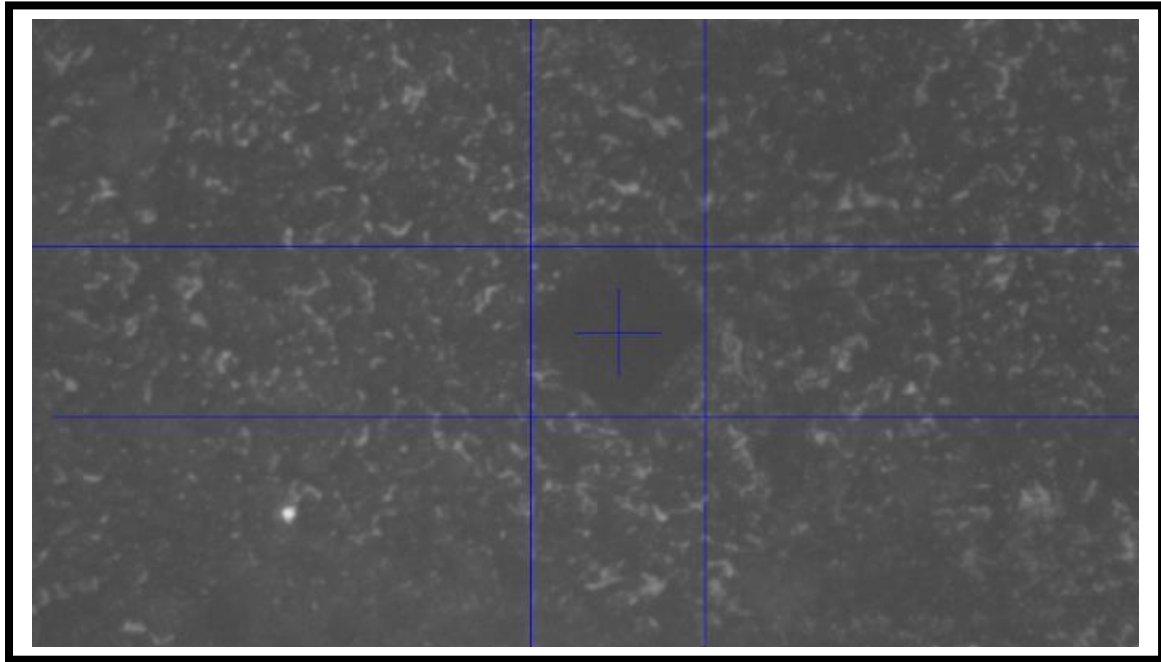
Voici les photos microscopiques après le test Vickers effectué sur nos 6 échantillons montrant l'empreinte laissée par le pénétrateur à l'échelle de Hv 0.2 :



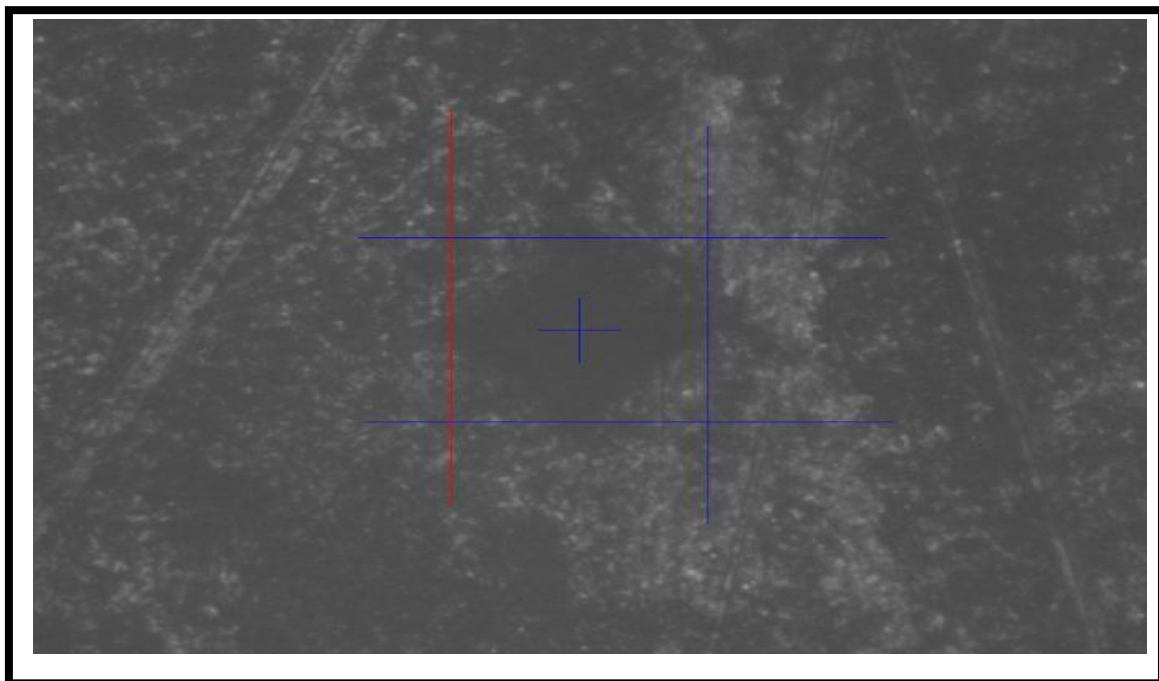
**Figure (III.7) :** Photo échantillon (1) 100% Al après l'essai Vickers.



**Figure (III.8) :** Photo échantillon (2) 100% Fe après l'essai Vickers.



**Figure (III.9)** : Photo échantillon (3) 50% Al50%Fe après l'essai Vickers.



**Figure (III.10)** : Photo échantillon (4) 75% Al 25%Fe après l'essai Vickers.



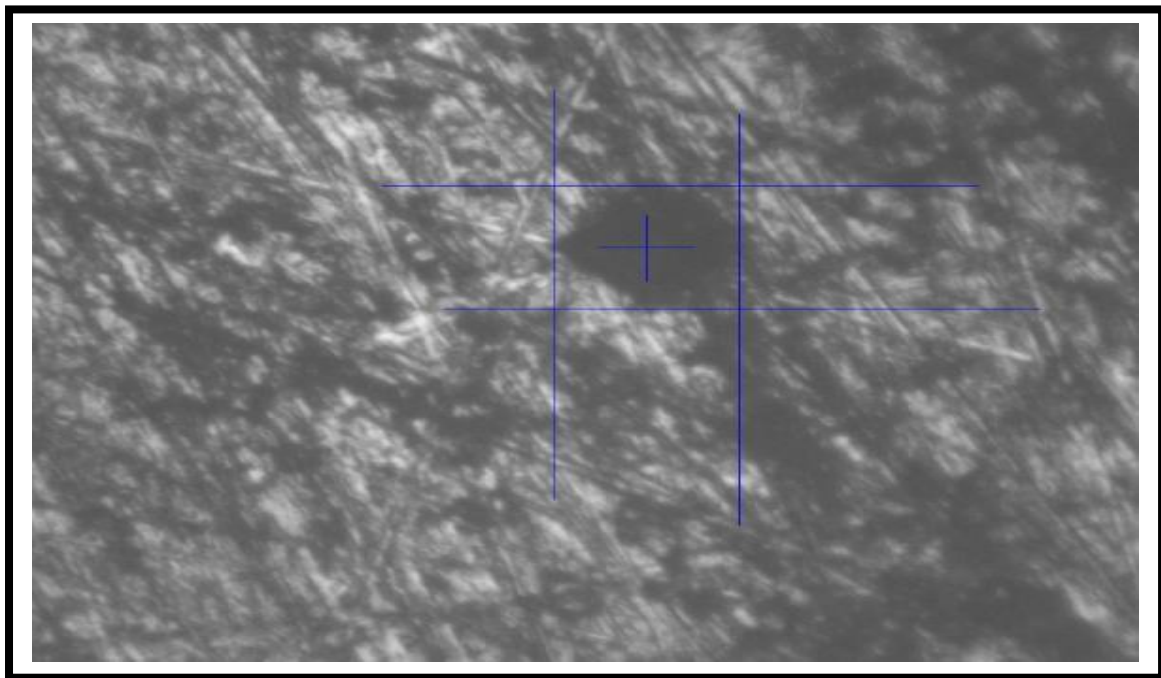


Figure (III.11) : Photo échantillon (5) 25%Al 75%Fe après l'essai Vickers.

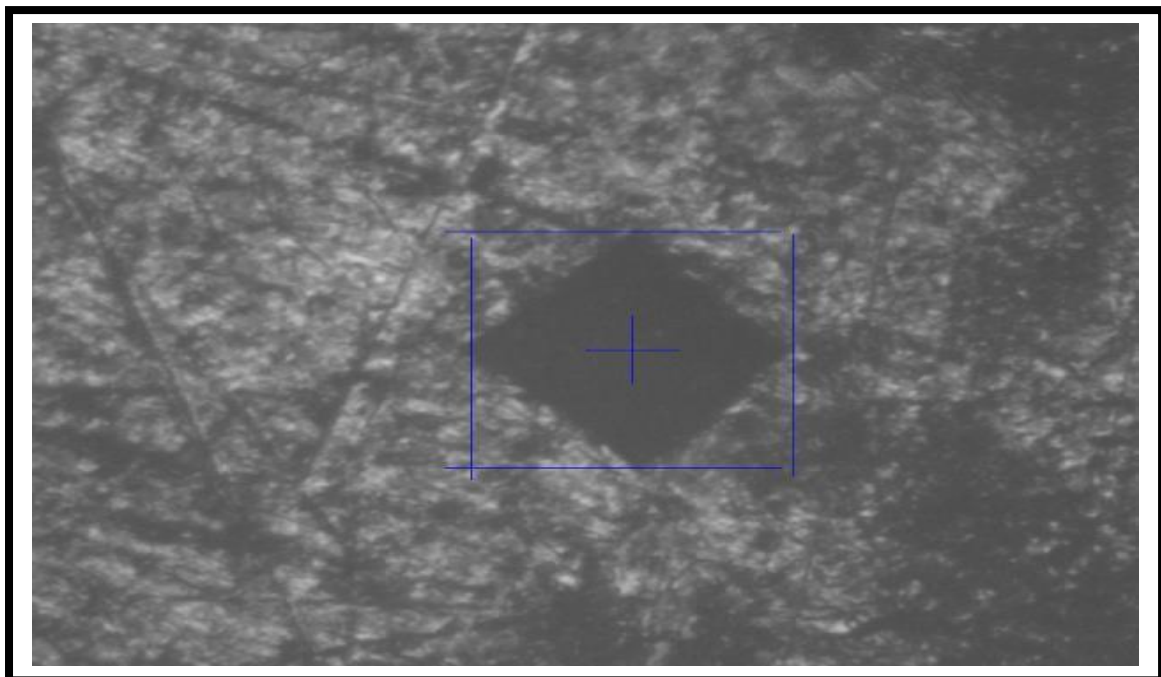


Figure (III.12) : Photo échantillon (6) 86.20% Al 13.80% Fe après l'essai Vickers.

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

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

<b>Pastilles</b>	<b>Nombres d'essai</b>	<b>Dureté Vickers</b>	<b>Moyenne</b>
<b>Échantillon 1 100%Al</b>	Essai 1	36 HV ; d1 = 103.7 µm d2 = 99.1 µm	36.5 HV
	Essai 2	37 HV ; d1 = 99.8 µm d2 = 100.6 µm	
<b>Échantillon 2 100%Fe</b>	Essai 1	297 HV ; d1 = 33.6 µm d2 = 37.1 µm	286 HV
	Essai 2	276 HV ; d1 = 35.5µm d2 = 37.8 µm	
<b>Échantillon 3 50%Al 50% Fe</b>	Essai 1	228 HV ; d1 = 41.6 µm d2 = 39 µm	252 HV
	Essai 2	276 HV ; d1 = 37.4µm d2 = 35.9 µm	
<b>Échantillon 4 75%Al 25% Fe</b>	Essai 1	93 HV ; d1 = 63.1 µm d2 = 62,8 µm	108.5HV
	Essai 2	124 HV ; d1 = 56µm d2 = 53.2 µm	
<b>Échantillon 5 25%Al 75%Fe</b>	<b>Essai 1</b>	<b>319 HV ; d1 = 34.1 µm d2 = 34.1 µm</b>	<b>312.5 HV</b>
	<b>Essai 2</b>	<b>306 HV ; d1 = 35.5µm d2 = 34.1 µm</b>	
<b>Échantillon 6 86.20%Al 13.80% Fe</b>	Essai 1	89 HV ; d1 = 63.9 µm d2 = 65 µm	74.85HV

Sachant que d1 et d2 sont les longueurs des diagonales horizontales et verticales, respectivement. Après avoir fait le test Vickers, Nous remarquons que l'échantillon(5) 25%Al et 75%Fe Présente élevée dureté Vickers (312.5HV) par rapport aux autres échantillons.

On peut être expliqué que le Fe qui est donc connu par ces propriétés mécaniques intéressantes.

La matrice est en Fe, renforcée par des particules de(Al).La densité de fer dans l'échantillon (5) 25%Al et 75%Fe le retrait et les joints de grain observé, Ont contribué à l'augmentation de la dureté.

Nous remarquons aussi que l'échantillon 2(100%Fe) et l'échantillon 3 (50%Al 50% Fe) Présente aussi une dureté relativement élevée (286 HV) et (252 HV) La même explication peut appliquée à ce résultat.

Par contre, les trois autres échantillons 1 et 4 et 6, nous remarquons une faible dureté comparativement aux autres échantillons.

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

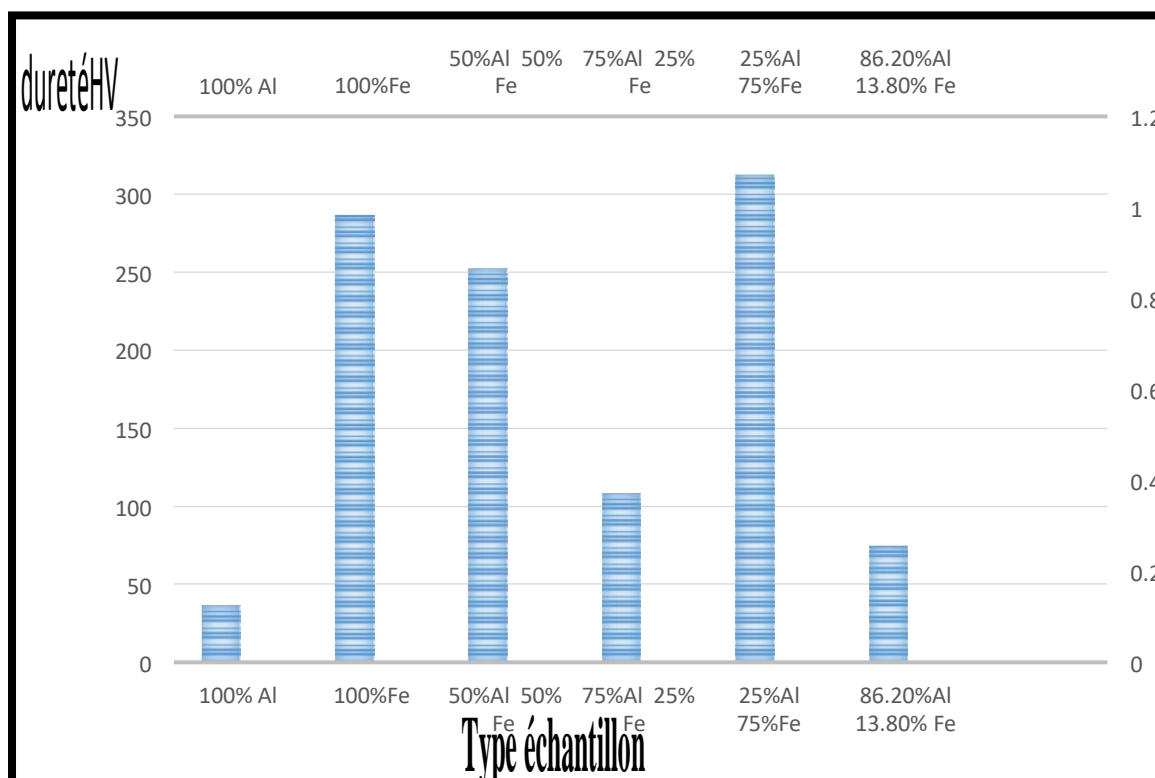


Figure (III.13) : Résultat de dureté Vickers de nos pastilles.



### III.4. Micrographies optique des alliages Al / Fe après frittage

Les résultats que nous avons obtenus sont pour des échantillons de Al / Fe. C'est Traitement de après frittage à l'aide d'un microscope optique avec une lecture  $\times 10$  et  $\times 20$ . Et étudier la différence entre eux.

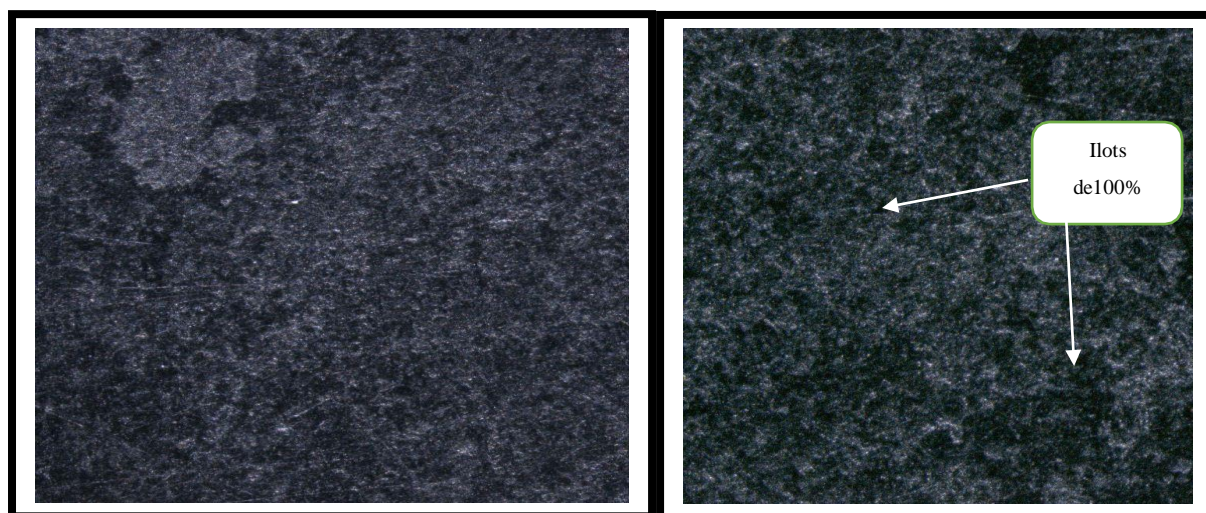


Figure (III.14) : Micrographies optique (1) 100% Al après frittage.

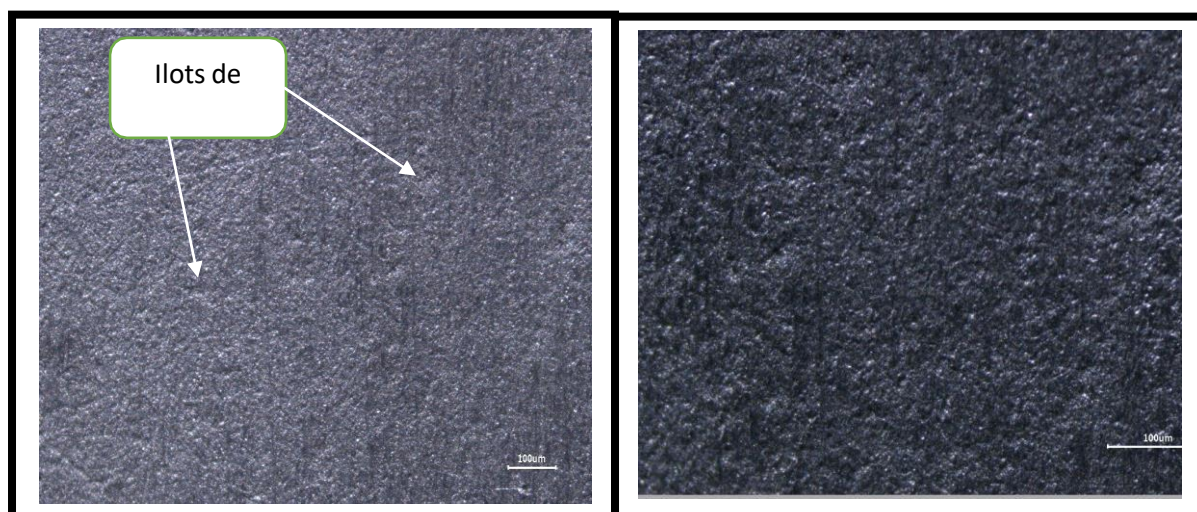


Figure (III.15) : Micrographies optique (2) 100%Fe après frittage.

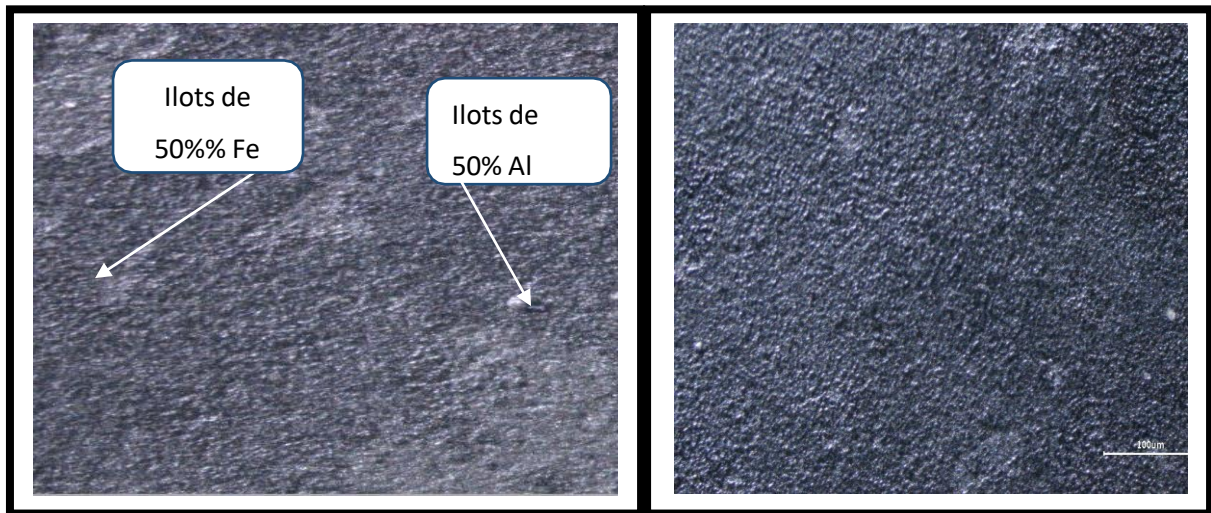


Figure (III.16) : Micrographies optique (3) 50% Al 50%Fe après frittage.

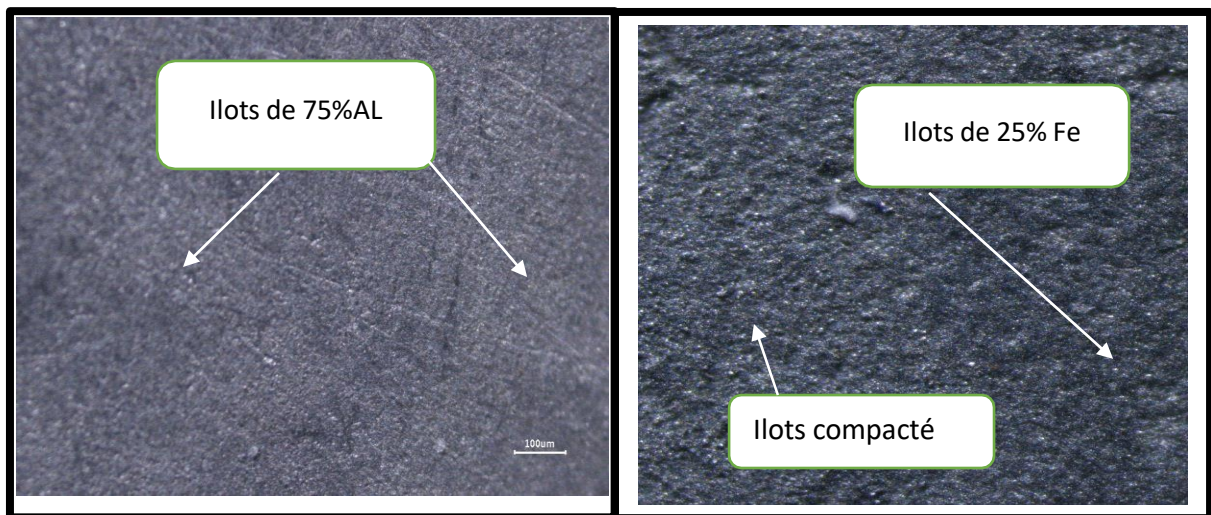
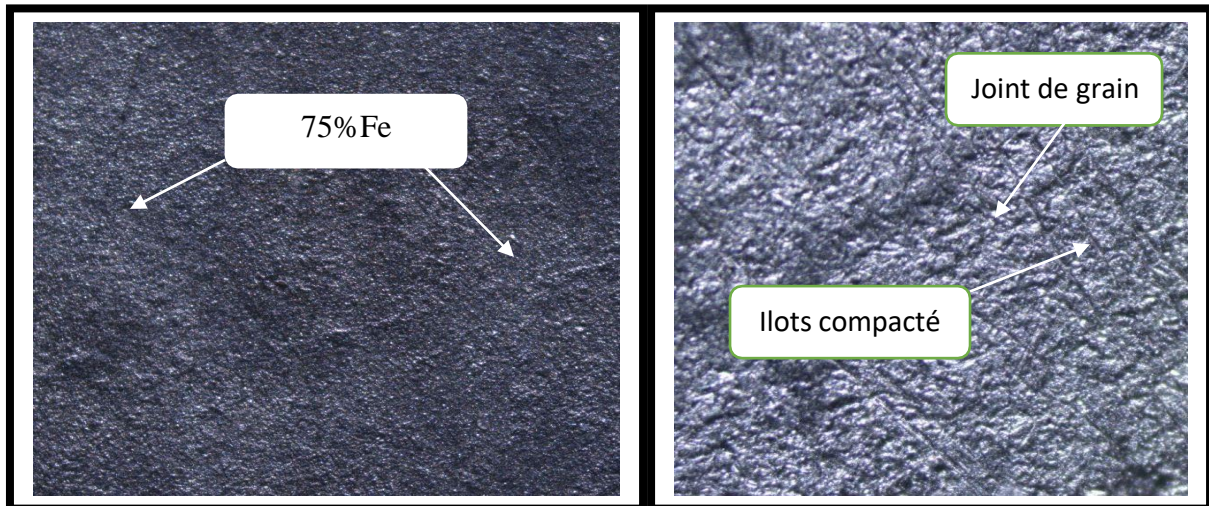
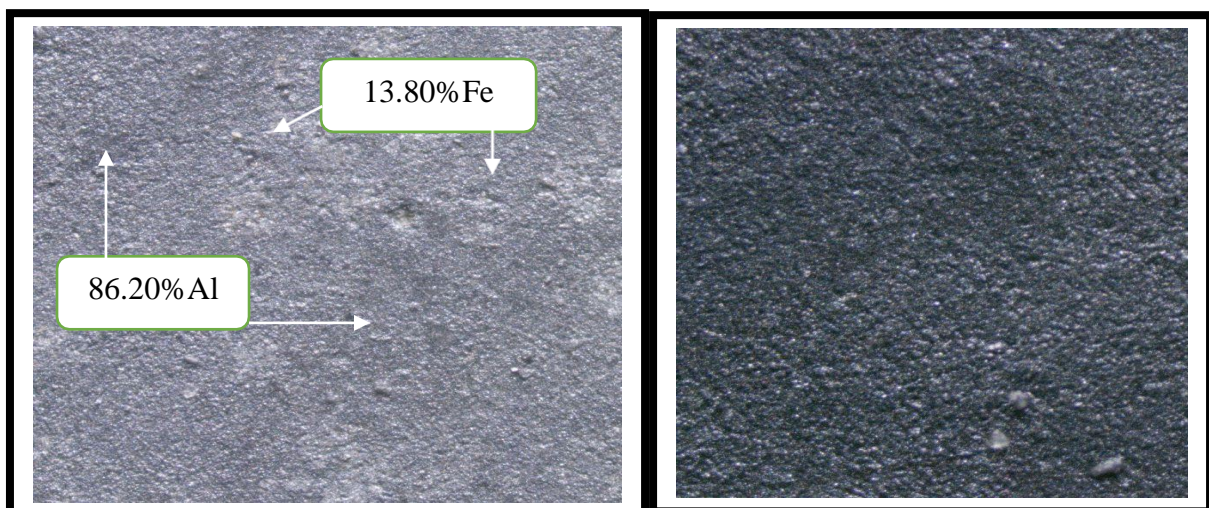


Figure (III.17) : Micrographies optique (4)75% Al 25%Fe après frittage.





**Figure (III.18) :** Micrographies optique (5) 25% Al 75% Fe après frittage.



**Figure (III.19) :** Micrographies optique (6) 86.20% Al 13.80% Fe après frittage.

Après avoir effectué le test frittage, on remarque :

- Sur la **Figure III.14** : la pastille (1) 100% AL, des ilots de Al compacté, avec des assez gros due certainement au phénomène de diffusion.
- **Figure III.15** : Les joints de grains dans la pastille (2) 100% Fe sont très visible.
- **Figure III.16** : la pastille (3) 50% Al 50% Fe des grains assez gros.
- **Figure III.17** : Le retrait est apparent dans la pastille (4) 75% Al 25% Fe sans doute due à la mauvaise compaction de notre poudre, ou bien à un mauvais frittage.

- **Figure III.18** : Les joints de grains dans la pastille (5) 25% Al 75% Fe sont très visible par rapport aux pastilles (4) 75% Al 25% Fe.
- **Figure III.19** : la pastille(6) des ilots Al-Fe compacté, avec des assez gros due certainement au phénomène de diffusion, des joints de grains plus au moins grand.

**III. 5. Les résultats de corrosion**

**Tableau III.2** : résultats de corrosion.

Temps (Jours)	7	14	21
$\frac{Dm}{m_0} 10^{-3}(\text{mg})$ 100% Al	6.449	1.532	4.868
$\frac{Dm}{m_0} 10^{-3}(\text{mg})$ 100% Fe	8.893	0.869	0.620
$\frac{Dm}{m_0} 10^{-3}(\text{mg})$ 50%Al 50%Fe	9.390	0.868	0.247
$\frac{Dm}{m_0} 10^{-3}(\text{mg})$ 75%Al 25%Fe	8.140	0.516	0.645
$\frac{Dm}{m_0} 10^{-3}(\text{mg})$ 25%Al 75%Fe	8.140	1.004	0.756
$\frac{Dm}{m_0} 10^{-3}(\text{mg})$ 86.20%Al 13.80%Fe	9.059	1.026	9.737

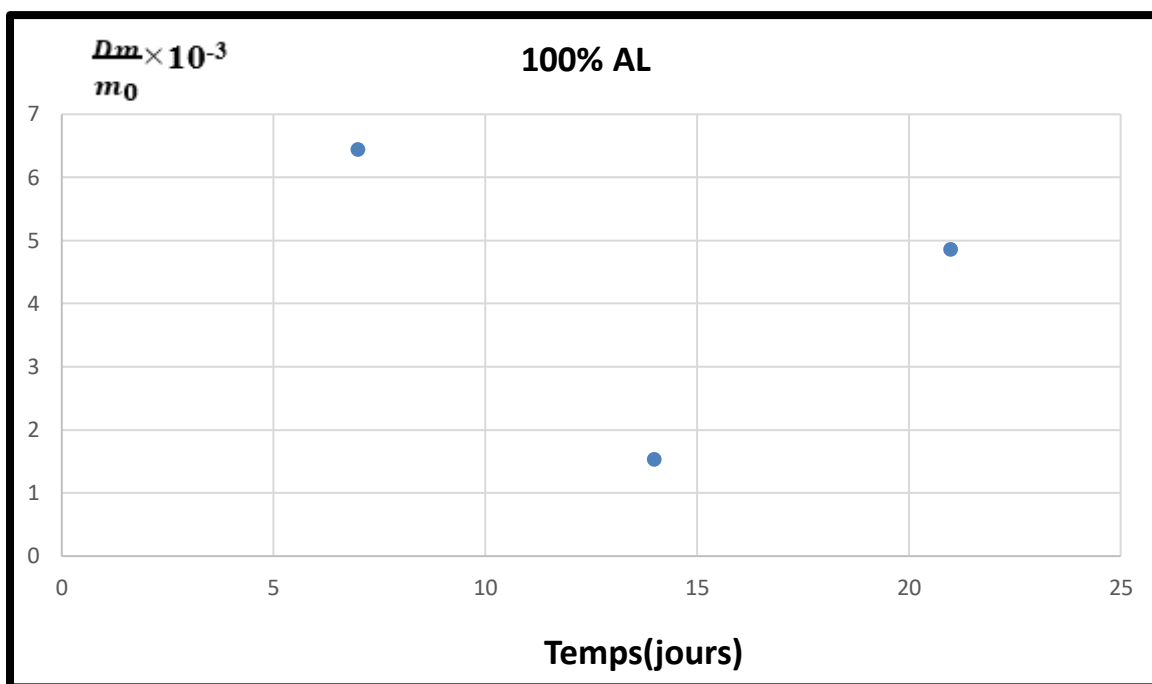


Figure (III.20) : Courbe corrosion 100% Al.

On remarque dans la (Figure III.20) 7 jours à 14 jours une diminution  $\frac{Dm}{m_0}$  de 6.449 g jusqu'à 1.532 g et dû à la corrosion par perte de densité, de 14 jours à 21 jours une Augmentation  $\frac{Dm}{m_0}$  de 1.532 g jusqu'à 4.868g.

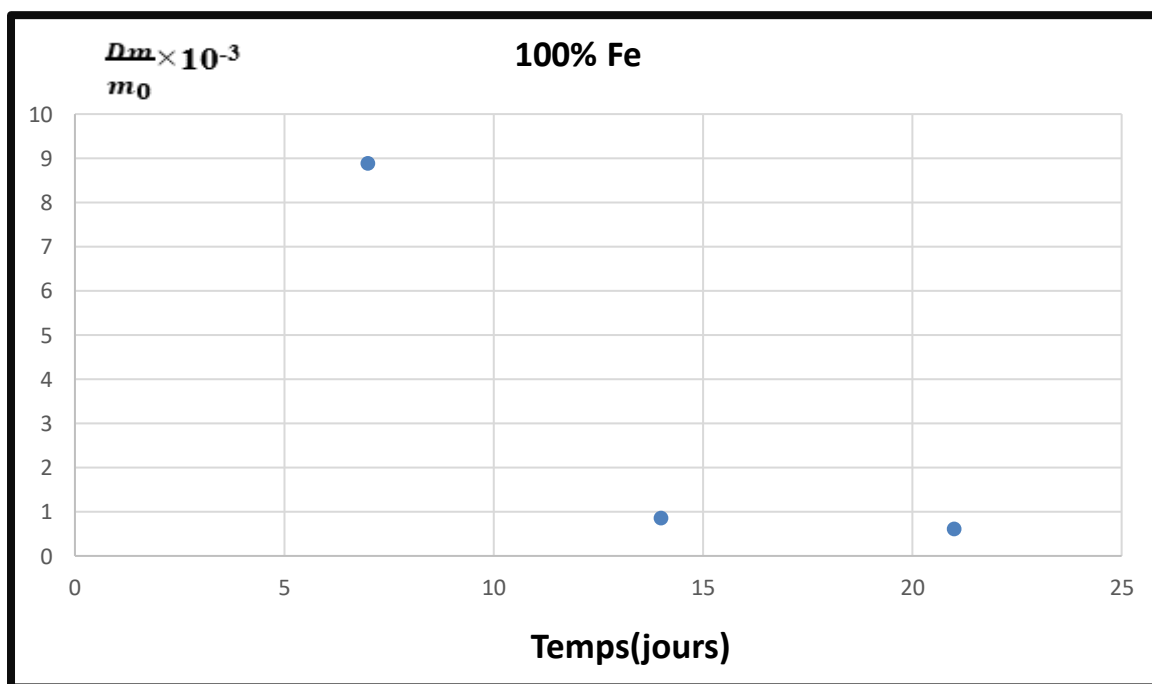


Figure (III.21) : Courbe corrosion 100% Fe.

On remarque dans la (Figure III.21) 7 jours à 14 jours une diminution  $\frac{Dm}{m_0}$  de 8.893 g Jusqu'à 0.869g et aussi une autre diminution à 0.62gdû à la corrosion par perte de densité.

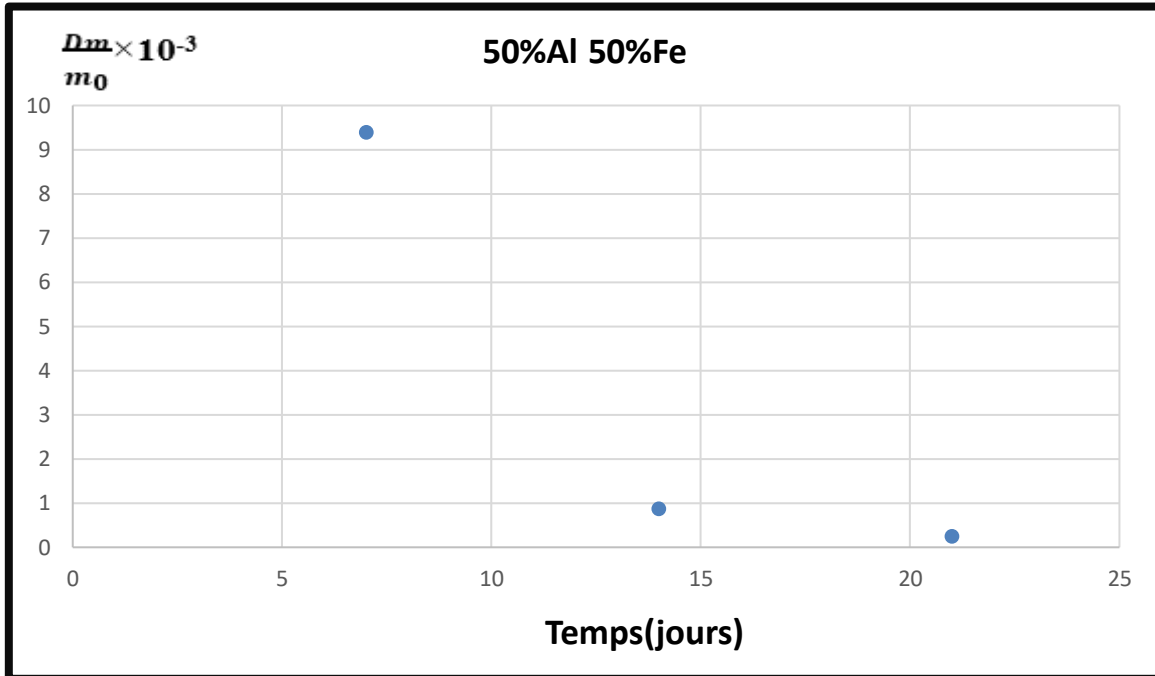


Figure (III.22) : Courbe corrosion 50% Al 50% Fe.

On remarque dans la (Figure III.22) 7 jours à 14 jours une diminution  $\frac{Dm}{m_0}$  de 9.39 g Jusqu'à 0.868g et aussi une autre diminution à 0.247gdû à la corrosion par perte de densité.

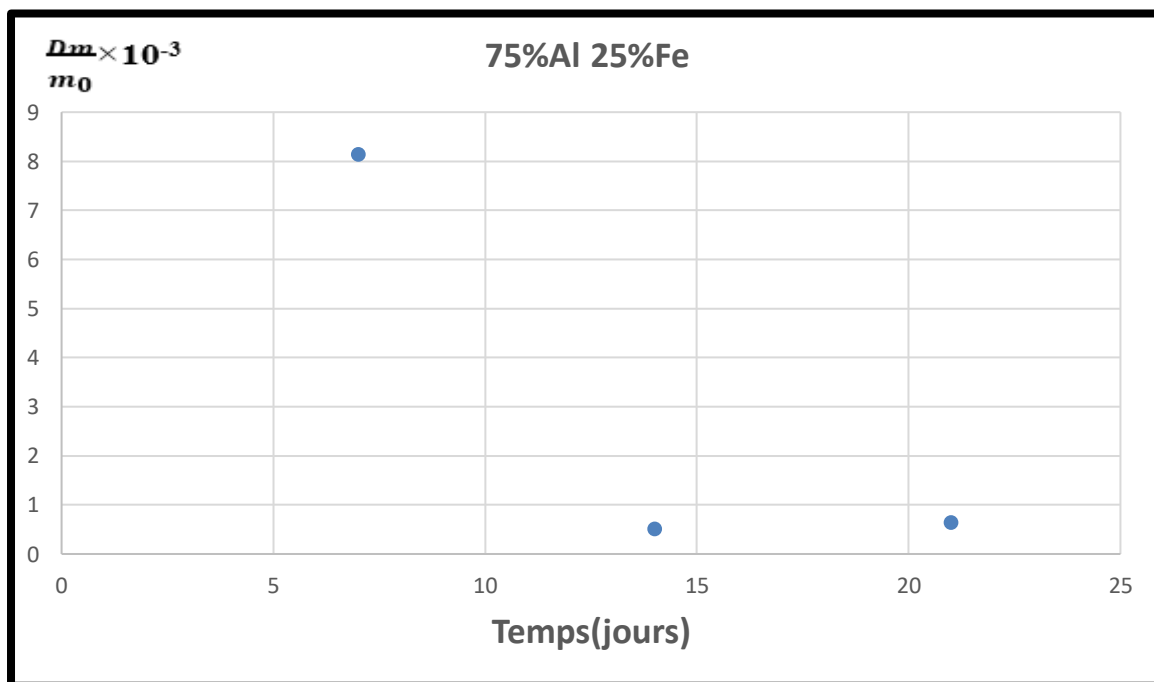


Figure (III.23) : Courbe corrosion 75% Al 25% Fe.

On remarque dans la (Figure III.23) 7 jours à 14 jours une diminution  $\frac{Dm}{m_0}$  de 8.14 g Jusqu'à 0.516g et dû à la corrosion par perte de densité, de 14 jours à 21jours une Augmentation  $\frac{Dm}{m}$  de 0.516 g jusqu'à 0.645g.

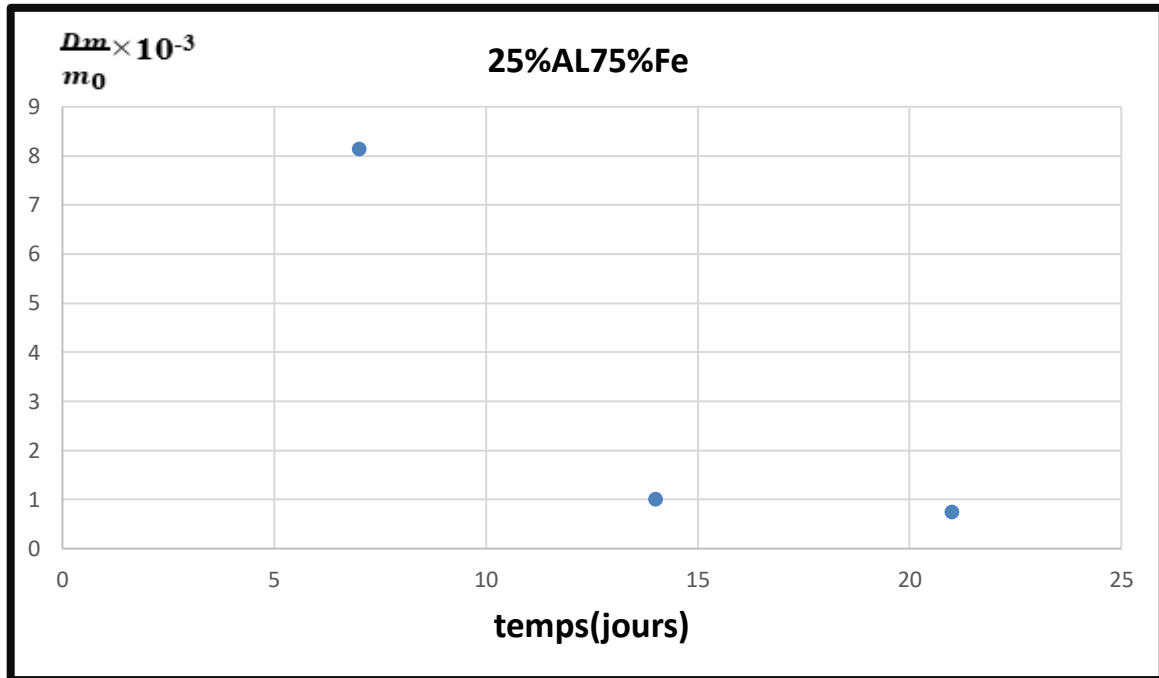


Figure (III.24) : Courbe corrosion 25% Al 75% Fe.

On remarque dans la (Figure III.24) 7 jours à 14 jours une diminution  $\frac{Dm}{m_0}$  De 8.14 g Jusqu'à 1.004g et aussi une autre diminution à 0.756gdû à la corrosion par perte de densité.

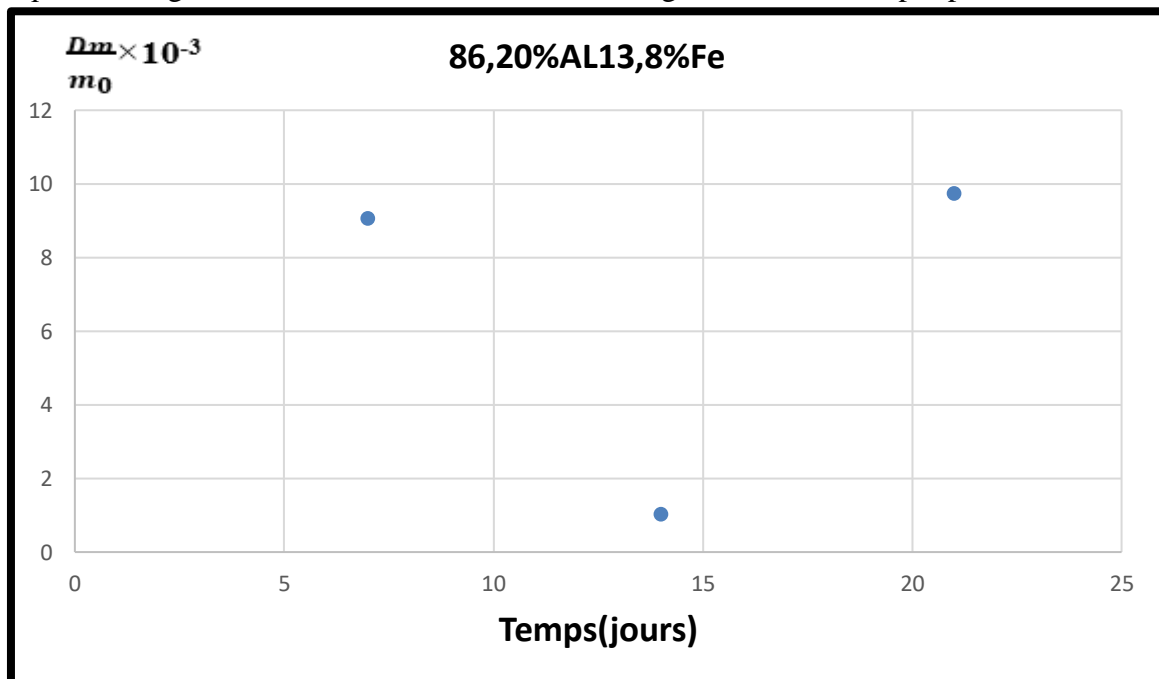


Figure (III.25) : Courbe corrosion 86.20% Al 13.80% Fe.

On remarque dans la (**Figure III.25**) 7 jours à 14 jours une diminution  $\frac{Dm}{m_0}$  de 9.059 g Jusqu'à 1.026g et dû à la corrosion par perte de densité, de 14 jours à 21jours une Augmentation  $\frac{Dm}{m_0}$  de 1.026 g jusqu'à 9.737g.

### **III.6. Conclusion**

Les résultats obtenus grâce aux expériences que nous avons faites en voyant la forme des grains produits après le processus de frittage et en découvrant la différence entre les alliages métalliques et en étudiant l'évolution de leurs propriétés mécaniques.

Les tests de dureté Vickers nous ont permis de voir l'influence du Fe à forte teneur dans les pastilles.



***CONCLUSION***  
***GENERALE***

Notre étude était d'élaborer des pastilles en poudres Al/Fe par la métallurgie des poudres, les travaux menés sur trois choses très importantes à savoir: La poudre, le pressage et le frittage. Nous avons choisis de développer ces alliages en raison de leurs propriétés physico-mécaniques adaptées à ce type d'utilisation.

L'objectif de ce travail est d'apprendre à fabriquer des pièces métalliques à travers le processus de mélange de poudre Al/Fe, nous les mettons dans des moules à granulés puis passons au pressage étape où on les met sous un piston en utilisant une force maximale en tenant compte du temps à la fin du processus de pressage avec un dispositif de pression hydraulique et ils sont sous forme de granulés, nous frittons, qui sont utilisés pour unifier les parties vertes après l'augmentation de la température .

A la fin du travail concluez par ce qui suit:

- l'échantillon(5) 25%Al et 75%Fe Présente élevée dureté Vickers par rapport aux autres échantillons.
- Les joints de grains dans la pastille (5) 25% Al 75% Fe sont très visible par rapport aux pastilles (4) 75% Al 25% Fe dans les micrographies optique.
- Le même résultat est trouver dans la pastille (5) 25% Al 75% Fe pour le teste de corrosion par perte de densité.

***REFERENCES***

***BIBLIOGRAPHIQYE***

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE**

---

- [1] : A. Hadouche : Effet des traitements de vieillissement sur le comportement électrochimique de l'alliage Al-Mg<sub>3</sub> (AA5754) dans une solution aqueuse de 3.5% NaCl Mémoire de mastère. Université de Beskra (2014).
- [2] : Elena DIN-STIRBU : Comportement à la corrosion des alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie automobile pour la fabrication de radiateur de chauffage thèse de doctorat Université de Pitesti Roumanie.(2005).
- [3] : J.P Bâillons, J.M.Dorlot : etude des effets du vieillissement thermique sur la résistance à la corrosion de l'alliage d'aluminium EN AW-6060 dans une solution de NaCl troisième édition, Montréal. Ecole Polytechnique de Montréal, p480(2000).
- [4] : C.Vargel, corrosion de l'aluminium, paris p501 (1999).
- [5] : J.E. Hatch, Metals Park, p319, (1984).
- [6] : S Payan, Thèse science chimique Bordeaux, Université de Bordeaux, p203 (2001).
- [7] : Though. G. Thompson, p192-201(1997).
- [8] : H. Karami heavy metal removal from water by magnetite nanorods] Iran (Received in Revised form 3 January 2013 Accepted 5 January 2013).
- [9] : G. Rytwo and Ruiz-Hitzky. Enthalpies of adsorption of methylene blue and crystal violet to montmorillonite. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 71, 751-759.(2003)
- [10] : S. Lagergren About the theory of so-called adsorption of soluble substances. Vetenskapsakad. Handbook, 24, 1-39. (1898).
- [11] : A. Ramesh. Lee D.J and Wong J.W. Thermodynamic parameters for adsorption Equilibrium of heavy metals and dyes from wastewater with low-cost adsorbents. Journal of Colloid and Interface Science, 291, 588–592. (2005).
- [12] : S. Rattanaphani. Chairat M. Bremner J.B and Rattanaphani V. An adsorption and Thermodynamic study of lac dyeing on cotton pretreated with chitosan. Dyes and Pigments, 72, 88–96. (2007).

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

---

- [13] : A.DEBIH ; « Contribution à l'Etude de la Fatigue des Alliages Légers ». Thèse de doctorat Université Ferhat Abbas-Setif-1 Algerie (2018).
- [14] : R. DEVELAY, Technique d'ingénieur, Propriétés de l'aluminium et des alliages D'aluminiums corroyés, M440.
- [14] : F. Z. LEMMADI; « Caractérisations des alliages à base d'aluminium et étude de l'effet des Traitements thermiques sur la microstructure et la taille des grains ». Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider-Biskra Algerie (2014).
- [15] : Michel Colombié et coll., « Matériaux métallique » 2eme ed; Dunod ; P 371.
- [16] : Le grand dictionnaire terminologique, office Québécois du langage français, Québec
- [17] : V.M.L.ANTONY; G.RAMANA «Processes for production of high-purity metal powders »High-Purity Metals JOM, 2003.
- [18] : Y.BIENVENU, A.S.WRONSKI «Aciers rapides produits par métallurgie des poudres » La revue de métallurgie-CIT/Science et génie des matériaux, 1994.pp. 693-705.
- [19] : S. GALDEANO «Influence des conditions de broyage sur la distribution de nanoparticules magnétiques (Fe, Co) dans une matrice de cuivre» Thèse de doctorat, 2001.
- [20] : G.Z.CHEN, E.GORDO « Direct electrolytic preparation of chromium powder» Metallurgical and Materials Transaction, 2004.
- [21] : C.CHAUSSIN, G.HILLY « Elaborations des métaux ».Ed. DUNOD, Tome 2, 1984.
- [22] : H.CHTOUROU «Modélisation par élément finis du procédé de compression des poudres métallique de l'acier inoxydable 316-L » Thèse de doctorat, 1996.
- [23] : A. Frachon. Modélisation et simulation numérique de la compression en matrice de poudres métalliques. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2002.
- [24] : Abdelouahab Redjehta, Etude microstructurale et mécanique des alliages Cu-Zn frittés sous pression et par électrodéposition, 2015, pp 12.
- [25] : S Boudebane, Dpt de Métallurgie et Génie des Matériaux chapitre 1, page 6.

## Résumé

L'objectif de ce travail est d'élaborer des pastilles en poudres Fe/Al par la métallurgie des poudres, contrairement aux méthodes conventionnelles d'élaboration des alliages par fonderie.

Nous examinerons comment les pastilles sont préparées et traitées par frittage et l'importance de la température dans cette expérience.

La poudre sera divisée en 6 échantillons afin que 4 échantillons soient un mélange de Fe/Al, et Les deux autres échantillons sont Fe et Al 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 les températures de fusion de constituant principale.

Ensuite ils sont exposés à la dureté Vickers Afin de déterminer leur tolérance à ce test, Ensuite, l'essai de corrosion montre que les sondes les plus sensibles à la corrosion en suite Déduire la déférence de masse  $\frac{\Delta m}{m_0}$  de masse relative en fonction du temps.

## Abstract

The objective of this work is to produce Fe/Al powder pellets by powder metallurgy, unlike conventional methods of producing alloys by foundry.

We will look at how pellets are prepared and processed by sintering and the importance Temperature in this experiment.

The powder will be divided into 6 samples so that 4 samples are a mixture of Fe/Al, and the other two samples are Fe and Al in pure state, They are subjected to pressure in order to prepare it in the form of a pellet, these latter will be treated by sintering without exceeding the melting temperatures of the main constituent.

Then they are exposed to Vickers hardness In order to determine their tolerance to this test, then, the corrosion test shows that the sondes most sensitive to corrosion then deduce the mass defERENCE  $\frac{\Delta m}{m_0}$  relative mass as a function of time.