



***République Algérienne Démocratique et Populaire***



***Ministère de l'Enseignement Supérieur et de  
la Recherche Scientifique***

***Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem***

**Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie  
(F S E S N V)  
Département de physique**

**Mémoire pour l'obtention du diplôme de MAGISTER  
Option : Rayonnement et Matière**

**THEME:**

***Modélisation du Comportement du milieu  
granulaire  
en compression uni axiale à froid***

**Présenté par:  
BEMOUSSA Mohammed**

Composition du jury de soutenance :

<b><u>Noms et prénoms</u></b>	<b><u>Grade</u></b>	<b><u>Qualité</u></b>	<b><u>Appartenance administrative</u></b>
SADOK Ahmed	professeur	Président	U.A.B. Mostaganem
HADRI Baghdad	M.C 'A'	Examineur	U.A.B. Mostaganem
TERKI HASSAINE Mounir	M.C 'A'	Examineur	U.A.B. Mostaganem
BOURAHLA Ahmed	M.C 'A'	Co- encadreur	U.A.B. Mostaganem
BOUNOUA Abdelkader	M.C 'A'	Encadreur	U.A.B. Mostaganem

**2011/2012**

# Remerciements

Je remercie en premier lieu Dieu le tout puissant de m'avoir donné la force, le courage et la volonté d'accomplir ce travail.

J'adresse mes sincères remerciements au mon Encadreur, Bounoua Abdelkader, maître de conférences à l'université de Mostaganem, pour m'avoir proposé le sujet, encouragé, orienté, aidé et guidé tout au long de ce travail.

Je remercie aussi mon co-Encadreur, Bourahla Ahmed, professeur à l'université de Mostaganem, qui m'a conseillé durant ce travail.

Mes remerciements vont également à tous les membres du jury, pour l'honneur qu'ils me font en acceptant de participer du jury de ma thèse, en l'occurrence :

Monsieur SADOK Ahmed, professeur à l'université de Mostaganem.

Monsieur HADRI Baghdad, maître de conférences à l'université de Mostaganem.

Monsieur TERKI Hassaine Mounir, maître de conférences à l'université de Mostaganem.

Je voudrais également exprimer mes grands remerciements à tous les enseignements et personnel administratif du département de physique de l'université de Mostaganem, qui m'ont aidé par leur enseignement pendant toutes ces années d'études.

Je remercie mes parents, mes sœurs, mes frères pour m'avoir encouragé durant ces années d'études.

Je tiens à dédier ce travail à ma chère mère qui m'a tout soutenue, à mon très cher père, qui était toujours présent pour moi aux moments où j'avais vraiment besoin de lui et qui cherche toujours mon bien.

Je voudrais aussi dédier ce travail à mes frères et sœurs et à toute ma famille, à toute personne qui m'a soutenue, aidée ou contribué de près ou de loin.

### Les symboles utilisés

$D_{st}$	Diamètre de Stokes
$D_v$	Diamètre en volume
$d_A$	Diamètre de l'aire projetée
$d_F$	Diamètre de Féret
$d_{Fmax}$	Diamètre de Féret maximum
$d_{Fmin}$	Diamètre de Féret minimum
$S_V$	Surface volumique
$S$	Surface totale de la poudre
$V$	Volume totale de la poudre
$a$	Rayon d'une particule sphérique
$S_s (S_m)$	Surface spécifique (Surface massique)
$M$	Masse totale de la poudre
$F$	Facteur de la forme
$\rho_{th}$	Densité théorique.
$\rho_a$	Densité apparente
$\rho_{rel}$	Densité relative
$V_p$	Porosité
$V_s$	Volume solide de la poudre
$\varepsilon$	Porosité (Taux de porosité)
$C$	Compacité
$V_a$	Volume apparent
$e$	Taux de porosité massique
$\alpha$	Angle de repose
$P$	Pression
$P_z$	Pression transmise
$D$	Diamètre de la poudre
$H$	Hauteur
$\mu$	Coefficient de frottement
$g$	Pesanteur
$P_f$	Masse volumique du fluide
$\eta_f$	Viscosité du fluide
$R$	Constante des gaz parfaits
$T$	Température
$\Delta h$	Déplacement (variation de la hauteur)
$V_0$	Volume apparent initial
$\varepsilon_0$	Porosité initiale (Taux de porosité initiale)
$b$	Constante ajustable
$\rho_{rel0}$	Densité relative initiale
$\sigma_0$	Limite élastique
$d$	Diamètre d'un grain
$\Delta h_p$	Diminution du diamètre du grain
$v$	Volume de la calotte sphérique
$R$	Rayon d'un grain
$N$	Nombre total des grains
$M_g$	Masse d'un grain
$V_g$	Volume d'un grain
$\Delta V_t$	Volume solide total
$\rho_{a0}$	Densité apparente initiale

# sommaire

INTRODUCTION GENERALE.....	1
----------------------------	---

## CHAPITRE I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 Introduction.....	3
I.2 Caractéristiques des poudres.....	3
I.2.1 Taille des particules.....	3
I.2.2 Forme des particules.....	5
I.3 Paramètre des structures caractérisant une poudre.....	6
I.3.1 Surface d'une particule .....	6
I.3.1.1 Surface volumique.....	6
I.3.1.2 Surface spécifique.....	6
I.3.2 Densité .....	8
I.3.2.1 Densité théorique.....	8
I.3.2.2 Densité apparente.....	8
I.3.2.3 Densité relative.....	8
I.3.2.4 Densité tapée .....	8
I.3.3 Porosité.....	8
I.4 Effets des charges électrostatiques.....	10
I.5 Phénomène de ségrégation.....	10
I.5.1 Ségrégation par séparation des particules .....	10
I.5.2 Ségrégation par agglomération des particules.....	10
I.6 Percolation.....	10
I.7 Coulabilité et angle de repose.....	10
I.8 Etude granulométrique.....	12
I.8.1 Distributions granulométriques en nombre et en mesure.....	12
I.8.2 Principaux paramètres caractérisant une distribution.....	12
I.8.3 Tamisage.....	16
I.9 Comportement des poudres en compression uniaxiale à froid.....	17
I.9.1 Aspects phénoménologiques de compression.....	18
I.9.2 Phase de la compression à froid de la poudre .....	19
I.9.2.1 Etape de réarrangement des grains.....	20
I.9.2.2 Etape de déformation élastique.....	20
I.9.2.3 Etape de déformation plastique.....	20
I.10 Evolution des paramètres structuraux.....	21
I.11 Compressibilité uniaxiale à froid des poudres.....	21

## CHAPITRE II METHODES EXPERIMENTALES

II.1 Introduction.....	23
II.2 Mesures des tailles des particules.....	23
II.3 Mesure de la densité apparente.....	29
II.4 Mesure de la densité vraie des poudres.....	30
II.5 Mesure de la coulabilité.....	33
II.6 Compressibilité.....	34
II.6.1 Remplissage.....	34
II.6.2 Compression.....	35
II.6.3 Ejection.....	37

**CHAPITRE III  
MODELISATION**

<b>III.1 Introduction.....</b>	<b>38</b>
<b>III.2 Modèle de KAWAKITA.....</b>	<b>38</b>
<b>III.3 Modèle de HECKEL.....</b>	<b>40</b>
<b>III.4 Corrélation avec des propriétés mécaniques.....</b>	<b>42</b>
<b>III.5 Modèle proposé.....</b>	<b>43</b>

**CHAPITRE IV  
RESULTATS OBTENUS**

<b>IV.1 Introduction.....</b>	<b>56</b>
<b>IV.2 Méthodologie.....</b>	<b>56</b>

<b>CONCLUSION GENERALE.....</b>	<b>70</b>
---------------------------------	-----------

<b>Bibliographie .....</b>	<b>72</b>
----------------------------	-----------

**Annexe**

# Introduction Générale

Les matériaux granulaires font aujourd'hui l'objet de recherches très actives tant théoriques qu'expérimentales qui s'inscrivent dans la cadre large des matériaux désordonnés hétérogènes et de préoccupations pluridisciplinaires. Ce gain d'intérêt est largement lié à des raisons économiques et technologiques en particulier dans le domaine de la métallurgie des poudres.

La métallurgie des poudres est une technique qui intervient actuellement dans beaucoup d'industrie, elle permet de concevoir de nombreux matériaux qui seraient difficiles voire impossible, à fabriquer par les voies classiques de la métallurgie de fusion. Ses applications dans diverses industries, depuis l'industrie aéronautique à l'industrie automobile en passant par les produits céramiques, pharmaceutiques, agro-alimentaires etc. Dans ces procédés on utilise des poudres comme matière première.

L'élaboration des matériaux à partir des poudres métalliques et/ou céramiques comprend généralement une étape de mise en forme par compaction à froid permettant ainsi d'obtenir des agglomérés manipulables, voire usinables et aussi plus proche que possible des cotes des pièces finies. Le comportement des poudres lors de ce processus de compaction prédétermine largement la qualité des produits frittés.

Par ailleurs, les mécanismes conduisant à la densification et à la cohésion des poudres métalliques sont complexes et encore insuffisamment analysés, notamment dans le cas des poudres poly disperses et des mélanges de poudres.

Des tentatives de modélisation des comportements des milieux granulaires nécessiteraient une description élaborée des structures tridimensionnelles formées dès le stade de remplissage de la matrice et de leur évolution sous l'effet de sollicitations externes telles que la compaction, la vibration etc., en s'attachant à préciser l'influence de certains paramètres tels que : la nature, la morphologie, la granulométrie, l'état de surface et les caractéristiques mécaniques sur la compressibilité des poudres.

Le caractère répandu des milieux granulaires a amené les hommes de sciences à déterminer empiriquement bon nombre de leurs comportements, sans qu'il y ait une compréhension profonde de leurs propriétés. Plusieurs modèles ont été élaborés pour traduire les micro-mécanismes intervenant lors de la compaction à froid des poudres et l'influence des caractéristiques physiques et mécaniques sur leur compressibilité, mais ces modèles restent encore loin de traduire fidèlement les différents mécanismes intervenant dans la densification à froid des poudres et nécessiteraient de nouvelles observations.

Notre travail s'inscrit dans le cadre de ce type de préoccupation. Nous nous sommes intéressés à élaborer d'abord un modèle pour tenter d'approcher les mécanismes de la compression uniaxiale à froid de poudres métalliques et céramiques, puis de comparer les résultats obtenus par ce modèle aux différents résultats expérimentaux réalisés au laboratoire.

Ce mémoire comprend quatre chapitres :

Le premier chapitre de cette étude consiste en des rappels bibliographiques relatifs à la description du comportement général des poudres métalliques et céramiques et des définitions de certains paramètres influant sur leur comportement.

Dans le second chapitre, nous nous sommes intéressés à certaines méthodes et techniques expérimentales utilisées en métallurgie des poudres et notamment la technique expérimentale utilisée en compression uniaxiale à froid des poudres.

Le troisième chapitre est consacré à la modélisation de la compression uniaxiale à froid de poudres sphériques.

La discussion des résultats théoriques obtenus par le modèle élaboré et leur comparaison aux résultats expérimentaux font l'objet du dernier chapitre.

**I.1 Introduction: [1] [2]**

Le milieu granulaire est un terme utilisé pour désigner une vaste famille de matériaux, qui présentent un comportement original, intermédiaire entre celui des solides et celui des liquides, et qui sont présents partout dans la nature et dans le monde industriel.

Quand on verse une poudre dans un réservoir, elle se comporte comme un liquide, car elle prend la forme du réservoir. Mais si l'on incline ce réservoir de quelques degrés, la poudre ne bouge pas comme si elle était un bloc solide. Cependant, si l'on incline ce réservoir jusqu'à l'inclinaison à partir de laquelle une couche de grains de la surface libre de la poudre s'écoule, celle-ci se comporte à nouveau comme un liquide. Cette transition entre le comportement liquide et solide est la propriété la plus remarquable des milieux granulaires.

Les milieux granulaires peuvent être classifiés selon la taille des particules qui les constituent. Le terme « nanopoudres » est employé pour définir un milieu dans lequel les particules sont mesurées en nanomètres ; « poudres » quand les particules mesurent quelques micromètres et « grains » pour les particules de quelques centaines de micromètres.

Malgré les différences entre les définitions de poudres et de grains, nous utiliserons souvent ces deux termes pour définir un milieu granulaire comprenant des particules quelle que soit leur taille.

Un milieu granulaire est également constitué par une phase gazeuse qui remplit l'espace entre les grains (espace interstitiel).

L'étude des milieux granulaires peut être réalisée à différentes échelles : micro, méso ou macroscopique, dépendant du phénomène d'intérêt. L'échelle microscopique se contente de l'étude des phénomènes de contact entre les particules qui constituent le milieu, et les échelles méso et macro des phénomènes d'une fraction ou de l'ensemble du milieu.

On peut définir, la poudre comme un ensemble des particules dont les dimensions sont inférieures à 1 mm, et selon leurs caractéristiques les poudres sont classées en différents types, les matériaux élaborés à partir des poudres dépendent de façon critique de certains paramètres physiques tels que :

La taille des particules, la forme, la densité, la porosité et la coulabilité.

**I.2 Caractéristiques des poudres:****I.2.1 Taille des particules :**

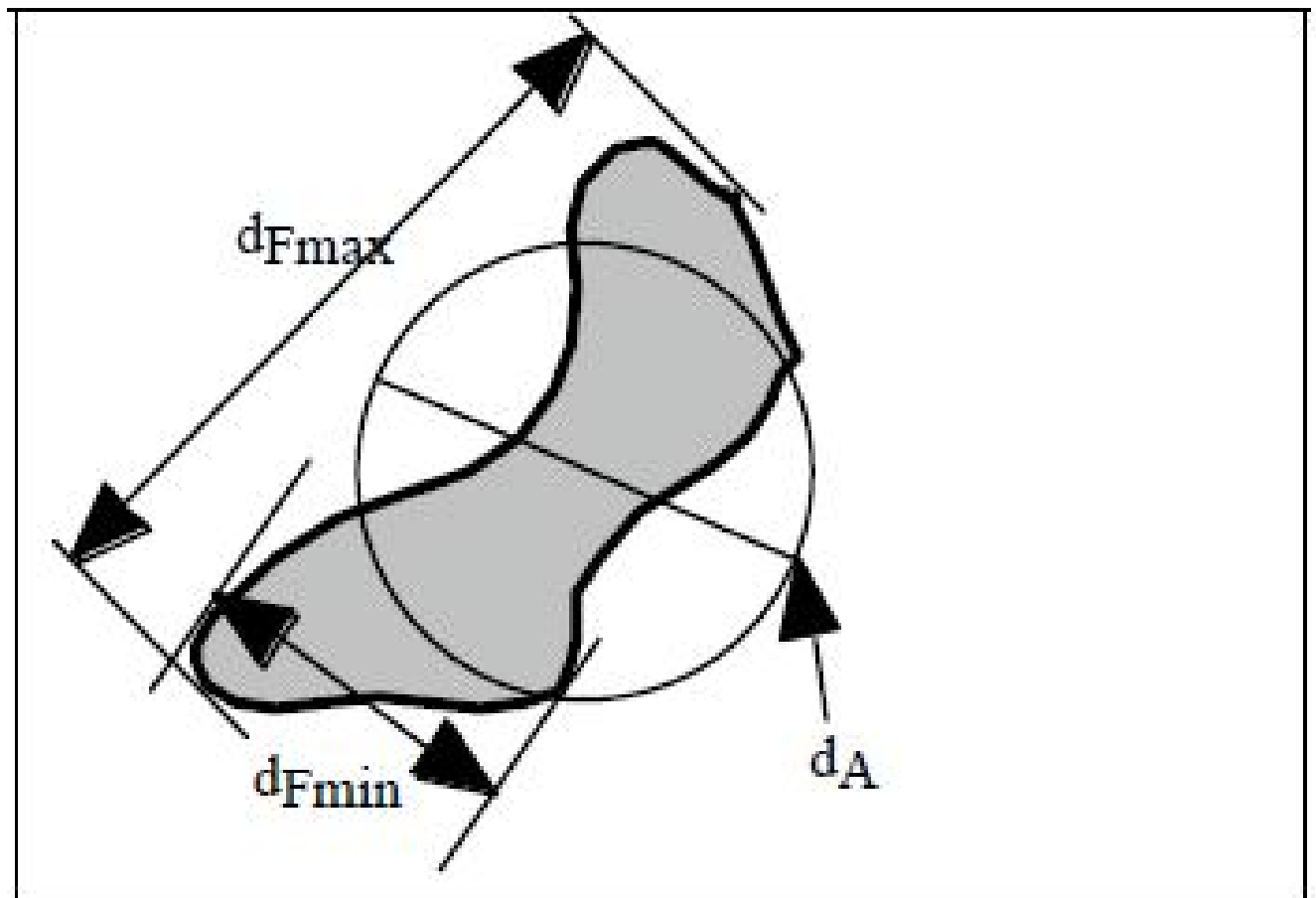
Les particules composant une poudre ou un mélange de poudres métalliques ou céramiques ont des tailles différentes (grosses, moyennes, petites).

Il existe diverses façons pour définir la taille d'une particule. Pour une sphère il existe une définition non ambiguë de diamètre, de même pour l'arête d'un cube. Cependant, la

plupart des particules étant rarement sphériques, la connaissance de plus d'une dimension devient nécessaire pour décrire la forme d'une particule comme l'illustre de la figure I.1.

Les diamètres les plus utilisés sont les diamètres de sphères équivalentes et particulièrement le diamètre en volume  $d_v$  qui correspond au diamètre de la sphère possédant le même volume que la particule.

Pour des formes irrégulières, par contre il y a une influence de la taille attribuée avec les différentes méthodes de mesure ce qui devrait être pris en compte lors du choix de la méthode d'analyse.



**Figure I. 1 :** Représentation d'une distribution de taille de particule en volume<sup>[3]</sup>.

**Quelques différentes définitions de diamètres de particules : [4]**

Pour définir la taille d'une particule, il existe plusieurs diamètres pour cette définition qui se retrouve dans ce tableau :

Diamètre	Symbole	Définition
Diamètre de Stokes	$D_{St}$	Diamètre d'une sphère chutant librement à la même vitesse que la particule dans un fluide donné.
Diamètre en volume	$D_v$	Diamètre d'une sphère de même volume que la particule
Diamètre de l'aire projetée	$d_A$	Diamètre du cercle possédant la même surface projetée que de la particule
Diamètre de Féret	$d_F$	Distance entre deux tangentes parallèles à des côtés opposés de la particule
Diamètre de Féret maximum	$d_{Fmax}$	Distance maximale entre deux tangentes parallèles sur des côtés opposés de la particule.
Diamètre de Féret minimum	$d_{Fmin}$	Distance minimale entre deux tangentes parallèles à des côtés opposés de la particule.

**I.2.2 Forme des particules : [5]**

La forme des grains d'une poudre est l'aspect extérieur des particules, cette caractéristique essentielle peut varier suivant le procédé de fabrication des poudres et le comportement de la poudre à la compression est très sensible à ce paramètre. Les différentes formes de grains qui existent sont représentées dans la figure I.1. La forme des particules a une influence importante sur la poudre, la particule qui a la forme sphérique se mélange facilement et rapidement par rapport aux formes (lamellaire, arrondie, irrégulière, dendritique, angulaire).

La méthode la plus utilisée pour l'analyse de la morphologie est la microscopie optique car elle permet d'identifier des particules individuelles et permet le calcul d'un coefficient de forme (facteur de forme).

Il existe deux concepts simples pour décrire une forme, dépendant de l'irrégularité de la forme elle-même, qui sont : la sphéricité des particules et le facteur de forme. La sphéricité est

donc le rapport entre l'aire superficielle d'une sphère qui a le même volume que la particule considérée et sa surface réelle.

Pour des particules anisotropes possédant une morphologie relativement régulière, telle qu'une tige ou une plaquette, on peut définir un facteur de forme comme le rapport de l'axe principale sur l'axe secondaire.

Pour des particules irrégulières, où la définition des axes n'est pas véritablement claire, le rapport entre le diamètre de Féret maximum et minimum donne une bonne indication de l'allongement de la particule.

**I.3 Paramètres des structures caractérisant une poudre :**

**I.3.1 Surface d'une particule :**

**I.3.1.1 Surface volumique :**

La surface volumique est définie par le rapport existant entre la surface totale S des enveloppes externes des grains et leur volume total V, peut s'écrire :

$$S_V = \frac{S}{V} \quad (I.1)$$

Dans le cas d'une particule sphérique de rayon a sa surface volumique s'écrira :

$$S_V = \frac{4 \pi a^2}{\frac{4}{3} \pi a^3} = \frac{3}{a} \quad (I.2)$$

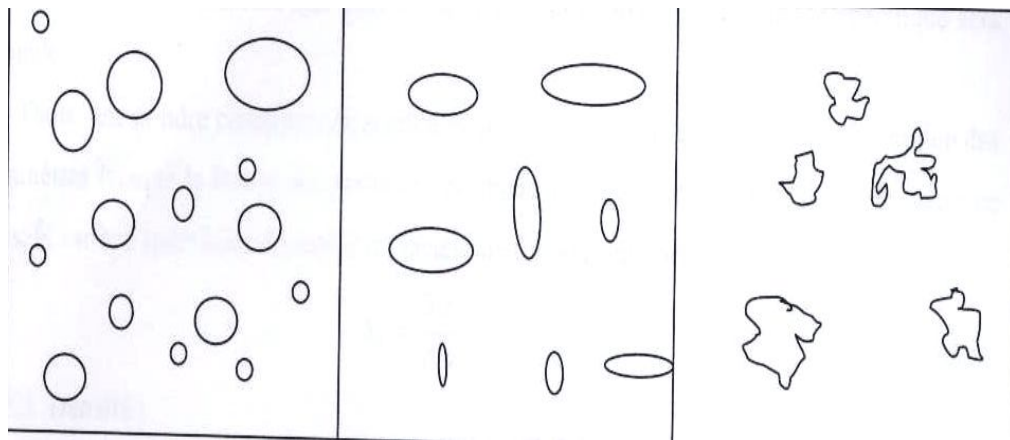
**I.3.1.2 Surface spécifique :**

Comme la taille des particules, la surface spécifique (ou massique) est une caractéristique importante de la poudre de base. En général, la surface spécifique se définit par le carré de l'unité de surface par unité de masse, on peut donc l'exprimer soit en m<sup>2</sup>/kg soit en cm<sup>2</sup>/g, donner par la relation :

$$S_s = S_m = \frac{S}{M} = \frac{S}{\rho V} = \frac{S_V}{\rho} \quad (I.3)$$

Dans le cas d'une particule sphérique de rayon a sa surface s'écrira :

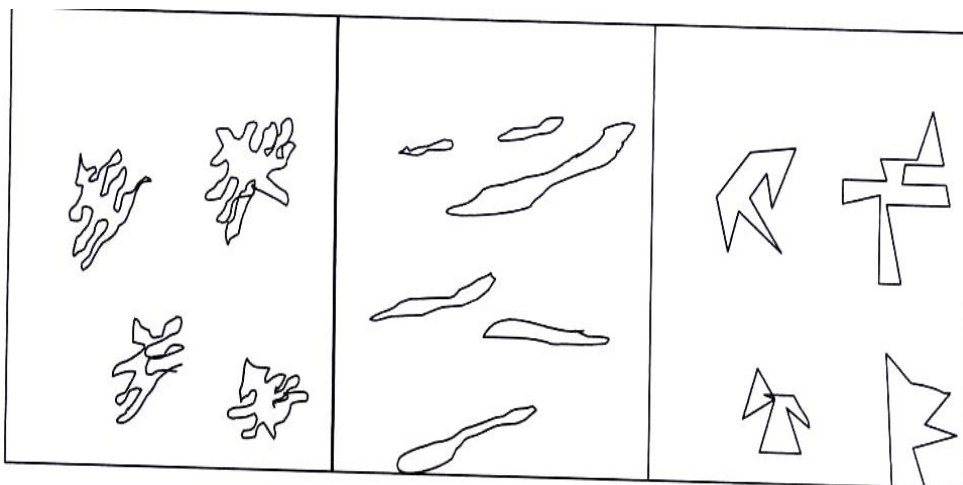
$$S_s = \frac{4 \pi a^2}{\frac{4}{3} \pi \rho a^3} = \frac{3}{\rho a} \quad (I.4)$$



**SPHERIQUE**

**ARRONDIE**

**IRREGULAIRE**



**DENDRITIQUE**

**LAMELLAIRE**

**ANGULAIRE**

**Figure I.1 : Les différentes formes des grains.**

Pour un ensemble de  $n$  grains sphériques, lisses et de même diamètre, la surface spécifique est :

$$S_s = \frac{3 n \pi a^2}{\frac{4}{3} n \pi \rho a^3} = \frac{3}{\rho a} \quad (1.5)$$

On voit immédiatement que plus les sphères sont petites, plus la surface spécifique sera grande.

Dans une poudre constituée des particules sphériques, il existe une certaine distribution des diamètres lorsque la forme des particules est quelconque, sa surface est plus élevée ; dans ce cas, la surface spécifique dépend d'un facteur de forme  $F$  supérieur à 1

$$S_s = \frac{3 F}{\rho a} \quad (1.6)$$

### I.3.2 Densité :

On définit plusieurs types de densité :

#### I.3.2.1 Densité théorique :

La densité théorique est le rapport de la masse de la poudre sur le volume de la phase solide de la poudre, notée  $\rho_{th}$  et exprimée en ( $g/cm^3$ ,  $kg/m^3$  ou  $T/m^3$ ).

#### I.3.2.2 Densité apparente :

La densité apparente est le rapport de la masse de la poudre sur le volume apparent de la poudre, notée  $\rho_a$  et exprimée en ( $g/cm^3$  ;  $kg/m^3$  ;  $T/m^3$ ).

#### I.3.2.3 Densité relative :

La densité relative est le rapport de la masse volumique apparente du comprimé à celle du métal plein de même composition. Elle peut être aussi définie comme le rapport entre la densité apparente à la densité théorique, notée par  $\rho_{rel}$  et qui est un nombre sans dimension, et donc toujours  $\leq 1$ .

#### I.3.2.4 Densité tapée :

Les particules les plus fines s'insèrent dans les espaces vides entre les particules les plus grosses. Petit à petit les particules s'arrangent plus efficacement, c'est-à-dire forment un empilement dur (poudre tapée) donc le volume décroît et la densité tapée (tassée) augmente parfois de 50% à 100%.

### I.3.3 Porosité: [6]

Le volume du vide inter granulaire peut être exprimé par un pourcentage appelé « le taux de porosité » par rapport au volume occupé par les grains.

On définit la porosité par la formule suivante :

$$V_p = V - V_s \quad (1.7)$$

Où :

$V_p$  (porosité) : le volume qui représente le vide inter granulaire et intra granulaire.

$V$  : le volume total occupé par le milieu granulaire, il représente le volume apparent

$V_s$  : le volume total des grains solides, il représente le volume de la phase solide.

Le pourcentage de la phase poreuse ou la fraction poreuse est définie par la relation :

$$\varepsilon = \frac{V_p}{V} \quad (I.8)$$

Il existe deux types de porosité :

- La porosité ouverte accessible à la pénétration du fluide.
- La porosité fermée non accessible à la pénétration du fluide.

Les domaines de la porosité sont définis par :

- Microporosité : taille des pores inférieurs à  $20A^0$ .
- Mésoporosité : taille des pores entre  $20 A^0$  et  $500 A^0$ .
- Macroporosité : taille des pores supérieurs à  $500 A^0$ .

La compacité ou la fraction volumique de la phase solide est donnée par la formule : [7]

$$C = \frac{V_s}{V} \quad (I.9)$$

Les empilements sont caractérisés aussi par la densité apparente  $\rho_a$  :

$$\rho_a = \frac{M}{V_a} \quad (I.10)$$

avec :  $M$  : c'est la masse de la poudre.

$V_a$  : c'est le volume apparent.

La compacité  $C$  où la densité relative  $\rho_{rel}$  est donnée par :

$$C = \rho_{rel} = \frac{\rho_a}{\rho_{th}} \quad (I.11)$$

Où

$\rho_{th}$  est la densité théorique donnée par la relation :

$$\rho_{th} = \frac{M}{V_s} \quad (I.12)$$

D'autres paramètres sont parfois utilisés pour caractériser les empilements des grains ou définir des paramètres de stockage tels que le taux de porosité massique. Il est donné par :

$$\varepsilon = \left[ \frac{1}{\rho_a} - \frac{1}{\rho_{th}} \right] \quad (I.13)$$

#### I.4 Effets des charges électrostatiques : [8]

Lorsque deux corps se frottent entre eux, ils se chargent électriquement, ce qui entraîne une force de répulsion car les charges sont de même signe, c'est le cas d'un milieu granulaire. Les frottements entre grains eux même, et entre particules de poudres et les parois des mélangeurs génèrent des charges électrostatiques ce qui donne des forces de répulsion entre ces particules.

Ces effets sont à la base des problèmes qui empêchent les mélanges d'atteindre un bon degré d'homogénéisation, et l'addition d'une petite quantité d'eau est nécessaire pour neutraliser les charges.

### **I.5 Phénomène de la ségrégation : [9]**

La ségrégation est un problème qui influe sur l'homogénéité d'une poudre ou d'un mélange de poudres. Ce phénomène est induit, à travers les différentes couches, par la différence de tailles de formes, de densités et de surfaces spécifiques des particules.

La ségrégation, aussi appelée dé-mélange, est le processus inverse du mélange. Les phénomènes de ségrégation apparaissent dans un mélangeur quand des différences de propriétés entre les particules imposent un mouvement préférentiel de certaines d'entre elles dans une certaine partie du mélangeur.

Moritz a suggéré une classification en deux groupes différents :

#### **I.5.1 Ségrégation par séparation des particules :**

Le phénomène de ségrégation est induit par la différence de tailles, de formes, de densités et de surfaces des particules.

#### **I.5.2 Ségrégation par agglomération des particules :**

Dans ce cas, la ségrégation est due à l'humidité, et les charges électrostatiques. Comparativement aux autres paramètres, la différence granulométrique est le facteur le plus important qui conduit à la ségrégation

### **I.6 Percolation : [10]**

La percolation c'est un phénomène de ségrégation ; mais il se produit spontanément si les composants de la poudre présentent une forte différence granulométrique. C'est le mouvement des particules de la surface libre d'une poudre vers le fond.

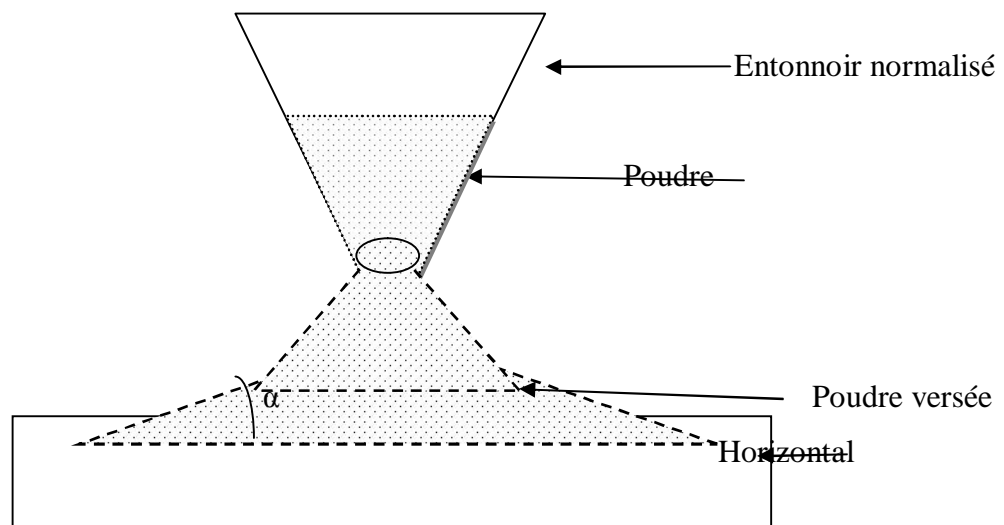
### **I.7 Coulabilité et angle de repose : [11] [12]**

La coulabilité est une caractéristique des fluides, et comme les poudres se rapprochent des fluides, on la considère comme une de ces caractéristiques.

La coulabilité est l'aptitude d'une poudre à couler ; elle est liée au comportement collectif des grains. Les caractéristiques et les propriétés du comportement collectif des grains différent de celles se rapportant aux entités individuelles constituants les poudres.

L'identification et l'analyse de ces comportements collectifs sont nécessaires dans de nombreuses situations, notamment en métallurgie des poudres.

Le comportement d'un milieu granulaire se rapproche de celui du fluide mais il existe des différences observables importantes dans certaines propriétés. Parmi ces différences importantes on cite l'angle de repose. Si on verse un tas de poudre sur un plan horizontal sans vibrations et sans chocs, la poudre versée prend une forme conique et la surface libre de tas (poudre) et l'horizontal forment un angle de repose (Figure I.2).



**Figure I.2 :** Angle de repose.

Les forces de frictions et les surfaces d'interactions entre les grains dans le milieu granulaire ne peuvent être négligées. Pour que les grains puissent rouler et agir sur la surface libre de la poudre, il faut que les forces de gravité qui s'exercent sur eux soient supérieures aux forces d'interaction et de frictions qu'ils subissent de la part des grains. Donc l'angle de repose dépend des grains eux même en particulier de leurs formes et de leurs tailles, c'est pourquoi les poudres ne coulent pas toutes de la même façon et avec la même facilité. Certaines poudres s'écoulent très mal si elles sont très fines, humides ou le plus souvent lorsque les particules sont liées par des forces cohésives résultant du pontage. Pour certaines poudres, la cohésion ne peut être éliminée par effet de gravité et la poudre prend alors un comportement visqueux, ce qui confère une mauvaise coulabilité à la poudre.

L'angle de repose prend la valeur la plus faible dans le cas de grains sphériques, et augmenterait pour des particules de forme non sphérique.

**I.8 Etude granulométrique :****I.8.1 Distributions granulométriques en nombre et en mesure :**

Prenons le cas d'une mesure granulométrique par tamisage qui consiste à trier les grains par taille à l'aide d'une série de tamis superposés dont l'ouverture des mailles va décroissant lorsque l'on passe des tamis supérieurs vers les tamis inférieurs.

Ce type de granulométrie peut être envisagé de deux façons différentes :

\* l'analyse granulométrique en mesure qui consistera en des pesées : on pèse le contenu de chaque tamis pour déterminer la masse de la poudre retenue.

\* l'analyse granulométrique en nombre qui consisterait cette fois à dénombrer les particules retenus dans chaque tamis et à porter ce nombre en fonction de la taille des tamis.

Ces deux types de granulométrie n'ont pas la même signification. En effet, dans une granulométrie en nombre, on attribue à chaque particule la même valeur (le même poids) quelles soient leur taille ou leur masse individuelles, alors que dans une granulométrie en mesure, on attribue à chaque particule une valeur proportionnelle à sa masse, son volume, sa surface ou sa taille.

D'une manière plus générale, on définit comme pour les distributions en nombre, une fonction densité en mesure  $g(x)$ , telle que la fréquence relative en mesure soit donnée par  $g(x)dx$  et une fonction de distribution en mesure :

$$G(x) = \int_0^x g(x) dx \quad (I.14)$$

Dans le cas de mesures par tamisage on aurait

$$g_i = \frac{m_i}{M} \quad (I.15)$$

Où  $m_i$  : la masse du contenu du tamis  $i$

$M$  : la masse totale (du contenu de l'ensemble des tamis)

$g_i$  : la fréquence relative en masse des grains de taille  $x_i$  (proportion massique des grains de taille  $x_i$ )

**I.8.2 Principaux paramètres caractérisant une distribution :**

Les distributions expérimentales ou les fonctions de distributions ou de densités de probabilités ne sont manipulables que sous forme de tableaux de valeurs ou de graphes. Souvent on préférera décrire les caractéristiques essentielles d'une distribution (granulométrie) par quelques paramètres qui peuvent se classer en deux catégories :

- les paramètres de tendance centrale.
- les paramètres liés à la dispersion des valeurs.

**a/- Paramètres de tendance centrale :**

**- Le mode :**

Le mode est la valeur de x qui correspond au maximum de la fonction densité f(x) ou g(x) dans le cas de distribution en mesure ; c'est donc la fréquence maximum autrement dit celle qui est la plus probable. Si cette fonction comporte plusieurs maxima, la distribution sera dite plurimodale (bimodale, etc...).

**- La médiane et les quartiles :** La médiane est la valeur de x qui sépare la distribution en deux sous-ensembles d'effectifs égaux, ou de mesures égales ; on note parfois ce paramètre  $x_m$  ou encore  $x(1/2)$ . C'est la valeur correspondant à 50% sur la courbe des fréquences relatives cumulées (fonction de distribution). D'une manière générale, on appelle quantile d'ordre v les  $v^{-1}$  valeur de x qui partagent la distribution en v sous-ensembles d'effectifs (ou de mesures) égaux. Les quartiles correspondent au cas où la population est partagée en quatre sous-ensembles.

**- Les moments d'une distribution et notion de moyennes :**

Dans le cas des distributions discrètes, on définit un moment d'ordre q par la quantité :

$$\mu_q = \frac{1}{N} \sum n_i x_i^q = \sum f_i x_i^q \quad \text{(I.16)}$$

Pour les distributions continues, cette quantité s'exprime par :

$$E(x^q) = \mu_q = \int_0^{+\infty} x^q f(x) dx \quad \text{(I.17)}$$

Pour les distributions en mesure on définit de manière équivalente les  $q^{i\text{eme}}$  moments par :

$$M(x^q) = \int_0^{+\infty} x^q g(x) dx \quad \text{(I.18)}$$

\* ordre 0 :  $\mu_0 = 1$   $E(x^0) = 1$  aucun intérêt particulier

\* ordre 1 :

$$\mu_1 = \frac{1}{N} \sum n_i x_i = \sum f_i x_i$$

$$E(x) = \int_0^{+\infty} x f(x) dx$$

Ceci n'est autre que la **moyenne arithmétique** que l'on représente souvent par  $\bar{x}$ .

Dans le cas des fonctions continues, E(x) est l'espérance mathématique de x.

Pour les distributions en mesure :

$$\mu_1 = \frac{1}{N} \sum g_i x_i = \text{EMBED Equation. 3 } \mu_m$$

$$M(x) = \int_0^{+\infty} x g(x) dx$$

\* ordre -1 : c'est un autre cas intéressant, il définit ce que l'on appelle la **moyenne harmonique**

$$\text{EMBED Equation. 3 } \mu_h = \mu_{-1} = \frac{1}{\frac{1}{N} \sum \frac{n_i}{x_i}} = \frac{1}{\sum \frac{f_i}{x_i}}$$

$$E(x^{-1}) = \frac{1}{\int \frac{1}{x} f(x) dx} \tag{I.19}$$

On peut bien entendu définir une moyenne harmonique en mesure :

$$\text{EMBED Equation. 3 } \mu_{h,m} = \frac{1}{\sum \frac{g_i}{x_i}}$$

$$M(x^{-1}) = \frac{1}{\int \frac{1}{x} g(x) dx} \tag{I.20}$$

**Moyenne géométrique** : elle est définie par :

$$\bar{x}_g = \sqrt[N]{x_1^{n_1} \cdot x_2^{n_2} \dots x_k^{n_k}} = \sqrt[N]{\prod x_i^{n_i}} \tag{I.21}$$

Sous forme logarithmique on a :

$$\log \text{EMBED Equation. 3 } \mu_g = \frac{1}{N} \sum n_i \log x_i = \sum f_i \log x_i \tag{I.22}$$

Le log de la moyenne géométrique = moyenne arithmétique des log  $x_i$

Avec des distributions :

- continues

$$\log \text{EMBED Equation. 3 } \mu_g = \int_a^b \log(x) f(x) dx$$

- en mesure :

$$\log \text{EMBED Equation. 3 } \mu_g = \sum g_i \log x_i$$

**b/- Paramètres de dispersion :**

Les paramètres de tendance centrale ne donnent que des informations utiles mais très partielles sur les distributions. Ils ne disent rien sur l'étalement de ces distributions. Plusieurs paramètres caractérisent la dispersion des valeurs.

**-L'étendue :** c'est le domaine de la variable  $x_{\max} - x_{\min}$

C'est cette valeur est grande, la distribution est très étalée, si elle est faible la distribution est au contraire resserrée.

**- écarts inter quartiles :**  $x(3/4) - x(1/4)$

Ils sont plus précis que l'étendue.

**- notion d'écart, écart moyen, fluctuations :**

\* **Les écarts :** se déterminent par rapport à une valeur fixe de référence a

$e = x - a$  e peut être considéré comme une nouvelle variable correspondant à un changement d'origine.

\* **écart moyen :**

$$\bar{e} = \frac{1}{N} \sum_i n_i e_i = \bar{x} - a$$

$$\int f_i(x_i - a) dx \tag{1.23}$$

\* **fluctuations :** c'est le moment d'ordre 2 des écarts (moyenne des carrés des écarts)

$$\frac{1}{N} \sum_i n_i e_i^2$$

**La variance :**

Cas des fonctions discrets :

$$V = \frac{1}{N} \sum_i n_i (x_i - \bar{x})^2 = \sum_i f_i(x_i - \bar{x})^2$$

Cas des fonctions continues :

$$V = \int (x_i - \bar{x})^2 f(x) dx \tag{1.25}$$

On appelle **écart type** (ou déviation standard) :

$$\sigma = \sqrt{V} \tag{1.26}$$

**\* moments centrés :**

On voit que la variance est le moment d'ordre 2 centré sur la moyenne arithmétique (moyenne des carrés des écarts à la moyenne).

Les moments centrés sur la moyenne arithmétique s'écrivent :

Cas continu :

$$E_c(x^q) = \int (x - \bar{x})^q f(x) dx \tag{I.27}$$

Cas discret :

$$\frac{1}{N} \sum_i n_i (x_i - \bar{x})^q = \sum_i f_i (x_i - \bar{x})^q$$

Distributions en mesure :  $M_c(x^q)$

Ordre 1 :  $E_c(x) = 0$        $M_c(x) = 0$

Ordre 2 :  $E_c(x^2) = \text{variance en nombre}$

$M_c(x^2) = \text{variance en mesure}$

**\* moments centrés réduits :**

Ils sont construits avec les variables

$$u_i = \frac{x_i - a}{c}$$

C'est-à-dire changement d'origine + changement d'unités (d'échelle).

On montre aisément d'une manière générale que :  $E_c(x^q) = C^q E(u^q)$

**\* coefficient de variation (ou taux de dispersion) :**

$$\gamma = \frac{\mu_{c2}}{\mu_1} = \frac{(E_c(x^2))^{1/2}}{E(x)} = \frac{\sigma}{\bar{x}} \tag{I.29}$$

**I.8.3 Tamisage :**

On peut trier une poudre par classes de taille en utilisant tout simplement des tamis calibrés. Un tamis laisse passer les poudres dont la taille est inférieure à l'ouverture des mailles du tissu servant de filtre. Il existe plusieurs séries de tamis correspondant à diverses normalisations. La norme ASTM (US) est la plus répandue.

Le calibre d'un tamis est souvent exprimé en mesh (nombre d'ouvertures (mailles) par unité de longueur (pouce)), c'est-à-dire en nombre de fils par pouce ; dans la norme ASTM. Les fils ont un diamètre de  $52\mu\text{m}$  ; un tamis de calibre 200 mesh, qui comprend donc 200 fils par pouce (un pouce = 2,54 cm), sera constitué de mailles ayant des ouvertures de  $75\mu\text{m}$ . Plus le nombre de mesh est grand, plus les mailles sont étroites.

En empilant une succession de tamis de calibres différents, on pourra obtenir une distribution granulométrique. Pour obtenir cette distribution on verse une certaine quantité de poudre, préalablement bien brassée dans le tamis supérieur (correspondant aux mailles les plus larges) et on vibre la colonne de tamis pendant une trentaine de minutes ; puis on pèse le contenu de chaque tamis.

A noter donc que le tamisage donne des distributions massiques des tailles et non à des distributions en nombre. On ne dénombre pas les grains retenus dans les divers tamis, ce qui est évidemment impossible.

Si un grain a la taille convenable, c'est-à-dire un diamètre  $d$  inférieur à l'ouverture  $D$  des mailles de tamis, sa probabilité de passage est liée à la probabilité qu'il a de se trouver dans la bonne position, la bonne orientation et un sens de déplacement dirigé vers le bas. On admet généralement que cette probabilité est proportionnelle à :

$$\frac{(D-d)^2}{D^2}$$

Le passage à travers la maille a donc lieu si :

$$0 < \frac{(D-d)^2}{D^2} \leq 1$$

La probabilité pour que ce grain soit retenu dans le tamis est donc pour un essai :

$$1 - \frac{(D-d)^2}{D^2}$$

Et après l'essai, la fraction retenue sera :

$$r_i = \left[ 1 - \frac{(D-d)^2}{D^2} \right]^i \quad (I.30)$$

### I.9 Comportement des poudres en compression uniaxiale à froid:

Depuis de longs siècles, la compression a été un processus important pour la fabrication des composants utiles pour la vie humaine. Les instruments de fer égyptiens, la colonne de Delphi en Inde et les articles faits par les Incas, démontrent clairement que la compression des poudres donnant des formes désirées n'est pas vraiment nouvelle.

Ces 50 dernières années, la compression des poudres a été un processus important pour la fabrication des composants de technologie de haute qualité de précision.

La compression des poudres est employée commercialement comme méthode fiable de fabrication des pièces ou des compacts de haute résistance.

L'opération de compactage est une étape nécessaire, c'est une phase de mise en forme, et de consolidation de la poudre. La poudre se transforme en une masse relativement consolidée.

La compression peut être réalisée par différents modes opératoires, qui sont :

- compression uniaxiale en matrice à froid.
- Compression isostatique à froid ou à chaud (frittage).
- Compression triaxiale.
- Compression par onde de choc.

Dans ce travail, nous nous intéressons à la méthode de la compression en matrice à froid. Cette dernière se limite à une compression axiale unidirectionnelle (compression uniaxiale à froid).

La compaction à froid est une étape intermédiaire pour l'élaboration de matériaux massifs. L'échantillon est compacté par l'application d'une pression uniaxiale ou isostatique qui provoque d'abord un réarrangement des grains, puis des déformations élastiques et plastiques dans ces grains.

### **I.9.1 Aspects phénoménologiques de la compression :**

#### **- Etape de restructuration des empilements :**

Partons d'une poudre initiale versée, non vibrée, qui correspond donc à l'empilement aléatoire lâche.

Au tout début du cycle de compression, il peut y avoir des déformations élastiques au niveau des contacts des grains : le milieu se comporte comme un solide élastique ; mais ce stade est certainement très court, car des déformations irréversibles du milieu granulaire se produisent très tôt, pour des pressions aussi faibles que 0,05MPa. Ici, la réponse à l'application de la pression est un réarrangement des grains qui se déplacent les uns par rapport aux autres par de petits glissements ou de petites rotations, et sans doute aussi par effondrement d'une multitude de micro-voûtes initialement présentes dans l'empilement versé : le déplacement de quelques grains suffit à produire des réarrangements importants.

Donc au début la compressibilité est en général élevée ( $\frac{d\rho_a}{dp}$  à une valeur élevée).

Ces redistributions des positions des grains correspondent à une augmentation de l'ordre et permettent de combler une partie significative des vides. On admet que l'amplitude des réarrangements est inversement proportionnelle à la densité initiale qui elle-même dépend fortement de la morphologie et de la granulométrie des poudres.

Cette phase de réarrangement pour des formes irrégulières ou très irrégulières (densité apparente initiale faible) peut être considérable (jusqu'à 50% de la décroissance en volume pour poudre de forme pelliculaire) ou très faibles (<1% pour des sphères).

On conçoit aisément que le nombre de coordination (nombre moyen de contacts par grain) croisse au cours de cette phase de la compression, de même que les surfaces en contacts dans le cas de poudres aux formes irrégulières. Jernot note par exemple une augmentation rapide de la conductivité dans le cas d'une poudre de cobalt.

On considère que la limite supérieure du stade de réarrangement est atteinte lorsqu'on atteint la densité de l'empilement aléatoire dense, qui correspond en gros à la densité tapée ; dès lors, les grains sont bloqués les uns par rapport aux autres et la réduction ultérieure de la porosité sera le résultat d'autres mécanismes ; analogie donc entre les effets de vibration et de la compression dans sa phase initiale.

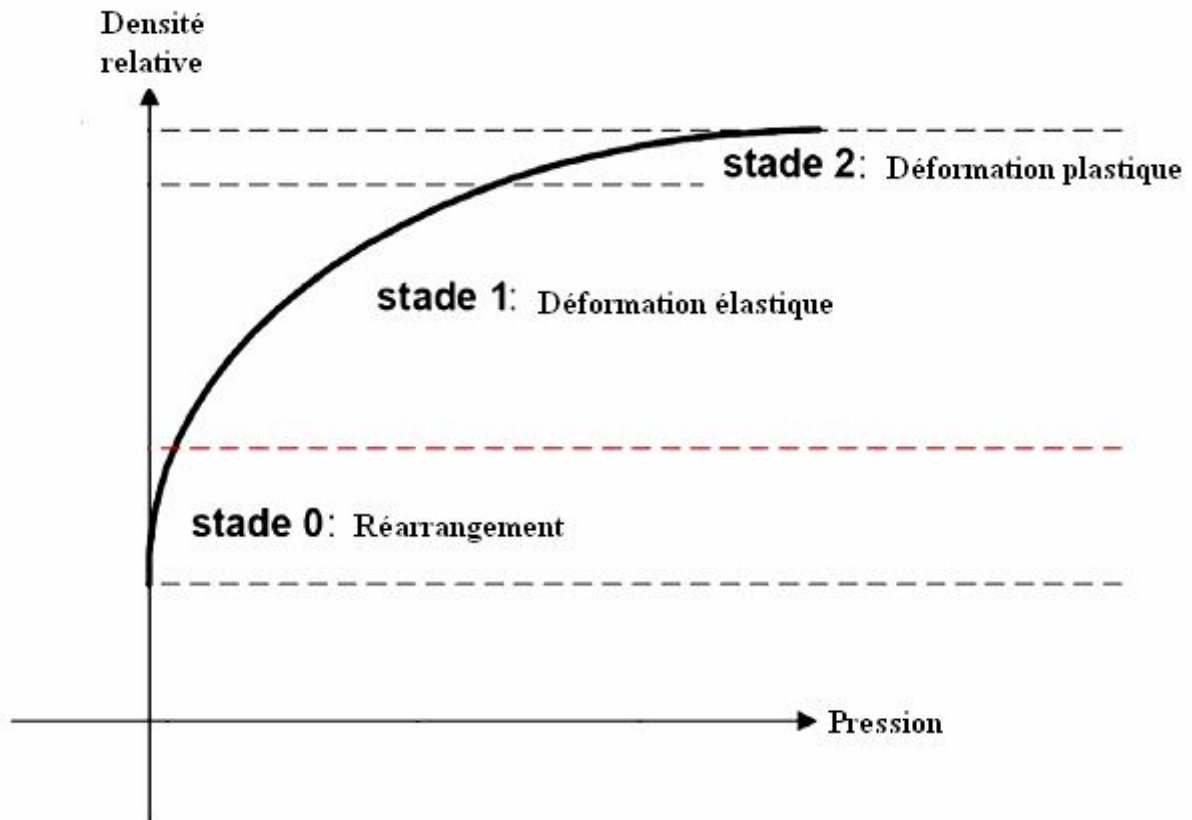
### **I.9.2 Phase de la compression à froid de la poudre : [13]**

#### **Principe de densification :**

Pendant la phase de compression, la poudre se densifie sous l'action de trois phénomènes. Ces trois phénomènes physiques complexes permettent de scinder la phase de compression en trois stades ordonnés (voir figure I.3).

- 1- Le réarrangement des grains se traduit par des déplacements solides accompagnés d'éventuelles fracturations (stade 0).
- 2- La déformation locale des grains se traduit par un écrasement en surface des grains suite à l'augmentation de la compacité. Cette déformation locale des grains est visible sur les zones de contact et entraîne l'apparition de surfaces planes sur les grains (stade 1).
- 3- La déformation plastique de grande amplitude de chaque grain qui intervient pour les hautes compacités atteintes par les poudres métalliques ductiles (stade 2).

Nous allons développer ces trois définitions, afin de comprendre l'impact de ces trois stades sur la phase de compression et les phénomènes physiques associés.



**Figure I.3 :** Vue schématique des trois stades de la phase de la compression pour une poudre de Fer<sup>[13]</sup>.

### I.9.2.1 Etape du réarrangement des grains:

L'effet de la pression sur la poudre peut être caractérisé au début par un réarrangement des grains. La redistribution des positions des grains correspond à une augmentation de l'ordre du nombre de coordination et des surfaces en contacts ce qui donne une diminution de vide intergranulaire (diminution de porosité).

Le stade de réarrangement des grains est atteint lorsque les grains sont bloqués les uns par les autres, et la porosité restante (résiduelle) sera éliminée par d'autres mécanismes.

### I.9.2.2 Etape de déformation élastique :

Lorsqu'on applique une pression sur une poudre qui se trouve dans une matrice, dont la valeur est inférieure à celle de la limite élastique de la poudre considérée, on a une déformation élastique et les grains pourraient se relaxer après l'élimination de la charge appliquée (pression).

### I.9.2.3 Etape de déformation plastique :

La déformation élastique est suivi d'un deuxième stade, c'est le stade de déformation plastique, si la pression appliquée est supérieur à la valeur de la limite élastique de la poudre considérée ; les particules se déforment et ne retournent plus à leur état initial.

### I.10 Evolution des paramètres structuraux :

La microstructure des grains de la poudre évolue pendant le compactage et la distance entre les centres de deux grains voisins diminue.

Le taux de porosité diminue, le nombre de contact et la surface de contact augmentent.

Au fur et à mesure que la pression augmente, la déformation des grains augmente, ce phénomène engendre un flux de matière dans les pores voisins.

### I.11 Compressibilité uniaxiale à froid des poudres : [6] [8]

Une poudre compactée à froid présente des hétérogénéités différentes, la qualité des matériaux obtenus par compression uniaxiale à froid et leurs caractéristiques mécaniques dépendent de la poudre utilisée et de la forme élaborée.

La compressibilité à froid permet d'avoir une cohésion des grains plus au moins suffisante qui donne à la poudre une résistance mécanique qui lui permet d'avoir une forme stable.

L'aptitude du milieu granulaire à la compression à froid dépend fortement de la morphologie des grains. Les formes irrégulières favorisent des accrochages mécaniques où le nombre de surface de contacts est plus important, par contre certaines poudres et plus particulièrement les poudres dont la forme est sphérique et peu déformable ne peuvent être mises en forme par une simple compaction à froid, en raison des frictions exercées par les grains sur les parois de la matrice et de la friction intergranulaire.

Une pression radiale s'exerce sur la matrice lorsqu'on applique une pression sur la poudre, et évolue en parallèle avec l'évolution de la pression appliquée.

Par conséquent, les matrices doivent avoir un module d'élasticité plus important.

L'effet de friction sur les parois peut être réduit par addition d'un lubrifiant à la poudre.

Les hétérogénéités de densité résultantes du gradient de pression peuvent être également réduites en utilisant des presses à double effets.

Lorsqu'on élimine la pression, la matrice dans laquelle se trouve la poudre reste sous contrainte élastique (diminution de volume de poudre), une détente élastique du comprimé peut être observée lors de l'éjection. Si le comprimé n'a pas une bonne tenue mécanique, la détente élastique provoquerait son éclatement.

Si l'on considère un échantillon sous forme de cylindre (Figure I.4) de diamètre  $D$  et de hauteur  $H$ , soumis à une pression  $P$ , la pression  $P_z$  transmise à la poudre s'écrira :

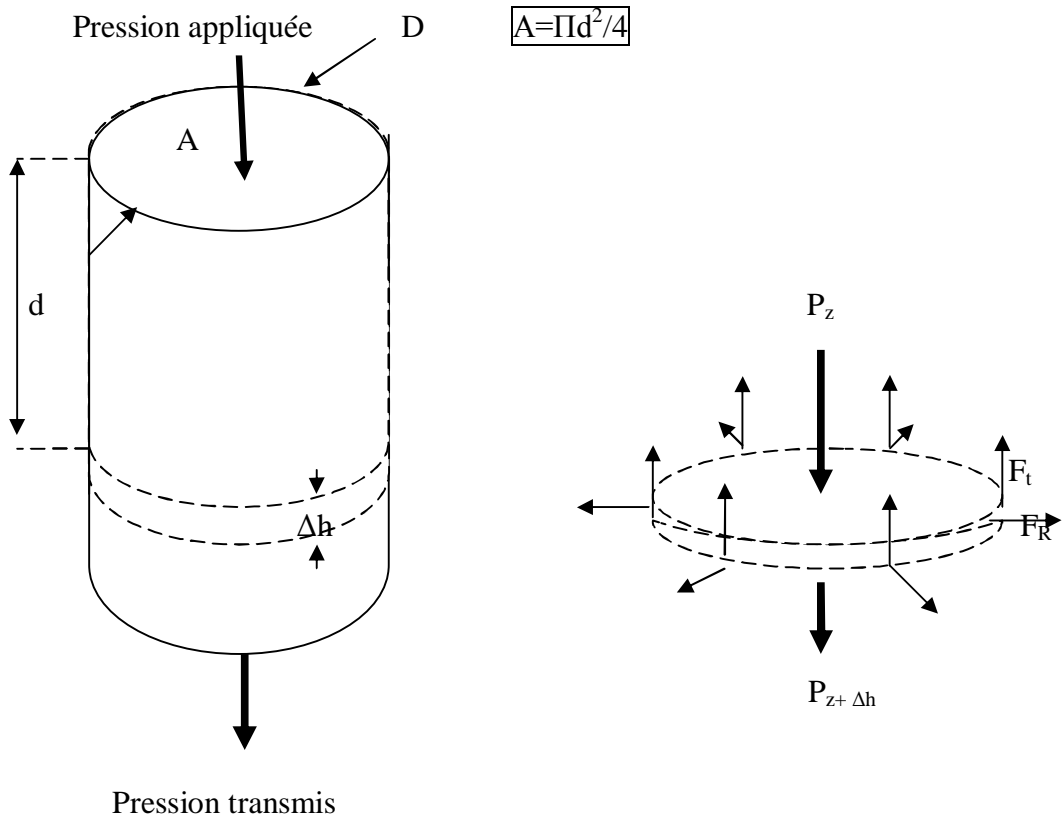
$$P_z = P \exp\left(\frac{-4\mu\alpha H}{D}\right) \tag{I.31}$$

Où :  $\mu$  : coefficient de frottement.

$\alpha$  : rapport entre la contrainte radiale et la contrainte axiale.

La pression transmise à la poudre s'écrit :

$$P_z = P \exp(-4K) \tag{I.32}$$



**Figure I. 4 :** Pression appliquée radiale et axiale.

Le paramètre  $\left(K = \frac{\mu\alpha H}{D}\right)$  est un bon indicateur de l'efficacité du compactage puisqu'il est relié au coefficient de frottement poudre-paroi  $\mu$ , au rapport de pression radiale-pression axiale  $\alpha$  et la géométrie de l'aggloméré par le rapport  $\left(\frac{H}{D}\right)$ .

On constate que plus K est faible plus le compactage est homogène.

Dans le cas de la compression à simple effet, la pression moyenne est donnée par :

$$\tag{I.33}$$

Dans tous les cas, le rapport  $\left(\frac{H}{D}\right)$  revêt une grande importance.

**II.1 Introduction :**

Dans le chapitre précédent, consacré à l'étude bibliographique. Nous avons vu les caractéristiques des poudres et leurs influences sur le comportement général des milieux granulaires.

Dans ce chapitre, nous exposons les différentes méthodes et techniques expérimentales utilisées en métallurgie des poudres.

**II.2 Mesure des tailles des particules :**

La taille des particules est l'une des caractéristiques les plus importantes des poudres, dans le cas des particules sphériques la taille est désignée par le diamètre de la sphère mais dans le cas où la forme des particules est irrégulière, la définition de la taille des particules dépend alors de la méthode de la mesure, par exemple la technique de tamisage.

Une particule de poudre qui a la forme d'une aiguille peut passer à travers la texture d'un tamis, dans ce cas la taille des particules est définie par la taille des mailles du tamis même si les dimensions des particules dans le sens de la longueur et la largeur sont très différentes.

Il existe une autre technique de mesure de la taille des particules basée sur le phénomène de sédimentation des particules de poudre, le diamètre  $a$  de la particule est relié à la vitesse de sédimentation  $V$  dans un fluide de densité  $\rho_f$  et de viscosité  $\eta_f$  par la relation suivante :

$$V = \frac{g(\rho - \rho_f)}{18\eta_f} a^2 \quad (\text{II.1})$$

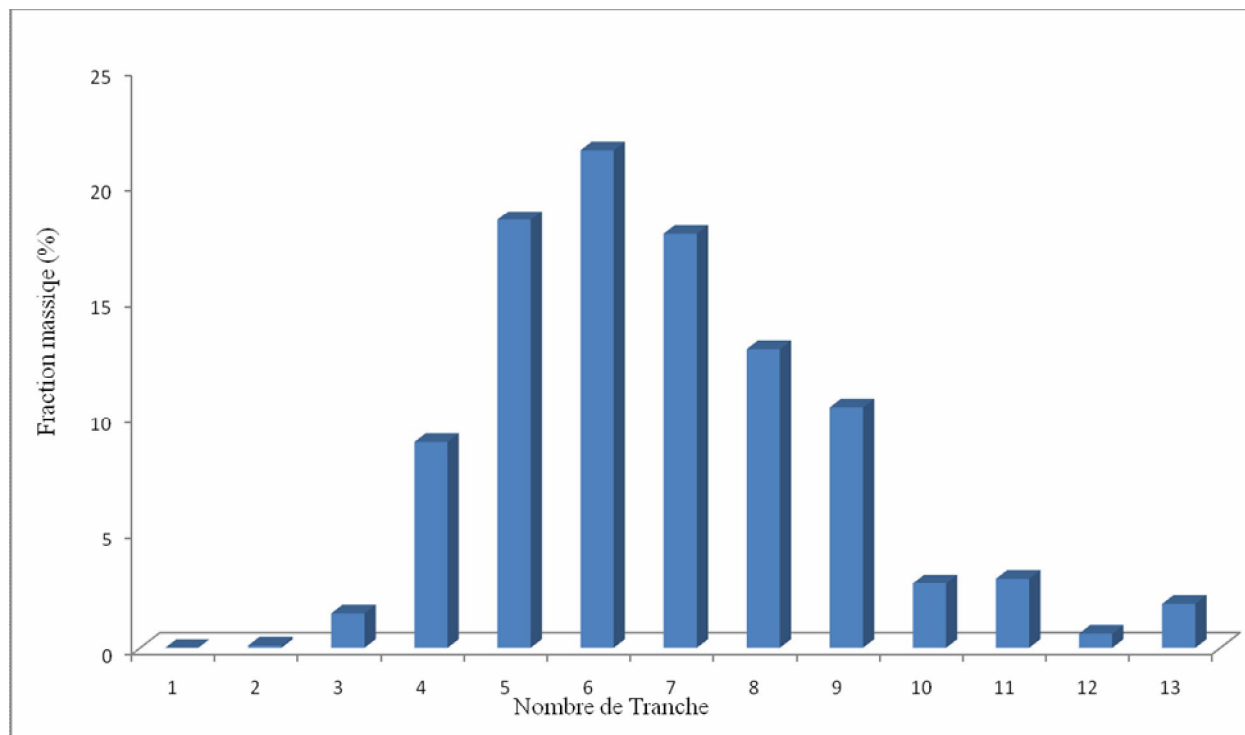
Où  $g$  : est la constante gravitationnelle, et  $\rho$  la densité des particules de poudre.

La distribution de la taille des poudres est donnée soit sous forme de tableaux donnant la fraction massique par tranche Tableau (II.1) soit sous forme graphique figure II.1.

Lorsque la distribution des tailles est suffisamment étroite, comme le montre l'histogramme de la figure II.1, il est facile d'estimer la taille moyenne, dans notre cas, la forte proportion de poudre (70%) a une taille comprise entre 20 $\mu\text{m}$  et 40 $\mu\text{m}$ .

Tranche de taille ( $\mu\text{m}$ )	Fraction massique (%)
0 – 5	0
5 – 10	0,1
10 – 15	1,5
15 – 20	8,9
20 – 25	18,5
25 – 30	21,5
30 – 35	17,9
35 – 40	12,9
40 – 45	10,4
45 – 50	2,8
50 – 55	3
55 – 60	0,6
60 – 100	1,9

**Tableau II.1** : Distribution des tailles des particules.



**Figure II.1 :** Histogramme de distributions des tailles.

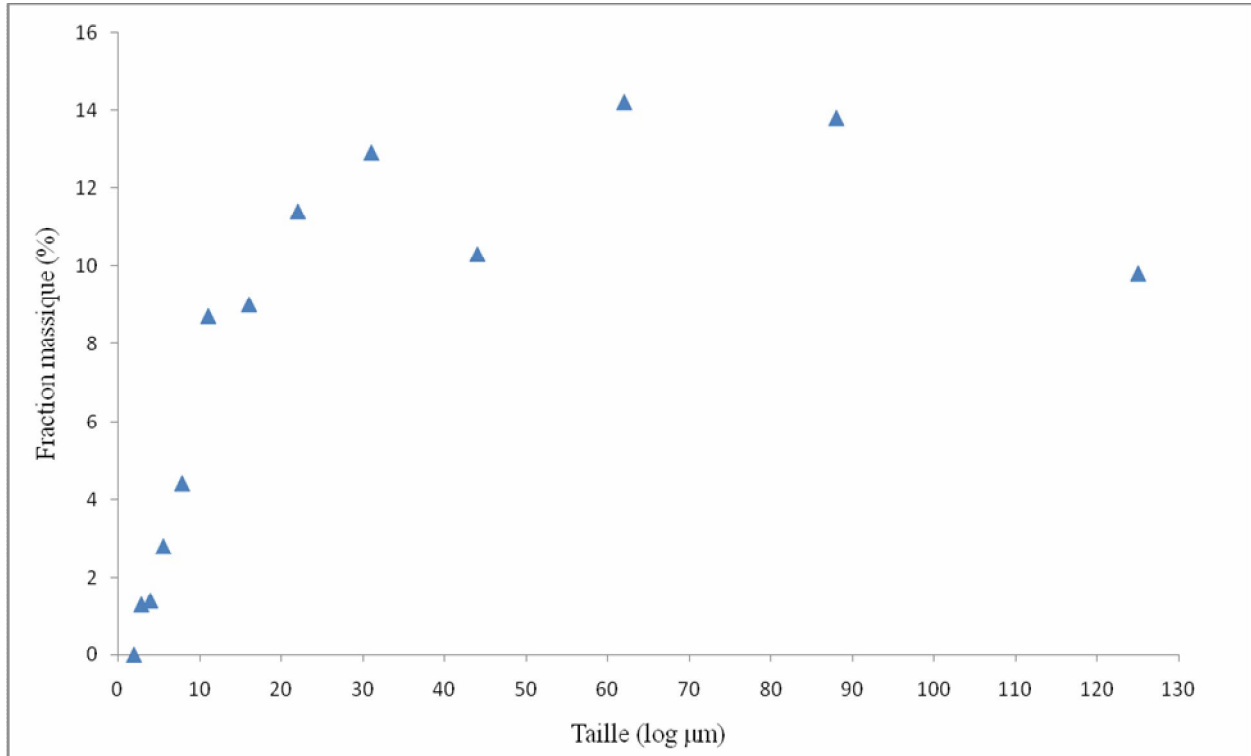
Souvent, la distribution des tailles est dispersée dans un domaine important, il est difficile de définir une taille moyenne à partir d'un histogramme ou un tableau de fraction massique, à cet effet il est préférable de calculer les fractions cumulées indiquées dans le tableau II.2.

Taille ( $\mu\text{m}$ )	Fraction massique (%)	Fraction cumulée (%)
1,9	0	0
2,8	1,3	1,3
3,9	1,4	2,7
5,5	2,8	5,5
7,8	4,4	9,9
11,0	8,7	18,6
16,0	9,0	27,6
22,0	11,4	39,0
31,0	12,9	51,9
44,0	10,3	62,2
62,0	14,2	76,4
88,0	13,8	90,2
125,0	9,8	100

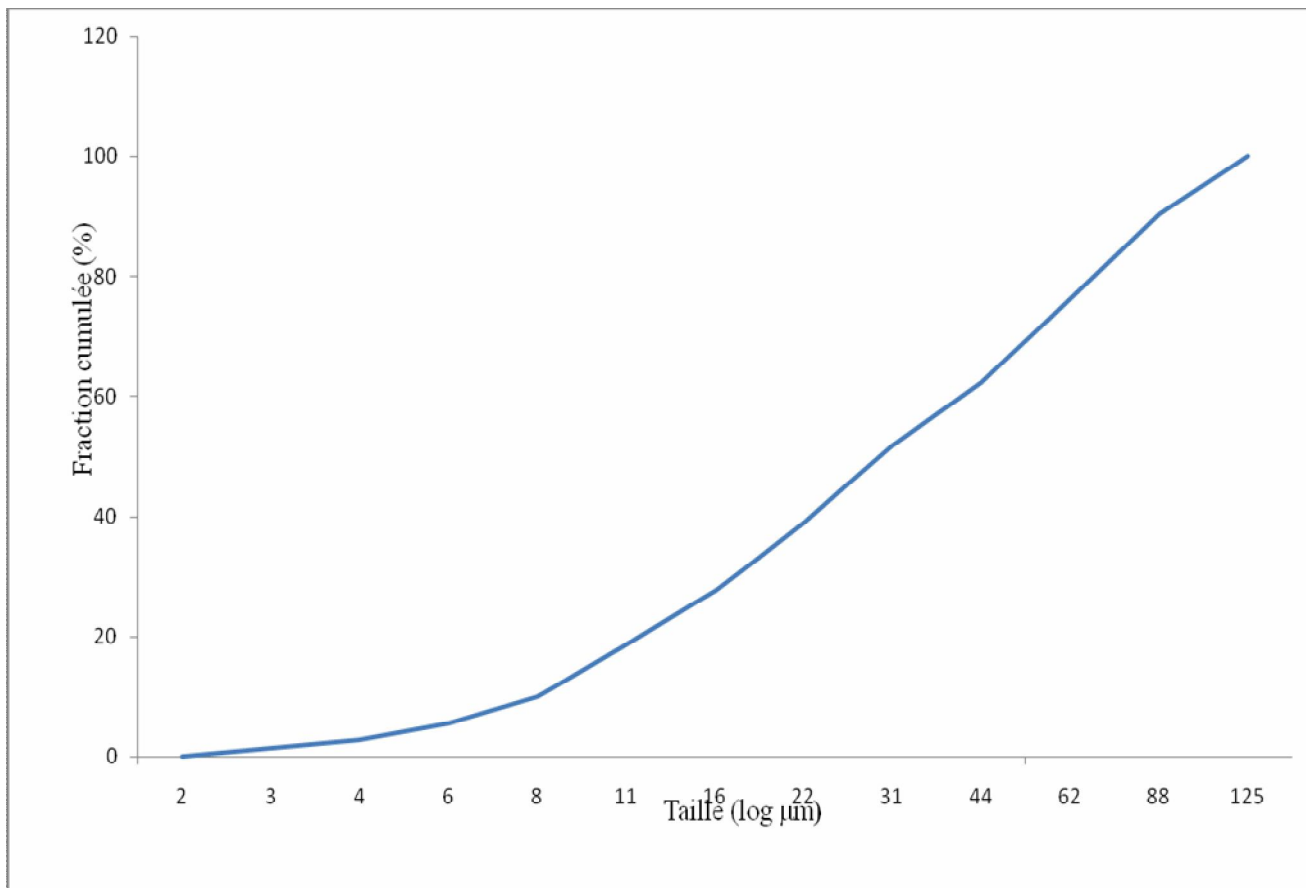
**Tableau II.2 :** Tableau de taille en fraction massique et fraction cumulée.

La distribution des tailles est présentée sur un graphique figure II.2 avec les tailles des particules sur une échelle logarithmique et la fraction massique sur une échelle linéaire.

Pour mieux représenter la distribution des tailles des particules de poudre, on préfère représenter la courbe de la fraction cumulée en fonction du logarithme des tailles et ainsi on obtient facilement la taille moyenne correspondante à 50% en masse de poudre (figure II.3).



**Figure II.2 :** Fractions massiques en fonction du logarithme des tailles des particules.



**Figure II.3 :** Courbe des fractions massiques cumulées en fonction du logarithme des tailles des particules.

### II.3 Mesure de la densité apparente :

La densité apparente peut être mesurée par différentes méthodes :

**Méthode 1 :**

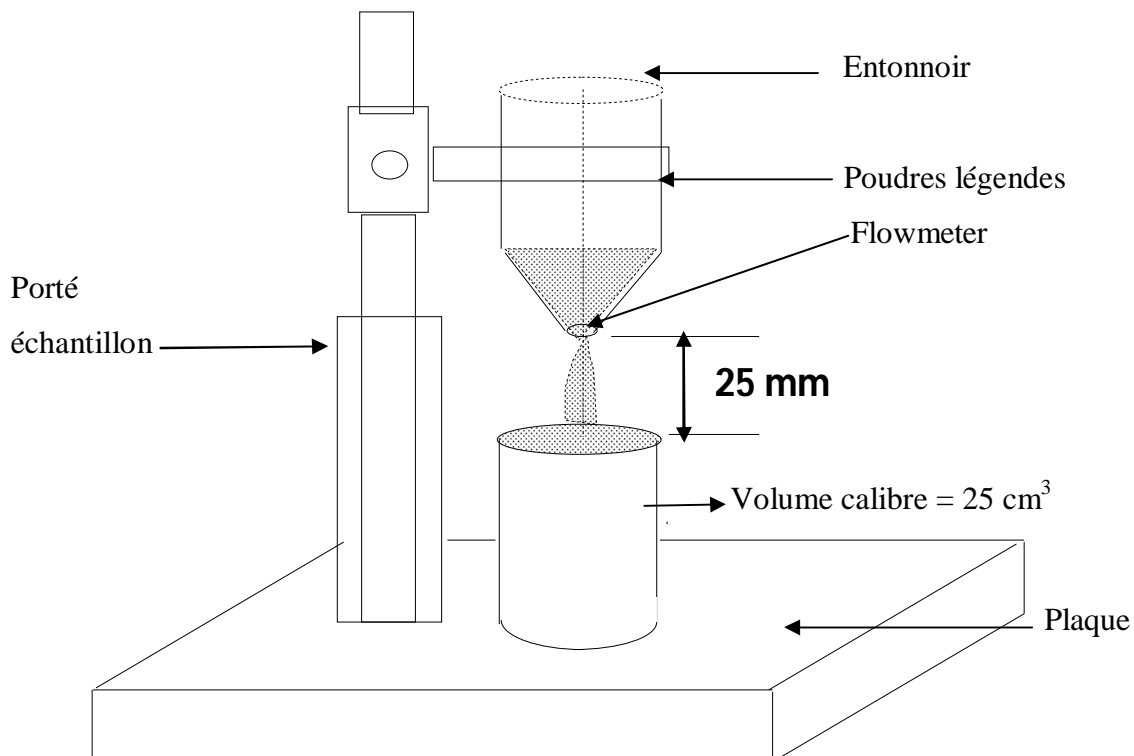
Cette méthode est utilisée pour les poudres qui s'écoulent facilement à travers un orifice de 2,5mm de diamètre, cependant elle peut être utilisée pour les poudres qui s'écoulent difficilement à travers l'orifice de 2,5mm, mais qui s'écoulent librement à travers un orifice de 5mm figure II.4.

On remplit complètement de poudre un récipient cylindrique de volume  $V$  calibré, on mesure la masse  $M$  de la poudre à l'aide d'une balance de précision puis on calcule la densité apparente  $\rho_a$ .

$$\rho_a = \frac{M}{V} \quad (\text{II.2})$$

Le récipient et l'entonnoir doivent être fabriqués par un matériau résistant et dur pour éviter toute déformation et usure.

\* Balance : de capacité suffisante, permettant la pesée de l'échantillon avec une précision de  $\pm 0,001\text{g}$ .



**Figure II.4 :** Mesure de la densité apparente (Méthode 1).

**Méthode 2 :**

Cette méthode n'est utilisée que pour les poudres qui ne répondent pas aux conditions de la première méthode. C'est-à-dire qui ne s'écoulent pas à travers un orifice de 2 ou 5 mm.

Cette méthode est la seule utilisable dans le cas des poudres de mauvaise coulabilité.

Un cylindre rempli de poudre est posé sur une plaque parfaitement lisse et percée d'un trou de volume calibré (figure II.5). On fait glisser progressivement le cylindre sur la plaque de façon à remplir de poudre le trou de la plaque de volume  $20 \text{ cm}^3$ . On pèse la masse de la poudre récupérée puis on calcule sa densité apparente.

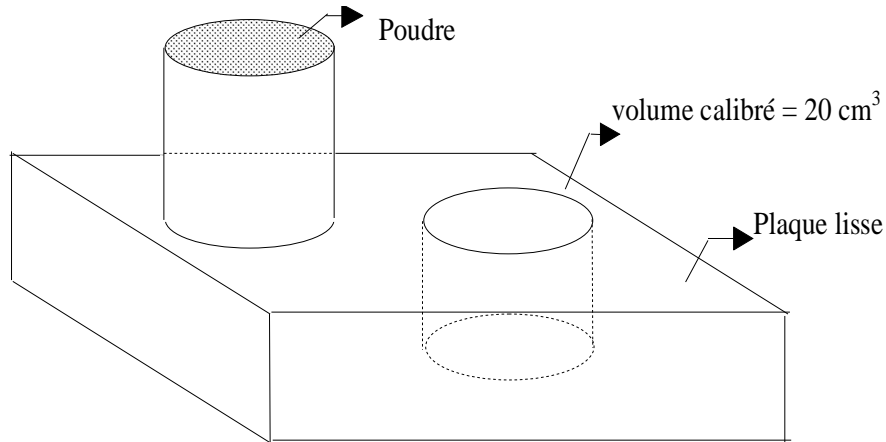


Figure II.5 : Mesure de la densité apparente (Méthode 2).

**II.4 Mesure de la densité vraie des poudres :**

On mesure le volume réellement occupé par les particules solides d'un lot de poudre  $V_s$  de masse  $M$  connue, pour mesurer la densité vraie ou théorique d'une poudre.

Pour cela on utilise l'appareillage schématisé dans la figure II.6 [ACCUPAY 133].

Le dispositif comporte deux cellules pouvant être séparées ou en communication.

D'abord, les deux cellules sont en communication et on les remplit d'hélium sous une pression  $P$  mesurée à l'aide d'un capteur de pression.

A l'équilibre et à une température donnée on a :

$$PV = nRT \quad \text{Cellule 1} \quad \text{(II.3)}$$

$$PV_R = n_R RT \quad \text{Cellule 2} \quad \text{(II.4)}$$

Où  $n$  : est le nombre de moles dans la cellule échantillon de volume  $V$ .

$n_R$  : est le nombre de moles dans la cellule référence calibrée de volume  $V_R$ .

et  $R$  : Le constante des gaz parfaits.

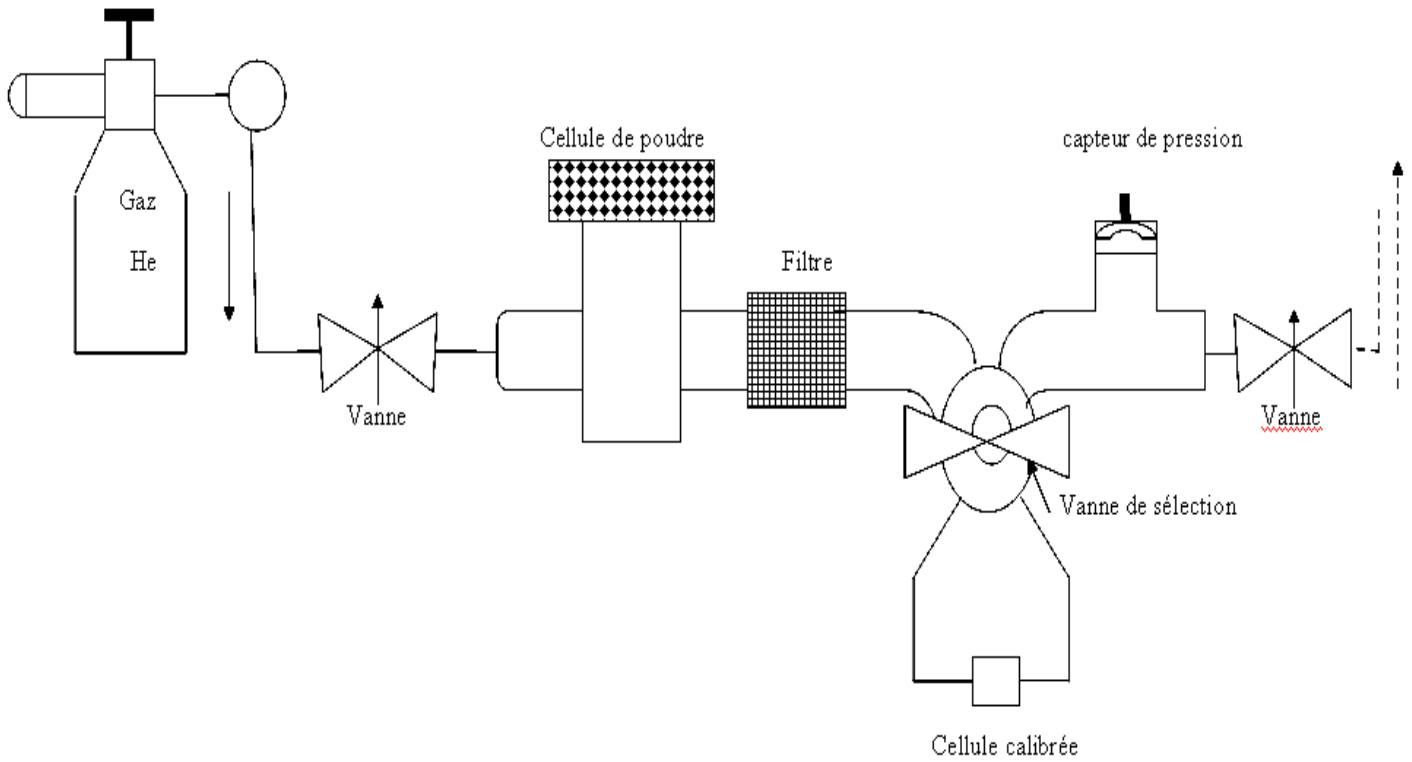


Figure II.6 : dispositif de la mesure de la densité vraie.

Les deux cellules sont alors isolées l'une de l'autre et l'on introduit dans la cellule V une certaine masse  $M$  de poudre représentant un volume solide  $V_s$ . On rétablit la pression  $P$  pour une même température.

On peut écrire :

$$P(V-V_S) = n_1RT \quad (II.5)$$

Où :

$n_1$  : est le nombre de moles d'hélium restant dans la cellule.

On injecte de nouveau l'hélium dans cette cellule jusqu'à 100 KPa, ce qui élève la température.

Au retour, à la température d'équilibre T, on a :

$$P_2(V-V_S) = n_2RT \quad \text{tel que : } n_2 > n_1 \quad (II.6)$$

On isole les deux cellules de l'extérieur et on les met en communication entre elles. La pression d'équilibre dans le système s'établit à  $P_3$ .

On peut écrire pour l'ensemble :

$$P_3(V-V_S) + P_3V_R = n_2RT + n_1RT \quad (II.7)$$

D'autre part :

$$P_3(V-V_S) + P_3V_R = P_2(V-V_S) + PV_R$$

$$(P_3 - P_2)(V - V_S) = (P - P_3) \cdot V_R$$

On obtient alors le volume solide total de la poudre  $V_S$  :

$$V_S = V - \left[ \frac{(P - P_3)}{(P_3 - P_2)} \right] V_R \quad (II.8)$$

Et par suite la densité réelle sera :

$$\rho_{th} = \frac{M}{V_S}$$

Donc :

$$\rho_{th} = \frac{M}{V - \left[ \frac{(P - P_3)}{(P_3 - P_2)} \right] V_R} \quad (II.9)$$

## II.5 Mesure de la coulabilité : [8]

La coulabilité d'une poudre autrement dit son aptitude à s'écouler traduit un comportement collectif des grains étroitement liés. Le premier paramètre qui nous renseigne sur le degré de la coulabilité est l'angle de repose.

En général, pour mesurer la coulabilité des poudres, on utilise deux méthodes de mesure, selon la nature et la taille des grains (grosses, moyennes, fines, ultrafines).

Pour les poudres dont les particules sont grosses ou moyennes, la méthode nécessaire consiste à remplir dans un entonnoir calibré une masse de 50g de poudre, et on laisse la poudre s'écouler à travers l'orifice de l'entonnoir, et on mesure le temps nécessaire pour que la poudre s'écoule totalement (figure II.7).

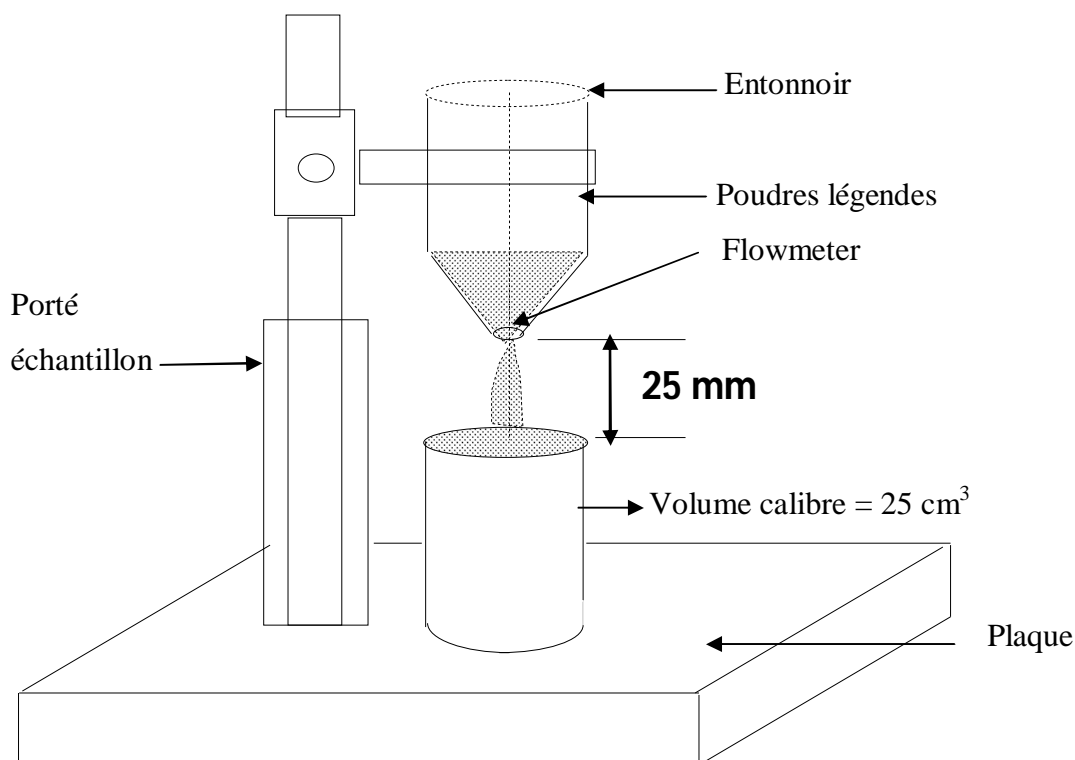


Figure II.7 : Mesure de la coulabilité (Méthode 1).

On peut déterminer la coulabilité par la vitesse de l'écoulement de la poudre en gramme par seconde (g/s).

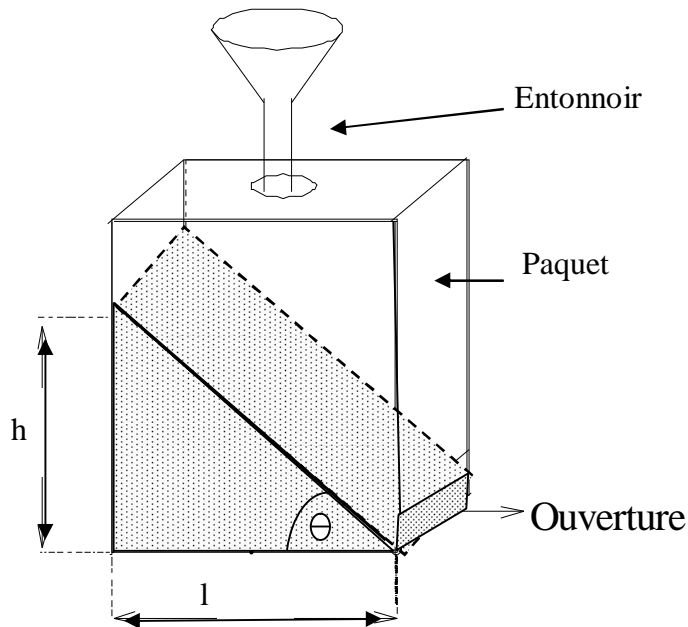
Cette méthode offre de sérieux inconvénients pour les poudres dont l'écoulement est très difficile. On doit alors taper sur les parois de l'entonnoir pour provoquer l'évacuation de la poudre, ce qui perturbe d'une manière irrégulière les mesures effectuées, et pour cela on utilise une deuxième méthode qui consiste à exprimer la coulabilité d'une poudre par l'angle de repose, c'est l'angle que fait la poudre avec l'horizontale quand elle se trouve en tas (figure II.8).

Pour facilité la lecture de l'angle de repose, on procède au remplissage d'une boîte parallélépipédique à angle droit de poudre. La boîte contient un orifice fermé sur la partie latérale du fond ; une fois la boîte remplie, on ouvre l'orifice et on laisse stabiliser le tas de poudre contenue dans la boîte. L'angle de repose est alors donnée par :

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{h}{l}$$

D'où :

$$\alpha = \operatorname{Arctg} \left( \frac{h}{l} \right) \tag{II.10}$$



**Figure II.8 :** Mesure de la coulabilité (Méthode 2).

**II.6 Compressibilité :**

La compressibilité comprend deux opérations successives

**II.6.1 Remplissage :**

On remplit la matrice à l'aide d'un entonnoir d'une quantité de poudre de masse M. La poudre occupe alors une hauteur initiale h inférieure ou égale au diamètre d de la matrice figure II.9.

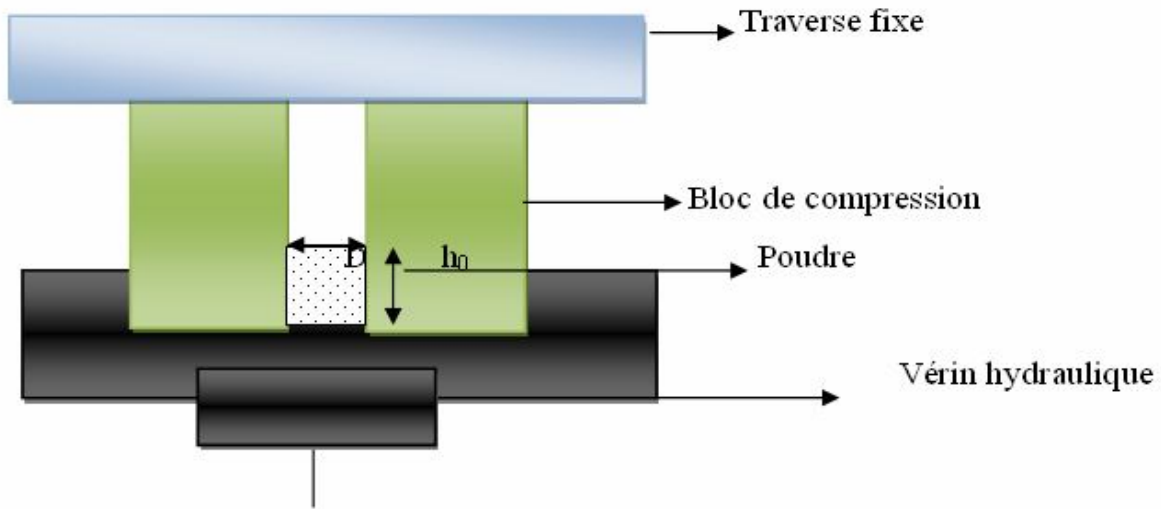


Figure II.9 : Phase de remplissage.

**II.6.2 Compression :**

La poudre est soumise à la compression en matrice à l'aide d'une presse hydraulique à enregistrement continu et assisté par micro-ordinateur (machine MTS810). La force étant appliquée par le déplacement d'un vérin hydraulique (voir figure II.10).

Un programme permettant de fixer la vitesse d'application de la force en (mm/min) et la force maximale en (KN) enregistre en continue la hauteur h de la poudre en fonction de la force pressante appliquée. Ces données seront traitées et exploitées pour étudier le comportement du milieu granulaire en compression uni axial à froid.

La densité à vert  $\rho_a$  de la poudre s'écrit :

$$\rho_a = \frac{M}{V}$$

Ou :

$$V = \pi d^2 h : \text{Volume de la poudre, exprimé en cm}^3$$

Alors :

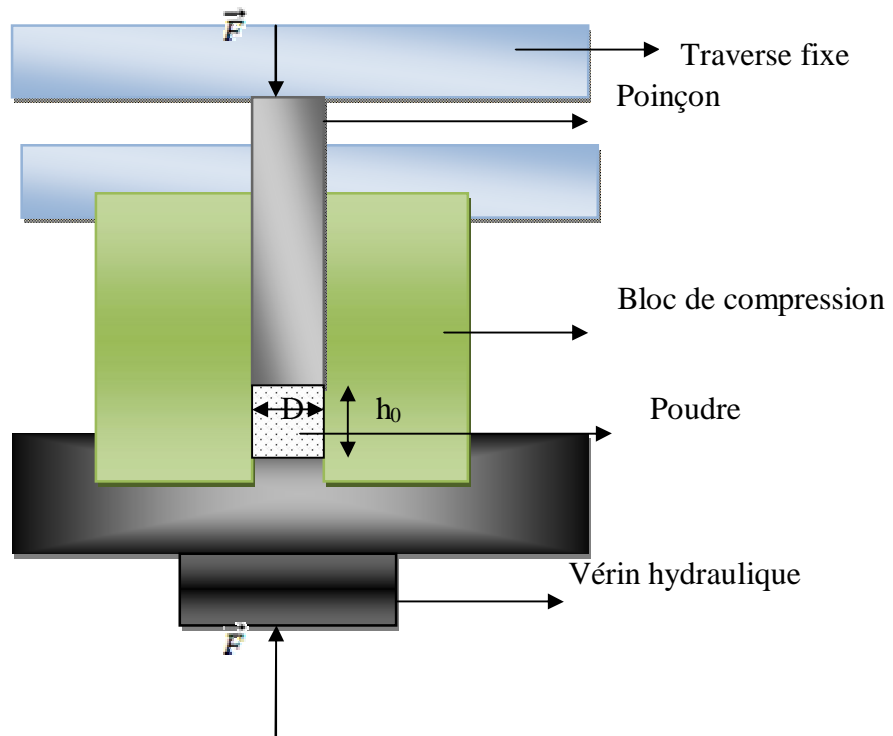
$$\rho_a = \frac{4 M}{\pi D^2 h} \tag{II.11}$$

et la pression P :

$$P = \frac{4 F}{\pi D^2} \tag{II.12}$$

Donc la densité relative  $\rho_{rel}$  :

$$\rho_{rel} = \frac{\rho_a}{\rho_{z,h}}$$



**Figure II.10 :** Principe de la compression uniaxiale à froid.

On obtient ainsi des courbes de compressibilité représentées par la fonction  $\rho_{rel} = f(P)$ .

Expérimentalement, on mesure la hauteur du poinçon avant et après le remplissage de la poudre dans la matrice. La différence de hauteur  $\Delta h$  est équivalente à la hauteur de la poudre dans la matrice.

La densité relative initiale de la poudre  $\rho_{rel0}$  est donnée par le rapport du volume de la poudre

$\left( \frac{M}{S h_0} \right)$  au volume apparent total ( $S h_0$ ) (avant la compression) :

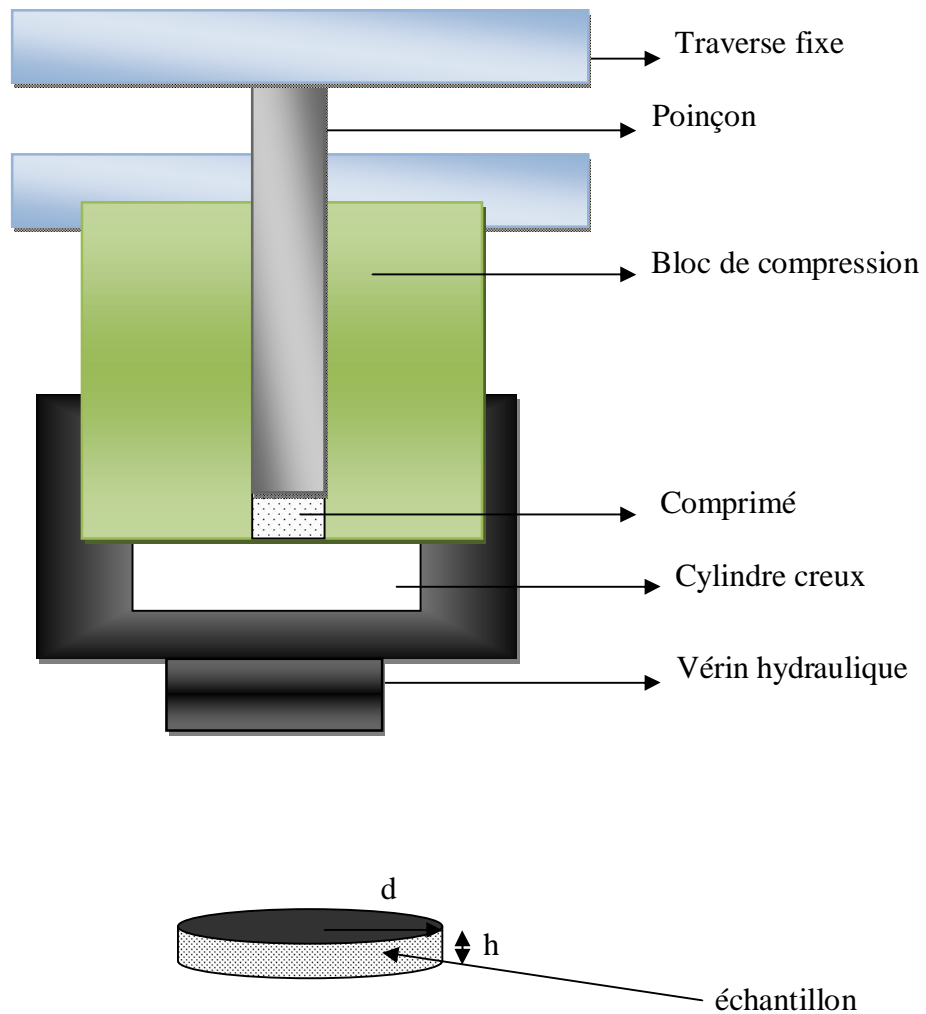
$$\rho_{rel0} = \frac{(M/\rho_{ch})}{S h_0} \tag{II.13}$$

Cette quantité est évaluée par rapport la variation de la hauteur  $\Delta h$  (après la compression), elle donnera sous la forme :

$$\rho_{rel} = \frac{(M/\rho_{ch})}{S(h_0 - \Delta h)} \tag{II.14}$$

**II.6.3 Ejection :**

Sous l'action des deux vérins (poinçons) inférieur et supérieur de la presse, la poudre compactée est éjectée et récupérée dans un cylindre creux, sous forme d'un comprimé (voir figure II.11).



**Figure II.11 :** Ejection de la poudre compactée et forme d'échantillon obtenue.

**III Modélisation et lois de comportement :**

**III.1 Introduction :**

Des recherches ont été orientées vers la modélisation de la compressibilité, pour traduire le comportement des poudres à la compression uniaxiale à froid, mais ces modèles restent encore empiriques et ne traduisent pas de façon précise les micromécanismes qui interviennent dans cette compression.

De nombreux modèles ont été proposés ; dans de nombreux cas, il s'agit de tentatives pour ajuster des courbes expérimentales empiriques avec des coefficients ajustables le plus souvent sans signification physique ; d'autres modèles sont basés sur des considérations plus physiques comme l'évolution de la porosité ou le comportement mécanique des particules soumises à la compression.

Les expressions qui ont été proposées sont trop nombreuses pour être même seulement passées en revue ; nous nous contenterons ici d'évoquer deux de ces modèles, assez souvent vérifiés.

Parmi ces modèles, nous citons le modèle de Kawakita, et celui de Heckel, qui sont généralement les plus utilisés.

**III.2 Modèle de Kawakita : [14]**

Pour exprimer les variations de volumes des comprimés en fonction de la pression appliquée, Kawakita propose la relation empirique suivante :

$$C = \frac{(V_0 - V)}{V_0} = \varepsilon_0 b \frac{P}{(1 + bP)} \tag{III.1}$$

La relation ci-dessus est plus aisément utilisable sous la forme :

$$\frac{1}{C} = \frac{1}{\varepsilon_0} + \frac{1}{\varepsilon_0 b} \times \frac{1}{P} \tag{III.2}$$

L'équation peut s'écrire sous sa forme simplifiée :

$$\frac{(V_0 - V)}{(V - V_s)} = b P \tag{III.3}$$

- Où C : la variation relative du volume apparent des poudre.
- V<sub>0</sub> : le volume apparent initial de la poudre.
- V : le volume apparent de la poudre comprimé à la pression P donnée.
- V<sub>s</sub> : le volume solide de la poudre.
- P : la pression appliquée.
- ε<sub>0</sub> : le taux de porosité initiale.
- b : une constante ajustable.

Cette équation montre qu'elle ne met pas en évidence les différentes phases de pression de la poudre, mais une linéarité sur une large gamme de pression avec une déviation au niveau des faibles pressions (figure III.1).

L'équation de Kawakita est utilisée principalement pour décrire le comportement aux faibles pressions comme le tassement par tapement de la poudre ou la compression par vibration.

La constante  $a$  correspond à  $C_\infty$  pour des fortes pressions tel que :

$$C_\infty = a = 1 - \frac{V_\infty}{V_0} \tag{III.4}$$

Où  $V_\infty$  est le volume de la poudre pour une pression tendant vers l'infini ; on admettra que ce volume correspond donc au volume solide de la poudre. Par conséquent, le paramètre  $a$  est lié à la valeur initiale de la porosité pour une pression par piston. La valeur de  $b$  traduit la résistance de la poudre à la densification.

Pour une compression tapement et par vibration, le constant  $b$  traduit l'inverse de la force de cohésion de la poudre.

L'application de la méthode de Kawakita dépend de ses conditions initiales de l'expérience. En effet, les valeurs  $a$  et  $b$  dépendent des conditions de remplissage de la matrice, ce qui constitue un inconvénient pour l'exploration de la méthode du fait que lors de remplissage de la poudre, on est toujours confronté au problème de la hauteur de la poudre par ce que la poudre prend une forme conique.

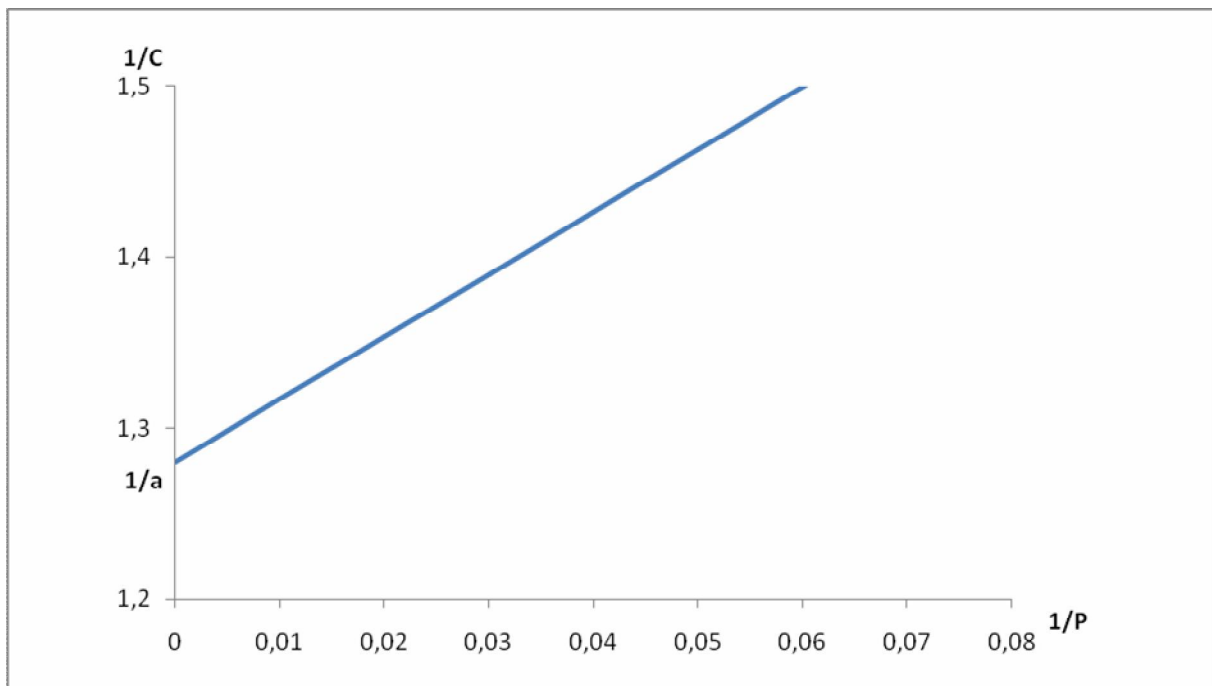


Figure III.1 : Représentation de l'équation de Kawakita.

**III.3 Modèle de Heckel : [8] [15]**

Heckel propose une relation de type exponentielle :

$$f_v(p) = A.e^{(-k.p)} \quad (III.5)$$

Où :

$f_v(p)$  est le taux de porosité.

A, K sont des constantes.

Cette relation traduit le principe de la compressibilité qui est inversement proportionnelle à la porosité restante ou résiduelle :

$$\frac{f_v(p)}{dp} = -K . f_v(p) \quad (III.6)$$

Le taux de porosité est donné par :

$$f_v(P) = \frac{V_p}{V} = 1 - \frac{V_s}{V} = 1 - \frac{\rho_a}{\rho_t} = 1 - \rho_{rel} \quad (III.7)$$

Ou :

$$\frac{f_v(P)}{dP} = -K . f_v(P)$$

D'où :

$$\frac{df_v(P)}{f_v(P)} = -K . dP$$

Donc :

$$\int \frac{df_v(P)}{f_v(P)} = \int -K . dP$$

$$-Ln f_v(P) = KP + C'$$

$$Ln \left( \frac{1}{f_v(P)} \right) = KP + C'$$

(III.8)

$$Ln \left( \frac{1}{1 - \rho_{rel}} \right) = KP + C'$$

Lorsque P = 0

$$C' = Ln \left( \frac{1}{1 - \rho_{rel 0}} \right)$$

$\rho_{rel0}$  : Densité relative initiale.

La relation de Heckel devient :

$$\ln\left(\frac{1}{1-\rho_{rel}}\right) = \ln\left(\frac{1}{1-\rho_{rel0}}\right) + KP \tag{III.9}$$

La loi de Heckel n'est pas vérifiée dans les premiers stades de la compression, sur la figure III.1, l'extrapolation de la partie linéaire obtenue ne passe pas par le point correspondant à la densité relative initiale.

Pour corriger cet écart, une constante est ajoutée à la relation (9), cette constante est déterminée en extrapolant la partie linéaire de la courbe expérimentale, donc il y a deux domaines linéaires avec des pentes  $K_1$ ,  $K_2$  (figure III.2).

$$\ln\left(\frac{1}{1-\rho_{rel}}\right) = B + \ln\left(\frac{1}{1-\rho_{rel0}}\right) + KP \tag{III.10}$$

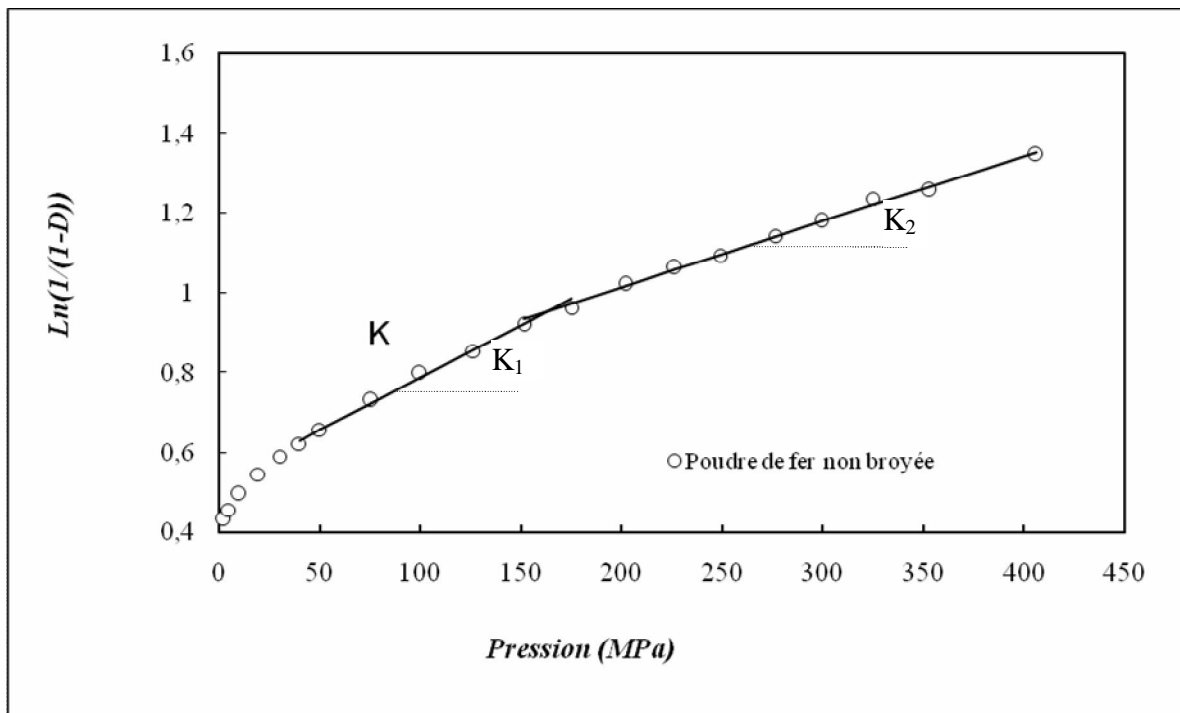


Figure III.2 : Représentation de l'équation de Heckel.

**III.4 Corrélation avec des propriétés mécaniques : [8] [16]**

Le modèle de Kawakita décrit le comportement de la poudre par une évolution linéaire dans tout le domaine de pression étudié (figure III.1), mais il ne met pas en évidence les étapes de la compression, ce qui, en revanche est le cas avec les courbes de Heckel.

Des corrélations ont été établies entre les différents domaines mis en évidence sur les courbes de Heckel et les divers mécanismes intervenant aux différentes étapes de la compression. Le domaine initial non linéaire correspondrait aux réarrangements des grains par glissement et aux fortes déformations locales sur les aspérités.

P.J JAMES<sup>[16]</sup>, montre qu'il existe une corrélation entre la pente  $K_1$  et l'inverse de la limite élastique  $\sigma_0$  des métaux constituant les poudres :

$$K_1 = \frac{1}{\sigma_0}$$

Plus le constituant à une limite élastique faible, plus il est déformable et plus l'accroissement de la densité sera rapide ( $K_1$  élevé).

Par ailleurs, il est montré qu'il existe une corrélation entre la pente  $K_2$  et l'indice de Meyer qui est en relation avec le durcissement d'écrouissage ( $d\sigma/d\varepsilon$ ). Plus les constituants se durcissent au cours de la déformation plus ils s'opposent à une déformation ultérieure, cela se traduit par une compressibilité décroissante. La corrélation établie entre la pente  $K_2$  et l'indice de Meyer tend à montrer que dans ce stade la compressibilité des poudres est gouvernée par le durcissement d'écrouissage des métaux constituant les poudres.

Donc en résumé, plus le constituant est déformable ( $\sigma_0$ ,  $d\sigma/d\varepsilon$  faibles) plus forte sera la compressibilité de la poudre ( $K_1$ ,  $K_2$  élevés).

### III.5 Modèle proposé :

#### Introduction :

Parmi les modèles proposés pour traduire la compressibilité des poudres, rares sont ceux qui vérifieraient de façon précise le comportement des poudres en compression et les différents micro-mécanismes dans ce processus, nous avons alors pensé à élaborer un modèle simple, qui contribue à traduire d'une façon simplifiée le comportement des poudres en compression uniaxiale à froid.

Soit une matrice de section  $s$  (ou de diamètre  $D$ ) remplie de poudre monolithique (métallique ou céramique) de hauteur  $h$ , les particules de la poudre sont supposées identiques et sphériques monolithiques, mono disperses et sont disposées de façon ordonnée (figure III.3).

Les particules sont en contact et forment un empilement dense (poudre tapée). On applique une pression variant progressivement et on considère que la pression ou la force appliquée sur la poudre est la même en tout point du milieu granulaire ( $D \cong h$ ). L'augmentation progressive de la pression sur la poudre va engendrer la déformation des particules. On ne considère que les contraintes selon la verticale (figure III.3).

Les autres déformations suivant les autres directions sont traduites par l'intrusion de la matière solide dans les pores.

Les particules de la poudre subissent une compression uniaxiale et se déforment sous l'effet des forces pressantes verticales.

Le nombre de grains  $n$  formant une colonne de poudre est donnée par :

$$n = \frac{h}{d}$$

$h$  : hauteur de la poudre dans la matrice.

$d$  : diamètre du grains.

$n$  : représente aussi le nombre de couches de grains formant l'empilement ou nombre de lits.

Lorsque la force est appliquée sur la poudre, le poinçon se déplace vers le bas d'une hauteur  $\Delta h$ , les grains se déforment, et le processus peut se traduire par la réduction de la porosité.

$$\Delta h = h - h'$$

Où :  $h$  : la hauteur initiale de la poudre

$h'$  : la hauteur de la poudre dans la matrice à une pression  $P$  donnée, cette diminution de la poudre peut être expliquée par la diminution du diamètre de chaque particule sphérique exprimée par :

$$\Delta h_p = d - d'$$

$\Delta h_p$  : Réduction du diamètre d'une particule de poudre supposée sphérique (Figure III.4).

$d$  : diamètre du grain avant compression (initial).

$d'$  : diamètre du grain après compression.

Donc :

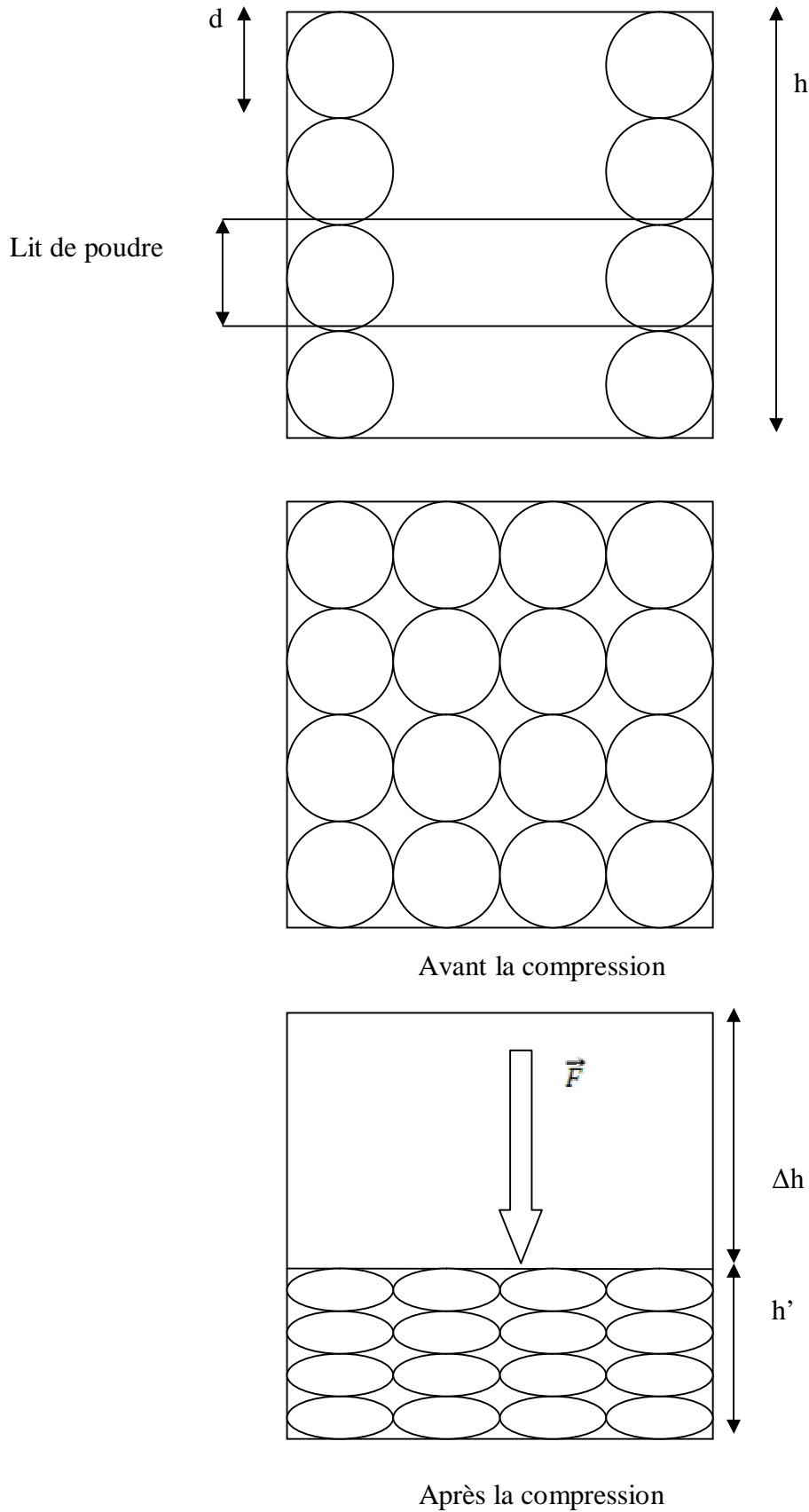
$$\Delta h_p = \frac{\Delta h}{n}$$

Avec :

$$n = \frac{h}{d}$$

On obtient :

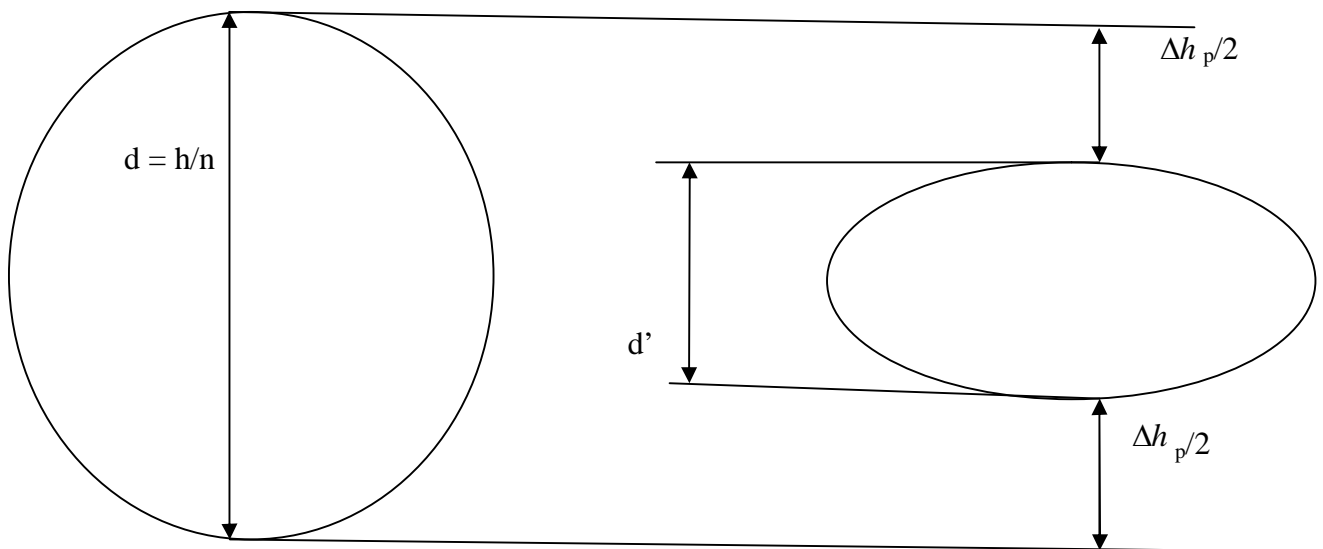
$$\Delta h_p = d \cdot \frac{\Delta h}{h} \tag{III.11}$$



Après la compression  
**Figure III.3** : Différentes étapes de la compression.

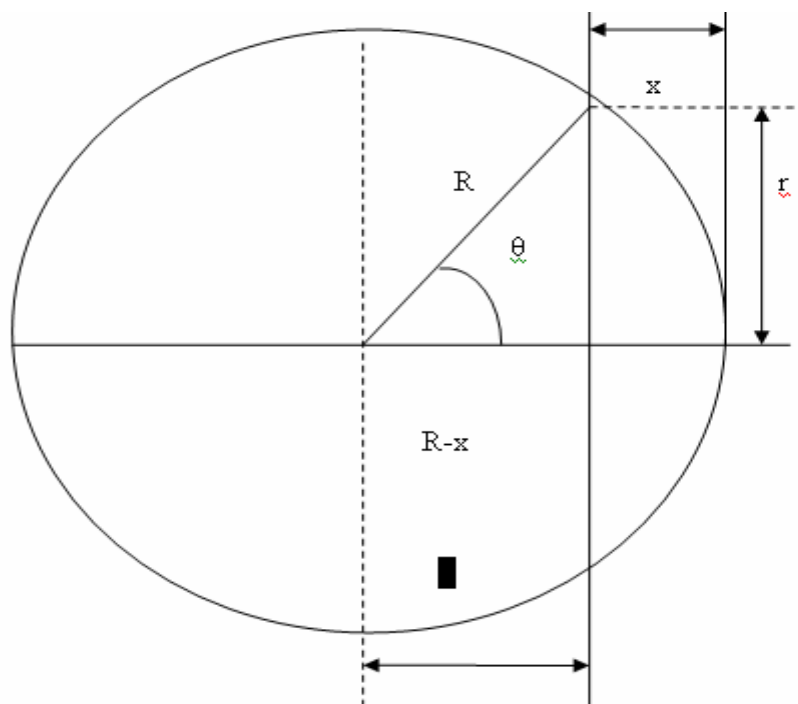
Au cours de la déformation des particules sous l'effet de la pression de compactage, nous supposons que chaque particule contribue au remplissage des pores existant au sein de la poudre par un apport de volume solide, soit intrusion de la matière dans les pores.

Le volume total de la matière solide qui contribue au remplissage des pores est égal au volume de l'ensemble des calottes sphériques de chacun des grains



**Figure III.4 :** La variation du diamètre du grain lors de la compression.

**Calcul du volume de la calotte sphérique :**



**Figure III.5 :** Représentation d'une calotte sphérique.

Considérons une sphère de centre O et de rayon R. sur cette sphère prenons une calotte sphérique élémentaire de rayon de base r et de hauteur (de profondeur) x.

L'angle  $\theta$  qui délimite la calotte sphérique élémentaire suivant :

$$\cos \theta = \frac{R-x}{R} \quad (\text{III.12})$$

La profondeur de la calotte est donnée par :

$$x = R(1 - \cos \theta)$$

et la profondeur élémentaire de la calotte est donnée par :

$$dx = R \sin \theta \cdot d\theta$$

comme

$$\sin \theta = \frac{r}{R}$$

Le rayon élémentaire de la calotte est :

$$r = R \cdot \sin \theta$$

Le volume élémentaire de la calotte sphérique est :

$$dv = S dx \quad (\text{III.13})$$

Avec:

$$S = \pi r^2 = \pi (R \sin \theta)^2$$

Donc :

$$\begin{aligned} dv &= \pi (R \sin \theta)^2 R \sin \theta d\theta \\ dv &= \pi R^3 (1 - \cos^2 \theta) \sin \theta d\theta \\ dv &= \pi R^3 [ \sin \theta d\theta - \sin \theta \cos^2 \theta d\theta ] \end{aligned}$$

Le volume de la calotte sphérique est:

$$\begin{aligned} V &= \pi R^3 \left[ \int_0^\theta \sin \theta d\theta + \int_0^\theta -\sin \theta \cos^2 \theta d\theta \right] \\ V &= \pi R^3 \left[ [-\cos \theta]_0^\theta + \left[ \frac{1}{3} \cos^3 \theta \right]_0^\theta \right] \\ V &= \pi R^3 \left[ -(\cos \theta - 1) + \frac{1}{3} (\cos^3 \theta - 1) \right] \\ V &= \pi R^3 \left[ \frac{1}{3} \cos^3 \theta - \cos \theta + \frac{2}{3} \right] \quad (\text{III.14}) \end{aligned}$$

On à :

$$\cos \theta = \frac{R-x}{R}$$

Il vient :

$$\begin{aligned}
 v &= \pi R^3 \left[ \frac{1}{3} \left( \frac{R-x}{R} \right)^3 - \left( \frac{R-x}{R} \right) + \frac{2}{3} \right] \\
 v &= \pi R^3 \left[ \frac{1}{3R^3} (R-x)^3 - \frac{1}{R} (R-x) + \frac{2}{3} \right] \\
 v &= \pi \left[ \frac{1}{3} (R-x)^3 - R^2 (R-x) + \frac{2R^3}{3} \right] \\
 v &= \pi \left[ \frac{1}{3} (R-x)^3 + R^2 x - \frac{1}{3} R^3 \right]
 \end{aligned}
 \tag{III.15}$$

D'après la figure III.4, on peut exprimer la profondeur x en fonction des paramètres de la compression.

$$x = \frac{\Delta h_p}{2}$$

et:

$$\Delta h_p = d \cdot \frac{\Delta h}{h} \quad ; \quad d = 2R$$

D'où :

$$x = R \frac{\Delta h}{h}$$

Il vient :

$$v = \pi \left[ \frac{1}{3} \left( R - R \frac{\Delta h}{h} \right)^3 + R^2 \left( R \frac{\Delta h}{h} \right) - \frac{1}{3} R^3 \right]$$

$$v = \pi \left[ \frac{1}{3} R^3 \left( 1 - \frac{\Delta h}{h} \right)^3 + R^3 \frac{\Delta h}{h} - \frac{1}{3} R^3 \right]$$

$$v = \pi R^3 \left[ \frac{1}{3} \left( 1 - \frac{\Delta h}{h} \right)^3 + \frac{\Delta h}{h} - \frac{1}{3} \right]$$

$$v = \pi R^3 \left[ \frac{1}{3} \left( 1 - \frac{\Delta h}{h} \right) \left( 1 - \frac{\Delta h}{h} \right)^2 + \frac{\Delta h}{h} - \frac{1}{3} \right]$$

$$\left( 1 - \frac{\Delta h}{h} \right) \left( 1 - \frac{\Delta h}{h} \right)^2 = \left( 1 - \frac{\Delta h}{h} \right) \left[ 1 - 2 \frac{\Delta h}{h} + \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 \right]$$

$$= 1 + 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right) - \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3$$

Donc :

$$v = \pi R^3 \left[ \frac{1}{3} \left( 1 + 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right) - \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right) + \frac{\Delta h}{h} - \frac{1}{3} \right]$$

$$v = \pi R^3 \left[ \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \frac{1}{3} \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right]$$

D'où :

$$v = \frac{\pi R^3}{3} \left[ 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right] \tag{III.16}$$

C'est le volume de la calotte sphérique.

Avec :

$\Delta h$  : Le retrait total de la poudre à une pression P.

$h$  : La hauteur totale de la poudre dans la matrice.

$R$  : Le rayon de la particule.

Au cours de la compression de la poudre, on suppose que chaque particule se déforme des deux cotés supérieur et inférieur. Chaque particule contribue au remplissage des pores par un apport de volume égal à  $2v$ .

Le volume solide total résultant de la déformation des particules et qui contribue au remplissage des pores s'écrit :

$$\Delta V_t = 2Nv$$

$N$  : Le nombre total de grains.

D'où :

$$\Delta V_t = 2N \frac{\pi R^3}{3} \left[ 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right] \tag{III.17}$$

et comme

$$M = N.M_g$$

$M$  : la masse de la poudre

$M_g$  : la masse d'un grain

La densité théorique est donnée par :

$$\rho_{th} = \frac{M_g}{V_g}$$

$V_g$  : le volume d'un grain

alors :

$$M_g = \rho_{th} \cdot V_g \quad \text{avec} \quad V_g = \frac{4}{3} \pi R^3$$

$$M_g = \frac{4}{3} \pi R^3 \rho_{th}$$

Donc le nombre N est s'écrit :

$$N = \frac{M}{Mg} = \frac{M}{\frac{4}{3} \pi R^3 \rho_{th}}$$

Il vient alors :

$$\Delta V_t = \frac{1}{3} \left( \frac{2\pi R^3 M}{\frac{4}{3} \pi R^3 \rho_{th}} \right) \left[ 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right]$$

$$\Delta V_t = \frac{1}{2} \frac{M}{\rho_{th}} \left[ 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right]$$

Le volume solide de la poudre s'écrit :

$$V_s = \frac{M}{\rho_{th}}$$

Alors le volume solide qui au cours de la compression viendra remplir les pores de la poudre sera donné par :

$$\Delta V_t = \frac{V_s}{2} \left[ 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right] \quad (III.18)$$

On peut exprimer alors  $\Delta V_t$  sous la forme suivante :

$$Y = K(3X^2 - X^3) \quad (III.19)$$

Avec :

$$Y = \Delta V_t ; K = \frac{M}{2\rho_{th}} = \text{constante et } X = \left( \frac{\Delta h}{h} \right)$$

$\Delta V_t$  : peut être exprimé en fonction du rapport des volumes avant et après compression.

$$\Delta V_t = \frac{V_s}{2} \left[ 3 \left( \frac{V_0 - V}{V_0} \right)^2 - \left( \frac{V_0 - V}{V_0} \right)^3 \right] \quad (III.20)$$

Où :

$V_0$  : le volume initial de la poudre

$V$  : le volume à une pression donnée

$V_s$  : le volume solide de la poudre

$$\Delta V_t = \frac{V_s}{2} \left[ 2 - 3 \left( \frac{V}{V_0} \right) + \left( \frac{V}{V_0} \right)^3 \right] \quad (III.21)$$

La porosité  $\varepsilon_0$  des poudres sphériques est toujours comprise entre 0,36 et 0,38:

$$0,36 \leq \varepsilon_0 \leq 0,38.$$

La compression de la poudre engendre une diminution de la porosité, cette diminution peut être exprimée par l'évolution de la porosité comme suit :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 - \frac{\Delta V_t}{V} \quad (\text{III.22})$$

Avec :

$V_0$  : Le volume initial de la poudre.

$V$  : Le volume de la poudre au cours de la compression ou à une pression P.

$S$  : La surface de la base de la poudre que l'on rendra égale à l'unité :  $S = 1$ .

$\varepsilon_0$  : La porosité initiale de la poudre.

$\varepsilon$  : La porosité à une pression donnée.

La porosité est égale au rapport du volume solide de la poudre au volume apparent.

$$\Delta V_t = \frac{V_s}{2} \left[ 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right]$$

En prenant  $\varepsilon_0 = 0,38$ , il vient :

$$\varepsilon_0 = 0,38 - \frac{V_s}{2(V_0 - S\Delta h)} \left[ 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right]$$

$$\varepsilon = \left[ 0,38 - \frac{V_s}{2(V_0 - S\Delta h)} \left[ 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right] \right]$$

La porosité  $\varepsilon$  s'exprime donc par :

$$\varepsilon = \left[ 0,38 - \frac{M}{2\rho_{th}(V_0 - S\Delta h)} \left[ 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right] \right]$$

et dépend indirectement du diamètre des grains de la poudre puisque  $\Delta h$  dépend de D selon la relation :

$$D = \frac{h_0}{n}$$

$$\varepsilon = \left[ 0,38 - 0,5\rho_{rel} \left[ 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right] \right] \quad (\text{III.23})$$

$\rho_{rel}$  : Densité relative à une pression P.

On a :

$$\varepsilon + \rho_{rel} = 1 \quad (\text{III.24})$$

Donc l'évolution de la densité relative  $\rho_{rel}$  s'écrira :

$$\rho_{rel} = 1 - \varepsilon$$

$$\rho_{rel} = \left[ 0,62 + 0,5\rho_{rel} \left[ 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right] \right] \quad (\text{III.25})$$

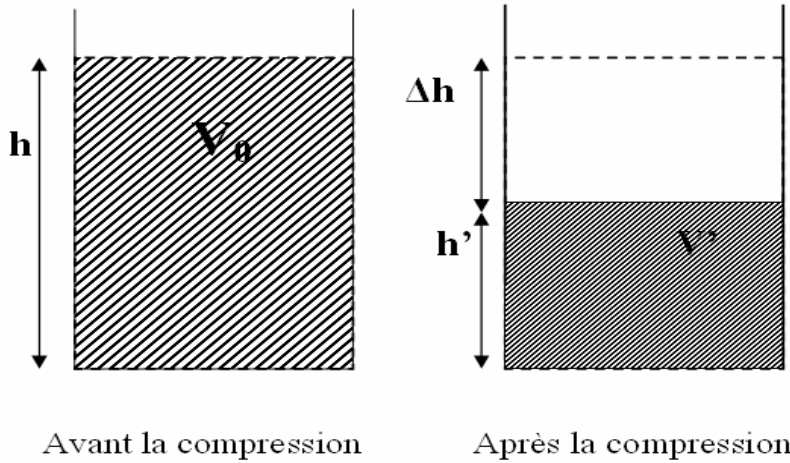
Pour

$$\varepsilon_0 \approx 0,38 \Rightarrow \rho_{rel_0} \approx 0,62$$

$$\rho_{rel} \left[ 1 - 0,31 \left[ 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right] \right] = 0,62$$

La densité apparente :

$$\rho_a = \frac{M}{V}$$



On a:  
D'où :

$$V' = Sh - S\Delta h$$

$$S\Delta h = \Delta V_t$$

$$\rho_a = \frac{M}{Sh - S\Delta h} = \frac{M}{Sh - \Delta V_t}$$

$$\rho_a = \frac{M}{Sh - \frac{Vs}{2} \left[ 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right]}$$

$$\rho_a = \frac{1}{\frac{Sh}{M} - \frac{Vs}{2M} \left[ 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right]}$$

$$\rho_a = \frac{1}{\frac{Sh}{M} - \frac{M}{2\rho_{th}M} \left[ 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right]}$$

On a :

$$\rho_{a0} = \frac{M}{V} = \frac{M}{Sh}$$

Donc :

$$\rho_a = \frac{1}{\frac{1}{\rho_{a0}} - \frac{1}{2\rho_{th}} \left[ 3\left(\frac{\Delta h}{h}\right)^2 - \left(\frac{\Delta h}{h}\right)^3 \right]} \quad (\text{III.26})$$

D'où :

$$\rho_{rel} = \frac{1}{\frac{\rho_{th}}{\rho_{a0}} - \frac{\rho_{th}}{2\rho_{th}} \left[ 3\left(\frac{\Delta h}{h}\right)^2 - \left(\frac{\Delta h}{h}\right)^3 \right]}$$

C.-à-d. :

$$\rho_{rel} = \frac{1}{\frac{1}{\rho_{rel0}} - \frac{1}{2} \left[ 3\left(\frac{\Delta h}{h}\right)^2 - \left(\frac{\Delta h}{h}\right)^3 \right]}$$

Avec :

$$\rho_{rel0} = \frac{\rho_{a0}}{\rho_{th}}$$

Pour les grains sphériques on a :

$$\rho_{rel0} = 0.62$$

Donc :

$$\rho_{rel} = \frac{1}{\frac{1}{0.62} - \frac{1}{2} \left[ 3\left(\frac{\Delta h}{h}\right)^2 - \left(\frac{\Delta h}{h}\right)^3 \right]}$$

$$\rho_{rel} = \frac{0,62}{1 - 0,31 \left[ 3\left(\frac{\Delta h}{h}\right)^2 - \left(\frac{\Delta h}{h}\right)^3 \right]}$$

(III.27)

Cette formule permet normalement de traduire fidèlement le comportement des poudres sphériques monodisperses en compression uniaxiale à froid.

**IV.1 INTRODUCTION : [8]**

Nos résultats théoriques obtenus par la relation (III.27) déterminée au chapitre III ont été confrontés aux résultats expérimentaux réalisés au laboratoire de métallurgie physique de l’université de POITIERS (Futuroscope France).

Ces résultats expérimentaux ont été obtenus à partir de la compression uniaxiale à froid à l’aide d’une presse hydraulique M.T.S 810 à enregistrement continu et assisté par micro-ordinateur.

**IV.2 METHODOLOGIE :**

Trois poudres ont été étudiées :

Bronze, cuivre et le verre.

La poudre de bronze dont la composition est Cu90-Sn10 et la poudre de verre (71,5% SiO<sub>2</sub>, 12,5% Na<sub>2</sub>O, 10,5% CaO et autres 5,5%) sont de forme sphériques. La poudre de cuivre est issue de l’atomisation à gaz d’un alliage de cuivre à 0,3% en poids d’aluminium.

D’un point de vue mécanique, le cuivre est facilement déformable plastiquement alors que le bronze est sensiblement plus résistant. En revanche, la plasticité du verre est quasi-nulle et en raison de sa grande fragilité, le verre se fragmente facilement. Les trois poudres devraient donc présenter des comportements différents lors des opérations de compactage.

Les principales caractéristiques des poudres étudiées sont résumées dans le tableau ci-après.

<b>Paramètres</b>	<b>Bronze</b>	<b>Cuivre</b>	<b>Verre</b>
<b>Forme</b>	<b>sphérique</b>	<b>sphérique</b>	<b>sphérique</b>
Taille (µm)	40	40	<160
Densité théorique (g/cm <sup>3</sup> )	8,85	8,96	2,47
Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	5,2	3,43	1,42
Densité relative	0,58	0,38	0,58
Taux de porosité	0,42	0,62	0,42
Vitesse d’écoulement (g/s)	4	3,22	0,89
Angle de repose (°)	30	30	30

**Tableau IV-1 : Caractéristiques des poudres utilisées [8].**

Les trois poudres bronze, cuivre et verre ont été compactées à l’aide d’une presse hydraulique MTS 810 assisté par micro ordinateur (figure II.9).

La gamme de pression de compactage vari de 0 à 400 Mpa et la vitesse de déplacement du poinçon étant de 5 mm/min .

Pour chacune des poudres étudiée, nous avons tenté, à l'aide d'un mini programme que nous avons mis au point, de traduire l'évolution de la densité relative en fonction du déplacement du poinçon.

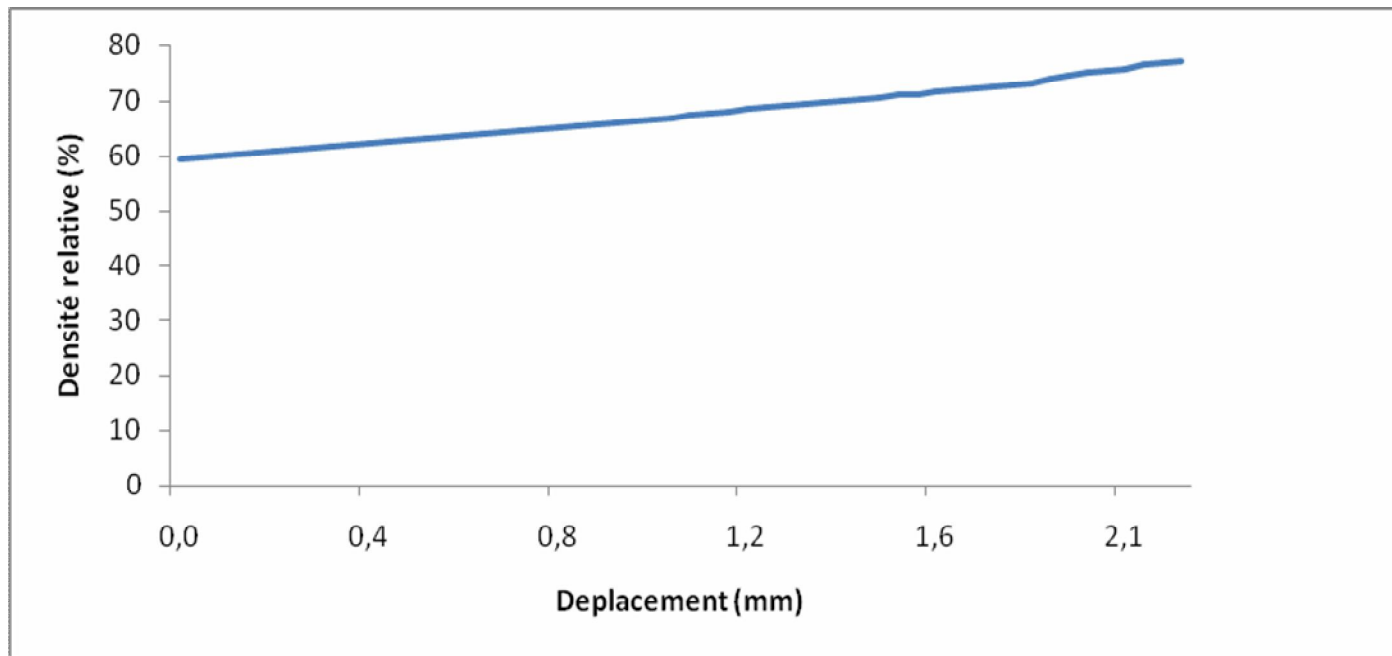
Nous constatons que le modèle mis au point donne de façon précise l'allure des courbes de compressibilité des poudres métalliques et céramiques.

La figure VI.1a montre l'évolution de la densité relative de la poudre de bronze en fonction du déplacement du poinçon. La densité relative initiale ( $D_{rel0}=0,62$ ) correspond à la densité tapée, puisque le modèle proposé ne décrit pas la phase de réarrangement des grains, il décrit seulement le stade élastique et la phase plastique des poudres métalliques et céramiques. La courbe obtenue à l'allure de la courbe de compressibilité classique des poudres ce qui traduirait la fiabilité du modèle élaboré.

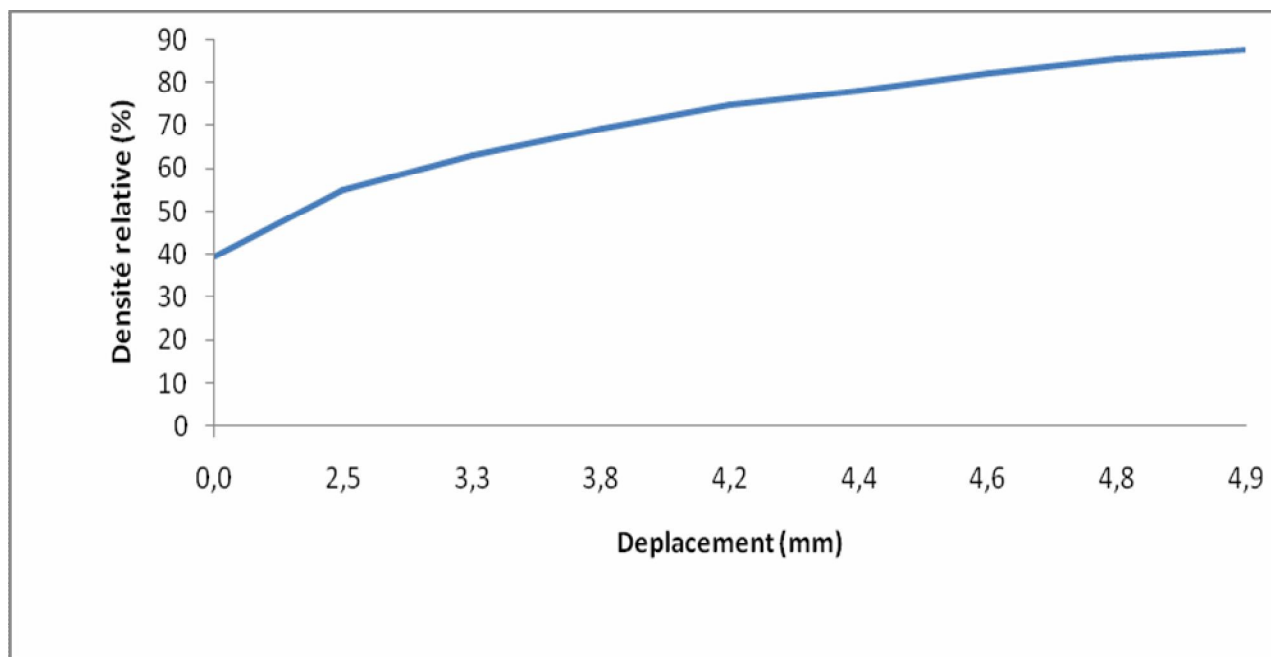
La figure VI.1b correspond à l'évolution de la densité relative modèle de la poudre de cuivre en fonction du déplacement. La densité relative initiale du cuivre prend la valeur de la densité tapée. La courbe obtenue à la même allure que la courbe classique de la compressibilité des poudres.

Quant à la poudre de verre la figure VI.1c, la courbe de la compressibilité ressemble relativement aux deux autres courbes de bronze et du cuivre ; Quoique les caractéristiques physiques et mécaniques des poudres soient très différentes, puisque le verre est dur et fragile et se fragmente sous l'effet de la pression de compactage. Cette particularité du verre n'est pas observable, du fait que le modèle proposé ne tient pas en compte des caractéristiques physique et mécanique des poudres

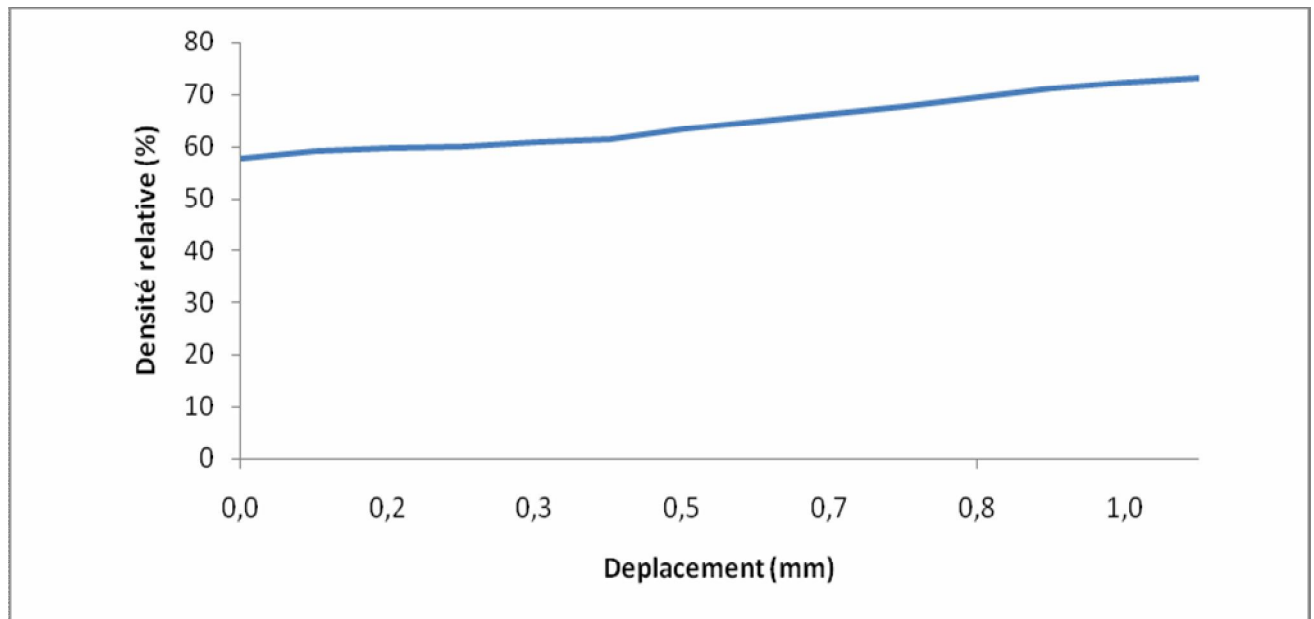
Il est important de remarquer d'abord que le déplacement correspond implicitement à la pression avec un coefficient multiplicatif que l'on pourrait déterminer, que la pente de la compressibilité est très faible cela se traduirait par le fait que les poudres disponibles étudiées sont très dures à savoir le bronze, le superalliage à base nickel et le verre d'une part et d'autre part, la gamme de pression disponible est relativement faible (0-400 MPa)



**Figure IV.1a :** Evolution de la densité relative expérimentale en fonction du déplacement du poinçon :  
poudre de Bronze,



**Figure IV.1b** : Evolution de la densité relative expérimentale en fonction du déplacement du poinçon :  
poudre de Cuivre



**Figure IV.1c :** Evolution de la densité relative expérimentale en fonction du déplacement du poinçon :  
poudre de Verre

Pour vérifier la fiabilité du modèle théorique que nous avons mis au point, nous avons tenté de confronter les courbes modèles aux courbes expérimentales.

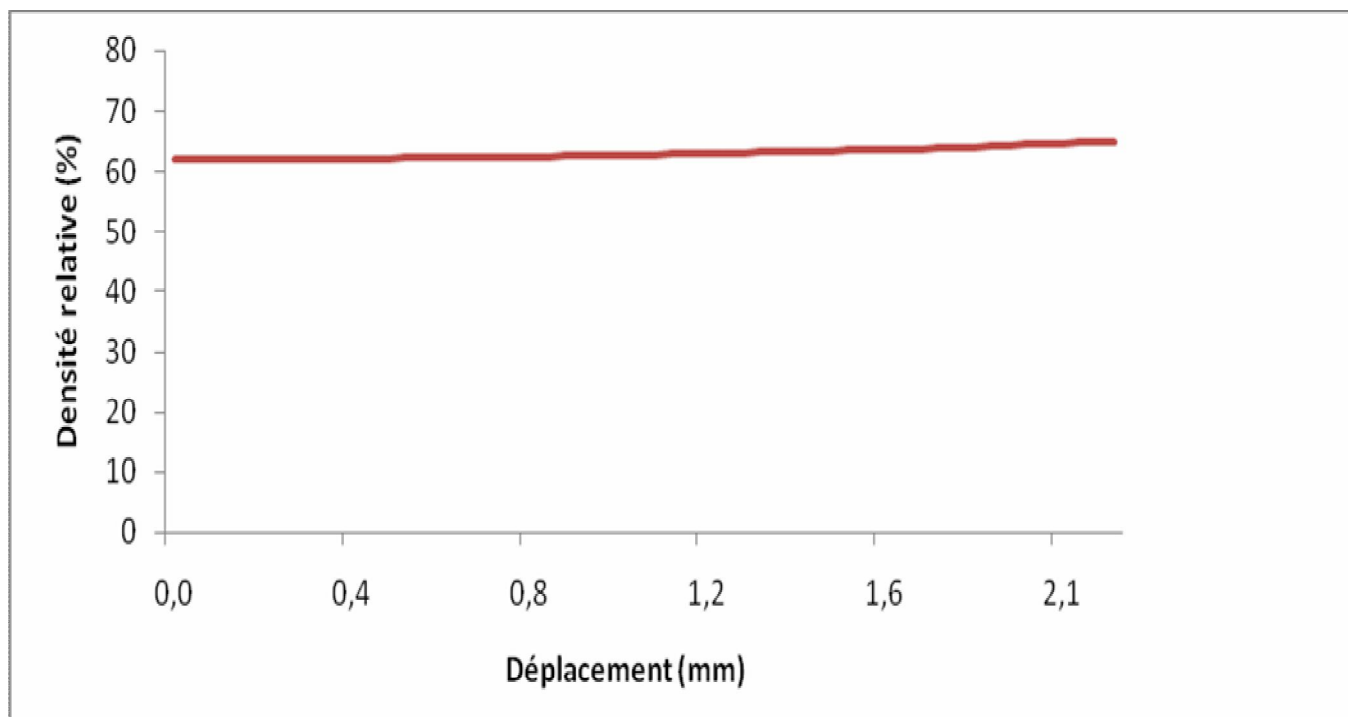
Nous avons tracés les courbes modèles qui traduiraient le comportement des trois poudres : bronze, cuivre et verre dans les mêmes conditions du laboratoire (figure 1V-2

La figure IV.2a correspond à la poudre de bronze elle montre l'évolution de la densité relative expérimentale en fonction du déplacement, elle a la même allure que la courbe de la compressibilité classique des poudres métalliques et céramiques

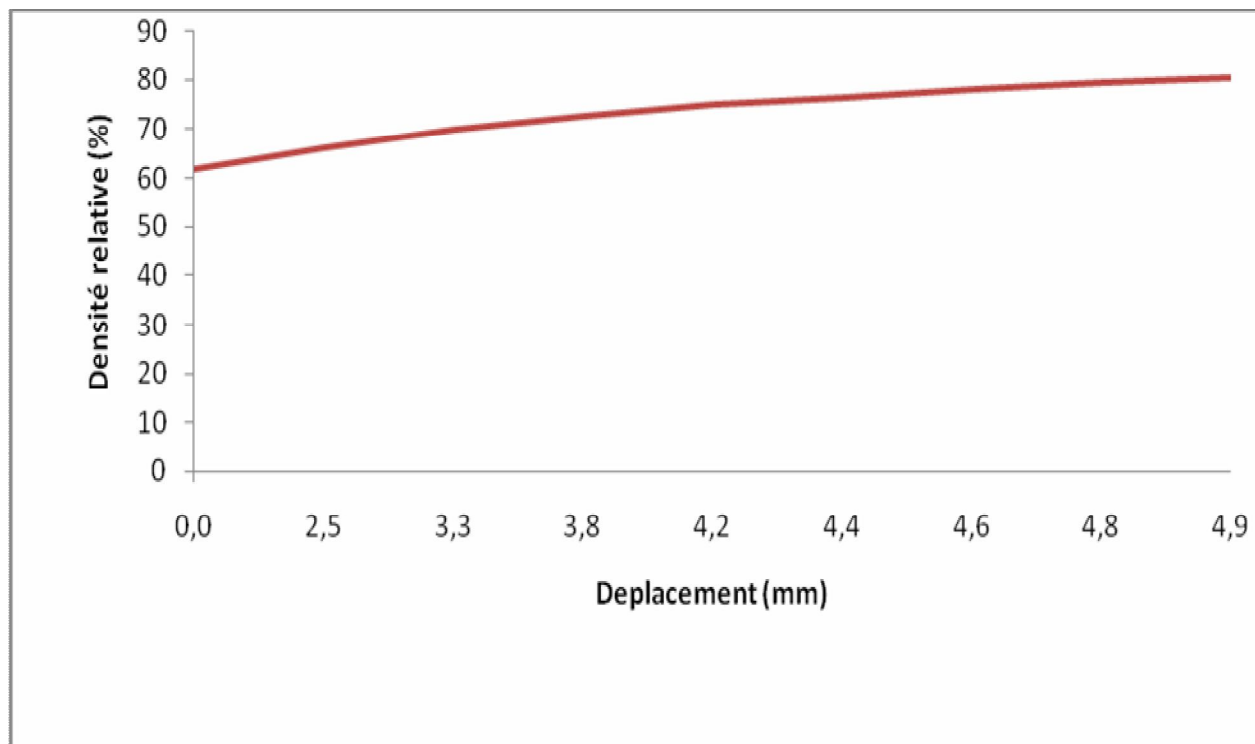
Dans cette étude, nous avons omis la partie correspond au domaine de réarrangement des grains des poudres. Le compactage commence donc à partir de la densité tapée (0.62) l'évolution de la densité relative en fonction du déplacement n'engendre donc que le domaine élastique et le domaine plastique

La figure IV.2b traduit l'évolution de la densité relative modèle de la poudre de cuivre en fonction du déplacement du poinçon, la courbe ressemble à la courbe de compressibilité classique des poudres métalliques et céramiques. L'évolution de la densité relative décrit seulement le domaine élastique et le domaine plastique de la poudre

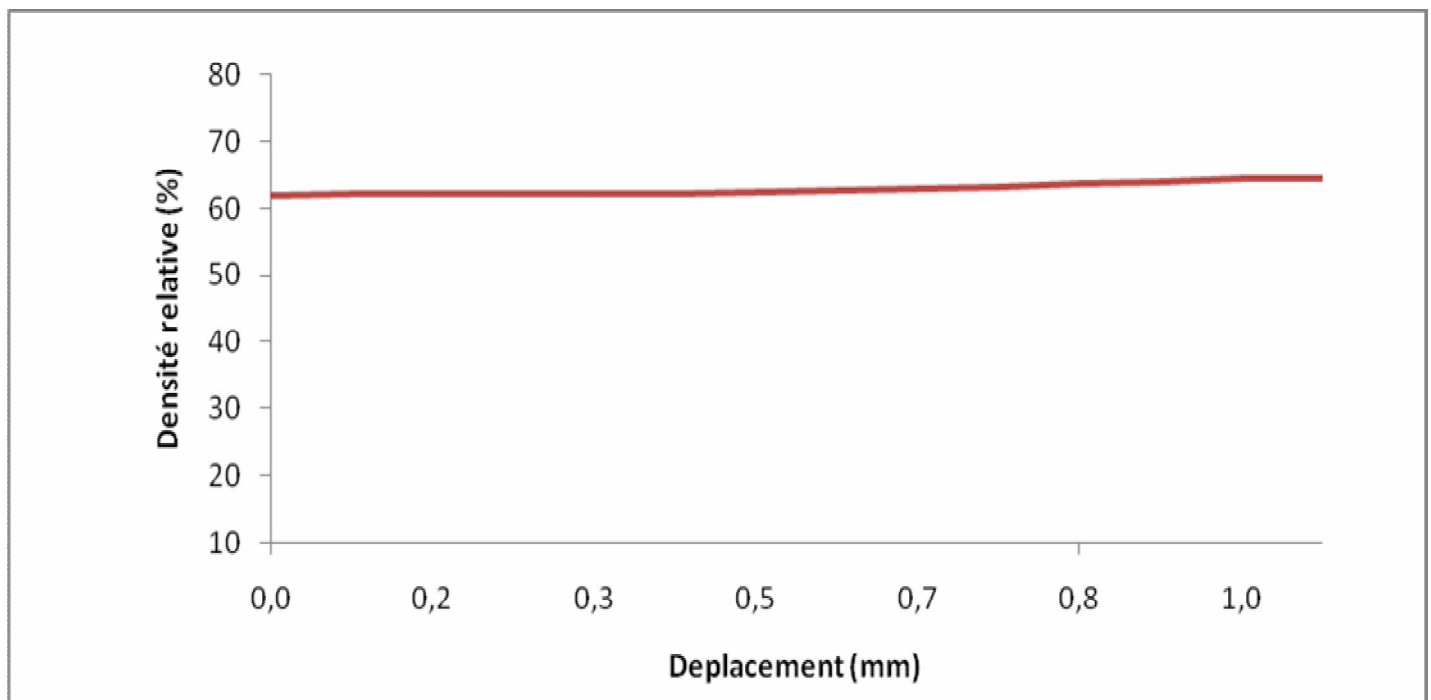
La figure IV.2c nous montrons l'évolution de la densité relative modèle du verre, cette évolution est relativement différente des deux premières, cela s'expliquerait par le fait que la poudre de verre est fragile, dure et se fragment sous l'effet de la pression de compactage.



**Figure IV.2a :** Evolution de la densité relative selon le modèle élaboré poudre de Bronze



**Figure IV.2b :** Evolution de la densité relative selon le modèle élaboré poudre de Cuivre



**Figure IV.2c :** Evolution de la densité relative selon le modèle élaboré poudre de Verre

Pour mettre en évidence l'écart entre les résultats théorique et les résultats expérimentaux, nous avons tenté de superposer les courbes modèles aux courbes expérimentales.

Les courbes de la figure IV.3 représentent la superposition des courbes modèles aux courbes expérimentales à chacune des poudres étudiées, bronze, cuivre et verre.

Dans la figure IV.3a, nous observons un décalage entre la courbe expérimentale et la courbe modèle, ce décalage pourrait se traduire par la nature de la poudre puisque le modèle ne tient pas compte des propriétés mécaniques et physiques de la poudre de bronze.

Le même décalage est observé pour la poudre cuivre (figure IV.3b).

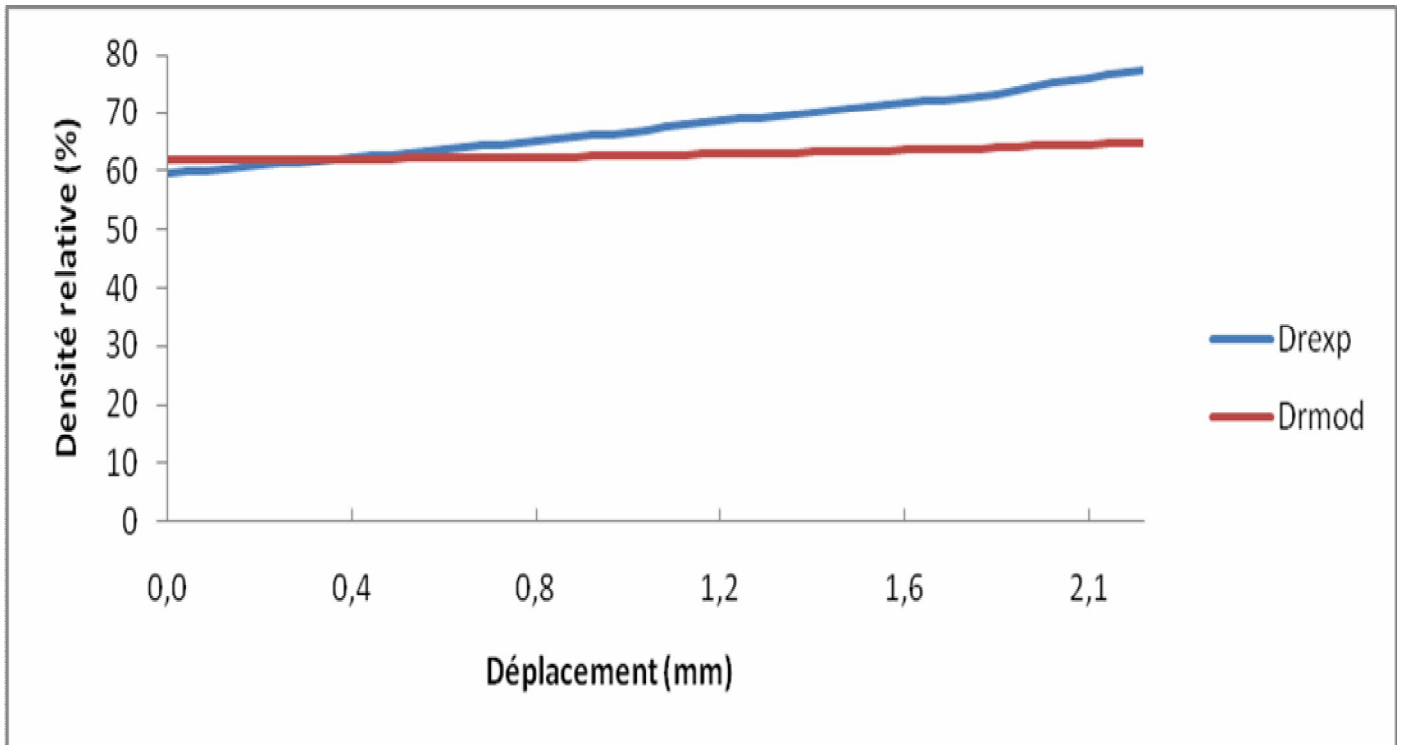
L'allure de ces courbes de compression est relativement semblable à celle des courbes précédentes (bronze), puisque les deux poudres présentes une dureté très élevée.

Quant à la poudre du verre figure IV.3c, le décalage observé entre la courbe de compressibilité expérimentale et la courbe de compressibilité modèle est relativement plus importante par rapport aux deux autres poudres, puisque le verre se fragmente sous l'effet de la pression de compactage. La déformation des grains du verre ne se fait de façon progressive telle que la poudre de bronze et celle du cuivre.

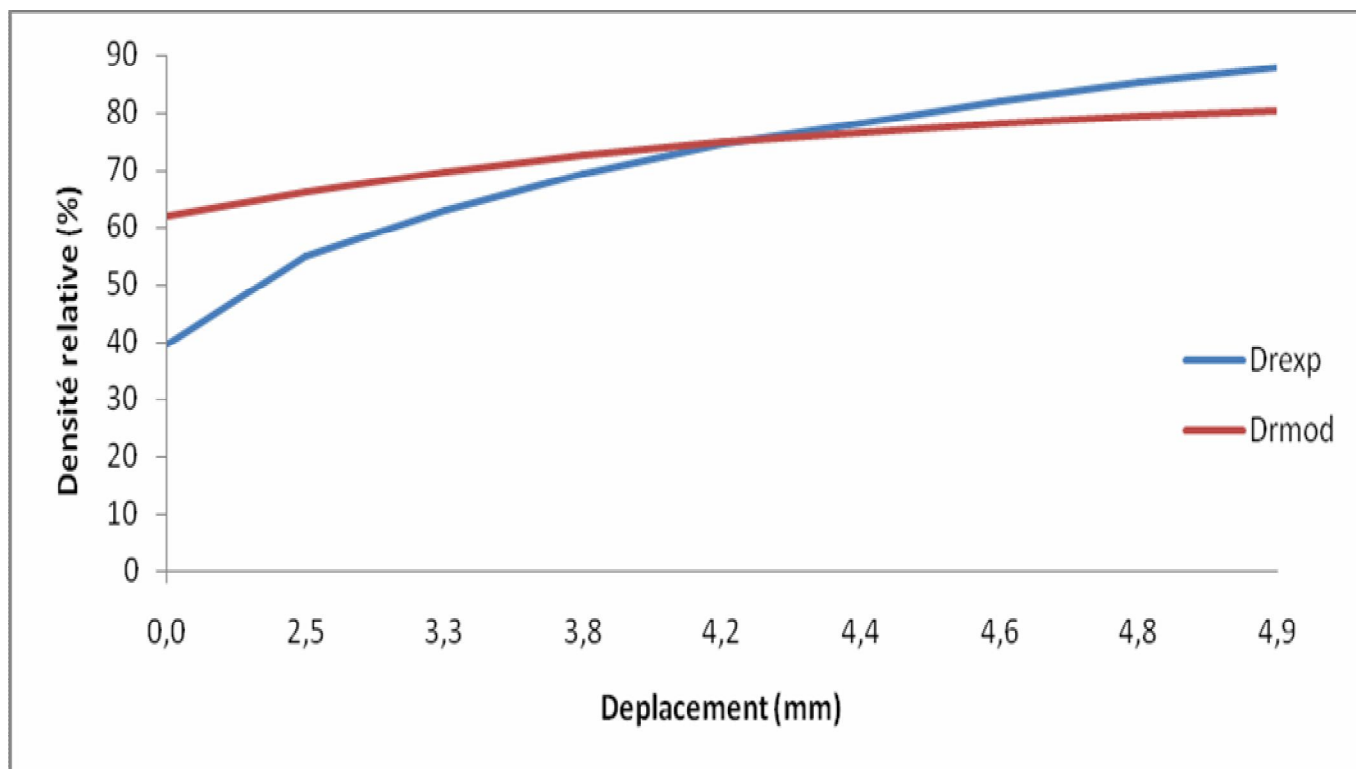
Le décalage entre la courbe expérimentale et la courbe théorique pourrait être interprété par le fait que le modèle suppose un arrangement parfait des grains et ne prévoit pas les caractéristiques physiques et mécaniques des poudres étudiées. Par contre, les courbes expérimentales intègrent implicitement tous les paramètres physiques et mécaniques qui pourraient avoir des influences sur la compressibilité des poudres.

Par ailleurs, nous constatons que pour chacune des poudres, le décalage entre la courbe modèle et la courbe expérimentale augmente avec le déplacement du poinçon ou la pression. Cela se traduirait par le fait que les frictions dues aux frottements matrice-poudre qui sont inclus dans la courbe expérimentale ne sont pas prises en compte par notre modèle.

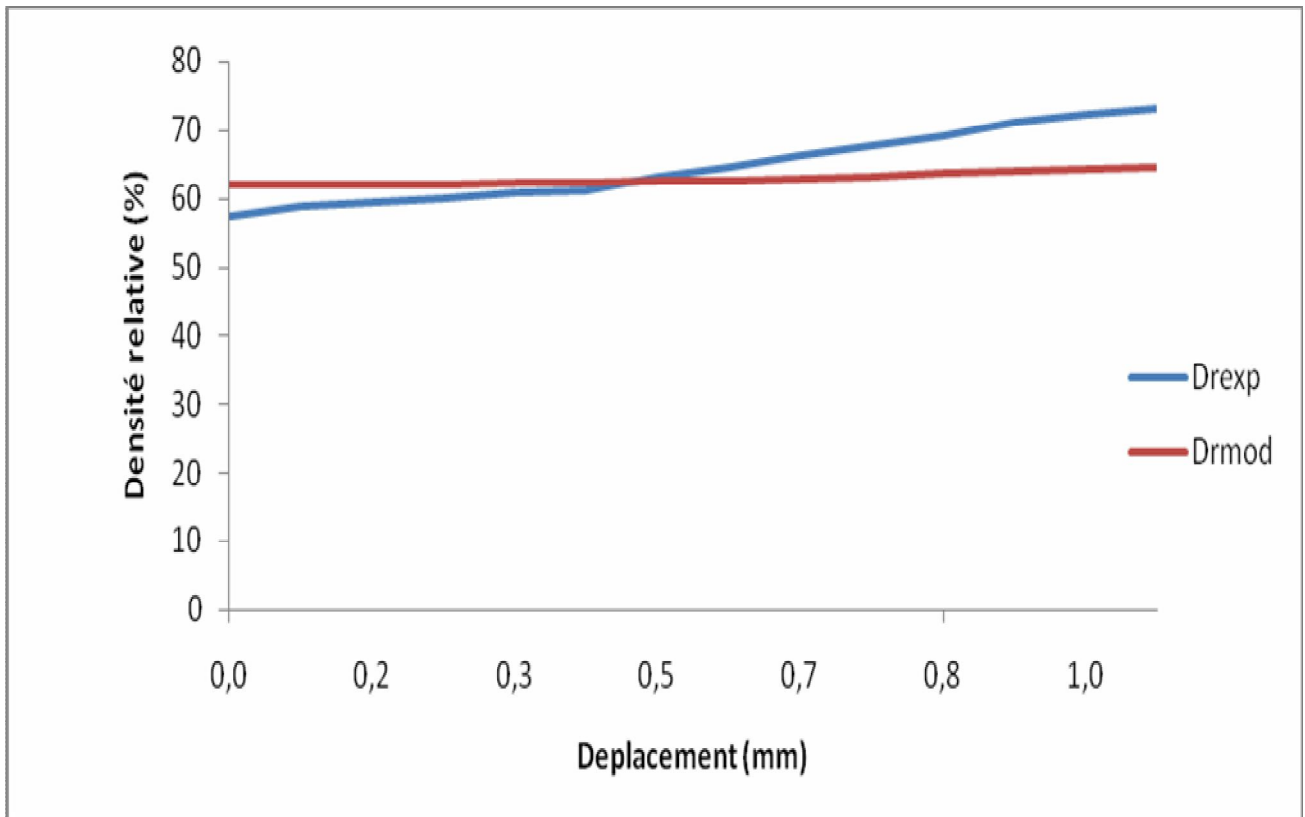
Les courbes de la figure IV.3, mettent en évidence les décalages entre les courbes de compressibilité modèles et expérimentales, ce décalage varie d'une poudre à une autre, ce qui nous a conduits à admettre que ces décalages dépendent des propriétés mécaniques et physiques des poudres



**Figure IV.3a :** Comparaison de la densité relative modèle à la densité relative expérimentale poudre de Bronze



**Figure IV.3b** : Comparaison de la densité relative modèle à la densité relative expérimentale poudre de Cuivre



**Figure IV.3c :** Comparaison de la densité relative modèle à la densité relative expérimentale poudre de Verre

Nous avons pensé alors à réduire ces décalages, c'est-à-dire confondre les courbes de compressibilité modèles aux courbes expérimentales en introduisant, dans un premier temps des coefficients ajustables  $\alpha$ ,  $\beta$ .

Notre relation s'écrira donc :

$$\rho_{rel} = \frac{0,62\alpha}{1 - 0,31 \left[ 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \beta \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right]}$$

## Conclusion Générale et Perspectives

Dans le travail effectué dans cette étude, nous avons tenté d'élaborer un modèle théorique traduisant le comportement de poudres métalliques et céramiques en compression uniaxiale à froid.

Nos résultats portent sur trois types de poudres différentes : bronze, cuivre et verre. Les trois poudres sont constituées de particules sphériques (bronze et cuivre) et monodisperses (verre).

Le modèle est conçu pour traduire la consolidation des poudres métalliques et céramiques seulement dans deux étapes de la compression : domaine élastique et domaine plastique. Le stade de réarrangement des grains n'étant pas pris en compte.

Nous avons constaté que le modèle élaboré traduit, de façon plus ou moins précise, le comportement classique des milieux granulaires en compression uniaxiale à froid dans des conditions opératoires précises.

Le modèle se révèle très intéressant pour les poudres bronze et cuivre. Ces éléments se déforment de façon progressive lors du compactage.

Néanmoins, nous avons observé que le cas de la poudre du verre présente une certaine particularité due aux propriétés du verre. Il est dur, fragile et se fragmente sous l'effet de la pression de compactage.

Les écarts observés sur les différentes courbes montre que d'une manière générale plus le matériau est dur et fragile plus l'écart est important.

Nous pensons que le comportement des poudres lors d'une compression uniaxiale à froid ne peut être déterminé par un simple modèle théorique sans introduire les paramètres physiques et mécaniques dont dépend la compressibilité (.limite élastique, le module de Young, la ductilité etc.).

Nous rappelons que dans notre étude les empilements granulaires ont été idéalisés : les empilements étaient considérés comme ordonnés et les poudres monodisperses.

Les écarts observés sur les différentes courbes de compressibilité montrent que le comportement des poudres métalliques et céramiques en compression uniaxiale dépend de façon critique des propriétés physiques et mécaniques des poudres étudiées.

Ce comportement ne peut être traduit par une simple loi théorique. Il est alors indispensable d'introduire les paramètres physico-mécaniques tels que la limite élastique, l'indice de Meyer, le durcissement d'écrouissage, le module de Young, la ductilité, etc....

Nous avons alors pensé à réduire ces écarts en confondant les courbes modèles aux courbes expérimentales par introduction, dans un premier temps des coefficients ajustables  $\alpha_i$  et  $\beta_i$  qui engendrent implicitement les paramètres physiques et mécaniques du matériau utilisée.

Notre relation s'écrira alors :

$$\rho_{rel} = \frac{0,62\alpha_i}{1 - 0,31 \left[ 3 \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^2 - \beta_i \left( \frac{\Delta h}{h} \right)^3 \right]}$$

Il serait intéressant de poursuivre les recherches sur la base de cette étude afin de trouver la formule exacte qui traduirait le comportement des poudres en compression uniaxiale à froid.

Il s'agirait de mettre au point un mini-programme informatique qui donnerait d'abord les valeurs de  $\alpha_i$  et de  $\beta_i$  de chacun des matériaux permettant de faire confondre les courbes modèles aux courbes expérimentales.

Une fois les valeurs de  $\alpha_i$  et  $\beta_i$  sont calculées, nous tenterons de trouver une corrélation fiable et précise entre les coefficients ajustables  $\alpha_i$  et  $\beta_i$  et les paramètres physico-mécaniques du matériau étudié.

Si de telles corrélations s'avèrent vérifiées, on pourrait alors prévoir le comportement des poudres en compression connaissant leurs propriétés physico-mécaniques.

La caractérisation du comportement d'un matériau ou d'un milieu granulaire en compression pourrait conduire à l'élaboration d'un matériau à porosité contrôlée.

Les matériaux poreux trouvent beaucoup d'application dans les différentes industries (fabrication de filtres, catalyseurs, pièces mécaniques autolubrifiants, etc...).

# Bibliographie

- [1]** J. P. K. Seville, U. Tüzün, & R. Clift, “ Processing of Particulate Solids, Powder Technology Series” , Blackie Academic & Professional,(1997).
- [2]** D.Müller, “ Techniques Informatiques Efficaces pour la Simulation de Milieux Granulaires par des Méthodes D’Eléments Distincts ”, thèse de Doctorat N° 1545, Lausanne, EPFL, (1996).
- [3]** P. Bowen, “Particle Size Distribution Measurement From Millimeters to Nanometers and From Rods to Platelets”, J. Dispersion Science and Technology (2002).
- [4]** T.P Matériaux (Semestre de Printemps 2010), Laboratoire de Technologie des Poudres (LTP), IMX, EPFL
- [5]** T. Allen “Particle Size Measurement" 5th edition, Chapman and Hall, New York, (1990).
- [6]** M. Filali, “Conductivité Thermique Apparente des Milieux Granulaires Soumis à des Contraintes Mécaniques : Modélisation et mesures”, thèse de Doctorat N°2326, Institut National Polytechnique de Toulouse, (2006).
- [7]** Y. Khidas, “Etude Expérimentale du Frottement et des Rotations dans des Milieux Granulaires Modèles”, thèse de Doctorat N°2558 Université de Rennes1, (2001).
- [8]** B. Abdelkader “Structure Rhéologie et Compressibilité de Mélanges de Poudres Métalliques et Céramiques & Analyse Structurale D’Empilement 2D de Sphère Dures Mono et Polydisperses”, thèse de Doctorat, Université de Poitiers, France, (1995).
- [9]** F. Moritz, Techn. Ing., J2, J1840, (1989).
- [10]** A. P. Campbell and J. Bridgwater, Trans. Inst. Chem. Eng., 51, 72, (1973).
- [11]** H.M. Rex, R.A. Peck, J. Public Roads, Vol.29, (1956).
- [12]** É. Guyon et J.-P. Trodec, Du sac de billes au tas de sable, Odile Jacob, Paris, (1995).
- [13]** J.F. Jerier, " Modélisation de la Compression Haute Densité des Poudres Métalliques Ductiles par la Méthodes Des Eléments Discrets, thèse de Doctorat, Université Joseph Fourier, (2009).
- [14]** K. Kawakita, K.H. Lüdde, Some considerations on powder compression equations, Powder Technol., (1970/1971)
- [15]** R.W. Heckel, “Density-pressure relationship in powder compaction”. Trans. Metal. Soc. AIME, 221, 671-675, (1961).
- [16]** P.J. James, “Particle deformation during cold isostatic pressing of metal powders”. Powder Metallurgy, 20, 199-204, (1977).

Resultas obtenus à partir du modèle élaboré

a) Cas de la poudre de BRONZE

masse de la poudre utilisé :  $M = 5.65$  (gr)  
 de densité théorique :  $\rho_{th} = 8.85$  (gr/cm<sup>3</sup>)  
 La section de la matrice :  $S = 1.13$  (cm<sup>2</sup>)  
 La hauteur de la poudre :  $h = 9.5$  (mm)

<b>Dep(mm)</b>	<b>Dr exp (%)</b>	<b>Dr mod(%)</b>
0	59.4707107	62
0.04711914	59.7671503	62.0014162
0.1365723	60.3381336	62.0118618
0.223291	60.9021746	62.031621
0.352002	61.7590593	62.0782832
0.4359863	62.3312994	62.1198165
0.5141602	62.8735615	62.1662957
0.6309082	63.7011956	62.2496797
0.709082	64.2676625	62.3148315
0.8285645	65.1531977	62.4288054
0.9466797	66.0529165	62.5585442
1.056934	66.9154726	62.6949472
1.172314	67.84258557	62.8535151
1.246729	68.4542833	62.9643808
1.351856	69.3374775	63.1325177
1.4732422	70.0299088	63.2705264
1.544043	71.0124189	63.4749134
1.612305	71.6269774	63.6074856
1.738916	72.7954692	63.8687012
1.85498	73.9006244	64.1257787
1.986719	75.1964091	64.4382077
2.051221	75.8475653	64.5992552
2.11333	76.4853109	64.7593884
2.175098	77.1302813	64.9235996

b) La poudre utilisée : poudre de CUIVRE

La masse de la poudre :  $M = 3.57$  (gr)  
La densité théorique :  $\rho_{th} = 8.96$  (gr/cm<sup>3</sup>)  
La section de la matrice :  $S = 1.13$  (cm<sup>2</sup>)  
La hauteur de la poudre :  $h = 8.9$  (mm)

<b>Dep(mm)</b>	<b>Dr exp (%)</b>	<b>Dr mod(%)</b>
0	39.6179278	62
2.459766	54.7494947	66.2742602
3.307862	63.0527282	69.8633124
3.814844	69.3389854	72.6380864
4.173291	74.5972637	74.9265452
4.387305	78.1350296	76.4356081
4.600293	82.0054849	78.052189
4.768897	85.3524004	79.4184466
4.878077	87.6693953	80.3462664

C) La poudre utilisée : poudre de VERRE

La masse de la poudre :  $M = 0.8$  (gr)  
 La densité théorique :  $\rho_{th} = 2.46$  (gr/cm<sup>3</sup>)  
 La section de la matrice :  $S = 1.13$  (cm<sup>2</sup>)  
 La hauteur de la poudre :  $h = 5$  (mm)

<b>Dep(mm)</b>	<b>Dr exp (%)</b>	<b>Dr mod(%)</b>
0	57.5580977	62
0.123584	59.0168043	62.0349551
0.1580566	59.4369791	62.0570636
0.2000488	59.9569613	62.091204
0.269336	60.835115	62.164743
0.3079102	61.3352474	62.2149206
0.4526367	63.2873315	62.4616887
0.5502441	64.6755676	62.6800682
0.6546386	66.2293563	62.9599099
0.744043	67.6206288	63.237714
0.8429687	69.2298104	63.5863937
0.9466797	71.0011712	63.9989865
1.0139111	72.198713	64.2924928
1.0616221	73.0733555	64.5133527