



**MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem**

**Faculté Des Sciences Exactes et de l'Informatique**

**Domaine des Sciences de la Matière**

**Département de physique**

**Projet de Fin d'Études**

**Pour obtenir le diplôme de Master en Physique**

**Option : Modélisation et Caractérisation des Matériaux**

**Présenté par :**

**BELMECHERI Faiza**

**Sujet :**

**Caractérisation des paramètres physiques influant sur le comportement général des  
poudres métalliques et céramiques.**

**Soutenu le : 29 / 05 / 2016**

Devant le jury composé de :

M BOURAHLA.A	(MCA)	Université de Mostaganem	Président
M BOUADJELANE.M	(MCA)	Université de Mostaganem	Examineur
M BOUNOUA.A	(MCA)	Université de Mostaganem	Encadreur

Année Universitaire: 2015/2016





**MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem**

**Faculté Des Sciences Exactes et de l'Informatique**

**Domaine des Sciences de la Matière**

**Département de physique**

**Projet de Fin d'Études**

**Pour obtenir le diplôme de Master en Physique**

**Option : Modélisation et Caractérisation des Matériaux**

**Présenté par :**

**BELMECHERI Faiza**

**Sujet :**

**Caractérisation des paramètres physiques influant sur le comportement général des  
poudres métalliques et céramiques.**

**Soutenue le : 29 / 05 / 2016**

Devant le jury composé de :

M BOURAHLA.A	(MCA)	Université de Mostaganem	Président
M BOUADJELANE.M	(MCA)	Université de Mostaganem	Examineur
M BOUNOUA.A	(MCA)	Université de Mostaganem	Encadreur

Année Universitaire: 2015/2016

## *Dédicace*

*Je dédie ce modeste travail à :*

- ❖ *Mes très chers parents qui m'ont moralement et financièrement et de tendresse qu'Allah me les gardes durant toute ma vie.*
  
- ❖ *Ma chère sœur Fatima.*
  
- ❖ *A toute la famille.*
  
- ❖ *Mes profonds remerciements sont pour mon mari « oussama » pour ses supports, conseils et compréhension durant la réalisation de ce mémoire.*
  
- ❖ *A mes amies : Rachda, Sarah, Amina, Faiza.*
  
- ❖ *A toute mes collègues d'étude de l'université de Mostaganem et toutes mes promotions de physique.*

## *Remerciement*

*Tout d'abord, nous tenons à remercier ALLAH le tout puissant de nous avoir procuré les ressources morales et physiques pour conduire à terme ce travail.*

***Un très grand merci à :***

- ❖ Mes parents qui nous ont suivis pendant mes études et tous les enseignants qui ont contribué à mon formation.*
  
- ❖ Toute personne ayant contribué de près ou de loin à achever ce travail, en particulier mon encadreur ; Mr. A.bounaoua, je tiens en premier lieu à le remercier pour ses orientations, ses aides et précieux conseil.*
  
- ❖ Enfin, mes plus vifs remerciements vont aux membres du jury et accepté d'examiner ce travail.*

## Liste des symboles

C : compacité.

dh : le déplacement du poinçon de la presse hydraulique MTS 810.

$D_v$  : le diamètre équivalent volumique de la poudre.

$D_p$  : le diamètre projeté de la poudre.

$D_s$  : le diamètre équivalent surfacique de la poudre.

$\varepsilon$  : la porosité.

h : la hauteur de poudre.

$I_R$  : l'intensité réfléchie par l'échantillon analysé.

$I_0$  : l'intensité réfléchie par un matériau non absorbant pris comme référence.

$\emptyset$  : le taux de vide.

M : la masse de la poudre.

$m_c, V_c, \rho_c, C_c$  respectivement la masse de céramique, volume du céramique, densité du céramique et la concentration massique du céramique.

$m_m, V_m, \rho_m, C_m$  respectivement la masse du métal, volume du métal, densité du métal et la concentration massique du métal.

$\rho_t$  : la densité théorique.

$\rho_a$  : la densité apparente.

$\rho_r$  : la densité relative.

s : est la déviation standard.

S : la section de la matrice.

V : le volume total occupé par le milieu granulaire (volume apparente).

$V_s$  : le volume total des grains des solides (volume de la phase solide).

$V_p$  : le volume des pores (volume de la phase poreuse).

Z : Nombre de coordination.

R : la réflectance

T : la transmittance

## Table des matières

<b>Introduction générale</b> .....	1
<b>Chapitre 1 Rappels Bibliographiques</b>	
<b>1.1 Introduction</b> .....	3
<b>1.2 Les poudres</b> .....	3
<b>1.2.1 La forme</b> .....	3
<b>1.2.2 La taille</b> .....	3
<b>1.2.3 Le tamisage</b> .....	7
<b>1.2.4 La granulométrie</b> .....	7
<b>1.2.5 La coulabilité</b> .....	9
<b>1.3 Paramètres de structures globaux</b> .....	10
<b>1.3.1 La densité théorique</b> .....	11
<b>1.3.2 La densité apparente</b> .....	11
<b>1.3.3 La densité relative</b> .....	11
<b>1.3.4 La porosité</b> .....	11
<b>1.3.5 Compacité</b> .....	12
<b>1.3.6 Le taux de vide</b> .....	12
<b>1.4 La géométrie des contacts</b> .....	12
<b>1.4.1 Nombre de coordination Z ou coordinance</b> .....	12
<b>1.4.2 Coefficient de contiguïté</b> .....	13
<b>1.5 La densification des poudres</b> .....	13
<b>1.5.1 Les aspects phénoménologiques de la compression</b> .....	14
<b>1.5.2 Courbes de compressibilité et détection des différents mécanismes</b> .....	15
<b>1.5.3 Evolution des paramètres structuraux</b> .....	16
<b>1.6 Mélanges de poudres</b> .....	17
<b>1.6.1 Définition</b> .....	17
<b>1.6.2 Les différents types de mélangeurs</b> .....	17
<b>1.6.3 Mécanismes des mélanges</b> .....	18
<b>1.6.4 Phénomène de ségrégation</b> .....	20
<b>1.6.5 L'homogénéité</b> .....	21
<b>1.6.6 Les effets des caractéristiques des poudres</b> .....	21
<b>1.7 Caractérisation de l'homogénéité d'un mélange</b> .....	23
<b>1.7.1 Echantillonnage</b> .....	23
<b>1.7.2 L'analyse statistique d'un mélange de poudres</b> .....	24

## Chapitre 2 Méthodes Expérimentales

2.1	Introduction .....	26
2.2	Coulabilité et l'angle de repos .....	26
2.2.1	Mesure de la coulabilité .....	26
2.2.2	Angle de repose .....	26
2.3	Mesure de la densité apparente.....	27
2.4	Mesure de la densité vraie des poudres.....	28
2.5	Mesure la densité tapée .....	30
2.6	La densification des poudres .....	31
2.6.1	Etude de la compression .....	31
2.6.2	La relaxation .....	33
2.7	Mélanges des poudres.....	33
2.7.1	Réalisation de mélanges binaires .....	33
2.7.2	Prélèvement d'échantillons sur scotch.....	34
2.7.3	Préparation des échantillons par enrobage dans la résine .....	35
2.7.4	Mesure la densité relative du mélange .....	35
2.7.5	Les méthodes de mesures en ligne de l'homogénéité de mélange .....	36

## Chapitre 3 Résultats expérimentaux

3.1	Introduction .....	40
3.2	Etude de la coulabilité et de la densité apparente des mélanges.....	40
3.3	La densification des poudres .....	46
3.4	Effets de la taille et de la forme des grains sur la densification des poudres métalliques et céramique .....	47
3.4.1	Résultats et discussion.....	48
3.5	Etude des Mélanges.....	51
3.5.1	Caractéristiques des poudres utilisées .....	51
3.5.2	Etude de la compressibilité.....	52
3.5.3	Evolution de la densité relative des composites .....	53
3.6	Caractérisation de l'homogénéité de mélange des poudres.....	61
3.6.1	Résultats et discussion .....	62
	Conclusion générale.....	66
	Références Bibliographie .....	68

## Introduction générale

Les matériaux granulaires font aujourd'hui l'objet de recherches très actives tant théoriques qu'expérimentales. Ce regain d'intérêt est largement lié à des raisons économiques et technologiques en particulier dans le domaine de la métallurgie des poudres.

Cette intervient actuellement dans beaucoup d'industries. Elle concerne en effet la fabrication de pièces pour la plupart des secteurs industriels, depuis l'automobile jusqu'à l'informatique en passant par l'industrie aérospatiale, l'équipement électrique, le secteur biomédical et l'industrie agro-alimentaire. Elle constitue une voie prometteuse pour la conception de matériaux nouveaux dotés de propriétés physiques particulières.

Dans les procédés de la métallurgie des poudres on utilise comme matière première les poudres et même, le plus souvent, des mélanges de poudres notamment des mélanges associant des poudres métalliques et/ou céramiques. De ce fait, la quasi-totalité des procédés d'élaboration comporte une ou plusieurs opérations de mélangeage et naturellement, la qualité des matériaux obtenus dépend de façon critique de l'homogénéité des mélanges de départ.

L'obtention d'un mélange homogène s'avère dans la pratique une opération très délicate, surtout si les constituants présentent de fortes différences granulométriques et/ou morphologique. Une première difficulté réside dans la définition même des paramètres appropriés pour décrire l'état d'un mélange et l'échelle à laquelle on doit estimer son degré d'homogénéité. La mise au point d'une méthode de contrôle fiable et facilement utilisable constitue une deuxième source de difficultés.

Malgré le développement de la technologie, on reste encore loin de réaliser un mélange idéal, homogène et reproductible. De nombreux travaux ont été réalisés dans ce domaine ; mais les diverses approches ne permettent pas de définir des lois ou des méthodes fiables et précises conduisant à l'obtention d'un mélange homogène ni déterminer des critères optimaux dans le choix des poudres pour obtenir un mélange parfait

Du point de vue pratique, l'échantillonnage statistique demeure actuellement le seul outil véritablement en mesure d'informer sur le degré optimal de l'homogénéité de composition d'un mélange. Ainsi, la qualité d'un mélange pourrait être décrite qualitativement en comparant cette distribution avec les distributions obtenues par des mesures réalisées sur le mélange. L'échantillonnage statistique ne donne aucune information sur l'homogénéité

spatiale des constituants au sein du mélange, autrement dit, la distribution spatiale des composants au sein des échantillons prélevés.

Pour toutes ces raisons, l'optimisation des opérations de mélangeage dont on sait qu'elles dépendent de la durée du mélange, du choix d'un mélangeur approprié, de la granulométrie, de la morphologie, de la nature des poudres à mélanger et des méthodes de caractérisation, soulève de nombreux problèmes importants qui nécessiteraient de nouvelles observations.

Notre étude s'inscrit dans le cadre de ces types de préoccupation. Nous avons alors organisé notre travail en trois chapitres.

Le premier chapitre comprend un certain nombre de rappels bibliographiques relatifs aux paramètres physiques macroscopiques influant sur le comportement général des poudres métalliques et céramiques tels que la taille, la forme, la coulabilité, la granulométrie, les paramètres de structure globaux etc..

Dans le deuxième chapitre, nous avons exposé les différentes méthodes et techniques expérimentales utilisées dans la MDP. Le processus de densification et l'étude de mélange des poudres font l'objet de la dernière partie de ce chapitre.

Dans le troisième chapitre, nous présentons les résultats relatifs à l'influence de la taille et de la forme sur la compressibilité de poudre métalliques et céramique.

Les résultats relatifs à la densification de mélange des poudres font l'objet de la dernière partie de ce chapitre.

Nous avons terminé cette étude par une conclusion générale et des perspectives.

# **Chapitre 1**

## **Rappels Bibliographiques**

# Chapitre 1 : Rappels Bibliographiques

---

## 1.1 Introduction

Les comportements collectifs des grains ou d'une poudre résultent des modes de juxtaposition des grains, de la nature des contacts, des interactions entre grains et des interactions du milieu granulaire avec le milieu environnant ou avec des champs de forces extérieures.

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

## 1.2 Les poudres

La poudre est un état fractionné de la matière. Il s'agit d'un solide présent sous forme de petits morceaux, en général de taille inférieure au dixième de millimètre (100  $\mu\text{m}$ ).

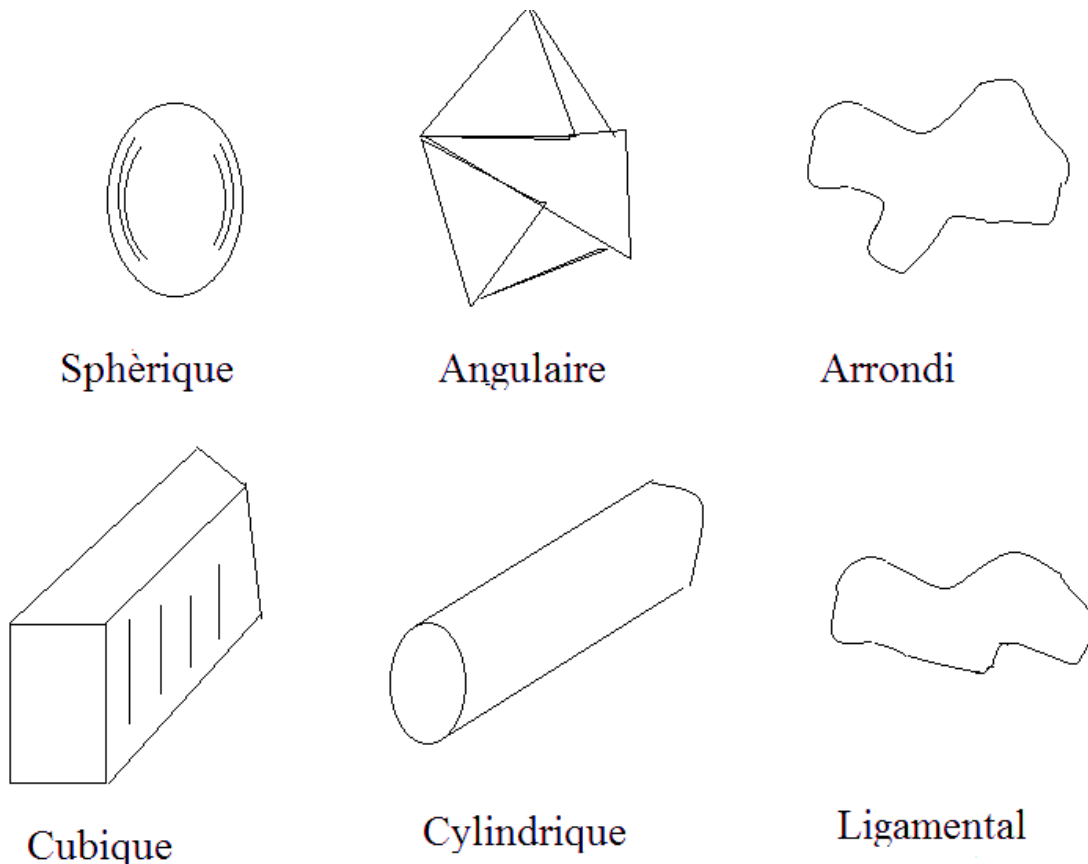
### 1.2.1 La forme

Par forme d'un objet, on entend sa manière d'être extérieure, la configuration de son enveloppe spatiale ; cela recouvre donc l'ensemble de ses caractéristiques géométriques identifiables par le sens visuel, indépendamment de la taille elle-même, dans le sens du volume occupé ; une bille, un ballon de basket ou même une planète sera immédiatement perçue comme des objets de forme. Alors que des objets avaient des formes très différentes. Une telle définition de la forme permet de s'affranchir de la notion de taille.

Cette définition, qui conduit à considérer qu'il existe une infinie variété de formes. .

Les descriptions qualitatives des formes à partir de critère plus ou moins précis restent toutefois utiles, car elles permettent malgré tout d'établir des corrélations empiriques est exploitables en terme de pratique industrielle : ainsi, par exemple, on sait très bien par expérience que des poudres de formes irrégulières donnent par compactage des agglomérés mécaniquement. Plus résistants que ceux qui sont obtenus à partir de poudres sphériques

Le comportement général des poudres est très influencé par la forme des grains. [3]



**Figure 1.1** : différentes formes de la poudre.

### 1.2.2 La taille

La notion de taille est en rapport avec la notion d'encombrement ou encore de portion d'espace occupée. Concrètement la taille n'est définie sans ambiguïté que dans le cas de sphère, une seule valeur suffit pour cela : le diamètre. Il n'est pas trop difficile non plus de définir la taille de grain ayant des formes géométriques simples.

Dans le cas de grains à forme totalement convexe, on peut imaginer de mesurer la longueur des segments définis par les intersections de la surface extérieure et des droites passant par le centre de gravité ; mais il faudrait dans l'absolu considérer une infinité de mesures. Et si les particules présentent des concavités, le problème se complique davantage, dans la mesure où des droites passant par le centre de gravité peuvent avoir plus de deux points d'intersection avec la surface extérieure de la particule.

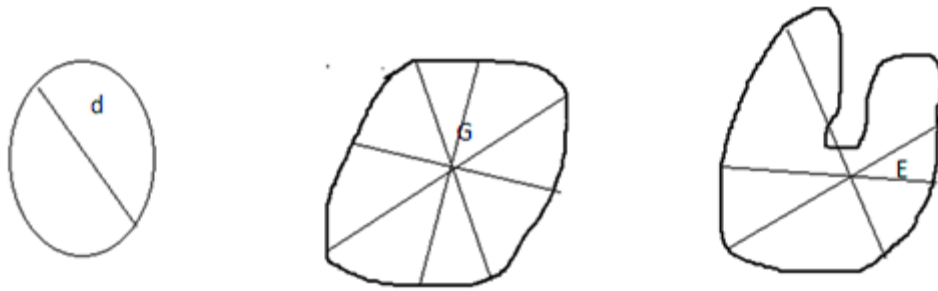


Figure 1.2 : la taille des particules de forme irrégulière.

### Mesure géométrique

#### a. Le diamètre de Ferret.

C'est la distance entre les deux tangentes extrêmes parallèles à  $\Delta$ .

#### b. le diamètre de Martin.

C'est la longueur de la corde parallèle à  $\Delta$  et qui partage la section projetée en deux parties égales.

#### c. L'intercept maximum.

C'est la corde de longueur maximale parallèle à  $\Delta$  et entièrement incluse dans l'aire projetée.

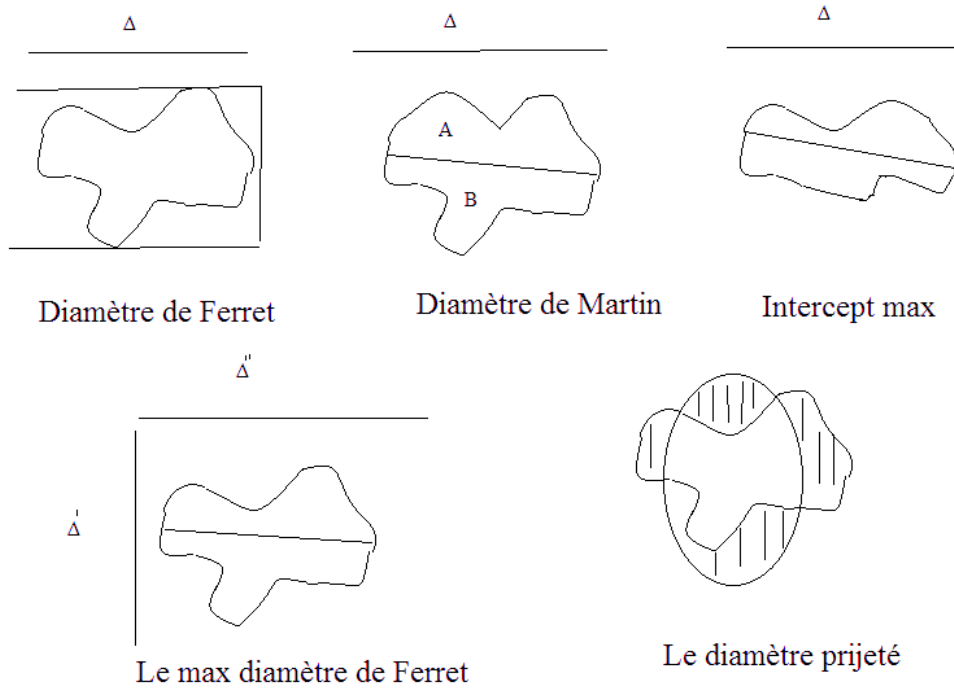
On définit aussi :

#### d. Le diamètre de Ferret maximum

Il le sera pour une direction particulière  $\Delta'$  ; c'est aussi le plus grand des intercepts définis pour la direction pour  $\Delta'$  perpendiculaire  $\Delta''$ .

#### e. Le diamètre projeté

C'est le diamètre de la sphère qui aurait la même surface projetée que la particule ; il ne fait donc référence à aucune direction particulière. [3]



**Figure 1.3 :** les différents types de diamètres.

## Notion diamètres équivalents

On adopte généralement l'hypothèse des particules sphériques et les diamètres ainsi calculés portent les noms de « diamètres équivalents ».

Nous avons déjà rencontré le diamètre projeté  $D_p$  qui est le diamètre de la sphère ayant même surface projeté que la particule examinée :

$$D_p = (4A/\pi)^{1/2} \quad (1.1)$$

On définit également le diamètre équivalent volumique  $D_v$  qui est le diamètre de la sphère ayant même volume que celui de la particule :

$$D_v = (6V/\pi)^{1/3} \quad (1.2)$$

Le diamètre équivalent surfacique  $D_s$  qui est cette fois le diamètre de la sphère ayant la même surface externe que la particule

$$D_s = (S/\pi)^{1/2} \quad (1.3)$$

# Chapitre 1 : Rappels Bibliographiques

---

## 1.2.3 Le tamisage

C'est la méthode la plus ancienne et encore très largement utilisée car elle est la plus économique. Elle consiste à mesurer le poids de matière qui passe au travers des mailles calibrées d'une toile de tamis. On superpose les tamis par maille décroissante et l'on mesure le poids de matière retenue sur chaque tamis. Cette opération peut se réaliser à sec, et en vibrant l'ensemble de la colonne de tamis.

Pour des grains de taille relativement importante. 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. Toutefois, si on se place dans l'hypothèse de grains sphériques et si on connaît la densité du métal, on pourra par le calcul passer de la distribution massique à la distribution en nombre.

Le résultat global du tamisage dépend du temps de tamisage, mais on constate généralement qu'au bout d'un certain temps, de l'ordre de quelques dizaines de minutes, les résultats n'évoluent pratiquement plus.

## 1.2.4 La granulométrie

La granulométrie est l'étude de la distribution statistique des tailles d'une collection d'éléments finis de matière naturelle ou fractionnée. L'analyse granulométrique est l'ensemble des opérations permettant de déterminer la distribution des tailles des éléments composant la collection. La distribution granulométrique est la représentation sous forme de tables, de nombres ou de graphiques, des résultats expérimentaux de l'analyse granulométrique. On associe parfois à l'analyse granulométrique l'analyse de la distribution statistique de la forme des grains, il s'agit de la granulomorphie.

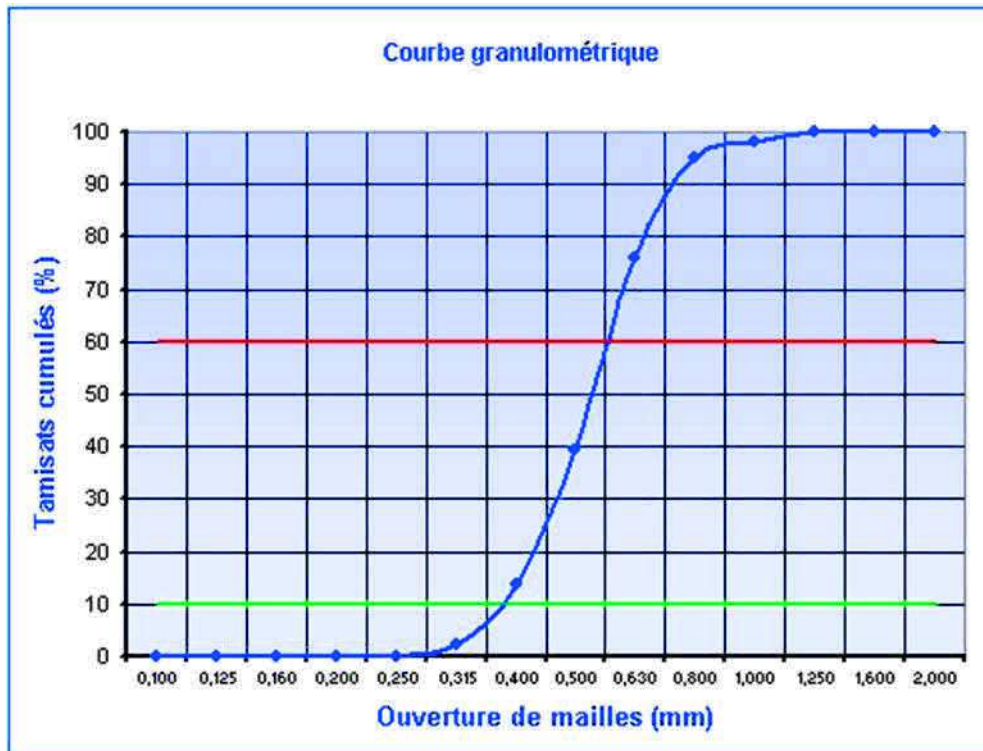


Figure 1.4 : courbe granulométrique.

La courbe des tamisats cumulés est encore appelée courbe granulométrique directe.

Elle permet donc de déterminer deux paramètres fondamentaux dans la caractérisation granulométrique des matériaux filtrants, soit :

### a. Taille effective

La taille effective, exprimée en mm (ou  $\mu\text{m}$ ) et notée TE, correspond à l'ouverture de maille laissant passer 10 % en poids de l'échantillon soumis à l'analyse.

Elle donne une indication sur les particules les plus fines, qui se retrouveront dans la partie supérieure de la couche filtrante.

Les anglo-saxons l'appellent parfois diamètre 10 percentiles.

La diversité 60 %, exprimée en mm (ou  $\mu\text{m}$ ), est donnée par l'ouverture de maille laissant passer 60 % en poids de l'échantillon soumis à l'analyse.

# Chapitre 1 : Rappels Bibliographiques

---

## b. Coefficient d'uniformité

Le coefficient d'uniformité, nombre sans dimension et noté CU, est égal au quotient de la diversité 60 % par la taille effective.

Ce coefficient donne une indication quant à l'homogénéité granulométrique de la masse filtrante. Un coefficient d'uniformité égale à 1 est représentatif d'une poudre homogène.

Le diamètre spécifique  $D_s$  et le diamètre moyen  $D_{50}$  (ou diamètre 50 percentiles) sont parfois utilisés dans les équations d'écoulement.

Ils peuvent être obtenus à partir de la taille effective et du coefficient d'uniformité par les relations suivantes :

$$D_s = TE (1 + 2 \log CU) \quad (1.4)$$

$$D_{50} = TE \times CU \times 0.834 \quad (1.5)$$

### 1.2.5 La coulabilité

La coulabilité d'une poudre est son aptitude à s'écouler librement de manière régulière et constante sous forme de particules individuelles.

Toutes les poudres ne coulent pas de la même facilité. Certaines même s'écoulent très mal, surtout quand elles sont très fines, mais aussi si elles contiennent de l'humidité ou plus généralement lorsque les particules sont liées par des forces cohésives, dont les origines peuvent être très diverses. Certaines forces résultent de pontage entre grains, d'autres sont issues des liaisons par interactions de champs électrostatique, magnétique, ou électronique.

La coulabilité dépend aussi de la nature de la poudre, de la forme et de la taille des particules.

Un écoulement peut aussi se bloquer dans un entonnoir pour des raisons purement mécaniques. C'est un problème qui se rencontre dans les silos agro-alimentaires, ou ceux des cimenteries ou des industries des poudres.

Il s'agit d'un blocage qui résulte de la formation d'arcs (voûtes) dans le milieu granulaire. [3]

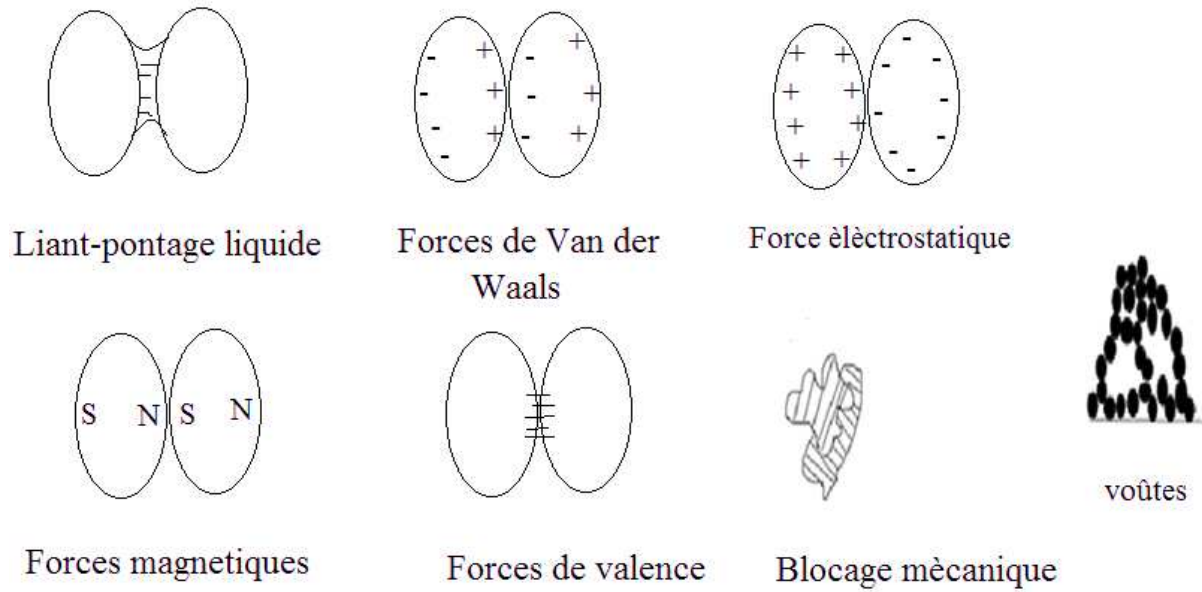


Figure 1.5 : les mécanismes de liaison inter-particules.

## 1.3 Paramètres de structures globaux

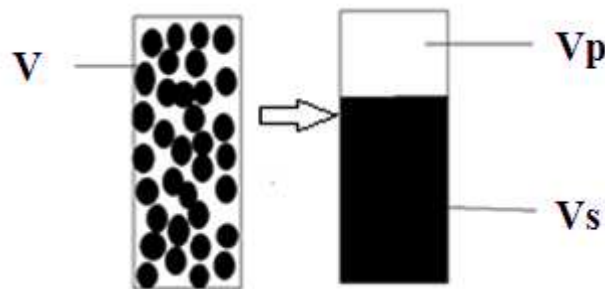


Figure 1.6 : présentation des volumes d'un milieu granulaire.

Soit :

$V$  le volume total occupé par le milieu granulaire (volume apparente)

$V_s$  le volume total des grains des solides (volume de la phase solide)

$V_p$  le volume des pores (volume de la phase poreuse)

On a :

$$V = V_s + V_p \tag{1.6}$$

# Chapitre 1 : Rappels Bibliographiques

---

On appelle :

## 1.3.1 La densité théorique ou réelle

Qui est cette fois la masse volumique du matériau solide constituant les grains de poudre par unité de volume.

On peut donc écrire :

$$\rho_t = M/V_s \quad (\text{g/cm}^3) \quad (1.7)$$

## 1.3.2 La densité apparente

La densité apparente  $\rho_a$  est définie par le rapport de la masse  $M$  de la poudre à son volume apparent  $V$  :

$$\rho_a = M/V \quad (\text{g/cm}^3) \quad (1.8)$$

## 1.3.3 La densité relative

La densité relative  $\rho_r$  est définie par

$$\rho_r = \rho_a / \rho_t \quad (1.9)$$

$\rho_r$ , qui est un nombre sans dimension, est  $\leq 1$ . La densité relative peut aussi s'exprimer en %.

On a :

$$M = V\rho_a = V_s \rho_t \quad (1.10)$$

D'où :

$$\rho_r = V_s/V \quad (1.11)$$

## 1.3.4 La porosité

La porosité est l'ensemble des vides (pores) d'un matériau solide. C'est une grandeur physique qui conditionne les capacités d'écoulement et de rétention d'un substrat.

La porosité est aussi une valeur numérique définie comme le rapport entre le volume des vides et le volume total d'un milieu poreux.

$$\varepsilon = V_p / V \quad (1.12)$$

# Chapitre 1 : Rappels Bibliographiques

---

Avec :

- $\varepsilon$  la porosité
- $V_p$  le volume des pores
- $V$  le volume total du matériau, c'est-à-dire la somme du volume du solide et du volume des pores.

## 1.3.5 Compacité C

La fraction volumique de la phase solide :

$$C = V_s/V \quad (1.13)$$

On a bien évidemment

$$C = 1 - \varepsilon \quad (1.14)$$

## 1.3.6 Le taux de vide

$$\emptyset = V_p/V_s \quad (1.15)$$

On montre facilement les relations :

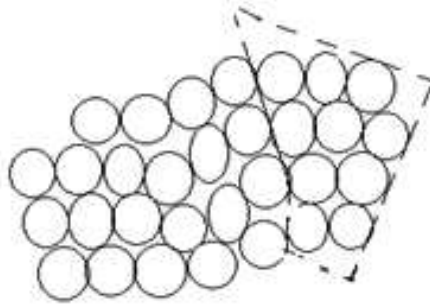
$$C = \varepsilon/\emptyset \quad (1.16)$$

## 1.4 La géométrie des contacts

### 1.4.1 Nombre de coordination Z ou coordinance

C'est le nombre de contacts qu'un grain peut avoir avec les autres grains de son voisinage ; on définit plutôt une coordinance moyenne, car tous les grains n'ont pas forcément le même environnement en voisins (les empilements ont généralement un caractère aléatoire, comme nous le verrons un peu plus loin).

$$Z = \frac{\text{Nombre total des contacts}}{\text{Nombre total de disques(ou de sphères)}} \quad (1.17)$$

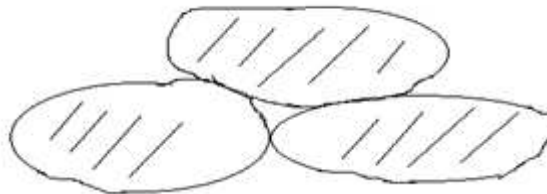


**Figure 1.7 :** le nombre de contacts des grains.

### 1.4.2 Coefficient de contiguïté

Dans un milieu granulaire, on peut distinguer des contacts solide/solide et des contacts solide/pore. On définit alors le coefficient de contiguïté dans la phase solide par le pourcentage de surface des particules qui est en contact avec des particules voisines.

Dans le cas de particules sphériques, il n'existe de surface de contact qu'après une certaine déformation des particules ; si les particules sont de formes irrégulières, des surfaces de contacts peuvent exister dès le départ.



**Figure 1.8 :** les surfaces de contact des grains.

### 1.5 La densification des poudres

La densification des poudres passe par une étape de compactage à froid, qui est une phase de mise en forme et de consolidation. Le milieu pulvérulent se transforme en une masse plus ou moins cohérente, ayant une forme choisie et une tenue mécanique suffisante pour être manipulable voire usinable.

## 1.5.1 Les aspects phénoménologiques de la compression

### Etape de restructuration des empilements

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, 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.

Ces redistributions des positions des grains correspondent à une augmentation de l'ordre et permettent de combler une partie significative des pores.

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

La réponse du milieu granulaire à l'action de la pression caractérise sa compressibilité.

La compressibilité d'une poudre est caractérisée par l'évolution de la densité apparente ou relative en fonction de la pression de compactage appliquée.

Partant d'une densité apparente correspondant à la poudre versée, on constate une augmentation rapide de la densité apparente ou relative. Cette densification se développe avec une vitesse décroissante correspondant à une élimination totale de la porosité. [3]

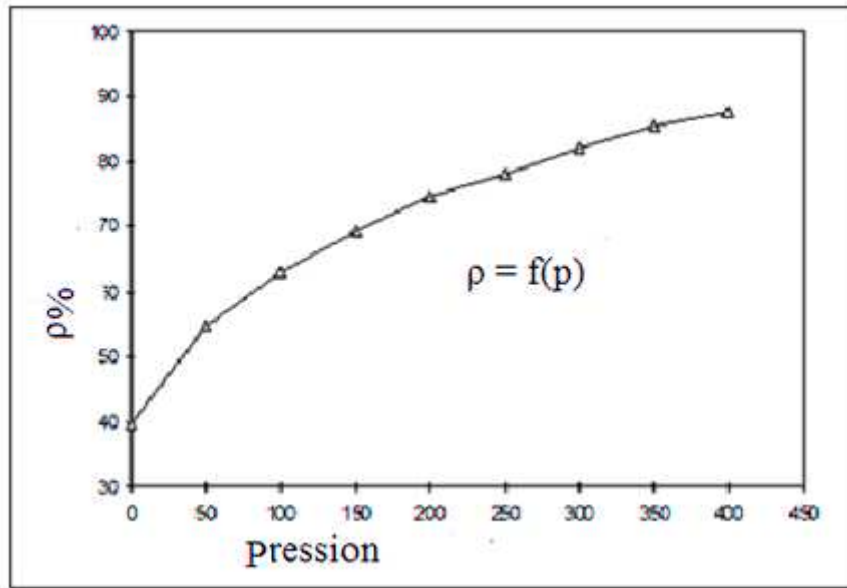


Figure 1.9 : les courbes de compressibilité.

### 1.5.2 Courbes de compressibilité et détection des différents mécanismes

Cette description en stades successifs reste une idéalisation car, dans la réalité les mécanismes se superposent plus ou moins, sans que l'on puisse définir de frontières précises ; il y a simultanément dans l'empilement des zones où des réarrangements se produisent et des zones où des grains se déforment. Cela explique que sur une courbe de compressibilité directe, dont nous avons vu divers exemples, on ne distingue aucune transition. Nous verrons cependant que dans certaines représentations, des transitions sous forme de rupture de pentes peuvent apparaître sur les courbes.

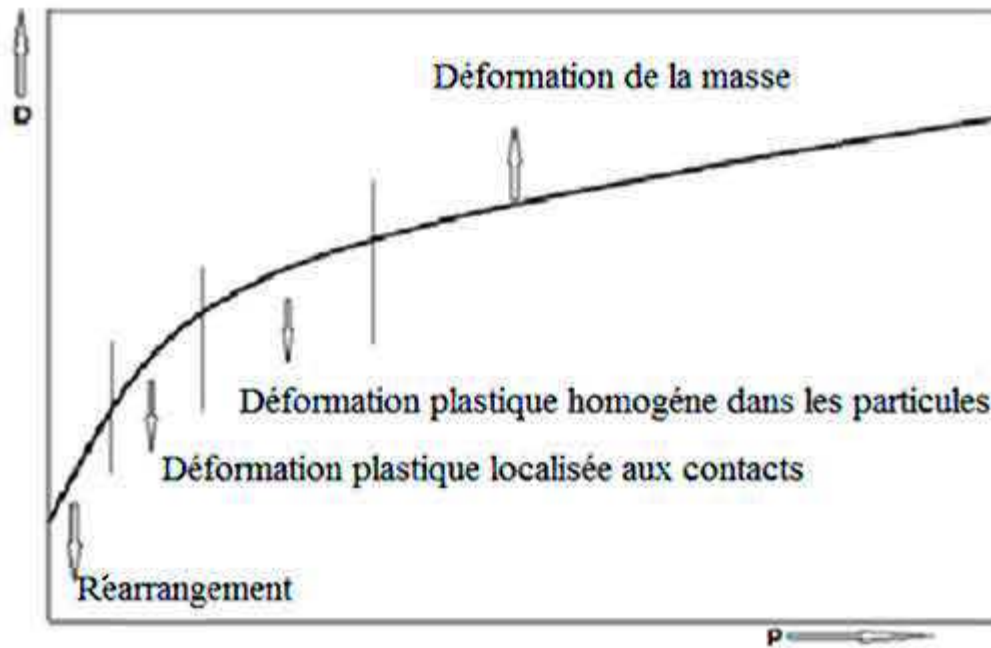


Figure 1.10 : courbes de compressibilité et les différents mécanismes.

### 1.5.3 Evolution des paramètres structuraux

La structure des empilements évolue constamment pendant le compactage des poudres, le taux de porosité décroît en fonction de la pression. Du point de vue microscopique, le nombre de coordinations  $z$  et les surface de contacte augmentent.

Ces déformations sont au départ très localisées, mais au fur et à mesure que la pression est augmentée, la déformation se répand dans des zones de plus en plus larges autour des points de contact. On est présence d'un véritable flux de matières en direction des pores voisins, ce qui se traduit encore par une réduction du volume des pores et donc du taux de porosité globale.

Cette déformation plastique des grains s'accompagne d'un accroissement continu du nombre de contacts et des surfaces en contact.

Il arrive enfin un moment où la déformation plastique est saturée et le milieu compacté ne peut plus subir que des déformations du type hydrostatique, analogue à celles d'un solide massif dense qui, on le sait bien, a une compressibilité quasi nulle (il faut rapprocher les atomes !). À ce stade tout gain supplémentaire dans la réduction du volume n'est plus permanent ; lorsque la pression est supprimée, il y a une détente élastique. On n'arrive

# Chapitre 1 : Rappels Bibliographiques

---

rarement pas à ce stade dans un compactage classique car il correspond à des pressions très élevées.

## 1.6 Mélanges de poudres

Le mélange des solides divisés et plus particulièrement à l'état de poudres fines ou ultrafines est une opération courante dans de nombreuses activités industrielles ; notamment dans les procédés de la métallurgie des poudres.

Le but de cette opération est de donner la meilleure homogénéité du mélange de deux ou plusieurs constituants. Pour atteindre ce but, plusieurs difficultés apparaissent ; elles sont dues principalement à des effets liés à la taille, à la forme, à la nature de la surface et à la densité des constituants composant le mélange.

### 1.6.1 Définition

Le but principal de l'opération de mélange est d'obtenir une distribution dans laquelle chaque particule d'un constituant est voisine d'une particule d'un autre. Une telle distribution est appelée : "mélange ordonné".

Les concepts théoriques d'un mélange complet ou incomplet sont basés sur des approches statistiques. Un mélange est dit complètement mélangé si des particules de différentes couleurs sont mélangées, et la probabilité de présence d'une particule en un certain point est la même en tout point du mélange.

Sur la base de cette définition, il résulte qu'un mélange est incomplet si la probabilité de présence, par exemple, d'une particule rouge n'est pas identique en tout point au sein du mélange. Ces deux définitions ont été utilisées pour décrire les mélanges ordonnés et les mélanges aléatoires.

Le mélange binaire aléatoire a été défini comme un mélange où la probabilité de trouver une particule d'un constituant n'est pas identique en tout point du mélange ; c'est généralement le cas en pratique

### 1.6.2 Les différents types de mélangeurs

#### a. Les mélangeurs à tambour

Ces types de mélangeurs peuvent traiter des volumes importants et conviennent aux poudres dures et aux matériaux abrasifs. Ils peuvent être munis de déflecteurs ou de systèmes rotatifs destinés à désagglomérer les poudres cohésives.

# Chapitre 1 : Rappels Bibliographiques

## b. Les mélangeurs à vis

Ce genre de mélangeurs offre la possibilité à l'opérateur de s'accommoder à la nature et aux caractéristiques des poudres à traiter, en faisant varier la section, le pas du ruban et l'espace entre la périphérie extérieure du ruban et le caisson. Un ruban large peut soulever et convoyer le matériau tandis qu'un ruban étroit coupera le matériau au cours de son transfert.

## c. Les mélangeurs à ruban

Ce sous-groupe de mélangeurs présente plusieurs variantes et à chaque variante on associe un mécanisme de mouvement.

La vis tourne autour de son axe propre et décrit une orbite autour de l'axe central du conteneur conique.

Dans une autre variante, la vis ne décrit aucune orbite mais tourne dans l'axe du conteneur conique. La vis est, elle-même, conique de sorte que l'aire remuée s'accroisse régulièrement avec la hauteur dans le conteneur.

Dans une autre variante, la vis centrale est contenue dans un logement cylindrique interne. Ce type de mélangeur est particulièrement adapté au mélange de poudres solides à écoulement facile.

### 1.6.3 Mécanismes des mélanges

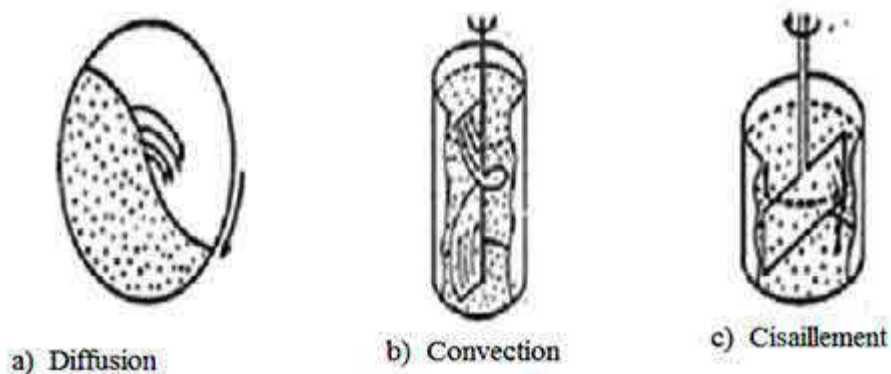


Figure 1.11 : mécanismes des mélanges.

#### a. Mélange par diffusion

Il s'agit d'un déplacement individuel des particules initié par des chocs et aboutissant à une redistribution individuelle des particules. Ce mécanisme est donc assez lent. Le terme

## Chapitre 1 : Rappels Bibliographiques

---

«diffusion», par analogie avec le terme de diffusion moléculaire, est un peu impropre car dans le cas des poudres un apport d'énergie est indispensable.

Ce type d'homogénéisation est réalisé par un mélangeur à tambour, le plan incliné du lit de poudre se brise permettant ainsi un écoulement par-dessus la surface.

La rotation continue du tambour alimenté constamment le plan incliné en poudre et entraîne ainsi l'intermélange des particules ; ce mécanisme permet de réaliser un mélange à petite échelle. [7]

### **b. Mélange par convection**

Il s'agit du déplacement des particules par blocs. Ceci nécessite le plus souvent l'intervention d'une force extérieure (une pale d'agitation par exemple) pour amener une énergie suffisante au système, conduisant à des réarrangements à l'échelle de l'appareil. Ce mécanisme seul ne permet ainsi qu'une homogénéité à grande échelle.

Dans ce type de mécanisme le mélange se fait par un mélangeur à vis. La vis coupe un petit volume de poudre et le transfère de la surface intérieure du lot vers d'autres points dans le lot de poudre.

### **c. Mélange par cisaillement**

Il s'agit d'un déplacement des particules en couches. Il apparaît des plans de déplacements de particules au sein du mélange. Le mouvement des particules est considéré comme une sorte de «convection de surface», ce mécanisme nécessite une énergie intermédiaire par rapport aux deux autres.

L'homogénéisation est réalisée par la division continue du lot de poudre et l'écoulement de la poudre le long des plans de glissement. Ce type de processus est souvent considéré comme une combinaison des deux premiers mécanismes. Dans ce cas le mélange est assuré par un mélangeur à ruban.

À l'échelle macroscopique, le mélange par convection pourrait être comparé au mouvement turbulent d'un liquide et le mélange par diffusion est analogue à la diffusion moléculaire.

Chaque type de mélangeur a un mécanisme prédominant, mais en général, les trois types de mécanisme contribuent simultanément à la réalisation d'un mélange à grande échelle.

### 1.6.4 Phénomène de ségrégation

#### Définition

La ségrégation, aussi appelée démélange, 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. Les propriétés suivantes sont données par ordre décroissant suivant leur sensibilité au phénomène de ségrégation :

- différence de taille des particules.
- différence de forme.
- différence de densité.

Les processus d'homogénéisation sont fortement influencés par le phénomène de ségrégation. Ce phénomène empêche le mélange d'atteindre son plus haut degré d'homogénéité ou son état parfait. [10]

L'état final d'un mélange peut être considéré comme l'équilibre d'un processus réversible :

Ségrégation  $\leftrightarrow$  Mélange

Moritz a suggéré une classification en deux groupes différents :

#### a. 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.

#### b. 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.

# Chapitre 1 : Rappels Bibliographiques

---

## **Ségrégation induite par vibrations**

Quand les composants d'un mélange de poudres, présentant une différence granulométrique, sont vibrés ; les grosses particules tendent à remonter sur la surface de la poudre même s'ils sont plus denses que les petites particules.

La ségrégation est appelée aussi percolation, c'est le mouvement des particules de la surface libre d'un mélange vers le fond, à travers les différentes couches ou "lits". Ce phénomène se produit spontanément si les composants du mélange présentent une forte différence granulométrique.

### **1.6.5 L'homogénéité**

Un mélange est dit homogène, si un certain nombre d'échantillons prélevés de ce dernier sont identiques en composition. Actuellement, l'homogénéité est caractérisée par cette définition, en supposant évidemment que les échantillons prélevés sont réellement représentatifs.

L'échelle ou le degré d'homogénéité "optimal" dépend largement de la nature et de la destination des mélanges à réaliser. Si le mélange est destiné, par exemple à la construction (béton), son degré d'homogénéité ne doit pas être nécessairement égal à celui d'un produit pharmaceutique. Dans l'industrie pharmaceutique le degré d'homogénéité doit être très précis ; des normes standards internationales sévèrement contrôlées doivent être respectées.

Ainsi, le terme "homogénéité", en général, n'est pas suffisant pour évaluer la qualité d'un mélange ; il ne pourrait être significatif que s'il est associé à une échelle appropriée.

Le degré d'homogénéité s'améliore au fur et à mesure que le nombre de contacts entre les constituants augmente. [5]

### **1.6.6 Les effets des caractéristiques des poudres**

La qualité d'un mélange ne pourrait être prévisible par des calculs basés simplement sur les caractéristiques de ses constituants car, certains phénomènes et forces intervenant pendant l'opération de mélange ne sont pas mesurables et les lois qui les régissent ne sont pas encore connues.

Les principales caractéristiques susceptibles d'influer sur l'homogénéité pendant le processus de mélange sont :

# Chapitre 1 : Rappels Bibliographiques

---

La taille des particules, la forme, la surface, la densité, la coulabilité, les effets de charges électrostatiques, la durée du mélange et la ségrégation. Ces propriétés dominent souvent l'opération de mélange.

## **a. La taille des particules**

En général, la taille des particules composant une poudre ou un mélange des poudres joue un rôle important dans l'uniformité d'un mélange.

Pendant l'opération de mélange, les grosses particules ont une forte tendance à ségréger. L'élimination des grosses, si possibles, est nécessaire pour améliorer la qualité du mélange.

## **b. La forme des particules**

La miscibilité des constituants d'une poudre est fortement influencée par la forme des particules. Les mélanges composés de particules sphériques, se réalise rapidement ; par conséquent, l'opérateur doit contrôler la durée du mélange et stopper l'opération de mélange une fois le degré du mélange désiré est atteint.

Le degré d'homogénéité est souvent perturbé par l'accumulation de charges électrostatiques induites par le frottement inter-grains et le frottement entre les particules et les parois du mélangeur.

## **c. La densité**

La différence de densités des poudres à mélanger présente un grand inconvénient dans les processus de mélange. Les particules de faible densité remontent sur la surface libre du mélange pendant que les particules denses occupent le fond. Ce phénomène se complique si les particules lourdes sont plus grosses que les particules légères. Les effets de la différence de taille et de la densité entrent en compétition et pourraient se compenser. Le problème se complique encore davantage si les particules fines sont plus lourdes que les grosses ; dans ce cas précis, les effets de la différence de taille et de densité, favorise le phénomène de ségrégation.

La qualité d'un mélange binaire dépend du rapport de taille des particules des deux constituants ; l'idéal est que les petites particules, occupent aux mieux les pores formés par les grosses particules.

## **d. Les effets de charges électrostatiques**

Le degré d'homogénéité est souvent perturbé par l'accumulation de charges électrostatiques induites par le frottement inter-grains et le frottement entre les particules et les parois du mélangeur. Ces effets de charges sont souvent observés dans les processus de mélanges de poudres et plus particulièrement dans les mélanges de poudres fines ou ultrafines. Ils sont à la base des problèmes qui empêchent les mélanges d'atteindre un bon degré d'homogénéité. En présence de ces charges, les particules se repoussent et perturbent l'homogénéité du mélange.

## **e. Influence de la durée du mélange**

Dans les processus de mélange, l'homogénéité ou l'uniformité dépend sensiblement de la durée du mélange, par exemple, le mélange des poudres sphériques atteint rapidement son degré d'homogénéité optimal ; ainsi l'opérateur doit estimer par des mesures le temps nécessaire pour atteindre le degré d'homogénéité optimal. Une fois ce degré atteint, l'opération de mélange doit être stoppée car, le degré d'homogénéité varie continuellement avec le temps de mélange et il existe, en général, une durée optimale en deçà et au-delà de laquelle l'homogénéité est moins bonne. Cette variation est souvent due à l'accumulation de charges électrostatiques qui font que les particules repoussent les unes les autres. Dans le cas où de telles charges se créent en cours de mélange, la durée optimale ne doit pas être dépassée pour ne pas "surmélanger". Le contrôle du temps de mélange devient encore plus important dans le cas des poudres composées de particules qui pourraient se fragmenter lors du processus de mélange. La fragmentation des particules induit de sévères changements dans le comportement des mélanges. La durée de mélange varie selon les caractéristiques des poudres à mélanger et le type de mélangeur utilisé.

## **1.7 Caractérisation de l'homogénéité d'un mélange**

### **1.7.1 Echantillonnage**

Le prélèvement d'échantillons d'un mélange est une opération délicate ; la qualité du mélange à analyser dépend de façon très critique de cette opération. La méthode de prélèvement, l'endroit, la taille de l'échantillon, le nombre d'échantillons à prélever et les méthodes d'analyse doivent être examinés. Le problème d'échantillonnage pourrait être résumé en trois termes qualificatifs : où, quand et comment ?

# Chapitre 1 : Rappels Bibliographiques

---

Les réponses à ses questions, dépendent directement du but de l'opération de mélange et de la nature du processus de mélange.

Les contrôles des mélanges doit être rigoureux, durant l'opération de mélange, des échantillons de différents endroits et a différentes durées de mélange doivent être prélevés et analysés. L'estimation de la qualité d'un mélange se fait par l'analyse et le calcul de la composition d'un petit volume prélevé du mélange. Ce traitement pourrait se réaliser sur des échantillons prélevés par des sondes. Une sonde optique peut être utilisée, elle permet à réaliser des mesures pendant l'opération de mélange. La taille de l'échantillon doit être adaptée à la taille de la poudre à analyser et la nature des particules et leurs tailles comparativement à la taille de l'échantillon doivent être considérées.

Afin d'avoir une estimation globale et précise sur l'homogénéité, un nombre d'échantillons suffisant doivent être prélevés de différents points du mélange. Quand un nombre important d'échantillons sont prélevés, l'opération risque de modifier la structure initiale du mélange. Une telle opération ne peut donner qu'une estimation globale sur la qualité du mélange. Généralement, trente à quarante échantillons pris convenablement d'un mélange, donnent une estimation correcte sur l'homogénéité.

L'estimation précise de la qualité d'un mélange est basée principalement sur les techniques des mesures. L'opération doit être réalisée sans perturber la structure initiale du mélange. La méthode la plus précise consiste à introduire une sonde dans le mélangeur, prélever un volume donné et déterminer sa composition. Le diamètre de la sonde varie entre 3 centimètres et quelques millimètres, selon la nature du mélange à analyser, la taille des particules et le volume du mélangeur.

Les perturbations induites par l'insertion de la sonde dans le mélange de poudres sont indépendantes du profil de la pointe de la sonde, ce qui signifie qu'elles sont provoquées par friction le long de la longueur de la sonde. Par conséquent, les échantillons sont de préférence prélevés à l'aide de la pointe de la sonde.

## **1.7.2 L'analyse statistique d'un mélange de poudres**

La détermination analytique de la déviation standard d'un mélange de poudres est décrite par la variation de la concentration d'un constituant, dans un échantillon donné, par rapport à la concentration vraie qui caractérise le mélange entier.

## Chapitre 1 : Rappels Bibliographiques

---

Les résultats obtenus, souvent par des relations de nature empiriques, traduisent généralement le degré d'homogénéité qu'il faut atteindre dans une application donnée.

Si, dans un mélange, le pourcentage d'un constituant dans le mélange entier est  $X$  ; et le pourcentage mesuré dans chacun des  $n$  échantillons représentatifs est  $X_i$  ; la différence entre les deux concentrations ( $X - X_i$ ) pourrait être négative ou positive. La valeur moyenne de tous les  $X_i$  mesurés dans chacun des échantillons prélevés, tendra vers la valeur  $X$ , si le  $n$  échantillons prélevés sont réellement représentatifs.

La variance s'écrira :

$$s^2 = \sum_{i=1}^n [(X - X_i)^2 / n] \quad (18)$$

Où  $s$  est la déviation standard.

# **Chapitre 2**

## **Méthodes Expérimentales**

### 2.1 Introduction

Dans ce chapitre nous exposons les différentes méthodes de mesure des divers paramètres physiques influant sur le comportement général des poudres et des mélanges de poudres.

### 2.2 Coulabilité et l'angle de repose

#### 2.2.1 Mesure de la coulabilité

La coulabilité se mesure par des tests normalisés. Le plus simple et le plus courant consiste à mesurer le temps nécessaire pour que 50g de poudre s'écoulent complètement à travers un entonnoir normalisé identique à celui qui est utilisé pour la mesure de la densité apparente. Elle peut s'exprimer aussi sous forme de vitesse d'écoulement, c'est-à-dire la masse de poudre qui s'écoule en moyenne par seconde. [3]

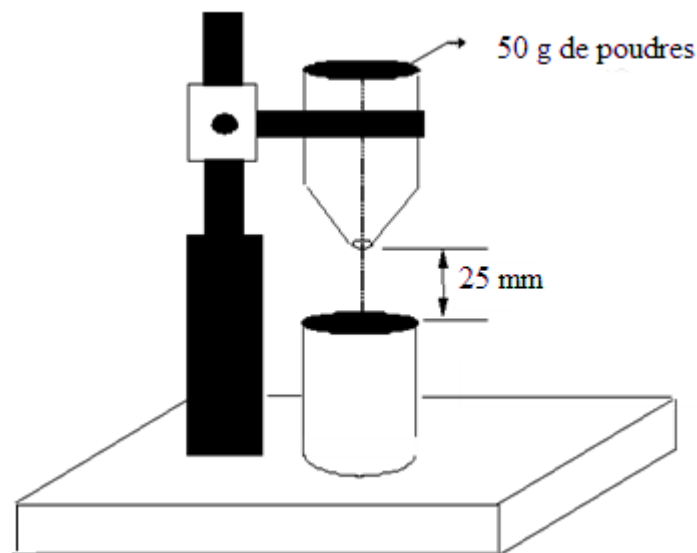


Figure 2.1 : mesure de la coulabilité.

#### 2.2.2 Angle de repose

L'angle de repose est défini par l'angle à la base d'un empilement formé par une poudre versée librement sur une surface horizontale. Cet angle est étroitement lié aux forces de frictions inter-granulaires et des forces de cohésion.

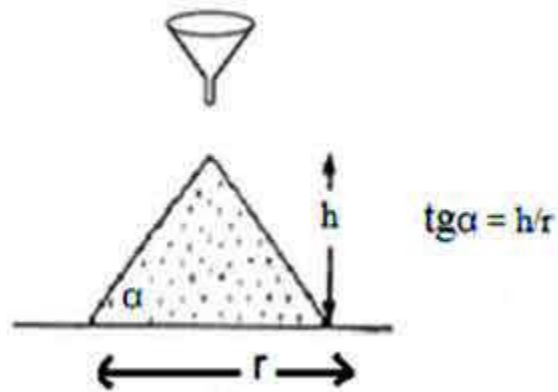


Figure 2.2 : mesure d'angle de repose. [7]

### 2.3 Mesure de la densité apparente

#### Méthode 1

Cette méthode est utilisée dans le cas des poudres qui s'écoulent facilement. La densité apparente  $\rho_a$  est mesurée en remplissant complètement de poudre un récipient calibré de volume  $V$  égal à  $25\text{cm}^3$ . On doit éviter pendant l'opération de mesure, toute vibration ou choc. La masse  $M$  de la poudre est ensuite mesurée et on déduit la densité apparente.

$$\rho_a = M/V \text{ (g/cm}^3\text{)} \quad (2.1)$$

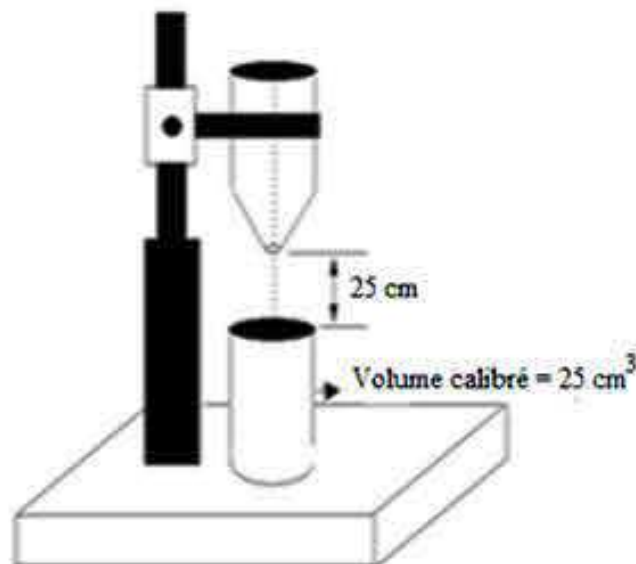


Figure 2.3 : mesure de la densité apparente.

### Méthode 2

Dans le cas des poudres fortement cohésives, on utilise un autre dispositif. Un cylindre rempli de poudre est posé sur une plaque parfaitement lisse et percée d'un trou de volume calibré  $V = 20 \text{ cm}^3$ . On fait glisser progressivement le cylindre sur la plaque de façon à remplir de poudre le trou de la plaque. On pèse la masse de la poudre récupérée puis on calcule sa densité apparente. [3]

$$\rho_a = M/V \text{ (g/cm}^3\text{)} \quad (2.2)$$

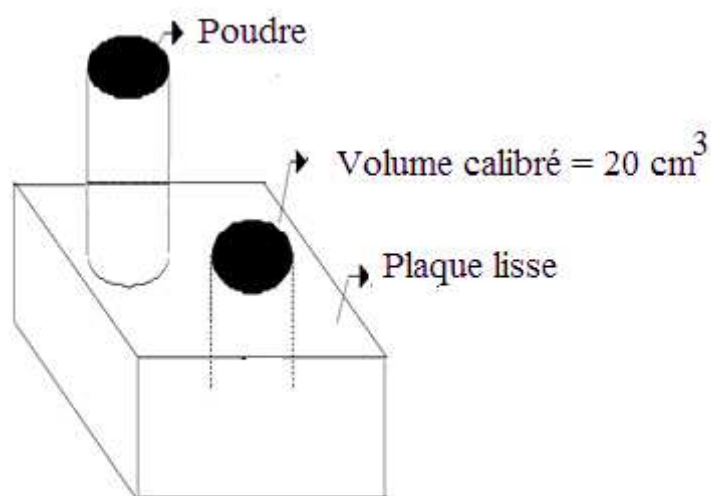
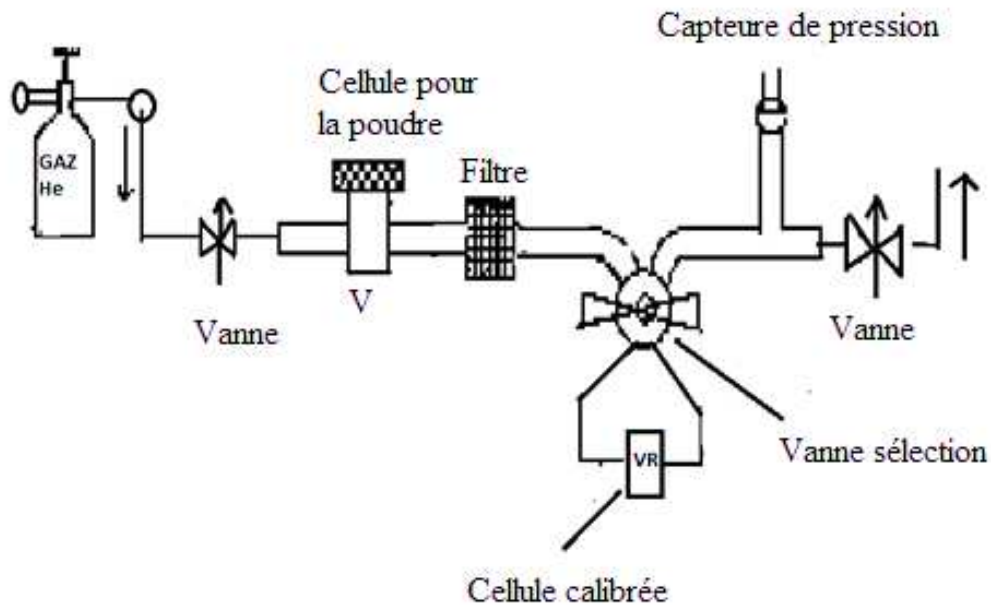


Figure 2.4 : mesure de la densité apparente.

### 2.4 Mesure de la densité vraie des poudres

Pour mesurer la densité vraie ou théorique d'une poudre, le principe consiste à mesurer le volume réellement occupé par les particules solides d'un lot de poudre de masse connue à l'aide d'un pycnomètre à hélium.

L'usage de l'hélium a deux avantages : Il pénètre des microporosités de l'ordre de quelques Angströms et se comporte comme un gaz parfait.



**Figure 2.5 :** pycnomètre à hélium.

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

Au départ, 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, thermique et à une température  $T$  :

$$PV = nRT \quad \text{Cellule 1} \quad (2.3)$$

$$PV_R = n_R RT \quad \text{Cellule 2} \quad (2.4)$$

Où  $n$  et  $n_R$  sont respectivement le nombre de moles dans la cellule échantillon de volume  $V$  et dans la cellule référence calibrée de volume  $V_R$ .

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 :

$$P(V - V_S) = n_1 RT \quad (2.5)$$

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

## Chapitre 2 : Méthodes Expérimentales

---

On pressurise l'hélium dans cette cellule jusqu'à 100 KPa ; ce qui élève la température.

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

$$P_2(V-V_S) = n_2RT \quad (2.6)$$

Avec :  $n_2 > n_1$

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 :

$$P_3(V-V_S) + P_3V_R = n_2RT + n_1RT \quad (2.7)$$

D'autre part :

$$P_3(V-V_S) + P_3V_R = P_2(V-V_S) + PV_R \quad (2.8)$$

$$(P_3 - P_2)(V - V_S) = (P - P_3)V_R \quad (2.9)$$

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

$$V_S = V - (P - P_3) / (P_3 - P_2)V_R \quad (2.10)$$

Et par suite la densité réelle OU théorique sera :

$$\rho_t = M/V_S \quad (2.11)$$

### 2.5 Mesure la densité tapée

La densité tapée est mesurée, directement en versant une masse donnée de poudre dans une éprouvette graduée que l'on soumet à des chocs verticaux communiqués par une came en rotation. Le volume apparent vibré est directement lu sur les graduations de l'éprouvette.

La diminution progressive du volume apparent sous l'effet des chocs verticaux est liée aux réarrangements des grains et à leur morphologie. [3]

### 2.6 La densification des poudres

#### 2.6.1 Etude de la compression

La compression comprend trois phases :

##### a) Le remplissage de la matrice

On prélève une quantité de poudre de masse  $M$  ; cette quantité doit correspondre à une hauteur initial  $h_0$  inférieure ou égale au diamètre  $d$  de la matrice pour minimiser les effets dus aux frictions entre les grains et la paroi et admettre alors que la densification est homogène.

##### b) La compression

La poudre est soumise à la compression en matrice à l'aide d'une machine MTS 810. La force étant appliquée par le déplacement d'un vérin hydraulique.

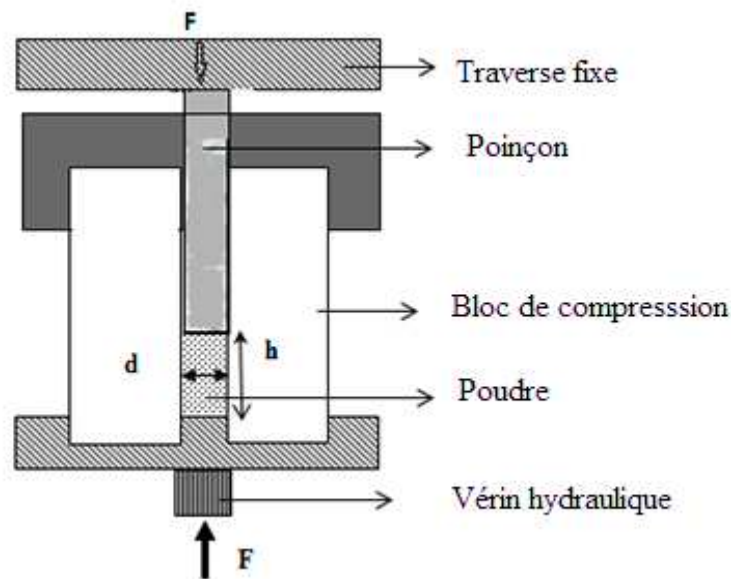


Figure 2.6 : l'étape de la compression. [6]

Un programme permettant de fixer la vitesse d'application de la force en (mm/min) et la force maximale en (KN) enregistre en continu le déplacement  $dh$  du poinçon et la force pressante appliquée. Ces données sont traitées et exploitées pour étudier le comportement du milieu granulaire en compression. [6]

## Chapitre 2 : Méthodes Expérimentales

La densité à vert  $\rho_a$  de la poudre, la pression  $P$ , la densité relative  $\rho_r$  et la porosité s'écrivent :

$$\rho_a = M/h.S = 4M/\pi d^2 h \quad (2.12)$$

$$p = F/S = 4F/\pi d^2 \quad (2.13)$$

$$\rho_r = \rho_a/\rho_t \quad (2.14)$$

$$\varepsilon = 1 - \rho_r \quad (2.15)$$

Où  $S$  est la section de la matrice.

### c) Ejection

La poudre compactée est éjectée et récupérée dans un cylindre creux en combinant l'action des deux vérins inférieur et supérieur de la presse hydraulique MTS.

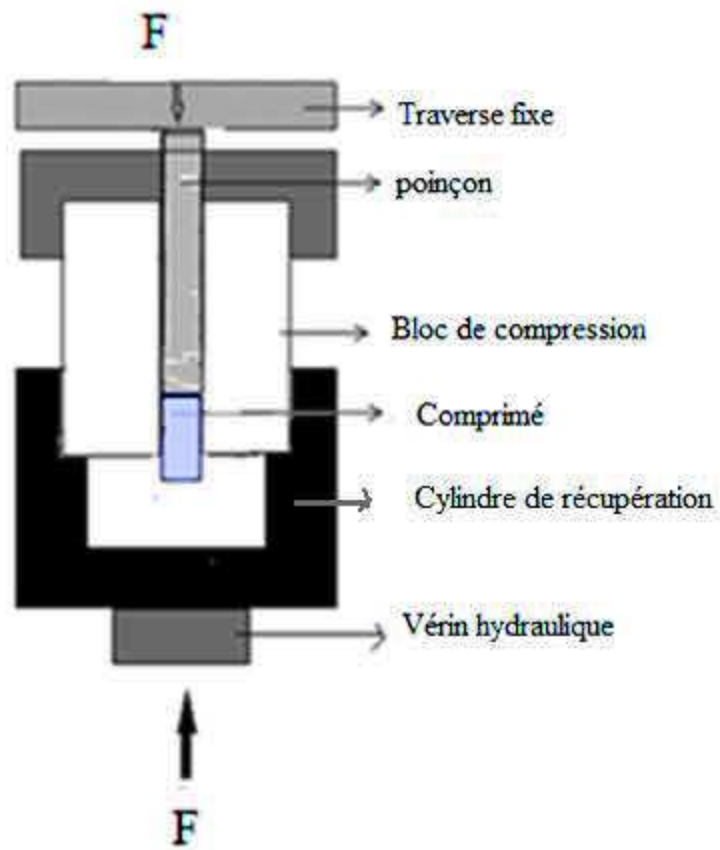


Figure 2.7 : l'éjection du comprimé.

### 2.6.2 La relaxation

Au cours de la compression, le lit de poudre a gagné de l'énergie fournie par les différents mécanismes qui ont contribué à la densification. Une partie de l'énergie est stockée sous forme élastique, qui dépend du comportement de la poudre et des paramètres du processus de compaction, sera restituée lors de l'étape de décharge. Cette énergie emmagasinée est la source de l'expansion du comprimé. Au cours de la décharge, le comprimé pourrait subir un rebond qui entraînerait son délaminage en effet, suite au retrait du poinçon, le comprimé est soumis à des contraintes en tension qui peuvent séparer les surfaces interparticulaires. Par conséquent, une détente du comprimé plus ou moins importante, selon les propriétés de la poudre et les conditions de la compression, peut entraîner le clivage du comprimé.

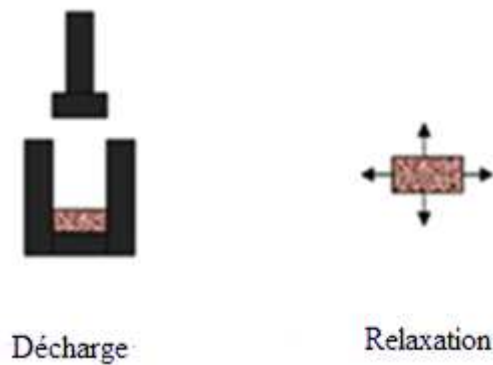


Figure 2.8 : l'étape de relaxation.

## 2.7 Mélanges de poudres

### 2.7.1 Réalisation des mélanges binaires

Tous les mélanges de cette étude ont été réalisés à l'aide d'un mélangeur (TURBULA T2C) basée sur le principe cinématique de renversement.

Les produits se trouvant dans le récipient de travail sont soumis à un mouvement tridimensionnel qui provoque deux tourbillons en sens opposés. On peut agir sur l'intensité du mélange en changeant la vitesse d'entraînement, le degré de remplissage ou encore la durée du brassage.

De plus, la qualité et les propriétés des mélanges, pour des conditions opératoires identiques, dépendent de la nature, de la taille et de la morphologie des poudres constituant le mélange ainsi que de leurs proportions relatives.

## Chapitre 2 : Méthodes Expérimentales

Dans le cadre de cette pré-étude, seuls les effets de la composition et de la durée du mélange ont été observés.

L'étude systématique des opérations de mélange peut être schématisée par l'organigramme suivant :

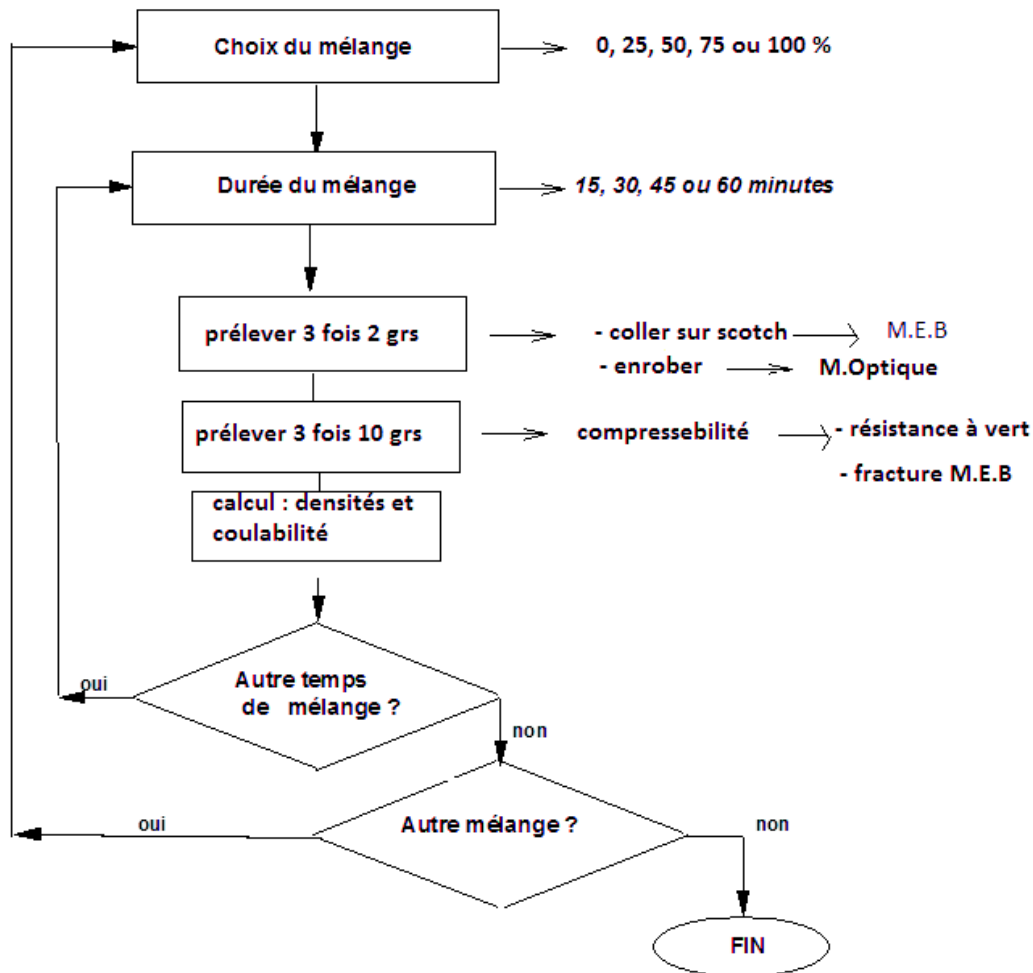


Figure 2.9 : organigramme utilisé dans la réalisation des mélanges de poudres.

### 2.7.2 Prélèvement d'échantillons sur scotch

De chaque mélange, (composition et durée du mélange donnée), on prélève environ deux grammes. Cette quantité de poudre est répartie uniformément sur une surface plane puis collée soigneusement sur une bande de scotch d'environ deux centimètres de long. Ces échantillons ainsi préparés sont observés au microscope et les images sont restituées sur l'imprimante vidéo par l'intermédiaire d'une caméra CCD ou encore par micrographie.

## Chapitre 2 : Méthodes Expérimentales

---

Dans le cas des échantillons devant être observés au microscope électronique à balayage on opère avec un scotch conducteur. Cette méthode fournit des informations relativement précises sur la composition, mais pas sur la structure spatiale de l'empilement.

### 2.7.3 Préparation des échantillons par enrobage dans la résine

L'étude par analyse d'images s'effectue sur des sections planes polies ; ce qui suppose une préparation préalable par enrobage des poudres mélangées dans la résine.

De chaque mélange, on prélève une quantité d'environ cinq grammes de poudre que l'on dispose sur le fond d'une coupelle en plastique dans laquelle on verse une résine Epoxy chauffée à 50 °C et mélangée à un durcisseur.

Après démoulage, les enrobés obtenus sont polis mécaniquement. On obtient alors des mélanges plans. Les plans coupent les grains sphériques de façon aléatoire, on conserve la structure de l'empilement figé par la résine, aux petits déplacements près lors de l'infiltration. Les coupes ainsi préparées sont observées au microscope optique ou microscope électronique à balayage (MEB).

### 2.7.4 Calcul de la densité relative du mélange

Soit un mélange binaire formé de deux constituants, céramique et métallique.

Soient  $M$ ,  $\rho_t$  et  $V$  respectivement la masse, la densité théorique et le volume du mélange.

Et Soient :  $m_m$ ,  $V_m$ ,  $\rho_m$  et  $C_m$  respectivement la masse, le volume, la densité et la concentration massique du métal.

Et  $m_c$ ,  $V_c$ ,  $\rho_c$  et  $C_c$  respectivement la masse, le volume, la densité et la concentration massique du céramique.

$$\text{On a :} \quad M = m_m + m_c \quad (2.16)$$

$$V = V_m + V_c = (m_m/\rho_m) + (m_c/\rho_c) \quad (2.17)$$

$$\rho_t = \frac{M}{V} \quad (2.18)$$

$$\text{Avec :} \quad m_m = C_m M \quad (2.19)$$

$$m_c = C_c M \quad (2.20)$$

$$M = C_m M + C_c M \quad (2.21)$$

$$C_c + C_m = 1$$

$$C_c = 1 - C_m$$

D'où

$$\rho_t = \frac{M}{V} = (C_m M + C_c M) / ((m_m/\rho_m) + (m_c/\rho_c))$$

$$\rho_t = \rho_m \rho_c / ((\rho_c C_m + \rho_m(1-C_m))) \quad (2.22)$$

D'où, la densité relative  $\rho_r$  s'écrira :

$$\rho_r = \rho_a [(\rho_c C_m + \rho_m(1-C_m))/(\rho_c \rho_m)] \quad (2.23)$$

$$\rho_r = \rho_a [(C_m/\rho_m) + (1/\rho_c) - (C_m/\rho_c)] \quad (2.24)$$

### 2.7.5 Les méthodes de mesures en ligne de l'homogénéité des mélanges

#### a. Les méthodes spectroscopiques

La spectroscopie proche infrarouge (SPIR) est une méthode physicochimique d'analyse basée sur l'interaction entre un rayonnement lumineux dans le domaine proche infrarouge (10.000-4000  $\text{cm}^{-1}$  ou 1000-2500 nm) et les molécules de l'échantillon. Le principe de la SPIR repose sur l'absorption de la lumière à des longueurs d'onde du spectre électromagnétique, qui sont spécifiques aux molécules constitutives de l'échantillon. Lorsqu'un faisceau lumineux atteint la surface d'un échantillon, il peut être absorbé, transmis ou réfléchi. Selon le principe de la conservation de l'énergie, l'intensité totale du rayonnement incident doit être égale à la somme de l'intensité des rayons absorbés, transmis et réfléchis.

Les avantages généralement attribués à cette technique sont la rapidité et la simplicité de la mesure.

## Chapitre 2 : Méthodes Expérimentales

---

- **Mesure en réflexion**

La mesure en réflexion consiste à mesurer la lumière réfléchiée par l'échantillon. L'intensité de la lumière réfléchiée est mesurée par un détecteur de réflexion se trouvant du même côté de l'échantillon que la source lumineuse. La réflectance  $R$  est définie comme étant le rapport d'intensité :

$$R = I_R / I_0 \quad (2.25)$$

Avec  $I_R$ : l'intensité réfléchiée par l'échantillon analysé.

$I_0$ : l'intensité réfléchiée par un matériau non absorbant pris comme référence.

L'absorbance est définie comme étant le logarithme décimal de l'inverse de la réflectance  $R$ , selon les équations :

$$A = \log (1/R) \quad (2.26)$$

- **Mesure en transmission**

La mesure en transmission consiste à mesurer la lumière transmise à travers l'échantillon à analyser. En raison de l'absorption de la lumière par l'échantillon, l'intensité du faisceau est atténuée depuis la valeur  $I_0$  à l'entrée d'un côté de l'échantillon jusqu'à la valeur  $I_T$ , à la sortie de l'autre côté. La transmittance  $T$  est définie comme étant la fraction d'énergie lumineuse traversant l'échantillon de part en part. Elle est égale au rapport d'intensité :

$$T = I_T / I_0 \quad (2.27)$$

L'absorbance est définie comme étant le logarithme décimal de l'inverse de la transmittance  $T$  :

$$T = \log (1/T) \quad (2.28)$$

La spectroscopie PIR peut être utilisée de différentes manières :

**Soit une analyse off-line** : un échantillon est analysé en dehors du mélangeur. Dans ce cas, on reste confronté aux difficultés liées au prélèvement.

## Chapitre 2 : Méthodes Expérimentales

---

**Soit une analyse in-line** : une fibre optique est fixée au mélangeur et des spectres sont pris après arrêt du mélangeur. Une fenêtre peut aussi être placée sur la paroi du mélangeur à travers laquelle les spectres peuvent être mesurés. [2]

Ces caractéristiques sont utilisées pour caractériser l'homogénéité d'un mélange.

### **b. Technique d'analyse d'images**

L'analyse d'images est devenue l'outil indispensable pour la caractérisation des poudres et des mélanges de poudres. Les analyseurs d'images quantitatifs se composent d'une caméra qui peut être combinée à un microscope optique, un appareil de projection ou un microscope électronique. Les signaux provenant de l'image reçue par la caméra sont traités par une unité centrale qui calcule les surfaces occupées par les différents composés même avec un faible contraste de couleurs. Il est également possible de répartir les particules en classes de diamètres. La zone en cours d'examen est visualisée sur un écran ; le système est accessible au clavier ou commandé par menu. Avec un tel dispositif, il est possible de choisir les objets à examiner, d'en effacer et de séparer des particules adjacentes. Ces systèmes permettent fréquemment la correction des images ou l'utilisation de méthodes de classement telles que l'intensification d'image par détection du niveau de gris pour obtenir un meilleur contraste. On décrit ci-dessous le principe de cette technique analytique :

Une image «réelle » va être transformée en une image numérique par différents outils de transformation (caméra, scanner..). Cette image numérique est constituée de pixels contenant chacun différentes informations (intensité lumineuse, couleur...). Ces informations seront codées dans une grille échelonnée, le niveau de gris, de 0 à n par exemple (généralement  $n=250$ ). En fonction des formes recherchées (grains d'une certaine taille, zones de couleurs particulières), on va séparer les structures intéressantes des autres par l'opération de seuillage qui consiste à donner la valeur 1 aux structures qui vérifient les critères sélectionnés et 0 aux autres. On obtient donc une matrice binaire qui donne une information quantitative sur la forme recherchée. L'opération de seuillage permet de traiter l'image et de définir des grandeurs mesurables car c'est un passage obligatoire pour toute analyse morphologique ultérieure. Il permet de sélectionner les parties de l'image qui intéressent l'opérateur, par exemple 2 types de grains (blancs et sombres) dans un mélange de poudres. On peut donc, par exemple, attribuer la valeur 1 à tous les pixels de l'image numérique qui ont un niveau de gris compris entre deux valeurs  $i_1$  et  $i_2$ , choisies par l'opérateur ; et attribuant à tous les autres pixels la valeur 0. Après seuillage, les parties de l'image sélectionnée seront

## Chapitre 2 : Méthodes Expérimentales

traduites en noir et blanc. L'image, digitalisée par l'ordinateur (0 et 1), est appelée image binaire. Cette dernière, tout comme l'image numérique, contient des informations superflues qu'il convient d'éviter, ou masquées qu'il faut alors révéler. La méthode d'analyse d'image a été utilisée et développée par plusieurs chercheurs qui ont voulu évaluer la qualité d'un mélange de poudres. [9]

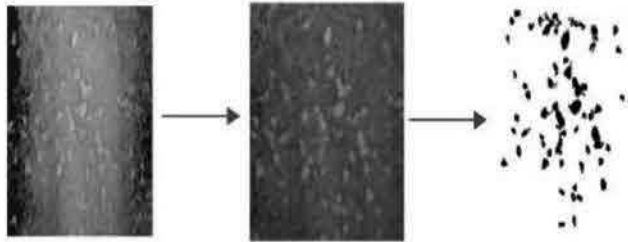


Figure 2.10 : seuillage d'une image numérique montrant les grains.

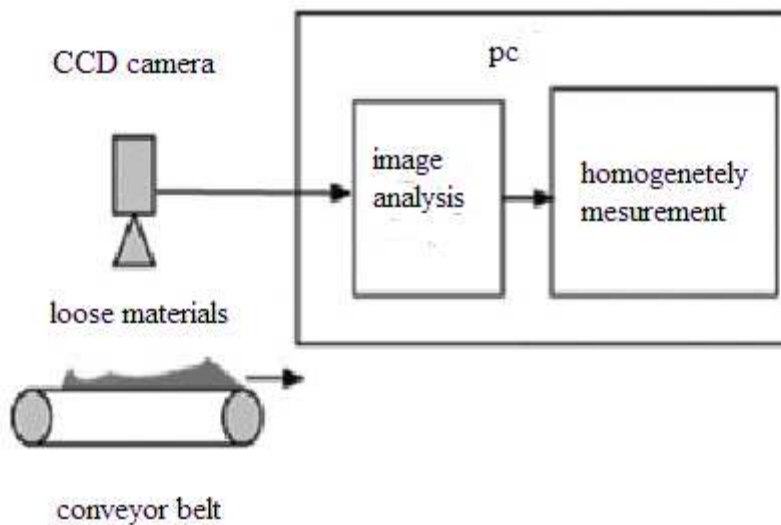


Figure 2.11 : diagramme de mesure d'homogénéité d'un mélange de solides par analyse d'image.

# **Chapitre 3**

## **Résultats expérimentaux**

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

### 3.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats relatifs à l'influence des différents paramètres physiques sur le comportement général des poudres.

Les résultats relatifs à la densification de mélange des poudres font l'objet de la dernière partie de ce chapitre.

### 3.2 Etude de la coulabilité et de la densité apparente

#### Système : Bronze/Verre.

Les principales caractéristiques des poudres étudiées sont regroupées dans les tableaux (3.1) et (3.2) ci-après :

Durée du mélange (min)	% de Verre	% de Bronze	Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	Vitesse d'écoulement (g/s)
/	0	100	5,20	4
15	5	95	4,60	Nulle
15	10	90	4,14	//
15	15	85	3,72	//
15	25	75	3,09	//
15	50	50	2,23	//
15	75	25	1,75	//
15	90	10	1,55	1,04
/	100	0	1,43	0,89
30	10	90	4,13	Nulle
30	25	75	3,13	//
30	50	50	2,27	//
30	75	25	1,76	//
60	10	90	4,18	Nulle
60	25	75	3,24	//
60	50	50	2,30	//
60	75	25	1,75	//

**Tableau 3.1** : les caractéristiques des mélanges étudiés.

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

### Système : Cuivre/SiC.

Durée du mélange (min)	% de SiC	% de Cuivre	Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	Vitesse d'écoulement (g/s)
/	0	100	3,43	5,53
15	2	98	3,31	2,58
15	5	95	3,15	Nulle
15	25	75	2,27	//
15	50	50	1,62	//
15	75	25	1,24	//
/	100	0	0,975	//
30	25	75	2,25	//
30	50	50	1,65	//
30	75	25	1,27	//
60	25	75	2,18	//
60	50	50	1,57	//
60	75	25	1,28	//

**Tableau 3.2 :** les caractéristiques des mélanges étudiés.

Dans le cas du système Bronze/verre, les deux constituants pris isolément présentent une certaine coulabilité, la vitesse d'écoulement des poudres de Bronze étant environ quatre fois plus supérieure à celle du verre. L'écoulement du mélange à 10% en masse de verre est encore relativement facile ; pour 25% la coulabilité devient nulle et il en est de même lorsqu'on élève le pourcentage de verre.

En ce qui concerne le système Cu-SiC, seule la poudre de cuivre a une coulabilité non nulle. Les trois mélanges utilisés se caractérisent quant à eux par une absence totale de la coulabilité. La poudre perd sa coulabilité au-delà d'une concentration 2% en masse de SiC.

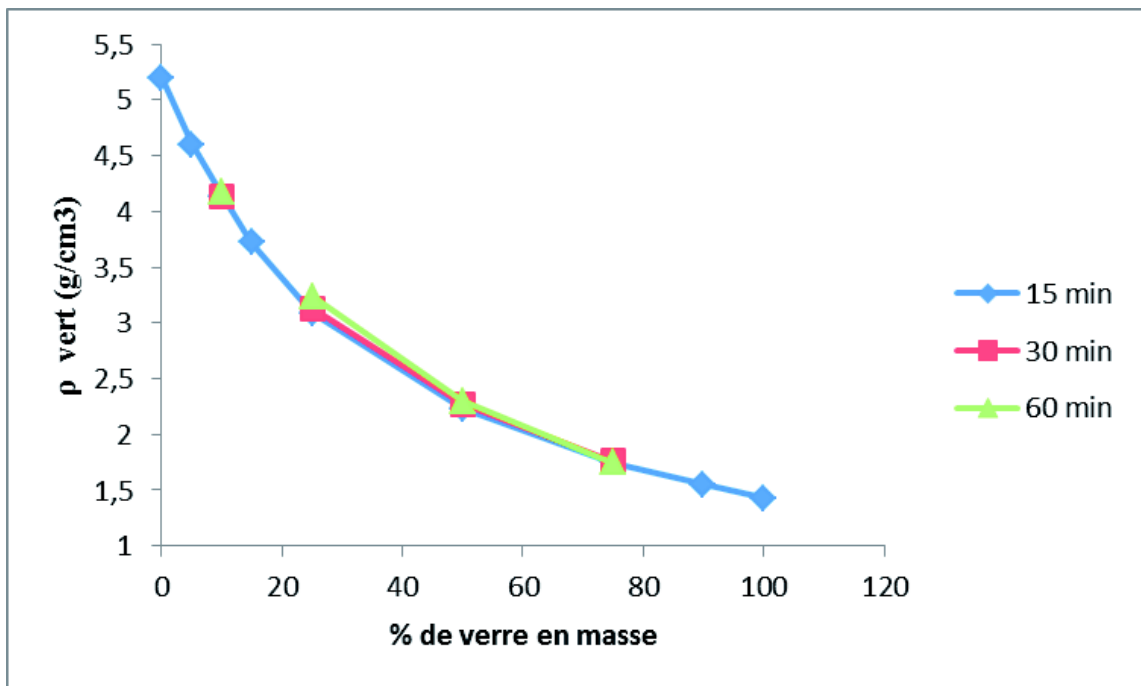
La courbe de la figure (3.1) représente l'évolution de la densité apparente des mélanges en fonction de la composition massique en verre dans la poudre de bronze et ceci pour trois durées de mélange.

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

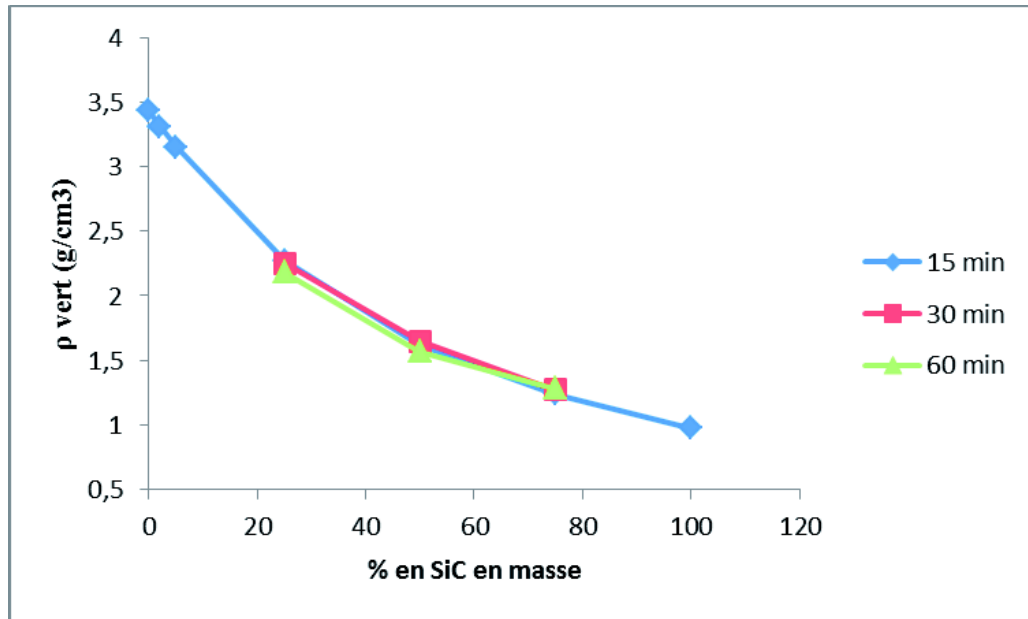
A la figure (3.2), nous représentons le même type de résultats, mais concernant cette fois les mélanges Cu-SiC.

Ces courbes ont l'allure typique des systèmes composites, mais il s'agit de comparer ces valeurs expérimentales avec celles qui correspondraient à des systèmes parfaitement mélangés.

On peut d'ores et déjà remarquer que la durée de mélange (lorsqu'on passe de 15 minutes à 60 minutes) n'a pratiquement aucun effet sur la densité apparente des mélanges. Lorsqu'un constituant est nettement majoritaire ; toutefois dans les domaines de composition intermédiaires, la densité apparente tend à augmenter légèrement avec la durée du mélange, comme on le met plus nettement en évidence par les courbes (3.1) et (3.2).



**Figure 3.1 :** l'évolution de la densité apparente des mélanges en fonction de la composition massique et du temps de mélange.



**Figure 3.2 :** l'évolution de la densité apparente des mélanges en fonction de la composition massique et du temps de mélange.

Pour interpréter les évolutions de la densité apparente en fonction de la composition et des durées de mélange, il va être nécessaire au préalable de vérifier la composition des échantillons prélevés, en la comparant aux compositions nominales correspondant aux quantités de poudres introduites dans les mélanges (homogénéité de composition) ainsi que de décrire leur distribution spatiale (homogénéité d'ordre ou de structure).

L'analyse de la composition des échantillons peut être simplement obtenue par dissolution sélective d'un constituant ou encore par analyse d'images. Cette dernière technique peut être également utilisée pour caractériser, en termes de voisinage, le degré d'homogénéité atteint. Les mesures ainsi effectuées permettront de définir des indices de mélange que nous chercherons à corréler aux valeurs de la densité apparente et ainsi mieux comprendre les effets du temps de mélange et des caractéristiques intrinsèques des poudres (granulométrie, morphologie).

Dans un premier temps, nous avons seulement cherché à mettre en évidence des effets volumétriques associés aux réarrangements éventuels des empilements des grains. Pour cela, nous avons comparé le volume qu'occuperaient les constituants à l'état non mélangé au volume apparent des échantillons mélanges qui est calibre à 25 cm<sup>3</sup>.

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

Si on désigne par  $M$  la masse des différents échantillons et par  $m_m$  et  $m_c$  les masses des poudres de métal et de céramique contenues dans les échantillons de  $25 \text{ cm}^3$ , les volumes apparents qu'occuperaient les constituants non mélangés seront respectivement :

$$V_m = m_m / \rho_m = C_m M / \rho_m \quad (3.1)$$

$$V_c = m_c / \rho_c = C_c M / \rho_c \quad (3.2)$$

Où  $\rho_m$  et  $\rho_c$  sont les densités apparentes des constituants séparés et  $C_m$  et  $C_c$  les concentrations massiques fixées lors de la réalisation du mélange.

Les expressions ci-dessous ne sont évidemment utilisables que dans l'hypothèse où les concentrations massiques des échantillons analysés correspondent aux concentrations de la préparation. Comme les volumes préparés ne sont que très peu supérieurs aux  $25 \text{ cm}^3$  nécessaires pour la mesure des densités apparentes, on peut penser que la condition de validité est à peu près satisfaite.

Les résultats obtenus sont rassemblés dans les tableaux (3.3) et (3.4) ci-après :

$C_m$	$C_c$	t (min)	M (g)	$V = V_m + V_c$	$(V - 25) / 25\%$
0,9	0,10	15	103,45	25,15	+0,6
		60	104,65	25,45	+1,8
0,75	0,25	15	77,25	24,68	-1,3
		60	81	25,88	+3,52
0,50	0,50	15	55,82	25,23	+0,9
		60	57,5	25,69	+2,75
0,1	0,90	15	38,75	25,20	+0,8

**Tableau 3.3** : système Bronze/Verre.

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

$C_m$	$C_c$	t (min)	M (g)	$V=V_m+V_c$	$(V-25)/25\%$
0,95	0,05	15	78,8	25,86	3,4
		60	79,14	25,96	3,8
0,75	0,25	15	56,86	26,98	7,9
		60	54,5	25,88	3,5
0,50	0,50	15	40,50	26,06	6,7
		60	39,48	26,99	4
0,25	0,75	15	30,95	26,06	4,2
		60	32,05	26,99	8

**Tableau 3.4** : système Cuivre/SiC.

Les variations volumétriques restent faibles, toutefois on note un effet sensible de la durée de mélange.

Les différences granulométriques entre les poudres constituantes ne sont, sans doute, pas suffisantes pour que la redistribution des poudres se traduise par des gains volumétriques importants, surtout dans le cas du système Bronze/Verre où les grains sont sphériques.

À remarquer, le cas des mélanges Bronze 75% -Verre 25% en masse où l'on observe tout d'abord un 'gonflement' c'est à dire un gain de volume après 15 minutes de mélange pour aboutir en définitive au retrait maximum après 60 minutes de mélange (3,5%).

On peut également penser que l'opération de mélange et le degré d'homogénéité que l'on peut atteindre sont influencés par des effets de charges électrostatiques, qui se manifestent à la suite des frictions inter-grains métal/céramique.

Les interactions électrostatiques entre grains ou entre grains et parois rendent la poudre cohésive modifiant ainsi les propriétés d'écoulement. Ces effets sont déjà suffisamment importants pour provoquer une perte de coulabilité même pour une fraction massique de 5% de verre correspondant à une fraction volumique égale à 3,6%.

Les effets de charge ont été mis en évidence en microscope optique et en microscope électronique à balayage. On voit par exemple des microsphères ou de petits grains de bronze qui viennent se coller sur les grains sphériques de verre.

### 3.3 La densification des poudres

Afin d'étudier la compressibilité des poudres, nous avons adopté la méthode expérimentale citée au chapitre 2. Tous les échantillons ont été comprimés à l'aide de la presse hydraulique MTS 810, pilotée par un microordinateur, au laboratoire de métallurgie physique de Poitiers (France). Un programme permettant de fixer la vitesse d'application de la force en (mm/min) et la force maximale en (KN) enregistre en continue le déplacement  $dh$  du poinçon en fonction de la force pressante appliquée. Ces données sont traitées et exploitées pour étudier le comportement du milieu granulaire en compression en matrice.

La pression  $P$ , la densité apparente  $\rho_a$ , la densité relative  $\rho_r$  et la porosité s'écrivent respectivement :

$$P = F/S = 4F/\pi d^2 \quad (3.3)$$

$$\rho_a = M/S.h_0 = 4M/\pi d^2 h_0 \quad (3.4)$$

$$\rho_r = \rho_a/\rho_t \quad (3.5)$$

$$\varepsilon = 1 - \rho_r \quad (3.6)$$

Avec  $h_0$  est la hauteur initiale de la poudre.

Sur la base de ces données, nous avons mis au point un programme permettant de donner la densité apparente  $\rho_a$ , la densité relative  $\rho_r$  et la porosité  $\varepsilon$  en fonction de la pression de compactage.

$$P = F/S = 4F/\pi d^2 \quad (3.7)$$

$$\rho_a = M/S.(h_0-h) = 4M/(\pi d^2 (h_0-h)) \quad (3.8)$$

Dans le cas d'un mélange de deux poudres, la densité relative  $\rho_r'$  et la porosité  $\varepsilon'$  s'écrivent respectivement :

$$\rho_r' = \rho_a [(C_m/\rho_m) + (1/\rho_c) - (C_m/\rho_c)] \quad (3.9)$$

$$\varepsilon' = 1 - \rho_r' \quad (3.10)$$

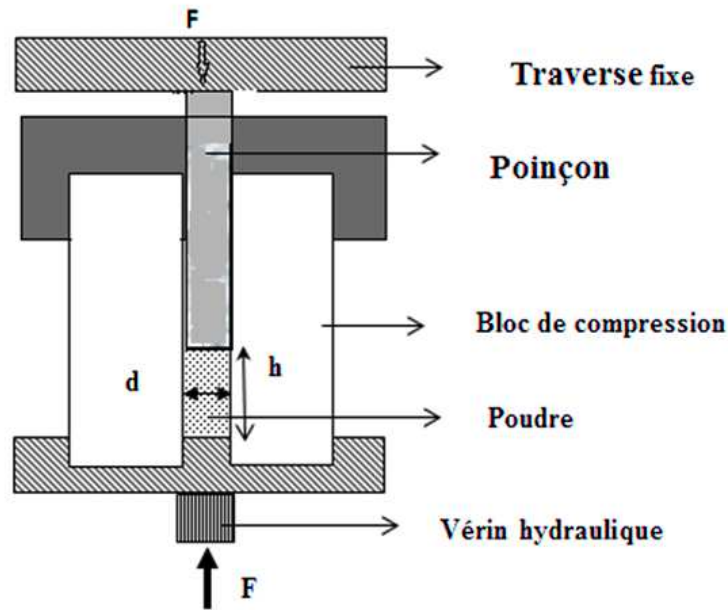


Figure 3.3 : principe de la compression.

### 3.4 Effets de la taille et de la forme des grains sur la densification des poudres métalliques et céramique

Pour tester l'influence de la taille et de la forme sur la compressibilité des poudres, nous avons étudié trois poudres différentes : la poudre de bronze, la poudre de verre et la poudre de cuivre.

La poudre de bronze et la poudre de verre sont de forme sphérique, alors que les grains de la poudre de cuivre se présentent plutôt sous des formes irrégulières.

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.

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

Paramètre	Cuivre	Bronze	Verre
La forme	Irrégulière	sphérique	sphérique
La taille ( $\mu\text{m}$ )	+40-100	+40-16	+40-16
Vitesse d'écoilement	3,22	4	0,89
Densité théorique ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	8,96	8,85	2,47
Densité apparente ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	3,43	5,2	1,42
Densité relative	0,38	0,58	0,58
Taux de porosité	0,62	0,42	0,42

**Tableau 3.5** : les principales caractéristiques des poudres étudiées.

De petits échantillons préparés à partir de ses différents lots de poudres ont été compactés à froid, dans les mêmes conditions opératoires à l'aide d'une presse hydraulique (MTS 810) pilotée par un microordinateur. La vitesse de déplacement du poinçon est 5 mm/min et la pression de compactage variant de 0 à 400 MPa. Les échantillons obtenus sont de forme cylindrique. Les poudres comprimées ont été observées au MEB et au microscope optique.

### 3.4.1 Résultats et discussion

Les diverses courbes de compressibilité sont rassemblées dans les figures (3.4), (3.5) et (3.6). Pour des raisons de lisibilité, les courbes de certaines gammes granulométriques n'ont pas été portées sur cette figure. Néanmoins, on peut clairement observer l'influence de la taille des grains sur la compressibilité.

a)

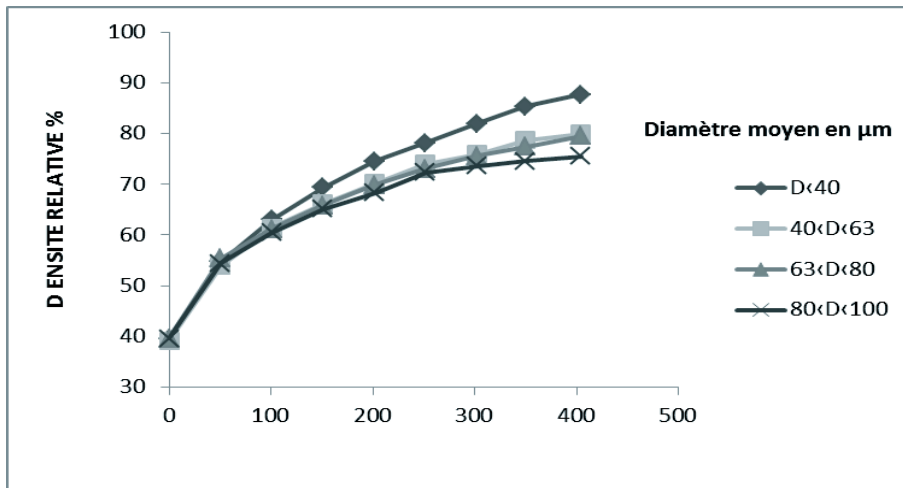


Figure 3.4 : l'influence de la taille des grains sur la compressibilité de poudre de cuivre.

b)

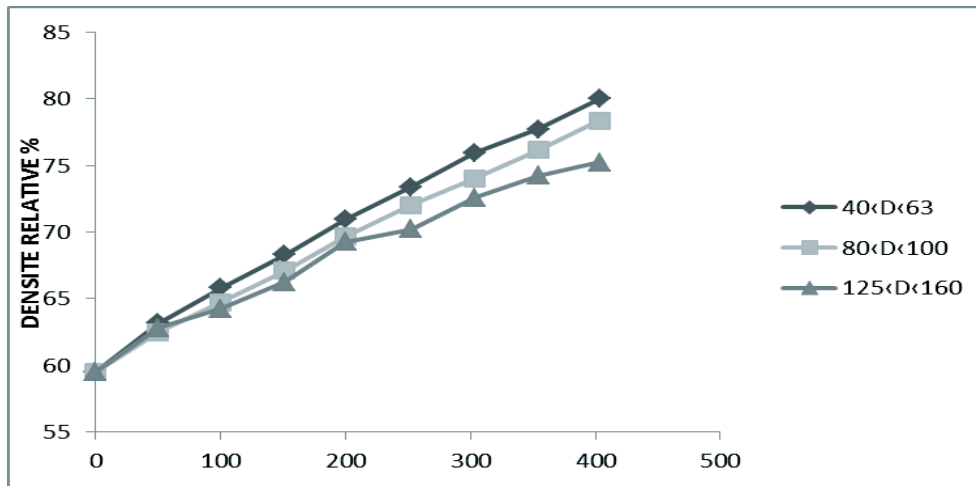


Figure 3.5 : l'influence de la taille des grains sur la compressibilité de poudre de bronze.

c)

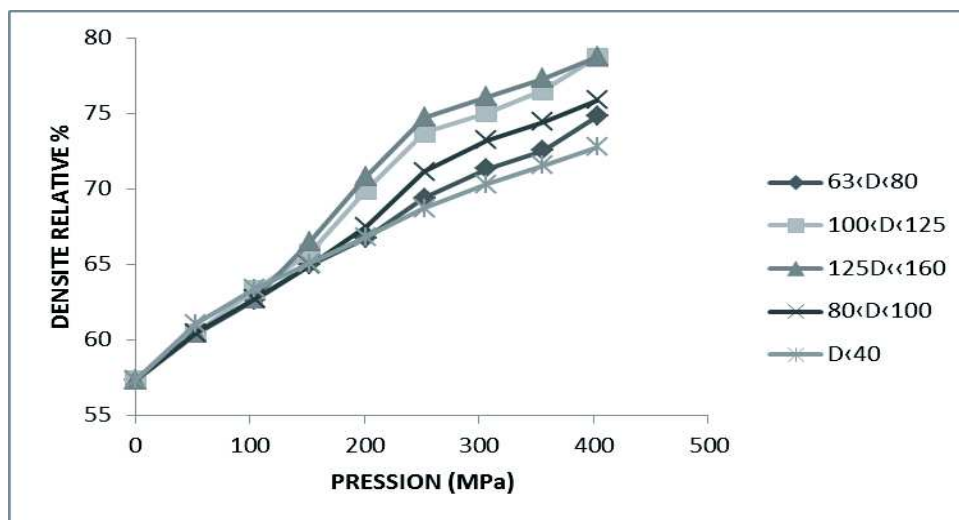


Figure 3.6 : l'influence de la taille des grains sur la compressibilité de poudre verre.

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

---

La figure (3.4) correspond à la poudre de cuivre. La densité relative initiale se situe autour de 40%. Elle semble toutefois légèrement décroître avec la taille des grains. Cet effet est généralement attribué à l'augmentation des forces de frictions entre grains avec la surface spécifique qui croît elle-même avec la finesse des grains. La compressibilité de ces poudres est relativement élevée puisque, pour des pressions de 400 MPa, la densité relative peut atteindre 90% (gamme +80-100  $\mu\text{m}$ ). D'autre part, on remarque que la densification s'effectue d'autant plus difficilement que les grains sont fins [1]. Ainsi par exemple, pour atteindre une densité relative  $\rho_r = 75\%$  il faut exercer une pression de 300 MPa lorsque la poudre est constituée de grains de taille inférieure à 40  $\mu\text{m}$  alors que 230 MPa suffisent pour la poudre de granulométrie 63-80  $\mu\text{m}$  et 200 MPa seulement pour l'échantillon de la gamme 80-100  $\mu\text{m}$ .

Cet effet, observé par plusieurs auteurs a été interprété en terme de contacts, de vitesse d'écrasement et de concentrations de contraintes au niveau des pores, qui sont d'autant plus élevés que les particules sont fines. Quand la finesse des grains augmente le compactage des particules devient plus difficile.

Sur les figures (3.5) et (3.6), on observe globalement le même type d'évolution, pour les poudres de bronze et de verre. Dans les deux cas, la densité relative initiale  $\rho_{r0}$  reste la même pour toutes les gammes granulométriques. Elle est de 0,60 dans le cas du bronze et de 0,57 dans le cas du verre. Pour les grains sphériques relativement lisses, les forces de frictions sont très faibles, et par suite l'effet de taille sur la densité initiale disparaît ; en revanche il reste encore important en ce qui concerne la compressibilité.

On notera par ailleurs l'aspect particulier des courbes de compressibilité du verre qui semble indiquer des modalités de densification différentes de celles du cuivre ou du bronze.

Les courbes montrent que la poudre de bronze se révèle nettement moins compressible que la poudre de cuivre ; la densité maximum, à 400 MPa, se rapportant à la gamme +125-160  $\mu\text{m}$ , ne dépasse pas 0,80, soit une augmentation par rapport à  $\rho_{r0}$  de 33% seulement, au lieu des 125% enregistrés pour la poudre de cuivre. Cette différence provient en partie de l'existence d'un stade de réarrangement très important dans le cas de la poudre de cuivre en liaison avec la forme irrégulière des grains. Ce stade reste très limité dans le cas des poudres sphériques. Une autre raison provient de ce que le cuivre est beaucoup plus déformable que le bronze.

Dans le cas de la poudre de verre, l'absence de toute plasticité amène à considérer que la densification se fait selon un autre mécanisme.

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

---

On peut encore envisager un stade de réarrangement des grains, car la densité initiale  $\rho_{r0}$  est assez nettement inférieure à la densité théorique des empilements aléatoires denses qui est de 0,64. Dans ce stade l'augmentation de la densité relative va progressivement atteindre une valeur de l'ordre de 0,63. Puis à partir d'une pression qui dépend de la taille des particules, on observe une accélération de la densification. Pour des particules de tailles inférieures à 40  $\mu\text{m}$ , le phénomène s'observe à partir de 250 MPa environ, alors qu'il débute dès 100 MPa lorsque la taille des grains est dans la gamme +125-160  $\mu\text{m}$ . On note également que l'accélération de la densification est d'autant plus marquée que la taille des grains est élevée.

À partir d'une pression de l'ordre de 300 MPa, la vitesse de densification tend à croître à nouveau. Nous pensons que ces 'anomalies' sur les courbes de compressibilité devraient être attribuées à la fragmentation des grains de verre sous l'effet des contraintes de compression. Ce phénomène est non seulement confirmé par des observations micrographiques, mais il est parfaitement audible, dans la gamme de pression où il se produit. La densification pourrait essentiellement résulter du réarrangement en cascade de grains de plus en plus fins au fur et à mesure que le 'broyage' du verre se poursuit. La fragmentation du verre s'accompagne d'une transformation morphologique des grains qui passent d'une forme sphérique à des formes irrégulières, d'où des possibilités nouvelles et accrues de réarrangement des empilements. Mais à partir d'une certaine taille limite des fragments, le broyage du verre cesse, l'augmentation considérable du nombre de contacts dans un volume donné de poudre va se traduire par une diminution de la compressibilité et on peut penser, qu'à des pressions supérieures à 400 MPa, la poursuite de la densification devienne très difficile.

### 3.5 Etude des Mélanges

Nous étudions deux types de mélange : Bronze/verre et Cuivre/SiC. Nous nous sommes d'abord intéressés à l'évaluation des paramètres macroscopiques facilement accessibles tels que la coulabilité, la densité relative, la compressibilité, la concentration massique... puis nous recherchons à établir d'éventuelles corrélations entre ces paramètres physiques et le comportement des poudres.

#### 3.5.1 Caractéristiques des poudres utilisées

Les principales caractéristiques des poudres des systèmes étudiés, Bronze/Verre et Cuivre/SiC sont regroupées dans les tableaux (3.6) et (3.7) ci-après :

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

Paramètres	Verre	Bronze
La forme	sphérique	sphérique
La taille (en $\mu\text{m}$ )	111	46
Densité théorique ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	2,427	8,85
Densité apparente ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	1,426	5,2
Densité relative	0,444	0,58
Taux de porosité	0,556	0,41
Coulabilité (en second)	12,5	12,5
Vitesse d'écoulement (g/s)	0,892	4

**Tableau 3.6** : système Bronze/Verre.

Paramètres	SiC	Cuivre
La forme	irrégulière	irrégulière
La taille (en $\mu\text{m}$ )	12	8
Densité théorique ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	3,43	8,96
Densité apparente ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	0,975	3,43
Densité relative	0,352	0,38
Taux de porosité	0,648	0,61
Coulabilité (en second)	Infinie	15,5
Vitesse d'écoulement (g/s)	nulle	3,22

**Tableau 3.7** : système Cuivre/SiC.

### 3.5.2 Etude de la compressibilité

Nous avons étudiées deux mélanges : Bronze/Verre et Cuivre/SiC.

Les différentes compositions des échantillons étudiés sont regroupées dans les tableaux (3.8) et (3.9) ci-après :

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

Echantillon	% de Verre	% de Bronze	Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )
1	0	100	5,20
2	25	75	3,09
3	50	50	2,23
4	75	25	1,75
5	100	0	1,43

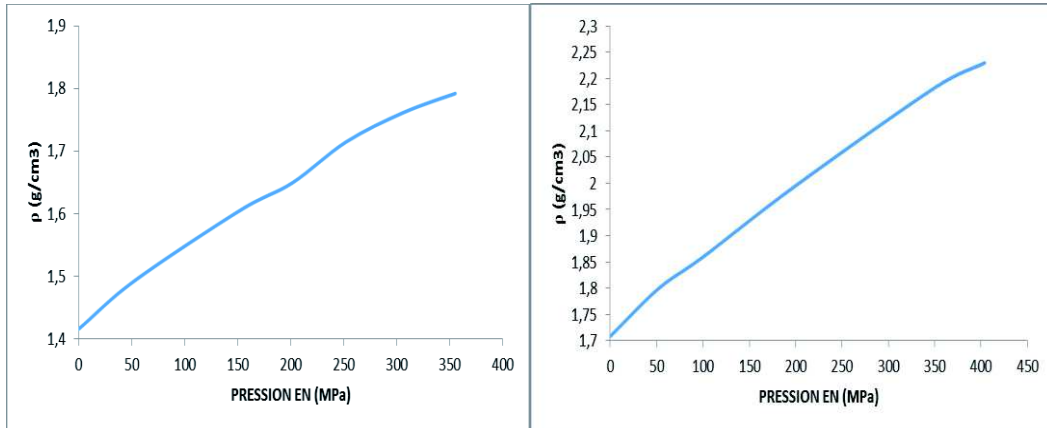
**Tableau 3.8** : système Bronze/Verre.

Echantillon	% de SiC	% de Cuivre	Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )
1	0	100	3,43
2	25	75	2,27
3	50	50	1,62
4	75	25	1,23
5	100	0	0,975

**Tableau 3.9** : système Cuivre/SiC.

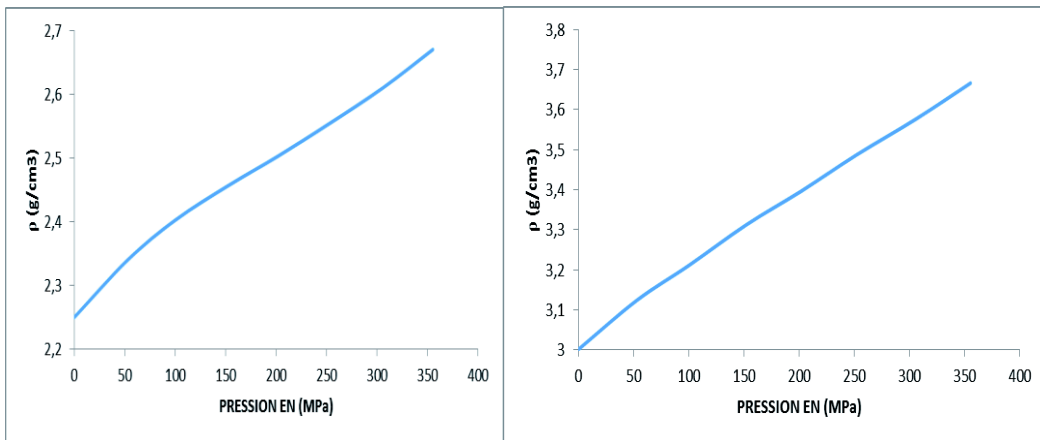
On a représenté l'évolution de la densité à vert des mélanges en fonction des pressions de compactage. Les courbes de la figure (3.7) correspondent aux mélanges bronze / verre.

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux



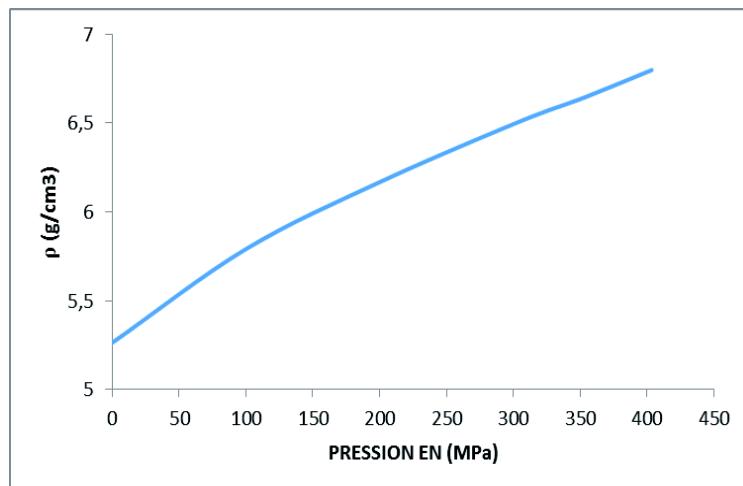
Poudre de verre (100%)

Mélange (bronze 25%, verre 75%)



Mélange (bronze 50%, verre 50%)

Mélange (bronze 75%, verre 25%)



Poudre de bronze (100%)

Figure 3.7 : l'évolution de la densité apparente des mélanges Bronze /Verre.

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

Initialement, la densité à vert augmente rapidement avec la pression de compactage donc la compressibilité  $dp_a/dp_e$  est importante. Ceci pourrait correspondre au domaine de réarrangement des grains sphériques de bronze et de verre. Au-delà de ce stade les courbes expérimentales peuvent être assimilées à des droites.

La courbe de la figure (3.7) relative à la poudre de verre (100%) représente certaines ruptures de pentes qui sont dues vraisemblablement aux fragmentations des grains fragiles de verre.

Les courbes montrent également, que la densité à vert augmente avec la concentration en masse du bronze dans le mélange.

Les poudres comprimées ont été observées au MEB

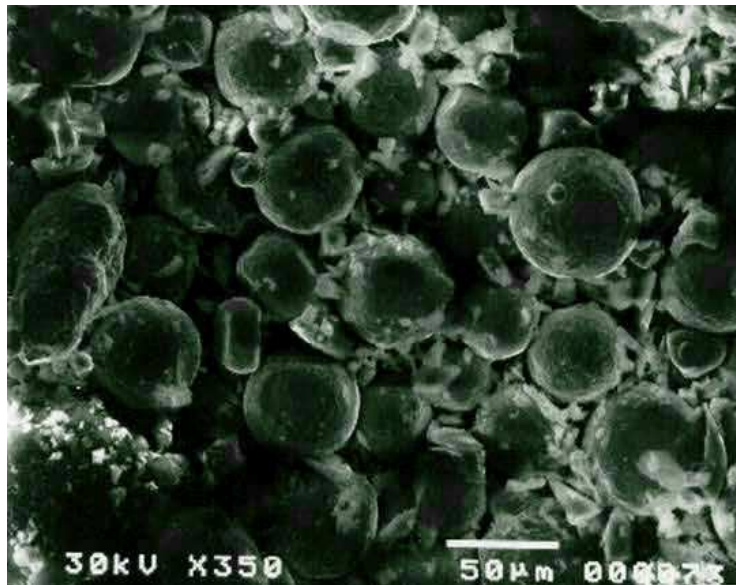
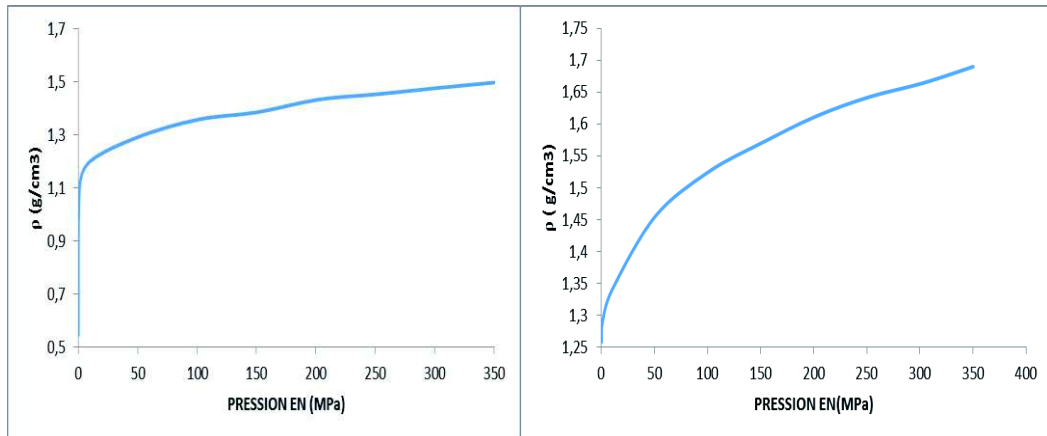


Figure 3.8 : mélange bronze-verre compacté sous  $F=40$  KN.

Aucune cohésion des grains relatives aux poudres utilisées n'a été obtenue. Les différents grains restent indépendants les uns des autres (sans soudure à froid durant le compactage). L'absence de soudure à froid est due principalement à la forme sphérique des grains.

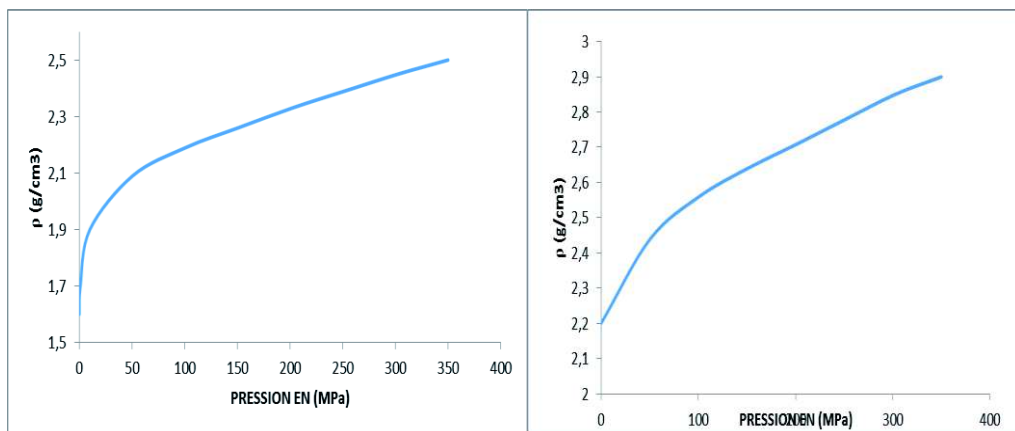
Les courbes expérimentales de la figures (3.9) sont relatives aux mélanges Cuivre-SiC.

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux



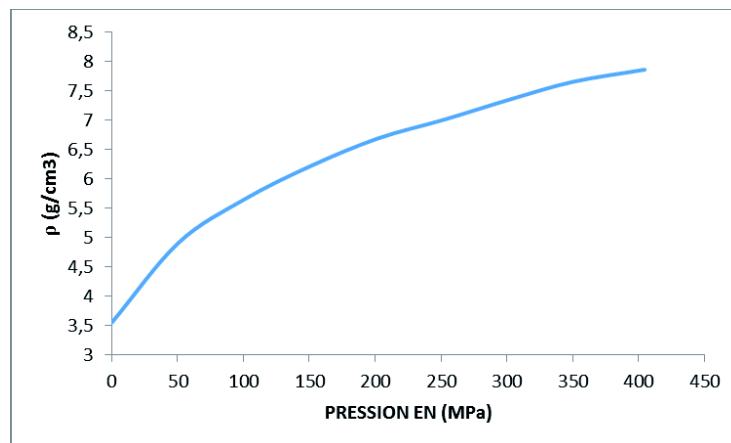
Poudre de SiC (100%)

SiC 75% ; cu 25%



SiC 50% ; cu 50%

SiC 25% ; cu 75%



Poudre de cuivre (100)

Figure 3.9 : l'évolution de la densité apparente des mélanges Bronze /Verre.

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

---

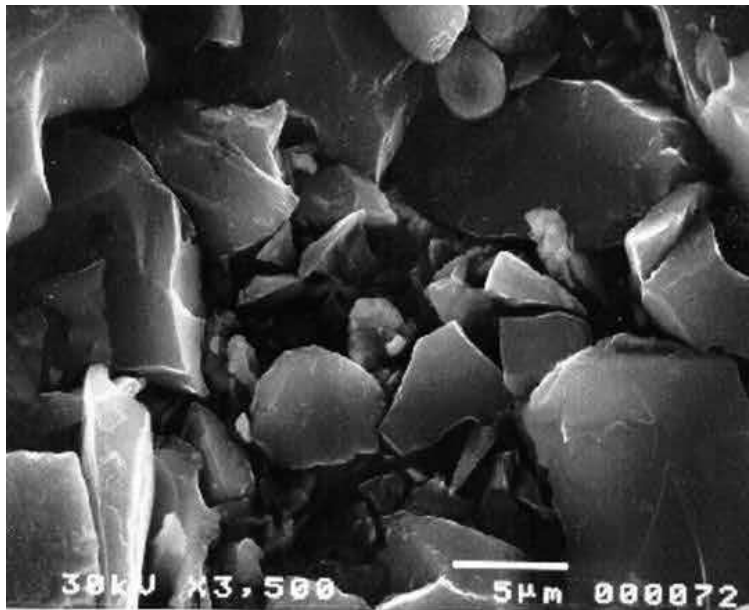
Dans les premiers stades de la compression, on constate une augmentation brusque et relativement très rapide de la vitesse de compressibilité  $d\rho_a/dp$ .

On attribuerait cette augmentation brusque de la densité à vert à un effet de réarrangement très important des grains qui sont ici de forme irrégulière.

Chaque courbe peut être divisée en deux domaines très distincts. Le premier domaine correspondrait donc au réarrangement des grains et le deuxième est relatif à la déformation des grains de cuivre.

Dans le deuxième stade, les courbes expérimentales présentent une allure semblable à celle du système bronze-verre mais se caractérisent par des pentes ou des vitesses de compressibilité  $d\rho_a/dp$  nettement plus faibles.

Les observations microstructure au microscope optique et au microscope électronique à balayage montrent les particules de SiC partiellement fragmentées. L'effet de la compaction sur les grains de cuivre est moins visible du fait de taille (8  $\mu\text{m}$ ) figure (3.10).



**Figure 3.10** : observation microstructurale au MEB de Cu/SiC compactée sous  $F=40\text{KN}$ .

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

---

Des comprimés de poudre ont été obtenus durant le compactage des différents mélanges. La cohésion des grains augmente avec la concentration du cuivre dans le mélange : pour la composition de 75% en masse de cuivre dans le mélange, on a obtenu un aggloméré suffisamment cohérent pour être manipulé mais de faible résistance mécanique.

### 3.5.3 Evolution de la densité relative des composites

Les courbes des figures (3.11) et (3.12) représentent l'évolution de la densité relative en fonction de la pression pour des concentrations massiques constantes de céramique.

Les courbes de la figure (3.11) relatives au système Bronze-verre se chevauchent car d'entre elles comprennent des ruptures de pente accentuées.

Ces ruptures pourraient être dues aux fragmentations des grains de verre : elles disparaissent pour de faibles concentrations massiques de verre.

Les courbes traduisent également les compressibilités des différentes poudres.

On constate que la poudre de bronze (100%) est relativement très compressible, et le mélange correspondant à la concentration massique de 25% de verre est plus résistant à l'effet de la pression de compactage.

Les courbes de la figures (3.12) correspondant au système Cuivre-SiC traduisent la compressibilité facile de la poudre de cuivre (100%) et la résistance à la compression de SiC (100%) qui, à la différence du verre, ne se fragmente pratiquement pas.

Les mélanges correspondant aux concentrations massiques de 25% de SiC sont ici encore les plus résistants au compactage.

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

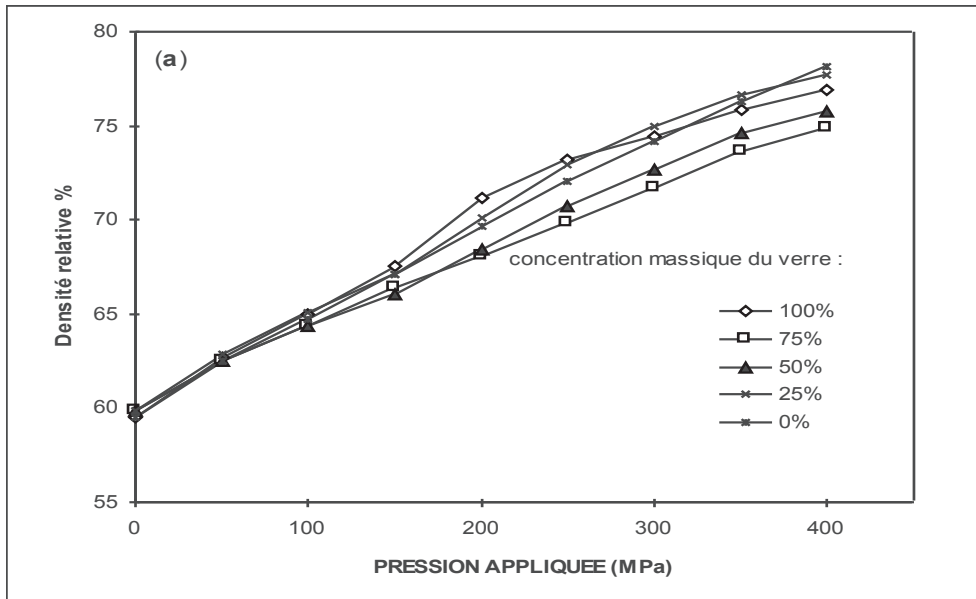


Figure 3.11 : l'évolution de la densité relative en fonction de la pression pour des concentrations massiques constantes.

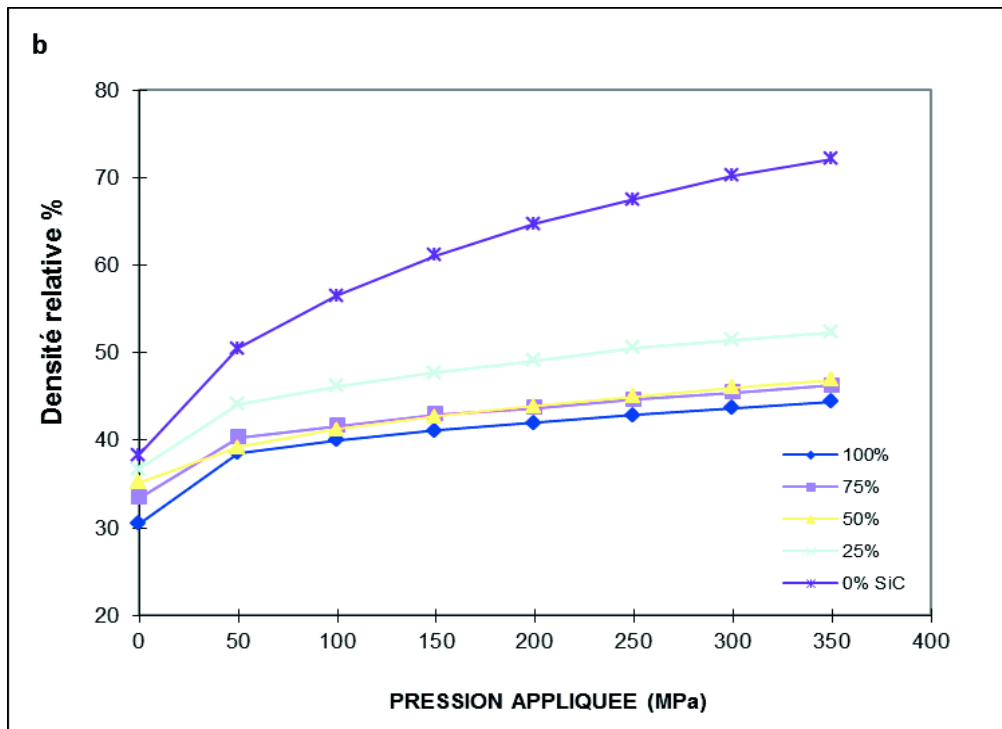


Figure 3.12 : l'évolution de la densité relative en fonction de la pression pour des concentrations massiques constantes.

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

Pour mettre plus nettement en évidence la réponse des différents mélanges à l'effet de la pression de compactage, on a tracé les courbes traduisant la variation de la densité relative en fonction de la concentration massique de céramique, pour des pressions constantes.

Sur les courbes des figures (3.13) et (3.14) relatives aux deux systèmes : Bronze-Verre et Cuivre-SiC, on montre que le mélange le moins compressible correspond à la concentration massique de 25% de céramique.

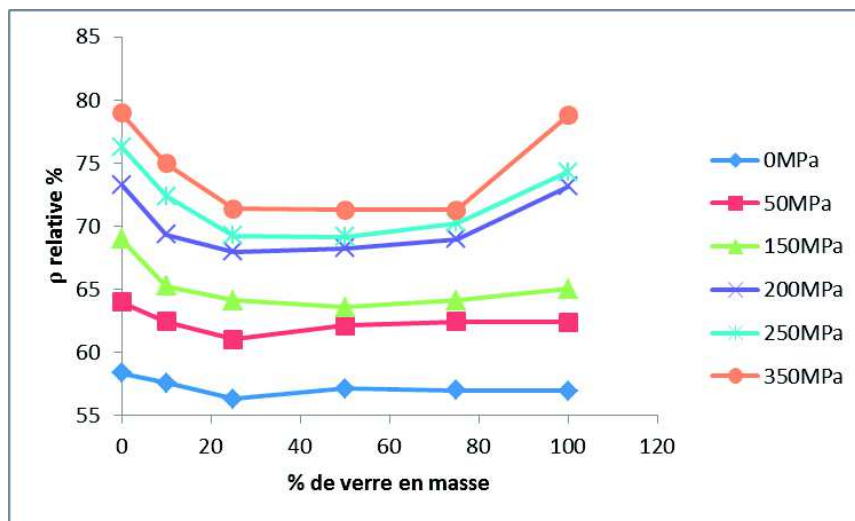


Figure 3.13 : l'évolution de la densité relative en fonction de la concentration massique en verre dans de bronze.

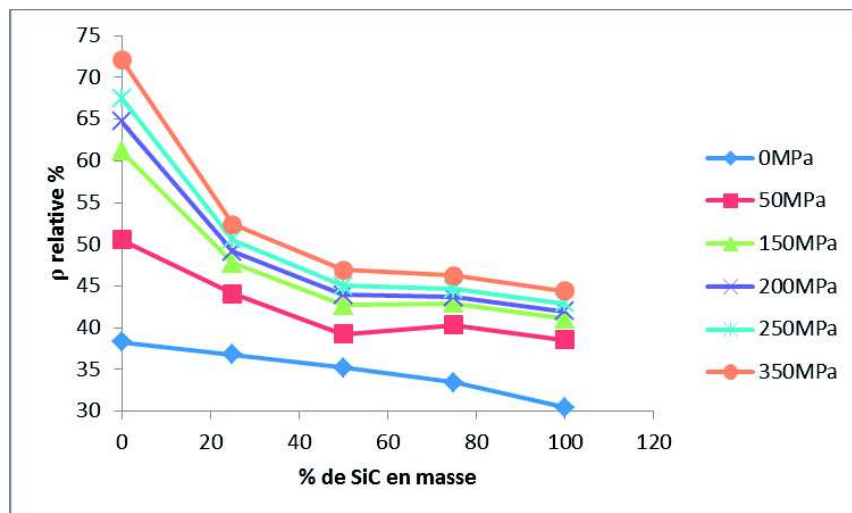


Figure 3.14 : l'évolution de la densité relative en fonction de la concentration massique en sic dans de Cu.

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

### 3.6 Caractérisation de l'homogénéité de mélange des poudres

Nous étudions Deux mélanges composites modèles, l'un constitué de poudres de bronze et de verre présentant des formes sphériques, l'autre est composé de poudres de cuivre et de carbure de silicium de formes irrégulières.

Les principales caractéristiques des poudres étudiées sont regroupées dans le tableau (3.10) ci-après :

Paramètres	Cuivre	SiC	Bronze	Verre
La forme	irrégulière	irrégulière	sphérique	sphérique
La taille en ( $\mu\text{m}$ )	$10 < D < 100$	$D = 12$	$40 < D < 160$	$40 < D < 160$
Densité apparente ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	3,43	0,97	5,2	1,42
Densité relative	0,38	0,38	0,58	0,58
Vitesse d'écoulement (g/s)	3,22	0	4	0,89
Densité théorique	8,96	3,21	8,89	2,47
Taux de porosité	0,62	0,62	0,42	0,42

**Tableau 3.10** : les caractéristiques des poudres étudiées.

Nous avons préparé plusieurs mélanges avec des concentrations massiques métal-céramiques suivantes :

90%-10% ; 75%-25% ; 50%-50% et 25%-75%. Ils sont tous réalisés à l'aide d'un mélangeur Turbula T.2C. Avec des durées de mélange de 30 minutes.

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

---

Les mesures ont porté sur deux variétés de mélanges bronze/verre :

Un mélange de poudres à grande polydispersité où les constituants ont des tailles dans la gamme  $40 < D < 160 \mu\text{m}$  (mélange de type I).

Un autre mélange où les constituants, sans être vraiment monodisperses, ont des granulométries plus resserrées :  $40 < D < 63 \mu\text{m}$  pour le bronze et  $125 < D < 160 \mu\text{m}$  pour le verre avec donc des diamètres médians approximativement dans un rapport 1:3. (Mélange de type II).

On a également étudié un mélange cuivre/SiC qui a été préparé à partir des poudres ayant une distribution de taille encore plus étroite et centrée sur  $12 \mu\text{m}$  pour le cuivre et  $8 \mu\text{m}$  pour le SiC.

Les échantillons prélevés des différents mélanges ont été compactés à froid, dans les mêmes conditions opératoires : vitesse de déplacement du poinçon ( $5 \text{ mm/min}$ ) et la pression de compactage variant de 0 à 400 MPa.

### 2.6.1 Résultats et discussion

L'ensemble des courbes de compressibilité a été regroupé à la (figure 3.15). Elles représentent l'évolution de la densité apparente des mélanges en fonction de la pression. Elles sont indexées en fonction de la teneur massique en céramique (verre ou SiC). Les courbes indexées par les valeurs 0 et 100 correspondent alors respectivement à la poudre métallique seule et à la poudre céramique seule.

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

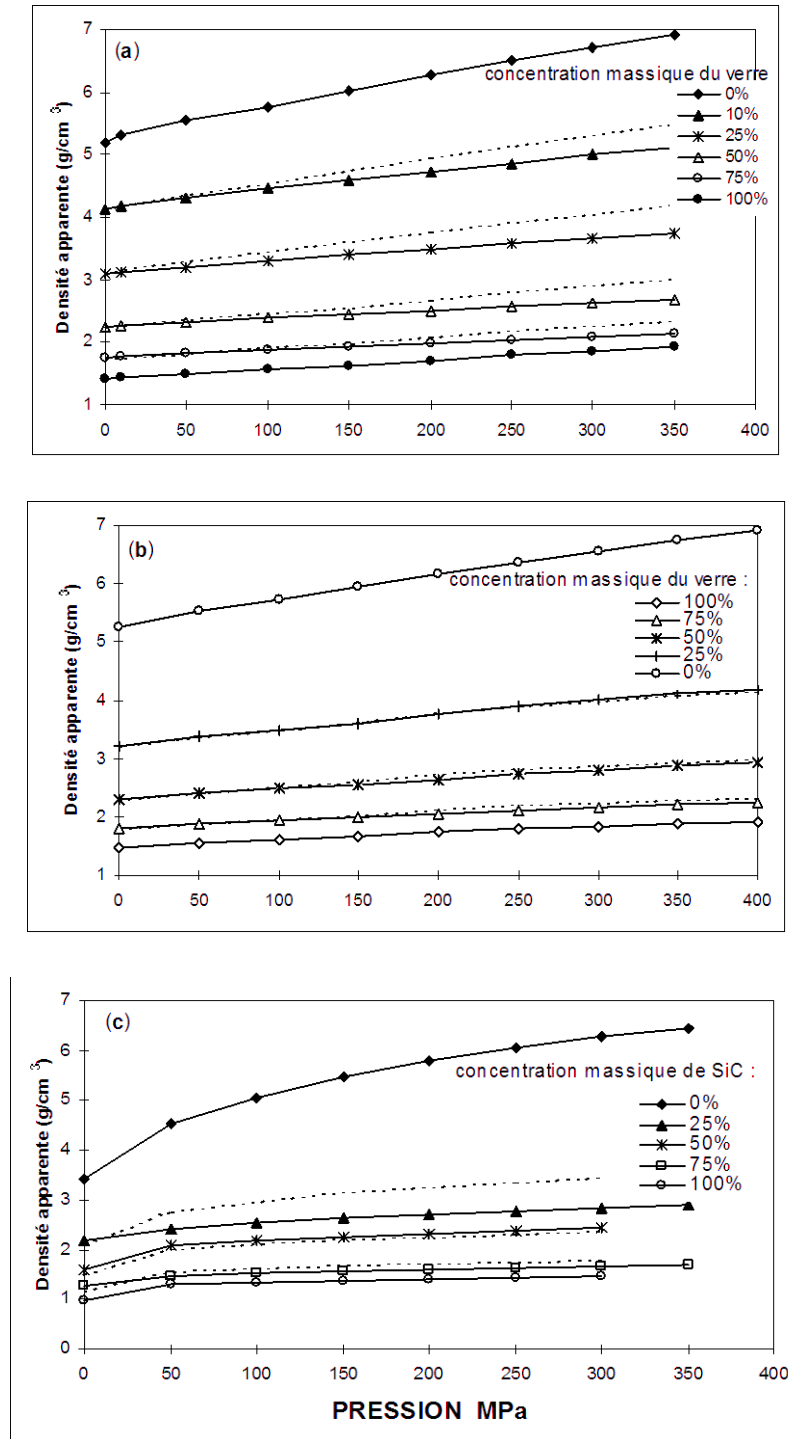


Figure 3.15 : l'effet de l'homogénéité sur la compressibilité des mélanges.

a) Bronze/Verre polydisperses ; b) Bronze/verre de taille resserrée et c) Cuivre/SiC

Les courbes calculées sont tracées en pointillés.

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

---

Comme on pouvait s'y attendre, les courbes de compressibilité des mélanges sont intermédiaires à celles des constituants métalliques (bronze ou cuivre) et céramiques (verre ou SiC), la compressibilité diminue naturellement lorsque l'on augmente la proportion de céramique. Si l'on considère les deux types de mélanges bronze/verre, on constate que les résultats dépendent assez peu du degré de polydispersité des poudres ; en effet, aux erreurs de mesure près, les deux séries de courbes peuvent être confondues, sauf pour l'alliage 75%-25% où les écarts prennent des valeurs nettement plus significatives.

On pourrait à priori penser que le comportement d'un mélange pourrait se déduire de celui des poudres constituantes en utilisant par exemple une simple loi de mélange. Nous avons donc cherché à comparer les courbes expérimentales avec des courbes calculées sur la base de ce principe.

Si  $\rho_a(P)$  et  $\rho_b(P)$  désignent respectivement les densités apparentes correspondant à une pression de compactage  $P$  pour les poudres  $A$  et  $B$ , considérées isolément, la loi des mélanges classiques conduit à calculer une densité apparente des mélanges  $\rho_{a,b}(p)$ , pour cette même pression  $P$  par la relation :

$$1/\rho_{a,b}(p) = C_A/\rho_a(p) + C_B/\rho_b(p) \quad (3.11)$$

Où  $C_A$  représente la proportion massique de  $A$  dans le mélange, celle de  $B$  étant alors  $C_B = 1 - C_A$ .

Il est clair que l'utilisation d'une telle relation suppose que le mélange est dans un état d'homogénéité idéal. Les courbes calculées sont également portées sur la figure (3.15). (Courbes en pointillés).

Pour les mélanges bronze/verre, les courbes expérimentales et les courbes calculées sont en bon accord dans le cas des mélanges du type II, mais pas dans le cas des mélanges du type I.

Pour cette dernière série, les courbes calculées sont systématiquement au-dessus des courbes expérimentales, bien que les densités initiales soient correctement prévues par la loi des mélanges.

On note également que les écarts entre les courbes augmentent avec la pression de compactage d'une manière approximativement linéaire, sauf dans les domaines de faibles

## Chapitre 3 : Résultats Expérimentaux

---

pressions, qui correspondent au stade de réarrangement (Figure 3.15.a). Ils sont maximums pour les mélanges 75-25%.

Des mélanges Cu-SiC conduisent également à des résultats similaires (Figure 3.15.b).

Il n'est pas exclu que ces écarts à la loi des mélanges soient le reflet d'écart à l'homogénéité idéale ; dans cette hypothèse on disposerait ainsi d'un moyen de quantifier le degré d'homogénéité. Cela voudrait dire, par conséquent, que l'on atteindrait plus facilement un état homogène avec un mélange bronze/verre du type II (poudres à granulométrie relativement calibrée et tailles des constituants dans un rapport 3) qu'avec des mélanges du type I (poudres à large spectre granulométrique). On s'expliquerait toutefois mal pourquoi de telles homogénéités n'influeraient pas également sur les densités initiales.

Il faudrait également admettre que les hétérogénéités de mélange augmenteraient avec la pression.

## Conclusion générale & perspectives

Ce travail préliminaire consiste à étudier, les paramètres physiques macroscopiques qui influent sur le comportement général des poudres métalliques et céramiques.

Dans un premier temps, nous avons défini les principaux paramètres caractérisant une poudre ou un mélange de poudres tels que, la forme, la taille et la coulabilité. Aussi, nous avons défini les paramètres de structure globaux qui sont : la densité théorique, la densité apparente, la densité relative ou la compacité et la porosité. Quant à la taille, nous avons évoqué les différents diamètres définissant la taille d'une particule tels que le diamètre de Ferret, le diamètre de Martin et le diamètre équivalent. Aussi, nous avons évoqué la notion de granulométrie, de tamisage, d'empilements de poudres et leur densification en matrice.

Dans un second temps, nous avons conduit une expérience relative à l'étude de la coulabilité des mélanges. Nous avons étudié deux systèmes : bronze/verre et cuivre/SiC. Les effets du temps de mélange sur la densité apparente, le volume et la coulabilité des mélanges ont été observés.

Les effets de la taille et de la forme des grains sur la compressibilité des poudres métalliques et céramiques ont fait l'objet de la deuxième partie de cette étude. Nous avons constaté que, quel que soit la nature ou la forme des grains, quand la finesse des grains augmente, la compressibilité des particules devient de plus en plus difficile. A tailles identiques, la différence de compressibilité résulte des différences morphologiques et mécaniques des grains. Le comportement spécifique de la poudre de verre en compression à froid est dû à sa fragilité. Les ruptures de pente observées sur son diagramme de compressibilité caractéristique traduisent les fragmentations en cascade des grains de verre.

Dans la dernière partie de cette étude préliminaire, Nous avons réalisé une expérience relative à la caractérisation de l'homogénéité des mélanges de poudres. Les mêmes systèmes : bronze/verre et cuivre/SiC, ont été soumis à la compression en matrice. Les résultats théoriques obtenus par la loi de mélange ont été confrontés à ceux issus de l'expérience. Les écarts observés sur les diagrammes de compressibilité caractéristiques des mélanges de poudres obtenus par chacune des méthodes ont été attribués à l'hétérogénéité des mélanges étudiés.

Cette étude constitue une contribution à la recherche d'une méthode permettant d'évaluer le degré d'homogénéité d'un mélange quelconque à partir de ses paramètres

physiques macroscopiques facilement accessibles. Nous avons tenté d'établir des corrélations entre la compressibilité des mélanges composites et leur degré d'homogénéité. Il s'agirait donc, si de telles corrélations peuvent être établies, de pouvoir tester l'état d'un mélange et son degré d'homogénéité à partir de sa courbe de compressibilité.

Les résultats obtenus au cours de cette étude préliminaire sur deux systèmes modèles demanderaient à être complétés par des observations microstructurales ou d'autres outils de caractérisation. En effet, pour établir d'éventuelles corrélations entre les paramètres physiques macroscopiques et le degré d'homogénéité des mélanges composites, il nous reste à mettre au point des techniques d'échantillonnage et d'analyse d'images pour déterminer l'indices de mélange, le nombre de coordinations des particules, la surface spécifique des contacts... Les mélanges de poudres sphériques seraient préférablement étudiés.

Rappelons que la qualité des matériaux élaborés à base de Mélanges de poudres dépend de façon critique de l'homogénéité de ces mélanges. C'est pourquoi, Il serait intéressant de compléter ce travail par des techniques de caractérisation plus développés telles que la spectroscopie et l'analyse d'images afin de trouver une corrélation fiable et précise entre certains paramètres physiques des poudres constituant le mélange et l'homogénéité.

## Références bibliographies

- [1] : **ADARNS, L ; ARNOLD, N.** (1984). *Thomson métal handbook*. ASM 9th.
- [2] : **BAKEEV, KATHERINRE, A.** (September 2003). *Near infra-red spectroscopy as a process application tool*. Europe : Pharmaceutical Technologie.
- [3] : **BOUNOUA, A.** (1995). *l'extrait du cours de la MDP*. France : université poitiers.
- [4] : **BOURAHLA, A ; BOUNOUA, A ; GROSBARS, M.** (4-6 juillet 2012). Cractérisation l'homogénéité des mélange de poudres. Toulouse (France).
- [5] : **GROSBARS, M ; BOUNOUA, A.** (17-19 octobre 1995). Influence de la composition et de l'homogénéité sur la compressibilité des mélange de poudres. *Societe Fransaise de Metallurgie*. Maison de la Chimie 28, rue St Dominique : Université de poitiers, Laboratoire de Métallurgie Physique.
- [6] : **GROSBARS, A ; BOUNOUA, A ; HUVIER, C.** (1994). Coportement de divers mélange de poudres métalliques et céramiques soumis à une compression à froid. France.
- [7] : **LACEY, P.** (May 1954). *developments in the theory*. Chem : particule mixing.j.
- [8] : **REALPE, A ; VELAZQUEZ, C.** (2003). Powder Technology.
- [9] : **REALPE, A ; VELAZQUEZ, C.** (2003). *Image processing and analysis for determination of concentrations of powde mixtures*. Powder Technology.
- [10] : **WILIAMS, J.** (1976). *the segregation*. particulaire materials. powder Technology.