

Table des matières

Introduction général..... 1

Chapitre I Rappel bibliographiques

I.1 Introduction3

I.2 les poudres.....3

 I.2.1 la forme3

 I.2.2 la taille.....5

 I.2.3 la tamisage.....6

 I.2.4 la granulométrie.....7

 I.2.5 la coulabilité.....7

I.3 paramétrés de structures globaux.....8

 I.3.1 la densité théorique.....8

 I.3.2 la densité apparente.....8

 I.3.3 la densité relative.....9

 I.3.4 la porosité.....9

 I.3.5 compacité.....9

 I.3.6 le taux de vide.....9

I.4 la densification des poudres.....9

 I.4.1 Généralités.....9

 I.4.2 Compression uniaxiale à froid.....12

 I.4.3 les aspects phénoménologiques de la compression.....12

I.5 Mélanges des poudres.....13

 I.5.1 mécanismes des mélanges.....14

table de matières

I.5.2	les différents type de mélanges.....	15
I.5.3	phénomène de ségrégation.....	16
I.5.4	L'homogénéité.....	16
I.5.5	les propriétés physico-chimique des poudres influençant le processus de mélange	17
I.6	le contrôle de l'homogénéité d'un mélange	18
I.6.1	Echantillonnage.....	18
Chapitre II Méthodes Expérimentales		
II.1	Introduction.....	19
II.2	Mesure de la densité des poudres.....	19
II.2.1	Densité vraie des poudres.....	19
II.2.2	Densité apparente.....	22
II.2.3	Densité tapé.....	22
II.3	Mesure de la coulabilité	22
II.4	Mesure Angle de repose.....	23
II.5	La densification des poudres.....	24
II.5.1	Le remplissage.....	24
II.5.2	La compression.....	24
II.5.3	La décharge.....	24
II.5.4	L'éjection.....	24
II.5.5	La relaxation.....	25
II.6	Mélanges des poudres.....	25
II.6.1	Réalisation de mélanges binaire.....	25
II.6.2	Les méthodes de mesures en ligne de l'homogénéité de mélange.....	26
Chapitre III Résultats expérimentaux		
III.1	Introduction.....	29
III.2	compression uniaxiale.....	29
III.3	Densification des poudres.....	31
III.4	Résulta et discussion.....	32
Conclusion générale.....		41

table de matières

Référence Bibliographie	43
--------------------------------------	-----------

Introduction générale

L'étude de la matière divisée est devenue, ces dernières décennies, le sujet d'un nombre croissant de travaux de recherches théoriques et expérimentaux. Les poudres sont utilisées comme matière première pour la mise en œuvre des matériaux granulaires.

Cette technique 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.

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.

Dans ces procédés, l'opération de compactage à froid est une étape nécessaire. Elle permet d'obtenir une masse relativement cohérente ayant une forme et une tenue mécanique suffisante pour être manipulable, voire usinable. La qualité des matériaux obtenus dépend en général de nombreux facteurs, tels que, la nature même des poudres, la taille des grains, leur morphologie, le nombre de contacts que les grains ont en moyenne avec les grains voisins, etc..

De nouvelles observations s'avèrent utiles pour mieux comprendre et identifier les effets de ces paramètres physiques sur la compressibilité des poudres.

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. Dans le deuxième chapitre, nous présentons les différentes techniques et méthodes expérimentales utilisées en métallurgie des poudres pour la mesure de la coulabilité, l'angle de repose et les paramètres de structure globaux. Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous exposons les principales étapes du procédé de la consolidation à froid des poudres.

Dans le troisième chapitre, nous présentons les résultats relatifs à la compressibilité des poudres et l'influence de la taille et de la forme des grains ainsi que l'influence du rapport de taille des constituants sur la compressibilité des poudres métalliques et céramiques.

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

Liste des symboles

<i>Symbole</i>	<i>Signification</i>
ε	La porosité.
C	Compacité.
ρ_t	La densité théorique.
ρ_a	La densité apparente
ρ_r	La densité relative.
dh	Le déplacement du poinçon lors de la compression
h ₀	La hauteur initiale de la poudre dans la matrice
h	La hauteur de la poudre à la pression <i>P</i>
I _R	L'intensité réfléchie par l'échantillon analysé.
I ₀	L'intensité réfléchie par un matériau non absorbant pris comme référence.
Ø	Le taux de vide.
m	La masse de la poudre.
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)
R	La réflectance
T	La transmittance
d _F	Le diamètre de Féret
d _{Fmax}	Le diamètre de Féret maximum
d _{Fmin}	Le diamètre de Féret minimum
d _M	Le diamètre de Martin

d_A	Le diamètre de l'aire projetée
α	L'angle de repose
P	La pression appliquée
D	Le diamètre de la matrice.
F	La force de compactage
MDP	Métallurgie de poudre
LMP	Laboratoire de Métallurgie Physique

I.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.

La métallurgie des poudres (MDP) est un ensemble de procédés technologiques permettant la réalisation de composants de formes prédéterminées à partir de poudres (métalliques, céramiques ou composites) dont la granulométrie et la constitution sont maîtrisées. Cette méthode permet la réalisation de pièces de précision difficile à obtenir par d'autres procédés et ce sans encourir de perte de matériau[1].

I.2 Les poudres

Les poudres ou les milieux granulaires font l'objet de définition variées en raison de leur comportement complexe. Une poudre est un milieu granulaire dont les particules ont des dimensions habituellement inférieures à $100\mu\text{m}$. La nature granulaire d'un matériau pulvérulent est caractérisée par un certain nombre de paramètres physiques : la masse totale (m), le volume total de la poudre (V), le volume de la partie solide (V_s), le volume des vides (V_v), la masse volumique de la matière dense, la densité relative rapportée à la masse volumique du matériau dense, etc. Ces paramètres qualifient essentiellement l'état du matériau au regard de la porosité au cours des phases caractéristiques des procédés de mise en forme.

I.2.1 la forme

La forme des particules d'une poudre est l'aspect extérieur des grains, cette caractéristique morphologique est intimement liée au procédé de fabrication des poudres (figure I.1) [2].

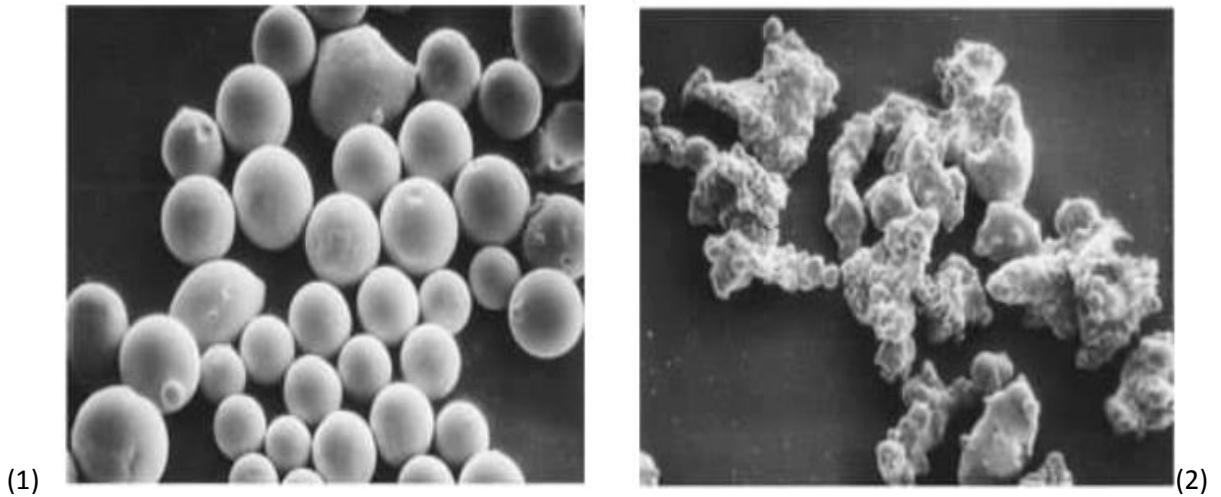


Figure I.1 : (1) micrographie d'une poudre de forme sphérique atomisée par gaz ;
(2) micrographie d'une poudre de forme irrégulière atomisée à l'eau .[2]

Les différentes formes des particules ont une influence importante sur le comportement de la poudre. La particule qui a la forme sphérique n'a pas les mêmes propriétés que celle de forme irrégulière. Les différentes formes des particules les plus fréquentes sont schématisées à la figure (I.2).

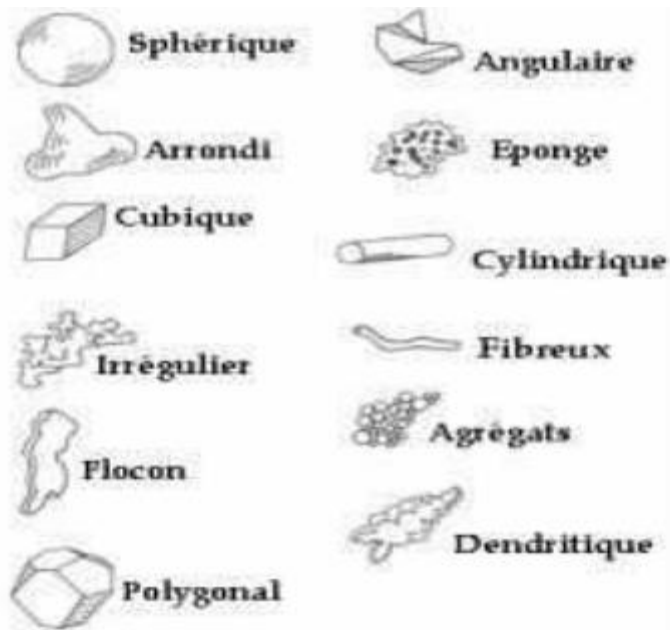


Figure I.2 : la morphologie des particules [3].

Chapitre I Rappel bibliographie

L'analyse de la morphologie des poudres par microscopie est la méthode la plus utilisée car permet d'identifier des particules individuelles et de calculer le coefficient de forme. Quant aux particules de formes irrégulières, le facteur de forme f est donné par le rapport du diamètre de Féret maximum d_{Fmax} au diamètre minimum d_{Fmin}

$$f = \frac{d_{Fmax}}{d_{Fmin}} \quad (I.1)$$

I.2.2 La taille

La taille des particules d'une poudre est la première caractéristique que l'on cherche à déterminer car un grand nombre d'autres paramètres y sont rattachés.

Les particules ont des tailles et des formes différentes, c'est pour cela qu'il existe diverses façons de les définir. Dans le cas des formes géométriques simples, la taille est facilement caractérisée. Par contre, dans le cas des grains de formes irrégulières, la mesure de la taille n'est pas définie sans ambiguïté.

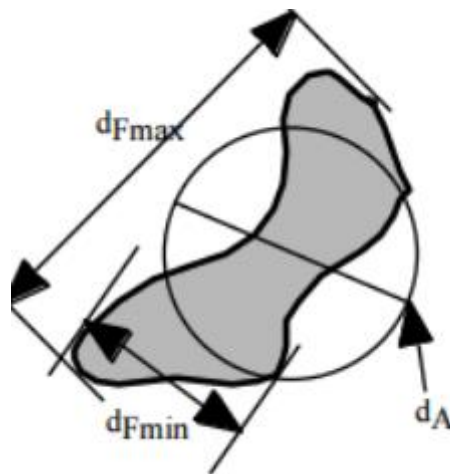


Figure I.3 :diamètres d'une particule de forme irrégulière [4].

Il existe plusieurs types de diamètres et plusieurs méthodes de mesure. Le tableau(I.1) ci-dessous illustre les différents diamètres d'une particule ainsi que leurs symboles et leurs définitions.

Chapitre I Rappel bibliographie

Diamètre	Symbole	Définition
Diamètre de Féret	d_F	Distance entre les deux tangentes extrêmes, parallèles à des cotés opposés de la particule.
Diamètre de Martin	d_M	La longueur de la corde qui partage la section projetée en deux parties égales.
Diamètre de Féret maximum	d_{Fmax}	Distance maximale entre deux tangentes parallèles sur des cotés opposés de la particule.
Diamètre de Féret minimum	d_{Fmin}	Distance minimale entre deux tangentes parallèles à des cotés opposés de la particule.
Diamètre de l'aire projetée	d_A	Diamètre du cercle possédant la même surface projetée que la particule.

Tableau I.1: différentes définition de diamètres de particules [4].

I.2.3 Le tamisage

La détermination de la taille des particules des poudres utilisées est effectuée sur des tamis . Les tamis sont superposés par ordre décroissant de la taille des mailles du plus haut au plus bas de la colonne. Les tamis sont séparés par des joints en caoutchouc assurant l'étanchéité. L'opération de tamisage consiste à verser la poudre dans le tamis situé en haut de la colonne dont la pile de tamis est serrée par des boulons. Une fois que tout est mis en place, l'opération de tamisage est lancée en sélectionnant le mode de vibration, sa fréquence et sa durée. Les particules de poudre se séparent et les plus fines traversent tous les tamis et tombent dans un plateau placé sous la colonne. Les particules relativement plus grosses sont arrêtées au niveau de chacun des tamis en fonction de leurs tailles. Cette technique permet de calculer les fractions massiques relatives à chaque intervalle de granulométrie entre deux tamis voisins. Ceci nous permet d'accéder à la répartition granulométrique de la poudre analysée.



Figure I.4 :Tamiseur RETSCH.[5]

I.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.

I.2.5 La coulabilité

La coulabilité est l'aptitude d'une poudre à couler. Elle est liée au comportement collectif des grains et dépend de la nature, de la densité, de la forme et de la taille des grains. La coulabilité des poudres notamment les poudres fines ou ultrafines est influencée par les forces électrostatiques et les forces de Van Der Waals [6].

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.

I.3 Paramètres de structures globaux

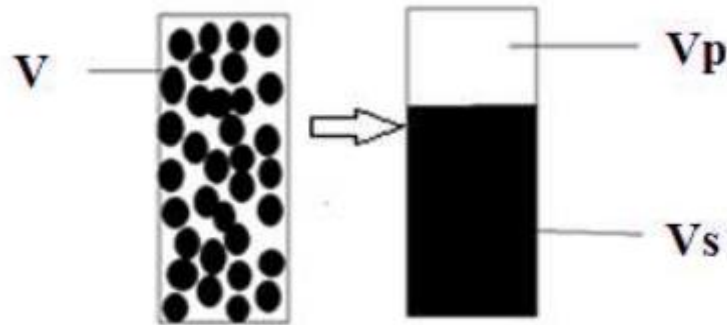


Figure I.5 :présentation des volumes d'un milieu granulaire.

Soit :

V le volume total occupé par le milieu granulaire (volume apparent)

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

$$V = V_s + V_p \quad (I.2)$$

I.3.1 La densité théorique ou réelle

La densité théorique notée ρ_{th} , représente le rapport de la masse m de la poudre au volume occupé par la phase solide de la poudre et s'exprime en g/cm^3

$$\rho_{th} = \frac{m}{V_s} \quad (I.3)$$

I.3.2 La densité apparente

La densité apparente ρ_a est définie par le rapport de la masse m de la poudre lâche à son volume apparent V_a et s'exprime en (g/cm^3)

$$\rho_a = \frac{m}{V_a} \quad (I.4)$$

Chapitre I Rappel bibliographie

I.3.3 La densité relative

La densité relative notée ρ_r est le rapport de la densité apparente ρ_a à la densité théorique ρ_{th} .

$$\rho_r = \frac{\rho_a}{\rho_{th}} \quad (I.5)$$

I.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.

$$\varepsilon = V_p / V \quad (I.6)$$

Avec :

- ε 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.

I.3.5 Compacité C

La fraction volumique de la phase solide :

$$C = V_s / V \quad (I.7)$$

On a bien évidemment

$$C = 1 - \varepsilon \quad (I.8)$$

I.3.6 Le taux de vide

$$\emptyset = V_p / V_s \quad (I.9)$$

I.4 Densification des poudres

I.4.1 Généralités

La compression des poudres ou de mélanges de poudres est un procédé largement utilisé dans de nombreux secteurs industriels comme l'agroalimentaire, le cosmétique, la

Chapitre I Rappel bibliographie

pharmacie, etc. Aussi, elle représente une étape très importante dans la métallurgie des poudres, car elle permet la mise en forme de poudres métalliques ou céramiques en comprimés et d'obtenir des pièces cohésives manipulables voire usinable avec une géométrie et une microstructure souhaitée [7].

Parmi les méthodes de compression des poudres, on trouve la méthode de compression isostatique à froid, la compression isostatique à chaud et la compression en matrice à froid. Dans cette étude, les densifications ont été réalisées avec la méthode de compression en matrice à froid. Cette dernière se limite à une compression uniaxiale à température ambiante [8].

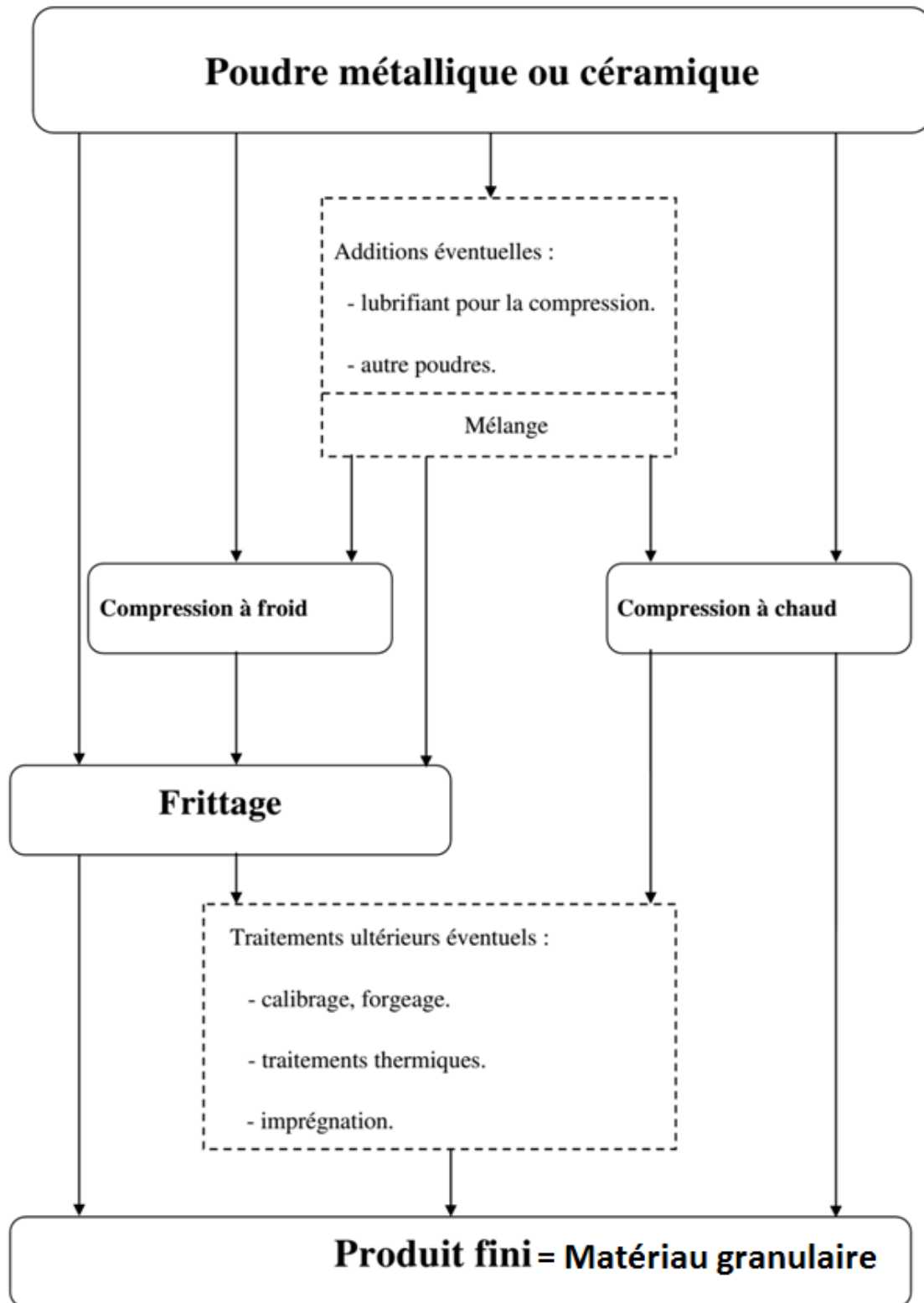


Figure I.6 : les principales étapes de la mise en œuvre des granulaires

Chapitre I Rappel bibliographie

I.4.2 Compression uniaxiale à froid

La compression à froid est un procédé technologique permettant la réalisation d'un compact de formes prédéterminées à partir des poudres métalliques, céramiques ou composites dont la granulométrie et la constitution sont maîtrisées. Les pressions utilisées pour comprimer les poudres peuvent aller jusqu'à 1 GPa selon la porosité de la pièce désirée. La majorité des pièces obtenues par l'industrie de la MDP sont consolidées selon cette méthode [8].

La qualité des matériaux obtenus par cette compression et leur caractéristique mécaniques, électrique..., dépend fortement de la morphologie des grains. Les formes irrégulières favorisent des accrochages mécaniques où le nombre de surfaces de contacts est plus important. Par contre certaines poudres et plus particulièrement les poudres de forme sphérique ne peuvent être mises en forme par une simple compaction à froid, en raison des frictions exercées par les grains sur les parois de la matrice et de la friction intergranulaire.

D'autres paramètres sont également importants tels que le comportement mécanique de la poudre (fragile ou ductile), la rugosité de la surface de l'outillage et les paramètres du procédé comme la vitesse de compression, la forme des poinçons et le temps d'application de la force de compactage[9] .

Les interactions entre grains survenant au cours de la compression dépendent aussi de ces conditions opératoires et sont influencées par ces différents paramètres. Quand il s'agit d'une poudre simple, ces interactions sont appelées forces de cohésion. Tandis que dans le cas de mélange, ces forces sont de nature adhésive. Parmi ces forces, on cite les interactions électrostatiques et les interactions moléculaires comme celles de Van Der Waals .

I.4.3 Aspects phénoménologiques de la compression

Au cours de la compression, l'application de la force axiale sur la poudre modifiera totalement sa structure interparticulaire ainsi que les contacts intergranulaires. Cette compressibilité s'observe et s'analyse en suivant l'évolution de la densité relative ou la densité apparente ou encore la porosité en fonction de la pression appliquée. Les courbes de compressibilité représentent trois mécanismes différents de densification[5] .

a) Le réarrangement

La réponse à l'application de la pression généralement faible est un réarrangement des grains qui se déplacent les uns par rapport aux autres par de petits glissements ou de petites rotations. Cette première étape concerne exactement le phénomène de redistribution des positions des grains et de restructuration des empilements qui correspondent à l'augmentation du nombre de coordinations, à l'élimination des voûtes et à la réduction de la porosité .

b) La déformation élastique

C'est la deuxième phase de compactage où la pression devient importante. Les points de contacts entre les grains deviennent des surfaces de contacts et les forces de liaisons interparticulaires sont supérieures à la tension imposée. Les grains pourraient donc se relaxer après annulation de la force de compactage [5] .

c) La déformation plastique

Lorsque la pression augmente davantage, les forces externes deviennent supérieures aux forces de liaisons. La poudre se déformera alors de manière irréversible .

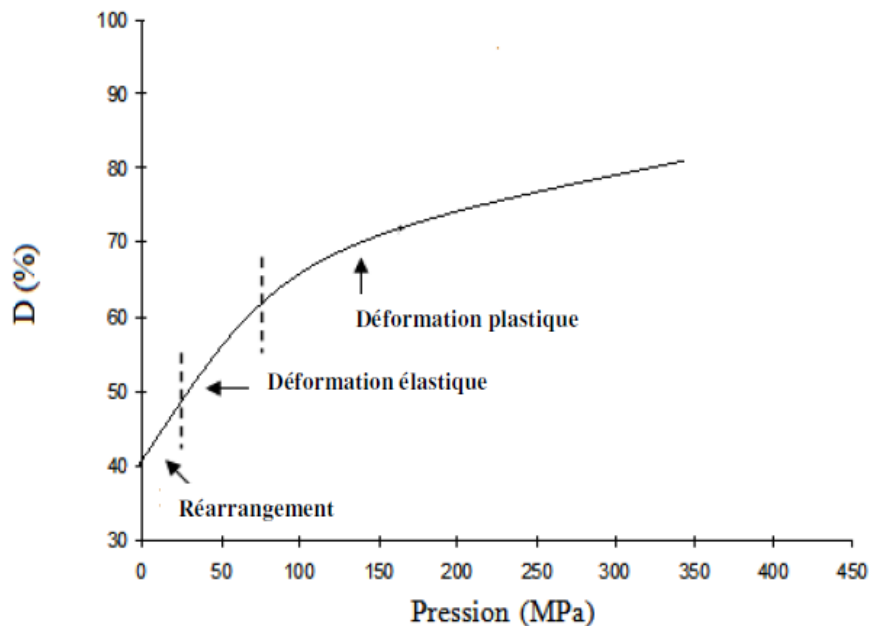


Figure I.7: les mécanismes de la densification[7] .

avec :

D (%) : densité relative

I.5 Mélange de poudres

Le mélange de poudres est une opération qui se situe généralement en début du processus de fabrication. il joue un rôle important dans la qualité galénique et du matériau granulaire[10].

I.5.1 Mécanismes de mélange

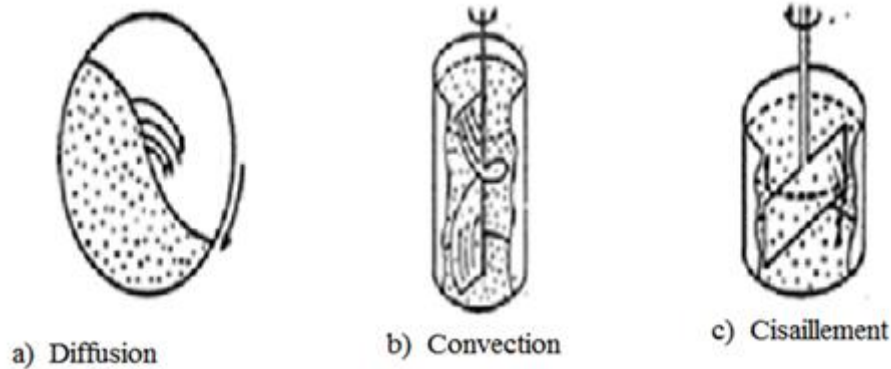


Figure I.8: mécanismes des mélanges.

- **Mélange par diffusion**

il s'agit d'un déplacement individuel des particules dans des directions aléatoires les amenant à se positionner les unes par rapport aux autres

- **Mélange par convection**

il s'agit du déplacement des particules par blocs. ceci nécessite le plus souvent l'intervention d'une force extérieure (en parle d'agitation par exemple) pour amener une énergie suffisante au système.

- **Mélange par cisaillement**

il s'agit d'un déplacement des particules en couches. il apparaît des plans de déplacement de particules au sein du mélange.

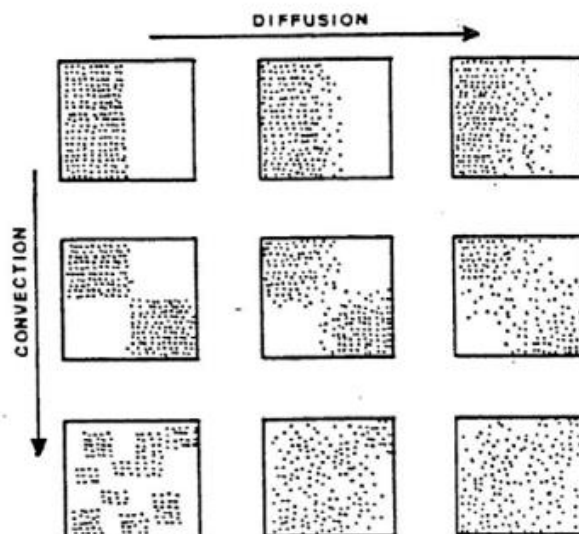


Figure I.9 : Les différents mécanismes de mélange [10].

Chapitre I Rappel bibliographie

La prépondérance de l'un ou l'autre de ces mécanismes est imposée par le type de mélangeur utilisé, mais aussi par la nature des particules. Ainsi, dans le cas d'une poudre à distribution granulométrique étalée, les particules les plus fines ont tendance à se déplacer individuellement selon un mécanisme de diffusion. Les poudres cohésives, au sein desquels les forces d'interaction particulaires sont élevées, ont plutôt tendance à se déplacer suivant un mécanisme de cisaillement.

I.5.2 les différents types de mélange

- le mélange parfait
- le mélange ordonné
- le mélange aléatoire

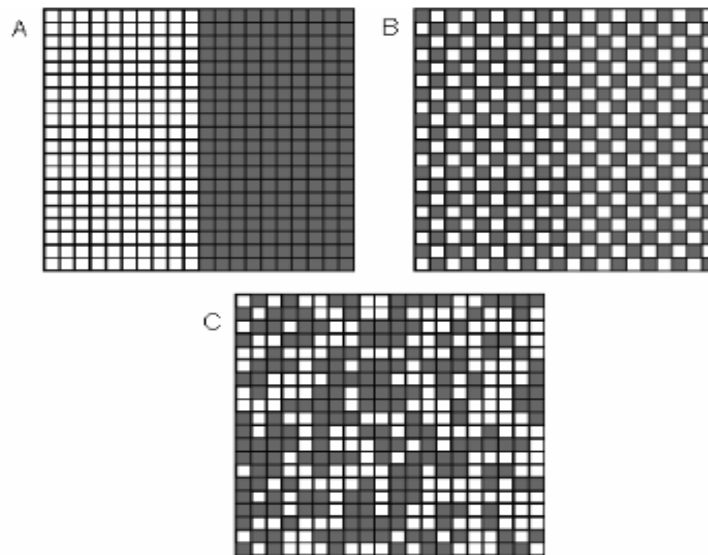


Figure I.10 : Différents états du mélange de poudre : Ségrégation complète (A), le mélange parfait (B), le mélange « aléatoire » (C)

a. Le mélange parfait

Il s'agit d'un mélange pour lequel on obtiendrait des échantillons de composition identique si on prélevait 2 particules adjacentes au sein d'un mélange binaire composé de particules ne se différenciant que par un seul caractère. L'obtention d'un tel mélange est impossible en pratique.

Chapitre I Rappel bibliographie

b. Le mélange ordonné

Il s'agirait d'un mélange dans lequel il existe des interactions entre les différents constituants donnant ainsi naissance à une véritable structure (Hersey, 1975). Dans cette théorie du mélange ordonné, on trouve l'exemple du principe actif de petite taille particulière mélangé avec un excipient de taille particulière plus importante. Etant donné les différences de propriétés (densité, taille,...) entre les deux types de constituants, le mélange ne serait pas possible sans l'existence d'interaction entre les petites et les grosses particules.

c. Le mélange aléatoire

Le mélange aléatoire se traduit par une distribution aléatoire des particules au sein du mélange. En d'autres mots, la probabilité de trouver une particule d'un des constituants est la même en tout point du mélange [10].

I.5.3 phénomène de ségrégation

Le phénomène de ségrégation aboutit généralement à une répartition spatiale non homogène de différentes espèces de grains. Ce processus apparaît lorsqu'une poudre ou un mélange de poudres polydisperses est soumis à des vibrations verticales. Pendant la mise en vibration de la masse granulaire, les particules grosses ont tendance à occuper le sommet de l'empilement alors que les petites se retrouvent au fond .

I.5.4 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 signifiant 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.

Chapitre I Rappel bibliographie

I.5.5 les propriétés physico-chimique des poudres influençant le processus de mélange

a. La taille des particules

La distribution granulométrique est un paramètre critique. Plus la taille des particules est petite, plus les forces d'attraction inter particulaire sont importantes et plus les poudres seront cohésives. Malgré l'existence de ces forces de cohésion, des mélanges de bonne qualité peuvent être obtenus.

En effet, les poudres cohésives ont une faible tendance à ségréger, mais, par contre, elles posent des problèmes d'écoulement.

Une autre caractéristique importante est l'étalement de la distribution granulométrique. Plus l'écart de taille entre les particules est grand, plus le phénomène de ségrégation risque de se manifester.

En effet, au cours du mélange, des espaces inter particulaires peuvent apparaître et favoriser l'écoulement des fines dans les interstices laissés par les particules de plus grande taille. On appelle ce phénomène la ségrégation par percolation des fines.

Dans certains cas, un autre mécanisme de ségrégation peut se produire en présence de fines. Il s'agit de l'élutriation qui est due à une différence de vitesse par rapport aux grosses particules. Il s'ensuit la formation d'un nuage de poussières de fines et ainsi une ségrégation (Davies, 2002).

b. La forme des particules

Plus les particules sont sphériques et régulières, plus le mélange sera facile à réaliser. En effet, l'homogénéité est atteinte d'autant plus rapidement que les particules sont de forme régulière. La forme des particules va influencer les surfaces de contact entre les particules. Les particules sphériques possèdent des propriétés d'écoulement optimales en raison de leur surface de contact plus faible tandis que les particules déforme irrégulières possèdent des propriétés d'écoulement inférieures .

L'utilisation d'excipients constitués de particules sphériques contribue à augmenter les propriétés d'écoulement et à minimiser la ségrégation et donc favorise le mélange .

c. La densité des particules

La densité est également un facteur qui va influencer le mélange de poudres. De fait, l'utilisation de matériaux présentant des densités différentes peut conduire à différents problèmes lorsque l'on doit obtenir un mélange homogène. La gravité aura tendance à attirer les particules les plus denses vers le bas tandis que les particules les moins denses se retrouveront au sommet [10].

I.6 Le contrôle de l'homogénéité

Le contrôle de l'homogénéité de mélange est une étape primordiale en Métallurgie des poudres. L'hétérogénéité d'un mélange peut être due, soit à un temps de mélange insuffisant, soit à un phénomène de démélange durant le transport ou le stockage.

Habituellement, l'homogénéité du mélange est déterminée en prélevant des échantillons au sein du mélange.

I.6.1 Echantillonnage

La difficulté de l'échantillonnage réside dans le fait que les échantillons doivent être représentatifs du mélange dans lequel ils ont été prélevés. En théorie, pour que l'échantillon soit représentatif, il faut que chaque constituant ait une chance équivalente d'être prélevé. Il faut aussi éviter de perturber de manière excessive l'intégrité du mélange au sein duquel on effectue les prélèvements. Le nombre d'échantillons, leur masse ainsi que la méthode d'échantillonnage sont des paramètres très importants pour garantir la qualité de ce dernier. On sait depuis longtemps (Hersey, 1970) que plus le nombre d'échantillons est élevé plus l'erreur sur l'homogénéité diminue [10].

II.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous exposons les différentes techniques et méthodes expérimentales utilisées en métallurgie des poudres pour la mesure des divers paramètres physiques influant sur le comportement général des poudres et des mélanges de poudre.

II.2 Mesure de la densité des poudres

II.2.1 Densité théorique

Pour mesurer la densité vraie ou théorique d'une poudre, le principe consiste à mesurer le volume V_s occupé par les particules solides d'un lot de poudre de masse connue m à l'aide d'un pycnomètre à hélium. L'hélium est utilisé car il se comporte comme un gaz parfait ce qui permet d'utiliser la loi de Mariotte et il pénètre aussi facilement dans les micropores de l'ordre de quelques Angströms[11].

La méthode de pycnomètre à l'hélium permet de mesurer le volume de gaz déplacé par une masse connue de poudre, ce qui permet de connaître le volume solide de la poudre. Cette mesure nécessite que l'échantillon soit parfaitement sec et elle se fait par le dispositif ACCUPYC.133 schématisé ci-dessous (figure II.1)[12].

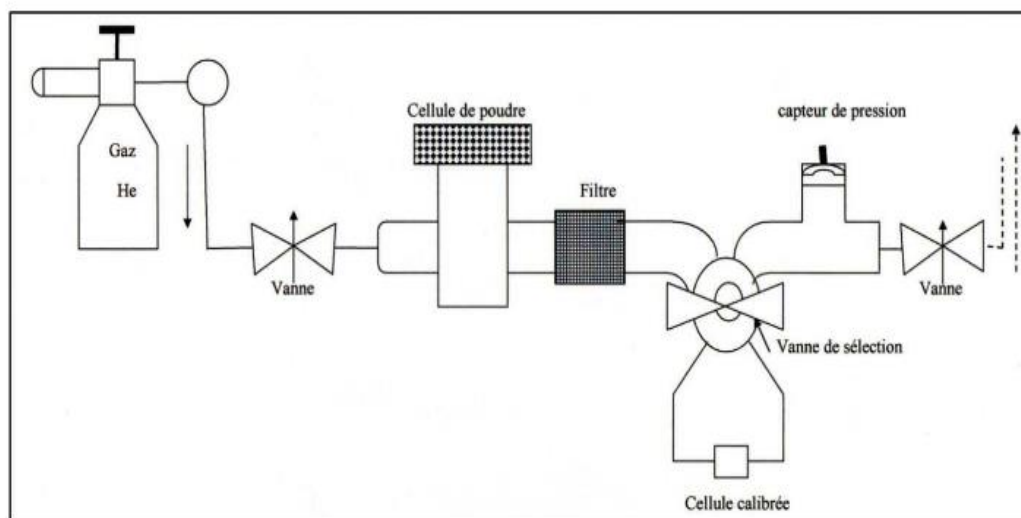


Figure II.1 : schéma de principe d'un pycnomètre à hélium[12].

Le dispositif comporte deux cellules pouvant être séparées ou mises en communication à l'aide d'une vanne de sélection. Au début, les deux cellules sont en contact et on les remplit d'hélium sous une pression P_1 mesurée à l'aide d'un capteur de pression. À l'équilibre thermique et à la température ambiante T , on peut écrire :

Chapitre II Méthodes Expérimentales

$$\text{Cellule 1 :} \quad P_1 V_R = n_1 RT \quad (\text{II.1})$$

$$\text{Cellule 2 :} \quad P_1 V_R = n_R RT \quad (\text{II.2})$$

Où :

n_1 : est le nombre de moles dans la cellule échantillon de volume V .

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

R : est la constante des gaz parfaits.

Après, les deux cellules sont isolées l'une de l'autre et l'on introduit dans la cellule échantillon une poudre de masse m et de volume inconnu V_s . On rétablit la pression P_1 dans cette cellule pour la même température, on aura :

$$P_1(V - V_s) = n'_1 RT \quad (\text{II.3})$$

Où n'_1 est le nombre de moles d'hélium restant dans la cellule.

On pressurise jusqu'à $P_2 = 100$ kPa l'hélium dans cette cellule, ce qui élève la température. Au retour à la température d'équilibre T , on a :

$$P_2(V - V_s) = n_2 RT \quad (\text{II.4})$$

Tel que : $n_2 > n_1$

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 :

$$P_3(V - V_s) + P_3 V_R = n_2 RT + n_R RT \quad (\text{II.5})$$

D'autre part, on remplace le membre (II.4) dans (II.5) avec les formules précédentes:

$$P_3(V - V_s) + P_3 V_R = P_2(V - V_s) + P_1 V_R$$

$$(P_3 - P_2)(V - V_s) = (P_1 - P_3) V_R$$

On obtient alors le volume solide total V_s de la poudre :

$$V_s = V - (P_1 - P_3) V_R / (P_3 - P_2) \quad (\text{II.6})$$

Chapitre II Méthodes Expérimentales

Puis la densité réelle ou théorique sera :

$$\rho_t = m/V_s \quad (\text{II.7})$$

II.2.2 La densité apparente

Les méthodes de mesure de la densité apparente dépendent de la coulabilité des poudres, on distingue donc deux méthodes différentes :

Méthodes 1

Cette méthode est utilisée dans le cas des poudres qui s'écoulent facilement. On remplit complètement de poudre un récipient cylindrique de volume calibré, selon des conditions normalisées (figure II.2), en évite tout choc ou vibration du récipient. La masse de la poudre est ensuite mesurée à l'aide d'une balance de précision puis on mesure la densité apparente qui est donnée par [11,12] :

$$\rho_a = \frac{m}{V_a} \quad (\text{II.8})$$

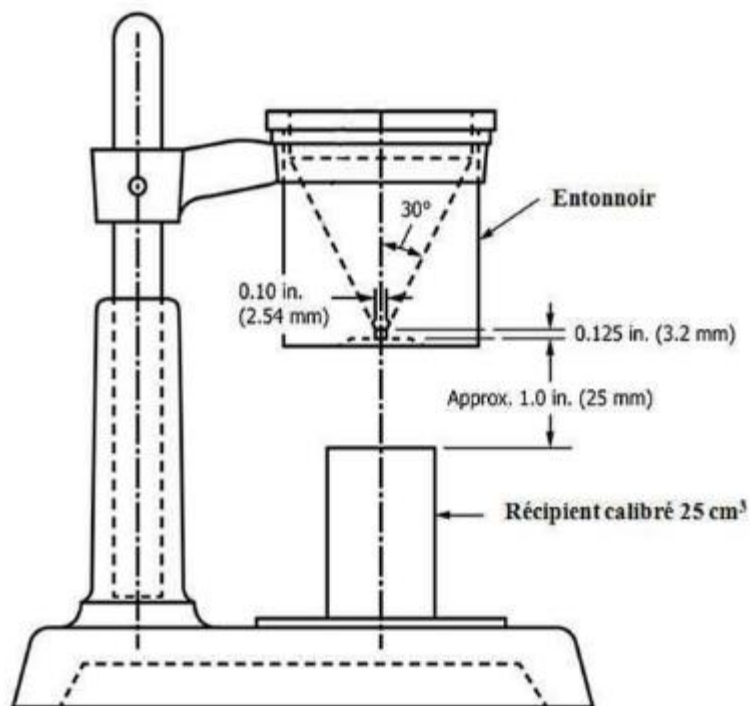


Figure II.2 : mesure de la densité apparente (Hall flowmeter) .

Méthode 2

Cette méthode n'est utilisée que pour les poudres qui s'écoulent mal ou bien les poudres fortement cohésives.

Le dispositif comporte un cylindre rempli de poudre, posé sur une plaque parfaitement lisse et percée d'un trou cylindrique ayant un volume normalisé (figure II.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 déduit la densité apparente.

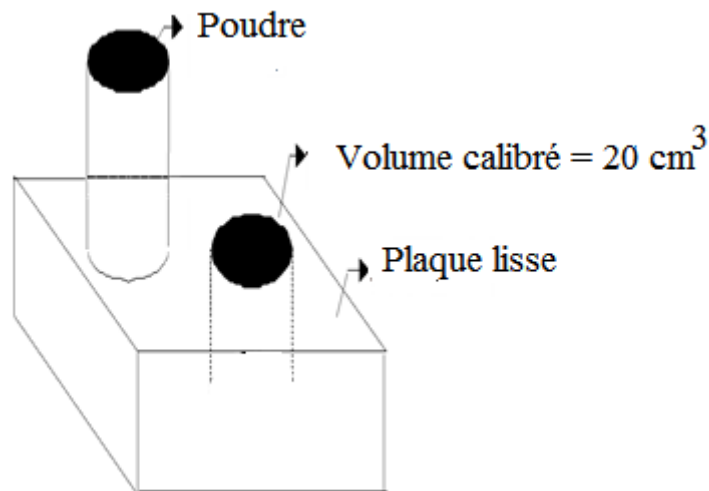


Figure II.3 : mesure de la densité apparente .

II.2.3 Densité tapée

La poudre est versée dans une éprouvette graduée puis tassée en appliquant des chocs verticaux communiqués par une came en rotation. Les particules les plus fines s'insèrent dans les espaces vides entre les particules les plus grosses. Petit à petit les particules s'arrangent plus efficacement, le volume apparent décroît et la densité tapée augmente .

II.3 Mesure de la coulabilité:

La coulabilité se mesure par des tests normalisés. La méthode la plus simple et la plus courante consiste à mesurer le facteur d'écoulement, c'est-à-dire le temps nécessaire pour que 50g de poudre s'écoulent à travers un orifice d'un entonnoir calibré selon des dimensions standardisées. Le dispositif est identique à celui qui est utilisé pour la mesure de la densité apparente[11] .

À partir de ce facteur, on peut exprimer aussi une vitesse d'écoulement, qui est la masse de poudre qui s'écoule en moyenne par seconde et s'exprime en g/s.

$$v_e = \frac{50}{t} \quad (\text{II.9})$$

Dans les conditions de ce test, certaines poudres peuvent se caractériser par une absence de coulabilité (vitesse d'écoulement nulle), c'est le cas des poudres fines qui possèdent un diamètre moyen en général inférieur à $10\mu\text{m}$. Ces poudres possèdent de fortes liaisons interparticulaires telles que les forces de van der Waals, les forces électrostatiques..., qui forment des agglomérats.

II.4 Mesure de l'angle de repose:

Pour les poudres qui ne s'écoulement pas ou s'écoulent mal, on ne peut utiliser le dispositif Hall flowmeter. Pour cela, on utilise une autre méthode qui consiste à exprimer la coulabilité d'une poudre par l'angle de repose. Il s'agirait de mesurer l'angle que forme une poudre lâche versée sur un plan horizontal.

Il existe plusieurs méthodes qui permettent de mesurer cet angle de repose, parmi lesquelles nous citons la méthode de la boîte parallélépipédique qui facilite la lecture de l'angle de repose d'une poudre (figure II.4)[11].

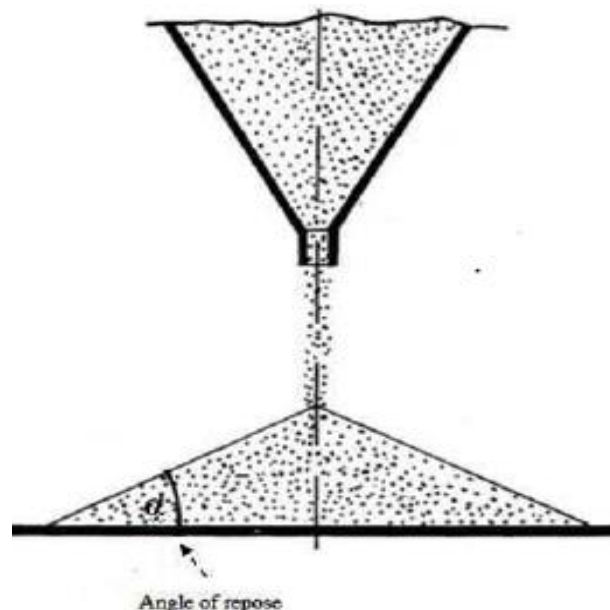


Figure II.4 : mesure d'angle de repose.

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

$$\alpha = \text{Arctg} \left(\frac{h}{r} \right) \quad (\text{II.10})$$

II.5 La densification des poudres

La méthode de compression la plus utilisée est la compression uniaxiale à froid. Le cycle de cette compaction peut être décrit comme c'est schématisé par la figure (II.5).

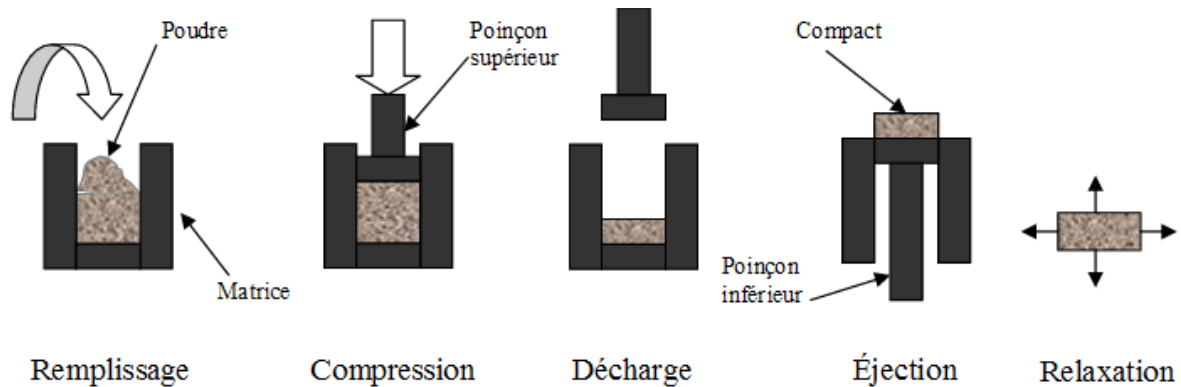


Figure II.5: Présentation du procédé de compression en matrice[9]

II.5.1 Le remplissage

Le remplissage de la matrice se fait généralement à l'aide d'un entonnoir. Une quantité contrôlée de poudre de masse m est mise en place dans une matrice et elle doit occuper une hauteur initiale h_0 inférieure ou égale au diamètre D de la matrice .

II.5.2 La compression

Cette étape permet de densifier la poudre et de la mettre en forme de comprimé à l'aide d'une presse hydraulique. La force appliquée est assurée par le déplacement d'un vérin hydraulique .

II.5.3 La décharge

C'est la phase du retrait du poinçon qui réalise la compression. 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.

II.5.4 L'éjection

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

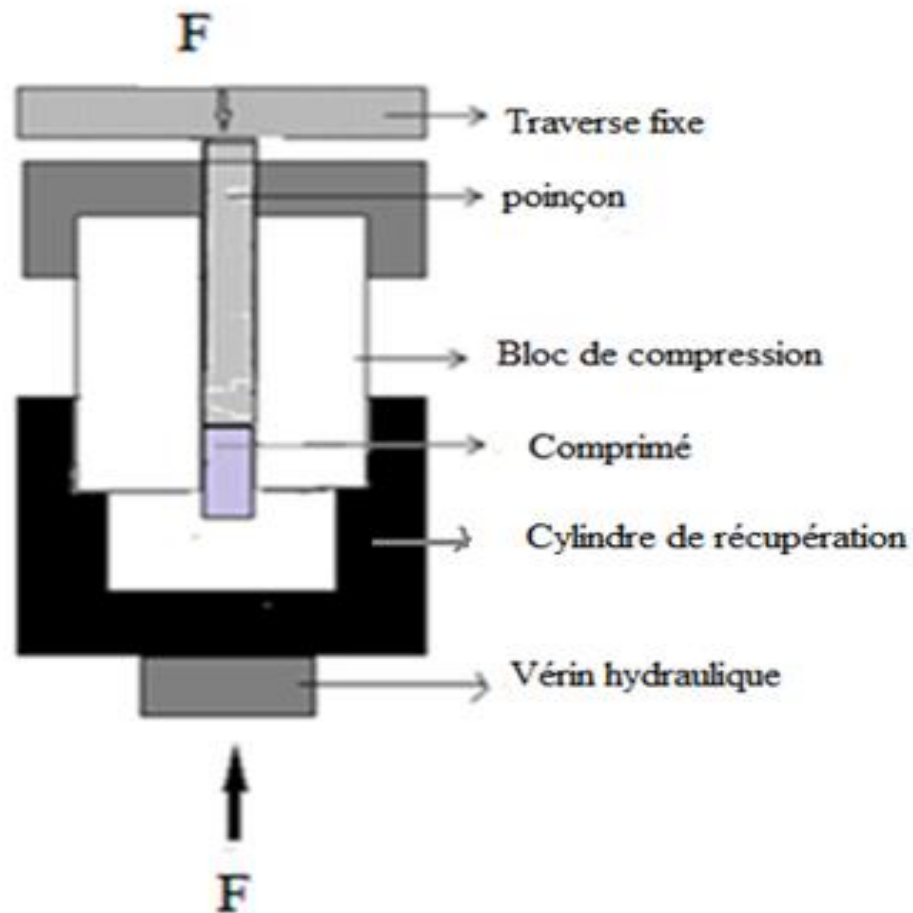


Figure II.6 : l'éjection du comprimé.

II.5.5 La relaxation

Une fois le comprimé éjecté, il continue à se dilater pour atteindre au bout d'un certain temps un état d'équilibre stable, ou se fissurer quand la poudre est sensible à l'humidité par exemple. Dans ce processus, et selon le comportement de la poudre et l'état de contrainte généré en compression ainsi que les conditions de stockage, le comprimé pourrait se fissurer. La compréhension de la compaction de poudres est toujours limitée par le nombre et la complexité des étapes et des paramètres contrôlant le procédé de compression. En effet, les différents mécanismes, réarrangement des particules, fragmentation, déformations réversibles et irréversibles, peuvent se produire en même temps ou successivement [9].

II.6 Mélanges de poudres

II.6.1 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.

Chapitre II Méthodes Expérimentales

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.

II.6.2 Les méthodes de mesures en ligne de l'homogénéité des mélanges

A. Les méthodes spectroscopique

La spectroscopie proche infrarouge (SPIR) est une méthode physicochimique d'analyse basée sur l'interaction entre un rayonnement lumineux dans le domaine proche infrarouge (10.000-4000cm 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. Cette absorption sélective de l'énergie lumineuse fournit donc un spectre caractéristique de la nature et des quantités de molécules en interaction. Avec un modèle adéquat (calibration), une analyse quantitative est donc possible. L'absorption de la lumière par l'échantillon est sous la dépendance non seulement de sa composition chimique mais aussi de critères physique qui peuvent donc être estimés à partir du spectre, comme la granulométrie dans le cas des poudres. Les avantages généralement attribués à cette technique sont la rapidité, l'absence de solvant, la simplicité de la mesure, l'aspect non destructif, l'excellente répétabilité des mesures atteinte par la génération actuelle d'instruments et la possibilité d'automatiser l'ensemble des étapes de l'analyse, puisque cette technique peut facilement jouer le rôle d'un capteur dans un procédé industriel continu (mélangeur, réacteur ...). Il existe deux grands modes de mesure en spectroscopie PIR : la réflexion et la transmission :

a. 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'intensités :

Chapitre II Méthodes Expérimentales

$$R=I_R/I_0 \quad (\text{II.11})$$

Avec

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

I_0 : l'intensité réfléchie 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 équation :

$$A=\log(1/R) \quad (\text{II.12})$$

b. 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'intensités :

$$T=I_T/I_0 \quad (\text{II.13})$$

L'absorbance est définie comme étant le logarithme décimal de l'inverse de la transmittance T , selon les équation :

$$A=\log(1/T) \quad (\text{II.14})$$

B. Technique d'analyse d'image

Le but de l'analyse d'image est de fournir une description quantitative de l'image (nombre de cellules d'une certaine taille) ou une reconnaissance de forme qui est utile si les caractéristiques morphologiques de l'image sont liées aux propriétés de l'objet. Elle trouve des applications dans de nombreux domaines : sciences des matériaux, sciences de la vie, géologie, robotique... Dans le domaine des solides divisés, l'analyse d'image est surtout utilisée en caractérisation des 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.

Chapitre II Méthodes Expérimentales

Les signaux provenant de l'image reçue par la caméra sont traités par une unité centrale qui calcule les surfaces occupées par 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. Nous décrivons 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 sélectionnées seront 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.

Conclusion générale

Cette pré-étude a consisté à élaborer un matériau granulaire à partir des poudres métalliques et/ou céramiques par compression en matrice à froid.

Après avoir défini les différents paramètres physiques influant sur le comportement général des poudres, tels que, la forme, la taille, la coulabilité, les paramètres de structure globaux autrement dit la densité théorique, la densité apparente, la densité relative et la porosité, nous avons présenté dans le deuxième chapitre les diverses méthodes et techniques expérimentales utilisées pour mesurer ces différents paramètres tels que, la coulabilité, l'angle de repos et les paramètres de structure globaux.

La consolidation des poudres en matrice à l'aide d'une presse hydraulique MTS 810, a fait l'objet de la dernière partie de ce chapitre. Les expériences qui ont été réalisées au laboratoire de métallurgie physique de l'université de Poitiers (France) ont été reprises.

À l'aide d'un programme informatique que nous avons mis au point, nous avons analysé et traité les fichiers de compression relative à trois poudres différentes : la poudre de bronze, la poudre de cuivre et la poudre de verre. La poudre de bronze et la poudre de verre sont de forme sphérique. En revanche, la poudre de cuivre se présente plutôt sous des formes irrégulières.

Les consolidations des trois poudres, verre, bronze et cuivre, dans les mêmes conditions opératoires, ont été étudiées et comparées.

par ailleurs, nous avons étudié l'influence de la taille des grains et le rapport de taille des constituants sur la compressibilité des poudres métalliques et céramiques. Les effets de la taille des grains et du rapport de taille des constituants sur la compressibilité des poudres forment la dernière partie de cette étude. Nous avons constaté que, quel que soit la nature ou la forme des grains, quand la finesse des grains augmente, le compactage uniaxial des particules devient de plus en plus difficile. A taille identique, la différence de compressibilité résulte des différences morphologiques et mécaniques des grains.

Quant à l'influence du rapport de taille des constituants sur la compressibilité des poudres, nous avons constaté que plus le rapport de taille des constituants augmente plus la poudre devient compressible.

Cette étude ne représente qu'une phase de l'élaboration des matériaux granulaires. la densification à froid des poudres ou de mélange de poudre devrait être suivie d'une opération de frittage qui consiste éliminer toutes les porosités au sein du matériau et obtenir alors un matériau massif.

Cette étude complète ne pourrait se faire dans le cadre d'un mémoire de master.

Références bibliographiques

- [1]. **KHELOUI.KAHINA:** "Elaboration de l'intermétallique F_eA_L utilisé comme renfort particulaire dans les matériaux composites " [Mémoire de Magister].
- [2]. **DAVIS, J.R.** " Handbook of Thermal Spray Technology " [Livre]. - United States of America : ASM International, 2004.
- [3]. **ANGELO, P.C & SUBRAMANIAN, R.** " Powder Metallurgy : Science, Technology and Applications " [Livre]. - New Delhi : Phi Learning Private Limited, 2008.
- [4]. **HAUSONNE, Jean-Marie ; BARTON, James.L ; BOWEN, Paul ; CARRY, Claude Paul.** " *Traité des Matériaux* : Tome 16, Céramiques et verres : principes et techniques d'élaboration " [Livre]. - Lausanne : Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 2005.
- [5]. **MEZIANI, Hakima.** " Elaboration d'un composite WC/Cu par infiltration " [Mémoire de magistère]. - Tizi-Ouzou : Université Mouloud Mammeri, 2013.
- [6]. **RODRIGO CONDOTTA, M.** " Coulabilité des poudres cohésives : mesures aux faibles contraintes, granulaires humides et application à une poudre industrielle " [Thèse de doctorat]. - Toulouse : L'institut National Polytechnique, 2005.
- [7]. **BOUNOUA, Abdelkader.** " La métallurgie des poudres " [Cours]. - France : Université de Poitiers, 1995.
- [8]. **FILALI, Mohamed.** " Conductivité thermique apparente des milieux granulaires soumis à des contraintes mécaniques : modélisation et mesures " [Thèse de doctorat]. - Toulouse : L'Institut National Polytechnique, 2006.
- [9]. **KADIRI, Moulay Saddik.** " Compression de poudres pharmaceutiques et interaction avec l'outillage, analyse expérimentale et modélisation numérique " [Thèse de doctorat]. - France : L'école des Mines d'Albi Carmaux, 2004.
- [10]. "Application de technologie analytique des procédés dans l'étude de l'homogénéité de mélanges des poudres pour compression directe". [Thèse présentée en vue de l'obtention du grade de docteur en sciences pharmaceutique]. université de Liège, 2006–2007.
- [11]. **BOUNOUA, Abdelkader.** " Compressibilité de mélanges de poudres métalliques et céramiques " [Diplôme d'Études Approfondies]. - France : Université de Poitiers, 1992.

[12]. **BOUNOUA, Abdelkader.** " Structure, rhéologie et compressibilité de mélanges de poudres métalliques et céramiques & analyse structurale d'empilements 2D de sphères dures mono et polydispersés " [Thèse de doctorat]. - France : Université de Poitiers, 1995.

[13].**Bouv.93-** D.Brien, A design method for gap-graded asphalt mixes Road and constuction,1972, 140.

et **Lafe.93-** M lafer* , D Bouvard * , P.Stutz* , M .Pirronnet **, G. Raisson **, powder Metallurgy International, 1/1993 février.