



**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR 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'Etudes

Pour obtenir le diplôme de Master en Physique

Option : Modélisation et Caractérisation des Matériaux

Présenté par :

Amina MOKRED

Sujet :

Modélisation de la consolidation à froid des poudres métalliques et céramiques

Soutenu le : 29/05/2016

Devant le jury composé de :

M. Omar BELHAMITI	MCA	Université de Mostaganem	Président
M. Mohamed BOUADJELANE	MAA	Université de Mostaganem	Examineur
M. Abdelkader BOUNOUA	MCA	Université de Mostaganem	Encadreur

Année Universitaire: 2015/2016

Je dédie ce travail à :

Mes chers parents

Mes frères et mes sœurs

Mes amis (es)

Remerciements

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

Je tiens à exprimer toute ma gratitude et mes plus vifs remerciements ainsi que ma sincère reconnaissance à Monsieur Abdelkader BOUNOUA de m'avoir proposée le sujet et consenti tant d'efforts et de temps pour diriger ce travail.

Je remercie Monsieur Omar BELHAMITI, maître de conférences à l'université de Mostaganem, de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de soutenance.

Je tiens à exprimer mes remerciements à Monsieur Mohamed BOUADJELANE, maître assistant à l'université de Mostaganem, d'avoir accepté de faire partie de ce jury.

Je voudrais également exprimer mes grands remerciements à toute personne qui m'a soutenu et aidé de près ou de loin : ma famille, mes chères copines notamment, mes copines Nour El Houda BENKAFOUF et Nedjma BERRAHAL.

Principales notations & abréviations

<i>Symbole</i>	<i>Signification</i>
d	Le diamètre de la particule
d_F	Le diamètre de Féret
d_M	Le diamètre de Martin
d_{Fmax}	Le diamètre de Féret maximum
d_{Fmin}	Le diamètre de Féret minimum
d_A	Le diamètre de l'aire projetée
d_{St}	Le diamètre de stokes
d_V	Le diamètre équivalent volumique
d_S	Le diamètre équivalent surfacique
f	Le coefficient de forme
ϕ_s	La sphéricité d'une particule
S_V	La surface spécifique volumique
S_T	La surface totale des enveloppes externes des grains
S_m	La surface spécifique massique
N	Le nombre total des grains de l'empilement
m	La masse de la poudre
ρ_{th}	La densité théorique de la poudre
ρ_a	La densité apparente de la poudre
ρ_r	La densité relative de la poudre
ε	La porosité ou le taux de porosité

V_s	Le volume occupé par la phase solide de la poudre
V_a	Le volume apparent de la poudre
V_p	Le volume de la phase poreuse
α	L'angle de repose
T	La température
P	La pression appliquée
R	La constante des gaz parfaits
$V_{tapée}$	Le volume tapé de la poudre
$\rho_{tapée}$	La densité tapée de la poudre
v_e	La vitesse d'écoulement
D	Le diamètre de la matrice.
S	La section de la matrice
h_0	La hauteur initiale de la poudre dans la matrice
h	La hauteur de la poudre à la pression P
F	La force de compactage
dh	Le déplacement du poinçon lors de la compression
V_m	Le volume théorique du métal
V_c	Le volume théorique du céramique
C_m	La concentration massique du métal
C_c	La concentration massique du céramique
ρ_m	La densité théorique du métal
ρ_c	La densité théorique du céramique

σ_0	La contrainte d'écoulement plastique
P_y	La pression moyenne d'écoulement
n	Le nombre de couches
dh_p	La réduction du diamètre d'une particule
d'	Le diamètre de la particule au cours de la compression
r	Le rayon de base de la calotte sphérique
x	La hauteur de la calotte sphérique
θ	L'angle délimitant la calotte sphérique
S_{cs}	La surface de la calotte sphérique
V_{cs}	Le volume de la calotte sphérique
m_g	La masse de la particule
V_g	Le volume de la particule
MDP	La Métallurgie Des Poudres
LMP	Laboratoire de Métallurgie Physique
ASTM	American Society for Testing Material

Table des matières

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Chapitre I : généralités & étude bibliographique

I.1	Introduction	3
I.2	Caractéristiques granulométriques et morphologiques des poudres	3
I.2.1	Taille des particules	3
I.2.2	Forme des particules	5
I.2.3	Surface spécifique	6
a.	Surface spécifique volumique	6
b.	Surface spécifique massique	6
I.3	Paramètres de structure globaux	7
I.3.1	Densité	7
a.	Densité théorique	7
b.	Densité apparente	7
c.	Densité relative	7
d.	Densité tapée	7
I.3.2	Porosité	7
I.4	Coulabilité	8
I.5	Angle de repose	8
I.6	Phénomène de ségrégation	8
I.7	Phénomène de percolation	9
I.8	Analyse granulométrique par tamisage	9
I.9	Densification des poudres	10
I.9.1	Généralités	10
I.9.2	Compression uniaxiale à froid	12
I.9.3	Aspects phénoménologiques de la compression	12

Chapitre II : méthodes expérimentales

II.1	Introduction	14
II.2	Mesure de la taille	14
II.3	Mesure de la densité des poudres	16

II.3.1	Densité vraie	16
II.3.2	Densité apparente	18
II.3.3	Densité tapée	19
II.4	Mesure de la coulabilité	20
II.5	Mesure de l'angle de repose	21
II.6	Consolidation à froid des poudres	22
II.6.1	Le remplissage	22
II.6.2	La compression	22
II.6.3	L'éjection	22

Chapitre III : étude de la compression en matrice

III.1	Introduction	23
III.2	Méthodologie	23
III.3	Organigramme du programme	26
III.4	Densification des poudres	27
III.5	Résultats et discussions	28

Chapitre IV : modélisation de la compression en matrice

IV.1	Introduction	32
IV.2	Relations pression-densité	32
IV.3	Modèle suggéré	34
IV.4	Organigramme du programme	42
IV.5	Résultats et discussions	43
IV.6	Analyse des résultats par le model de Heckel	48
IV.7	Étude comparative des modèles	51
	Conclusion générale	54
	Références bibliographiques.....	56

Introduction générale

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. Les milieux granulaires ont deux faces : d'une part, celle d'un sujet de physique qui est en plein développement et, d'autre part, celle d'une forme de la matière dont la maîtrise est difficile mais indispensable en métallurgie des poudres.

En effet, les processus d'élaboration des matériaux granulaires interviennent aujourd'hui dans beaucoup d'industries, ils constituent une nouvelle voie pour l'élaboration de matériaux nouveaux dotés de propriétés physico-chimiques et mécaniques particulières. 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, outre la nature même des poudres, des paramètres comme 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.

Le présent travail s'inscrit dans le cadre de ces types de préoccupations. Le plan de cette étude est décomposé de la manière suivante :

Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique qui consistera principalement à étudier les paramètres physiques macroscopiques qui influent sur le comportement général des poudres. Aussi, l'accent est mis sur les mécanismes intervenant lors de la densification des poudres en matrice.

Dans le deuxième chapitre, nous présentons les différentes techniques et méthodes expérimentales utilisées en métallurgie des poudres pour la mesure des tailles et des 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.

L'étude détaillée de la densification des poudres en matrice est exposée au troisième chapitre.

Le quatrième chapitre constitue l'objet principal de cette étude. Dans la première partie de ce chapitre, nous évoquons les différents modèles théoriques relatifs à la

densification des poudres en matrice notamment le modèle de Heckel et de Kawakita. Dans la deuxième partie, nous proposons un modèle théorique original que nous avons développé. Les résultats du modèle élaboré seront confrontés aux résultats expérimentaux et à ceux obtenus par le modèle de Heckel.

Enfin, dans la conclusion, après un bilan général des principaux résultats obtenus au cours de cette étude, nous évoquerons les prolongements possibles et les développements qui pourraient être envisagés sur la base de cette étude ; en particulier la modélisation de la densification des poudres en matrice.

Chapitre I

Généralités & étude bibliographique

I.1 Introduction :

Les poudres ou les milieux granulaires sont des états fractionnés de la matière. Elles peuvent être définies comme un ensemble de particules dont les dimensions sont habituellement inférieures à $160\mu\text{m}$ et en raison de leur comportement complexe, les poudres font l'objet de définitions variées. En effet, la poudre peut être considérée comme solide lorsqu'elle est stockée, liquide lorsqu'elle s'écoule et gazeuse lorsque les particules peuvent se disperser dans toutes les directions [16].

Les matériaux élaborés à partir des poudres dépendent de façon critique de certains paramètres physico-chimiques, tels que la taille, la forme, la nature de la poudre, la compacité, la coulabilité et d'autres paramètres résultant des interactions entre grains individuels ou entre grains et le milieu extérieur.

I.2 Caractéristiques granulométriques et morphologiques des poudres :

I.2.1 Taille des particules :

La taille des particules d'une poudre ou d'un mélange de poudres métalliques et/ou céramiques 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 [21, 26, 29].

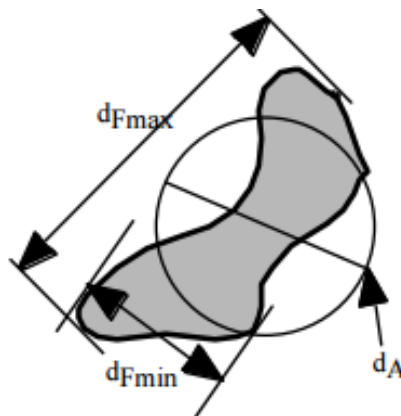


Figure I.1 : diamètres d'une particule de forme irrégulière [21].

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.

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.
Diamètre de stokes	d_{st}	Diamètre d'une sphère chutant librement à la même vitesse que la particule dans un fluide donnée.
Diamètre équivalent volumique	d_v	Diamètre de la sphère ayant le même volume que celui de la particule.
Diamètre équivalent surfacique	d_s	Diamètre de la sphère ayant la même surface externe que la particule.

Tableau I.1: différentes définitions de diamètres de particules [21].

I.2.2 Forme des particules :

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.2) [12].

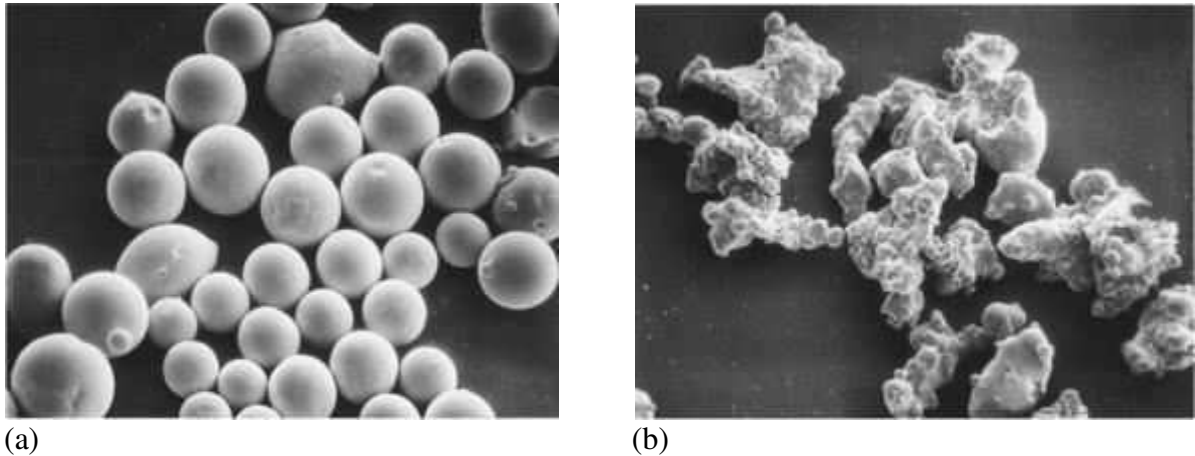


Figure I.2 : (a) micrographie d'une poudre de forme sphérique atomisée par gaz ;
(b) micrographie d'une poudre de forme irrégulière atomisée à l'eau [12].

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.3) [27].

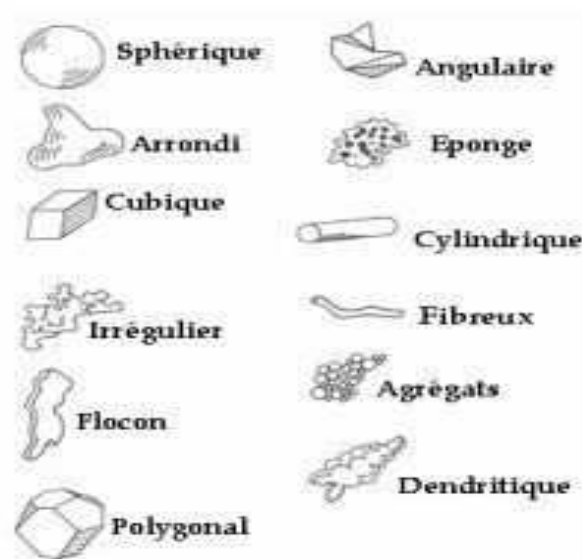


Figure I.3 : la morphologie des particules [27].

L'analyse de la morphologie des poudres par microscopie est la méthode la plus utilisée car, elle permet d'identifier des particules individuelles et de calculer le coefficient de forme. Le coefficient de forme f est défini par le rapport de l'axe principal à l'axe secondaire dans le cas des particules anisotropes et possédant une morphologie relativement régulière [21, 27].

$$f = \frac{\text{l'axe principal}}{\text{l'axe secondaire}} \quad (\text{I.1})$$

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} .

$$f = \frac{d_{Fmax}}{d_{Fmin}} \quad (\text{I.2})$$

Il existe un autre concept pour décrire la forme d'une particule, qui est la sphéricité d'une particule ϕ_s . Cette dernière est définie par le rapport de la surface d'une sphère possédant le même volume que la particule considérée à la surface spécifique de cette particule [6, 21, 27].

$$\phi_s = \frac{\text{la surface d'une sphère possédant le même volume que la particule}}{\text{la surface spécifique de la particule}} \quad (\text{I.3})$$

I.2.3 Surface spécifique :

a. Surface spécifique volumique :

La surface spécifique volumique S_V d'une poudre est définie par le rapport existant entre la surface totale S_T des enveloppes externes des grains et leur volume total V . Pour un lot de poudre contenant N particules sphériques de diamètre d , la surface volumique est donnée par la relation [14] :

$$S_V = \frac{S_T}{V} = \frac{6}{d} \quad (\text{I.4})$$

b. Surface spécifique massique :

La surface spécifique massique S_m représente la surface totale S_T par unité de masse. Cette grandeur est exprimée généralement en m^2/Kg et donnée par la relation [14, 20] :

$$S_m = \frac{S_T}{m} = \frac{S_T}{\rho V} = \frac{1}{\rho} S_V = \frac{6}{\rho d} \quad (\text{I.5})$$

I.3 Paramètres de structure globaux :

I.3.1 Densité :

Les poudres sont caractérisées par plusieurs types de densités [5, 21, 18] :

a. Densité théorique :

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

$$\rho_{th} = \frac{m}{V_s} \quad (\text{I.6})$$

b. Densité apparente :

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

$$\rho_a = \frac{m}{V_a} \quad (\text{I.7})$$

c. Densité relative :

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

$$\rho_r = \frac{\rho_a}{\rho_{th}} \quad (\text{I.8})$$

d. Densité tapée :

La densité tapée est le rapport de la masse d'une poudre vibrée à son volume apparent.

I.3.2 Porosité :

La porosité ou le taux de porosité notée ε , est définie par le rapport du volume de la phase poreuse V_p au volume apparent [14, 16, 18].

$$\varepsilon = \frac{V_p}{V_a} \quad (\text{I.9})$$

I.4 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 [7, 27].

La coulabilité des poudres notamment les poudres fines ou ultrafines est influencée par les forces électrostatiques et les forces de Van Der Waals [5, 28].

I.5 Angle de repose :

Une première indication sur le degré de coulabilité est donnée par l'angle de repose α , qui est défini par l'angle que forme la surface libre d'une poudre versée librement avec un plan horizontal (figure I.4) [6, 7].

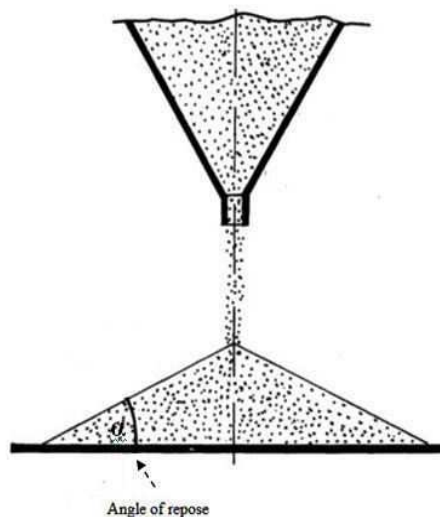


Figure I.4 : angle de repose [6].

Cet angle de repose dépend aussi de la forme et de la taille des grains. Il prend la valeur la plus faible dans le cas des grains sphériques, et augmenterait pour des particules de forme irrégulière [2, 6].

I.6 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. La figure (I.5) illustre ce phénomène [1, 7, 19].

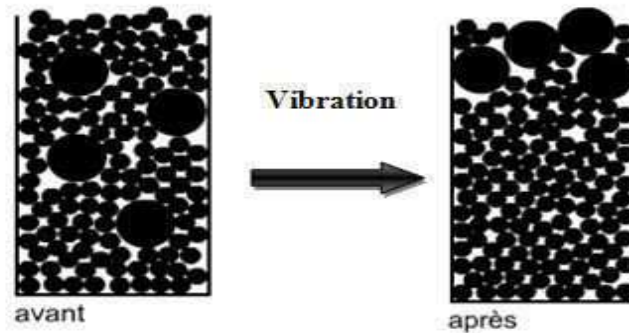


Figure I.5 : ségrégation par vibrations [19].

I.7 Phénomène de percolation :

La percolation est un phénomène qui a lieu lorsqu'il existe des réseaux de pores connectés. Les petites particules peuvent percoler à travers les pores jusqu'au fond de l'empilement (figure I.6) [7, 13].

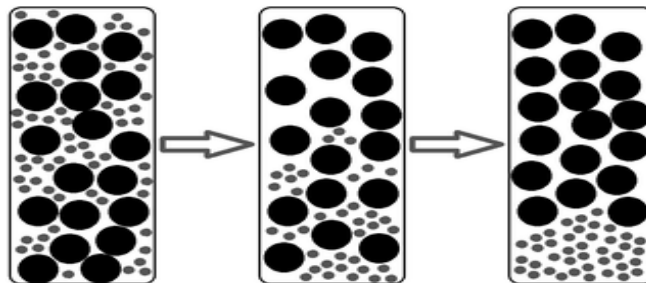


Figure I.6 : phénomène de percolation [15].

I.8 Analyse granulométrique par tamisage :

Il est évidemment difficile de mesurer directement grain par grain les différentes tailles des particules d'une poudre ; afin d'éviter ce travail fastidieux, on utilise des techniques de mesure globale basées sur l'hypothèse d'une répartition statistique de tailles des grains. Exemple la granulométrie par tamisage.

La granulométrie par tamisage a pour objet de mesurer les dimensions et les variations des tailles des grains. Bien que de formes très diverses, lors des mesures, les particules soumises à l'analyse granulométrique sont assimilées à des sphères de volume équivalent [27].

On définit donc une classe granulométrique exprimée par une certaine grandeur (nombre de grains ou leur poids) dont les éléments ont une distribution comprise entre 2 limites dimensionnelles appelées limite de classe [21, 25].

Le principe général de cette technique consiste à faire passer une quantité connue de poudre, préalablement bien brassée, à travers une colonne de tamis calibrés soumis à des vibrations. Le tamis laisse passer les particules dont la taille est inférieure à l'ouverture des mailles de tissu servant de filtre (figure I.7) [6, 25].

Il existe plusieurs séries de tamis correspondant à diverses normalisations. La norme ASTM (US) est la plus répandue et le calibre de ces tamis est souvent exprimé en MESH (nombre de fils par pouce) [6].

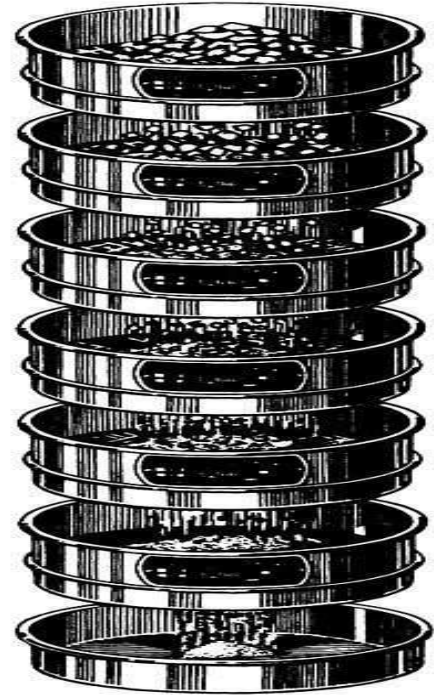


Figure I.7 : une série de tamis empilés par ordre de taille [6].

I.9 Densification des poudres :

I.9.1 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 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 [2, 6, 8].

Parmi les méthodes de compression des poudres, on trouve la méthode de compression à rouleau, la compression 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. La méthodologie de la compression en général est illustrée par le schéma ci-après (figure I.8) [16].

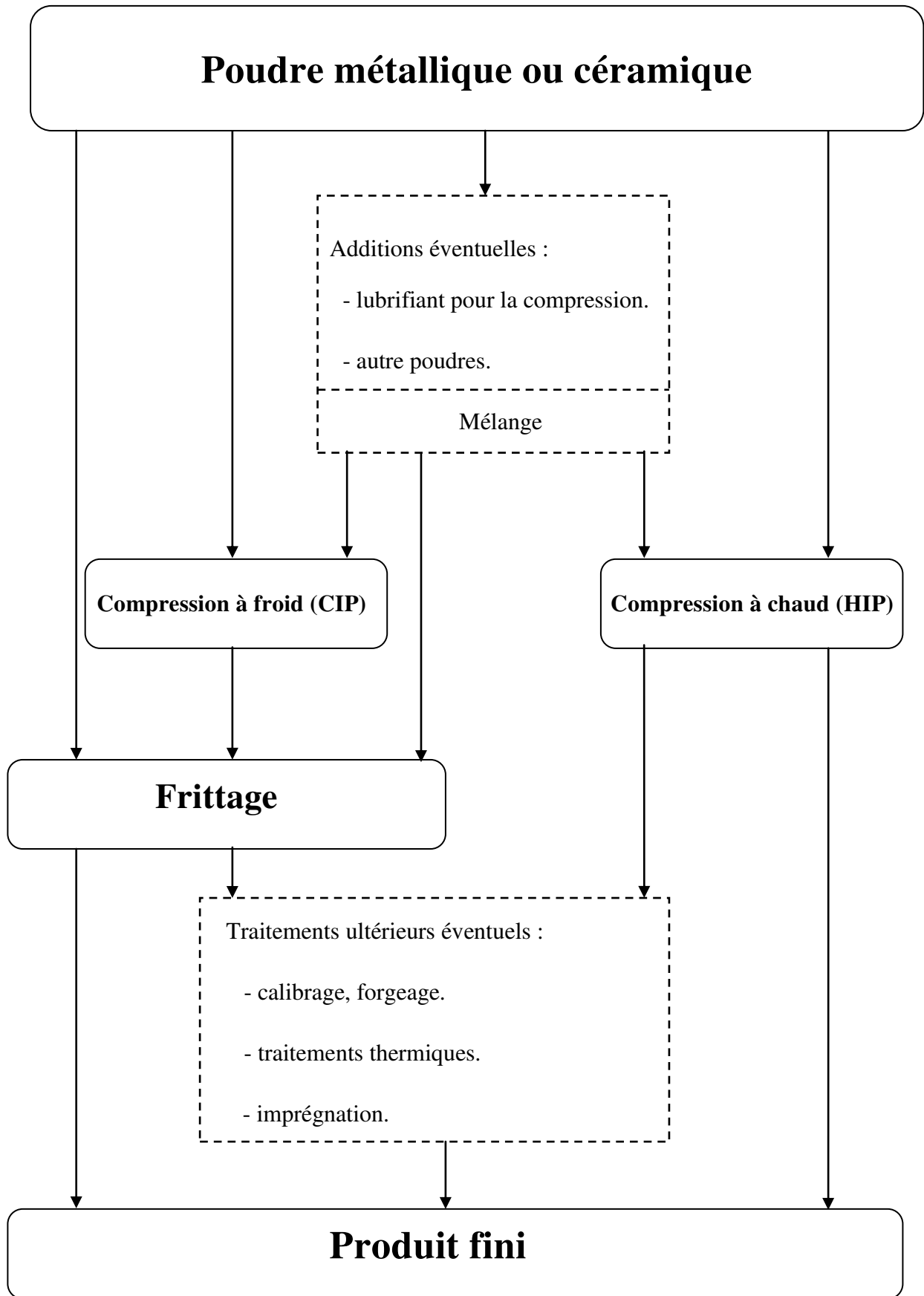


Figure I.8 : les principales étapes de la mise en œuvre des granulaires [6].

I.9.2 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 [7, 8, 16].

La qualité des matériaux obtenus par cette compression et leur caractéristique mécanique, électrique..., dépend fortement de la morphologie des grains. Les formes irrégulières favorisent des accrochages mécaniques où le nombre de surface de contacts est plus important. Par contre certaines poudres et plus particulièrement les poudres 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 [5, 6, 24, 30].

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 [16, 24].

I.9.3 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 [6, 23, 25].

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 [6, 23].

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 [22, 23, 25].

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 [23, 25].

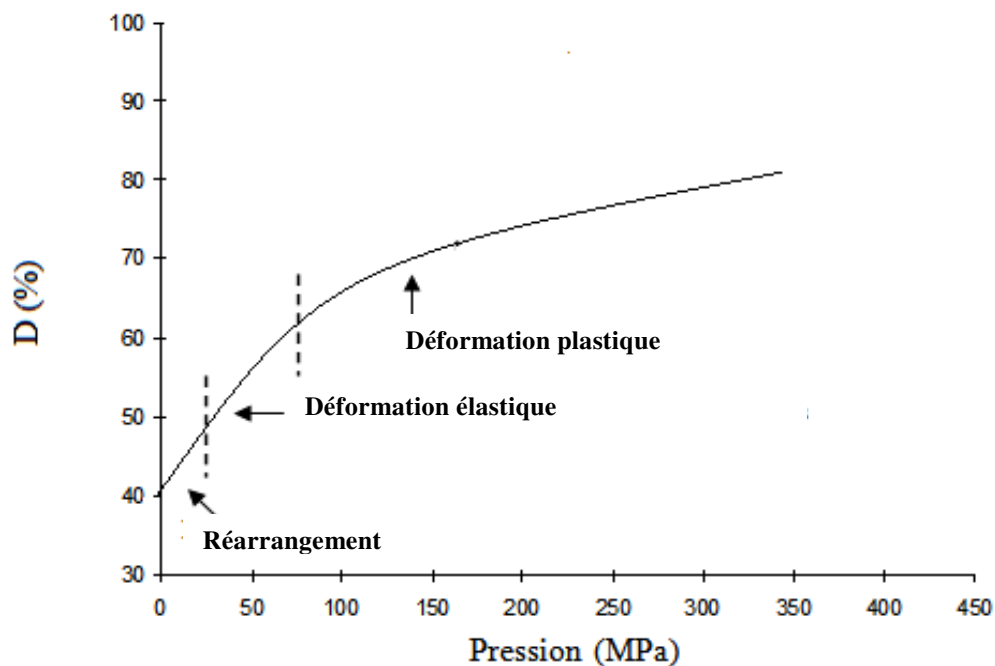


Figure I.9 : les mécanismes de la densification [6].

Chapitre II
Méthodes expérimentales

II.1 Introduction :

La densification des poudres métalliques et céramiques est fortement influencée par les paramètres physico-chimiques et mécaniques de la poudre notamment la taille et la morphologie des grains.

Dans ce chapitre, nous présentons les différentes techniques et méthodes expérimentales utilisées en métallurgie des poudres pour la mesure des tailles et des paramètres de structure globaux.

Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous exposons en détails les principales étapes du procédé de la compression à froid des poudres.

II.2 Mesure de la taille :

L'analyse granulométrique par tamisage permet de déterminer et d'observer les différents diamètres de particules constituant un lot de poudres. Cette technique présente l'avantage d'être peu coûteuse et simple d'utilisation. Son principe consiste à faire passer une masse m de poudre sèche à travers une série de tamis calibrés soumis à des vibrations. Ce processus comprend [6, 25] :

- ✚ l'analyse granulométrique en masse consistant à peser le contenu de chaque tamis pour déterminer la masse de la poudre retenue.
- ✚ l'analyse granulométrique en nombre consistant à dénombrer les particules retenues dans chaque tamis et à porter dans un diagramme le nombre en fonction de la taille des tamis.

a) Méthode de mesure :

- On superpose un certain nombre de tamis dont les dimensions des mailles vont en décroissant du tamis supérieur au tamis inférieur.
- On recouvre le tamis supérieur après y avoir placé l'échantillon de poudre à étudier. En effet, il faut que l'échantillon à analyser soit en quantité suffisante pour être mesurable et pas trop important pour éviter de saturer les tamis ou de les faire déborder.
- L'ensemble est agité pendant un certain temps au bout duquel les particules se répartissent sur les différents tamis. Les plus grosses restent sur les tamis supérieurs, les autres traversent d'autant plus de tamis qu'elles sont plus fines.

- À la fin de l'opération, la fraction de poudre qui se trouve sur chaque tamis est pesée.

b) Présentation des résultats :

Les pourcentages de refus, refus cumulés ou ceux des passants peuvent être présentés soit sous forme numérique (tableau), soit le plus souvent sous forme de courbe. La courbe est présentée sur une feuille semi-logarithmique où :

- en abscisse : les dimensions des mailles, échelle logarithmique.
- en ordonnée : les pourcentages sur une échelle arithmétique.

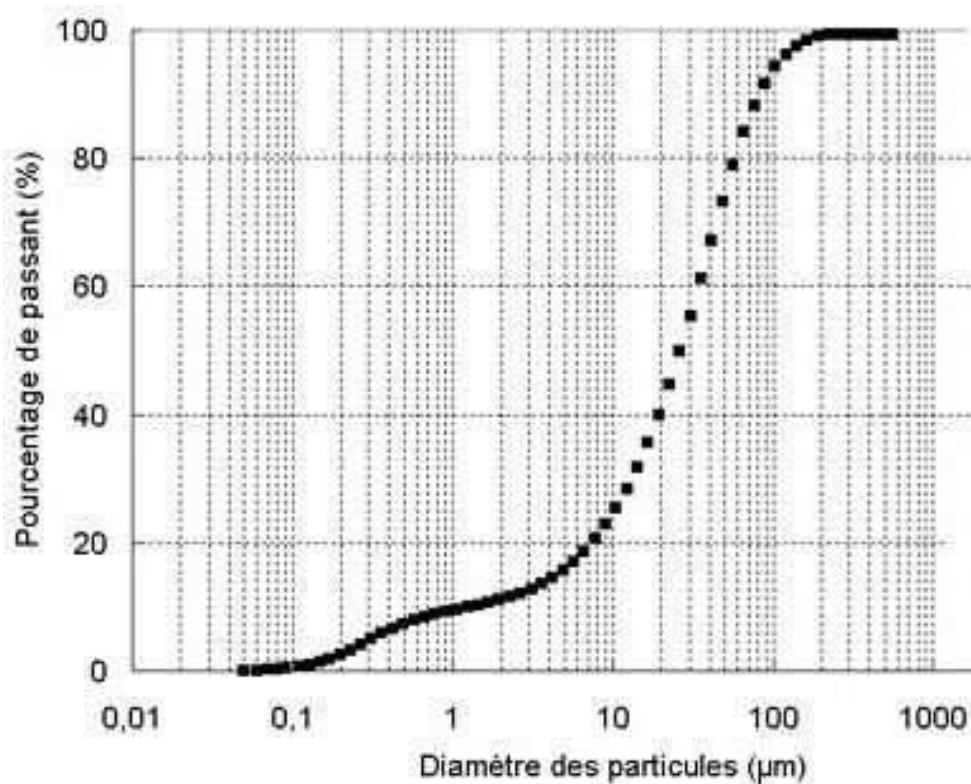


Figure II.1 : représentation du pourcentage des passants en fonction de la dimension d'ouverture des tamis [6].

II.3 Mesure de la densité des poudres :

II.3.1 Densité vraie :

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. Ce dernier 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 [5].

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.2) [6, 7].

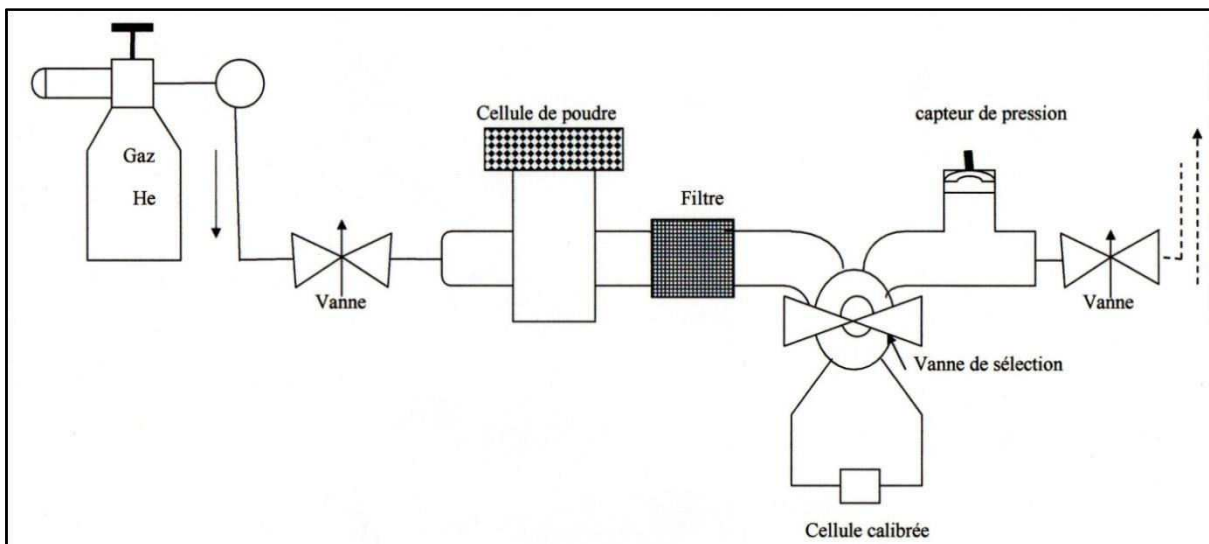


Figure II.2 : schéma de principe d'un pycnomètre à hélium [7].

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 :

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

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

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 :

$$P_2(V - V_S) = n_2RT \quad (\text{II.4})$$

Tel que : $n_2 > n_1$

On isole les deux cellules de l'extérieur et on les met en contact. La pression d'équilibre du système s'établit à P_3 , on peut écrire dans ce cas pour l'ensemble :

$$P_3(V - V_S) + P_3V_R = n_2RT + n_RRT \quad (\text{II.5})$$

D'autre part, on peut remplacer le second membre dans (II.5) avec les formules précédentes :

$$P_3(V - V_S) + P_3V_R = P_2(V - V_S) + P_1V_R$$

Qui peut encore s'écrire :

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

D'où l'on tire le volume solide de la poudre :

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

Puis la densité réelle :

$$\rho_{th} = \frac{m}{V_S} \quad (\text{II.7})$$

II.3.2 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.3), 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 [5, 7] :

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

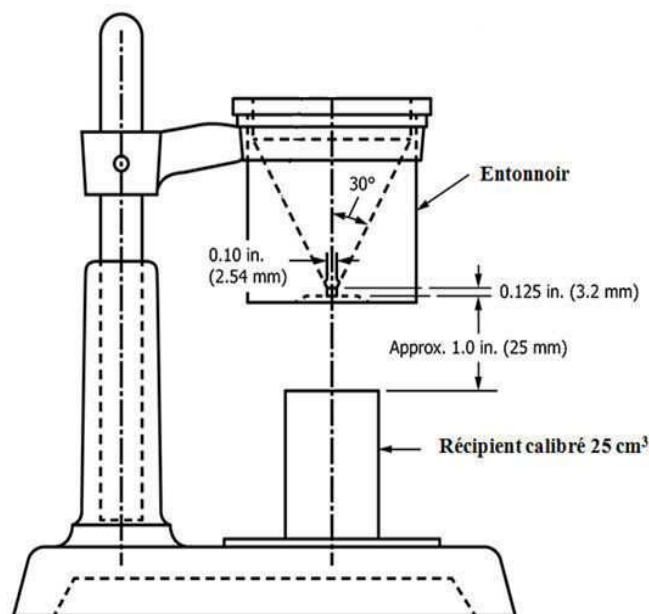


Figure II.3 : mesure de la densité apparente (Hall flowmeter) [7].

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.4).

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 [5].

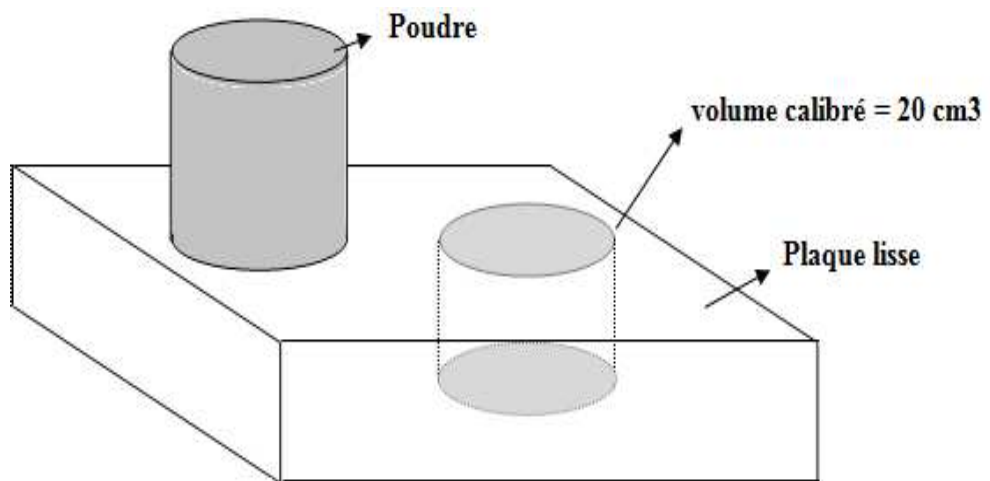


Figure II.4 : mesure de la densité apparente cas des poudres qui ne coulent pas.

II.3.3 Densité tapée :

La poudre est versée dans une éprouvette graduée puis tassée en appliquant des chocs verticaux communiqués par une came en rotation (figure II.5). 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 [6, 9].

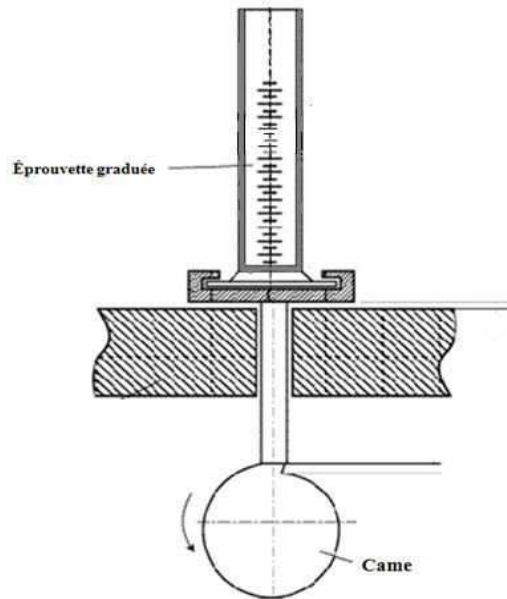


Figure II.5 : mesure de la densité tapée [9].

Quand l'opération est terminée, le volume tapé $V_{tapée}$ est lu sur l'éprouvette graduée et à partir de ce volume on peut mesurer la densité tapée $\rho_{tapée}$:

$$\rho_{tapée} = \frac{m}{V_{tapée}} \quad (\text{II.9})$$

II.4 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 [5].

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.

$$v_e = \frac{50}{t} \quad (\text{II.10})$$

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.5 Mesure de l'angle de repose :

Pour les poudres qui ne s'écoulent 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 qui 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.6) [5].

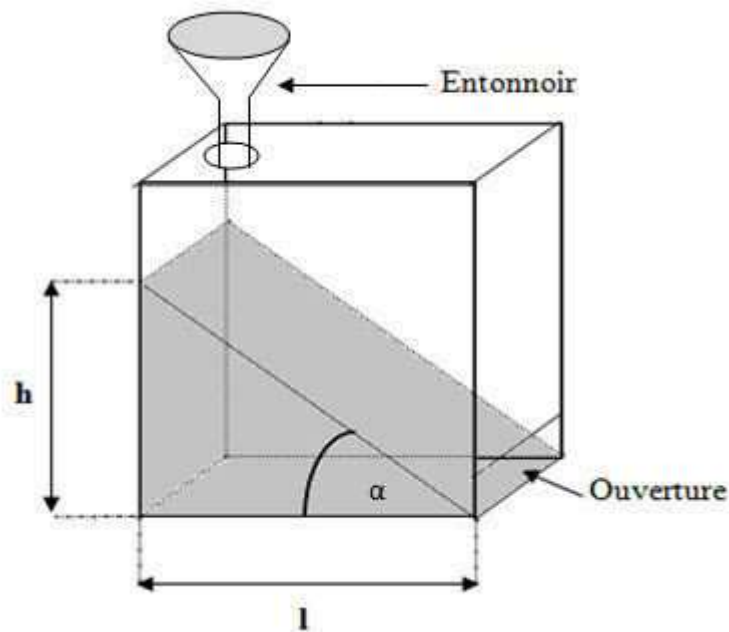


Figure II.6 : mesure de l'angle de repose.

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 :

$$\alpha = \text{Arctg} \left(\frac{h}{l} \right) \quad (\text{II.11})$$

II.6 Consolidation à froid 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.7).

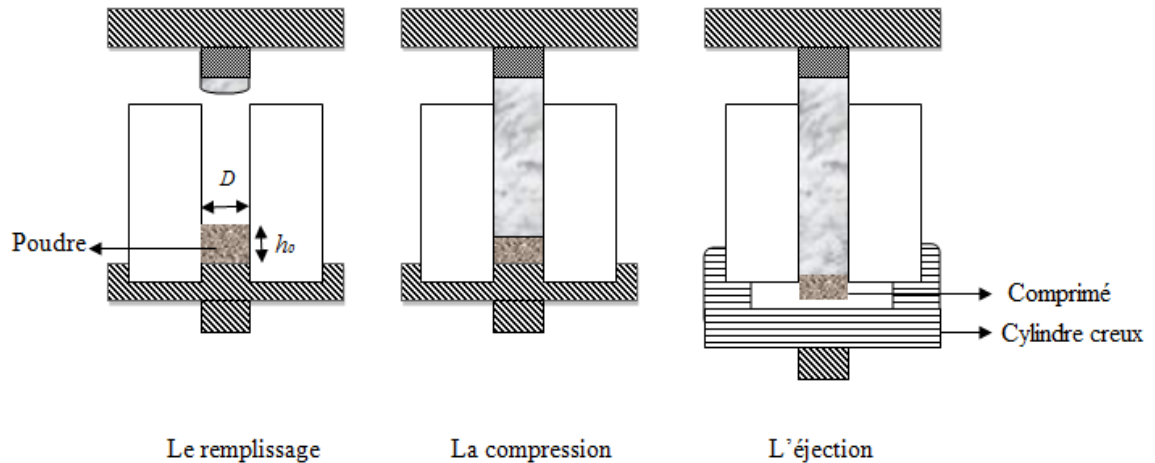


Figure II.7 : description des différentes étapes d'un cycle de compression à froid en matrice [7].

Il s'agit de trois phases : le remplissage de la matrice, la compression ou la charge puis l'éjection.

II.6.1 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 [5].

II.6.2 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 [7,24].

II.6.3 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 [30].

Chapitre III

Étude de la compression en matrice

III.1 Introduction :

Ce chapitre présente une étude expérimentale qui met l'accent sur le dispositif et le programme utilisé pour caractériser le comportement des poudres durant le cycle de compression.

Les expériences ont été réalisées au laboratoire de métallurgie physique LMP de l'université de Poitiers (France) à l'aide d'une presse hydraulique MTS 810.

III.2 Méthodologie :

La consolidation des poudres a été réalisée par compression uniaxiale à froid avec une mise en charge assurée par une presse hydraulique MTS 810 piloté par un micro-ordinateur. 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 en fonction de la force pressante appliquée. Une fois la poudre introduite dans la matrice, on met en place le poinçon qui repose directement sur le sommet de l'échantillon. L'ensemble, positionné sur le plateau solide du vérin hydraulique, est alors déplacé vers le haut à vitesse constante. La compression proprement dite débute lorsque le poinçon entre en contact avec la cellule de force montée sur la traverse fixe de la machine (figure III.1). Deux signaux électriques sont enregistrés en continu et convertis simultanément en données numériques. L'un représente la force appliquée F et l'autre le déplacement dh du vérin.

Nous obtenons alors un fichier de compression composé de deux colonnes représentant respectivement le déplacement dh (en mm) et la force de compactage F (en KN).

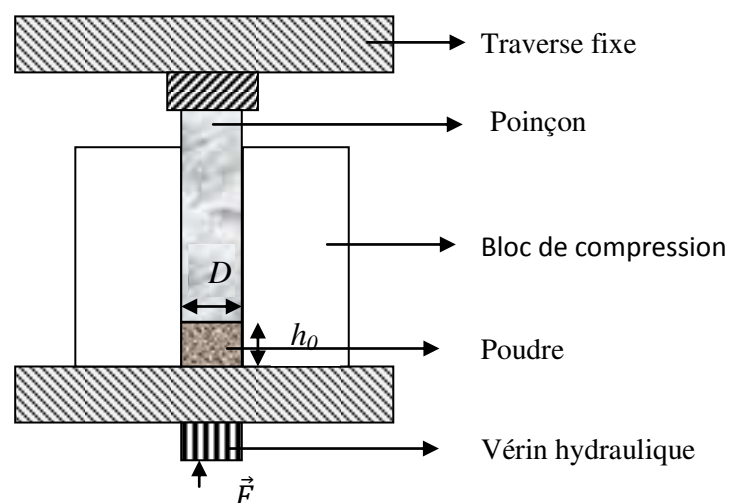


Figure III.1 : schéma de la presse hydraulique.

Si m est la masse de la poudre introduite dans la matrice, h_0 la hauteur initiale de la poudre et dh le déplacement du vérin enregistré à partir du début de la compression. La hauteur h de la poudre à la pression P sera donnée par :

$$h = h_0 - dh \quad (\text{III.1})$$

Expérimentalement, on peut mesurer la hauteur du poinçon avant et après remplissage de la poudre dans la matrice. La différence des hauteurs est équivalente à la hauteur initiale h_0 de la poudre.

La pression P , la densité apparente ρ_a , la densité relative ρ_r et la porosité ε sont respectivement données par les relations suivantes :

$$P = 4F/\pi D^2 \quad (\text{III.2})$$

$$\rho_a = 4m/\pi D^2 h \quad (\text{III.3})$$

$$\rho_r = \rho_a/\rho_{th} \quad (\text{III.4})$$

$$\varepsilon = 1 - \rho_r \quad (\text{III.5})$$

La densité relative ρ_r de la poudre est évaluée par le rapport du volume de la phase solide de la poudre (m/ρ_{th}) au volume apparent total ($S.h$), elle s'écrira :

$$\rho_r = (m/\rho_{th})/S h = 4.(m/\rho_{th})/\pi D^2 h \quad (\text{III.6})$$

Où S est la section de la matrice.

Sur la base de ces données, nous avons mis au point un programme informatique permettant de donner l'évolution de la densité apparente ρ_a , de la densité relative ρ_r et de la porosité en fonction de la pression de compactage appliquée.

On obtient ainsi des courbes de compressibilité représentant l'évolution de la densité apparente ou relative ou encore la porosité en fonction de la pression, $\rho_r = f(P)$.

Dans le cas d'un mélange de poudres, la densité théorique ρ_{th} est calculée par la loi de mélange :

$$\rho_{th} = m_{Tot}/(V_m + V_c) \quad (\text{III.7})$$

Où V_m et V_c sont respectivement le volume théorique du métal et le volume théorique du céramique.

Si C_m , C_c , ρ_m et ρ_c sont respectivement la concentration massique du métal, la concentration massique du céramique, la densité théorique du métal et la densité théorique du céramique. La densité théorique du mélange s'écrira :

$$\rho_{th} = m_{Tot} / (m_m / \rho_m + m_c / \rho_c)$$

$$\rho_{th} = m_{Tot} / (C_m m_{Tot} / \rho_m + C_c m_{Tot} / \rho_c)$$

$$\rho_{th} = 1 / (C_m / \rho_m + C_c / \rho_c) \quad (\text{III.8})$$

Finalement, en considérant $C_m = 1 - C_c$, la densité relative sera donnée par la loi de mélange :

$$\rho_r = \rho_a (1 / \rho_m + C_c (1 / \rho_c - 1 / \rho_m)) \quad (\text{III.9})$$

III.3 Organigramme de programme :

Le programme fonctionne selon l'organigramme suivant (figure III.2).

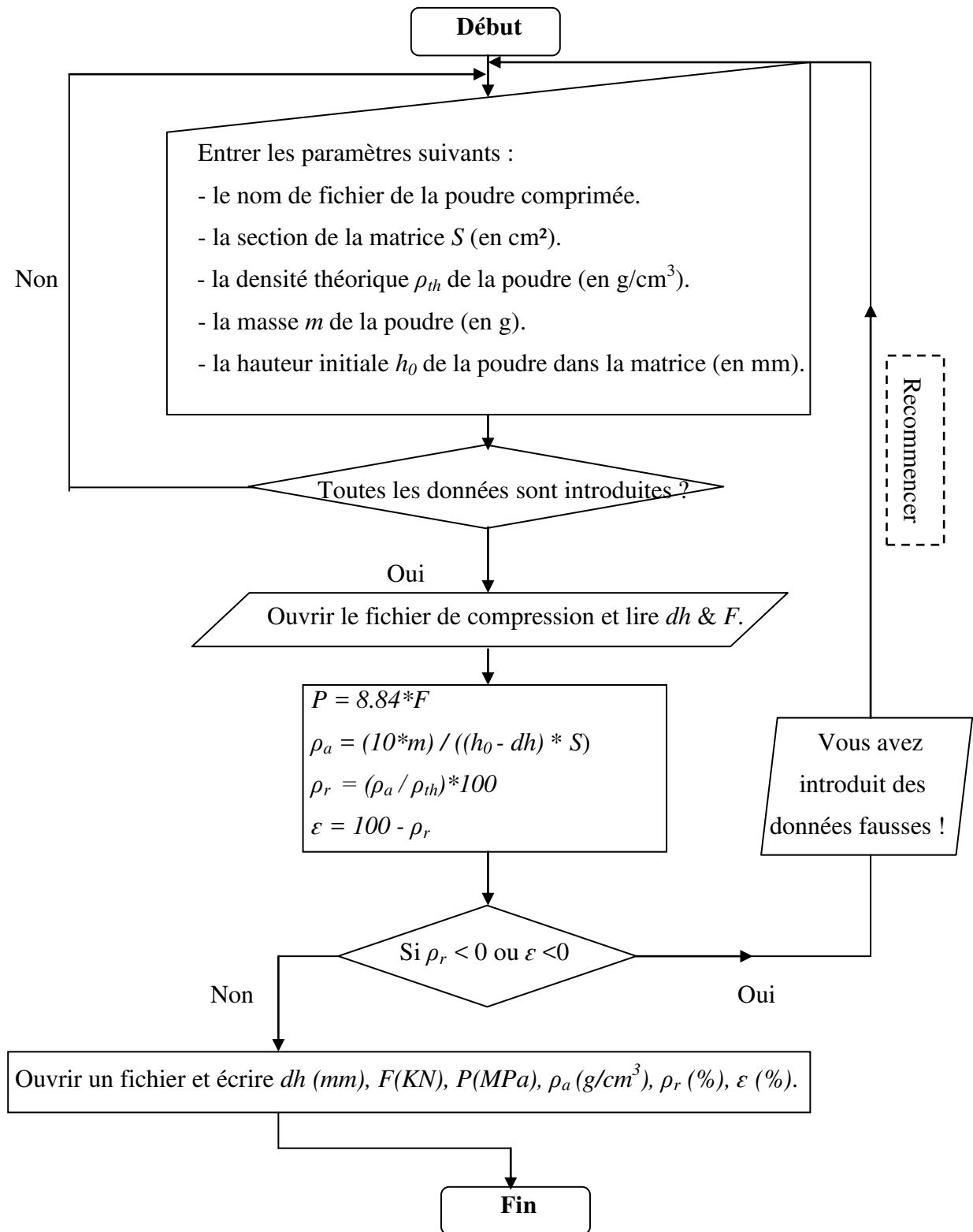


Figure III.2 : la méthodologie de la programmation.

III.4 Densification des poudres :

Nous avons étudié la compressibilité de trois poudres : le bronze, le cuivre et le verre. Ces poudres correspondant aux gammes de taille suivantes : $d = 40\mu\text{m}$ et $63\mu\text{m} < d < 80\mu\text{m}$.

Le choix de ces poudres est lié à leur vaste utilisation et à leurs comportements différents. 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 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.

La caractérisation de ces poudres avant compression a été réalisée par différentes techniques de mesure. Ces caractéristiques sont résumées dans les tableaux ci-après :

Paramètre	Cuivre	Bronze	Verre
Forme	irrégulière	sphérique	sphérique
taille (en μm)	$d \leq 40$	$d \leq 40$	$d \leq 40$
Densité apparente (g/cm^3)	3.55	5.26	1.42
Densité relative	0.39	0.59	0.57
Densité théorique (g/cm^3)	8.96	8.85	2.47
Taux de porosité	0.61	0.41	0.43

Tableau III.1 : les caractéristiques principales des poudres utilisées ($d \leq 40\mu\text{m}$).

Paramètre	Cuivre	Bronze	Verre
Forme	irrégulière	sphérique	sphérique
taille (en μm)	$63 \leq d \leq 80$	$63 \leq d \leq 80$	$63 \leq d \leq 80$
Densité apparente (g/cm^3)	4.05	5.26	1.42
Densité relative	0.45	0.59	0.57
vitesse d'écoulement (g/s)	3.22	4	0.89
Densité théorique (g/cm^3)	8.96	8.85	2.47
Taux de porosité	0.55	0.41	0.43

Tableau III.2 : les caractéristiques principales des poudres utilisées ($63\mu\text{m} \leq d \leq 80\mu\text{m}$).

Ces poudres ont été comprimées dans une matrice de 12 mm de diamètre intérieur avec une vitesse de déplacement du vérin de 5 mm/min et la force maximale a été fixée à 50 KN correspondant à 442 MPa.

III.5 Résultats et discussions :

À partir des données expérimentales et à l'aide du programme que nous avons mis au point, nous avons étudié la compressibilité de ces trois poudres. Nous avons constaté que les trois poudres présentent des comportements différents lors des opérations de compactage.

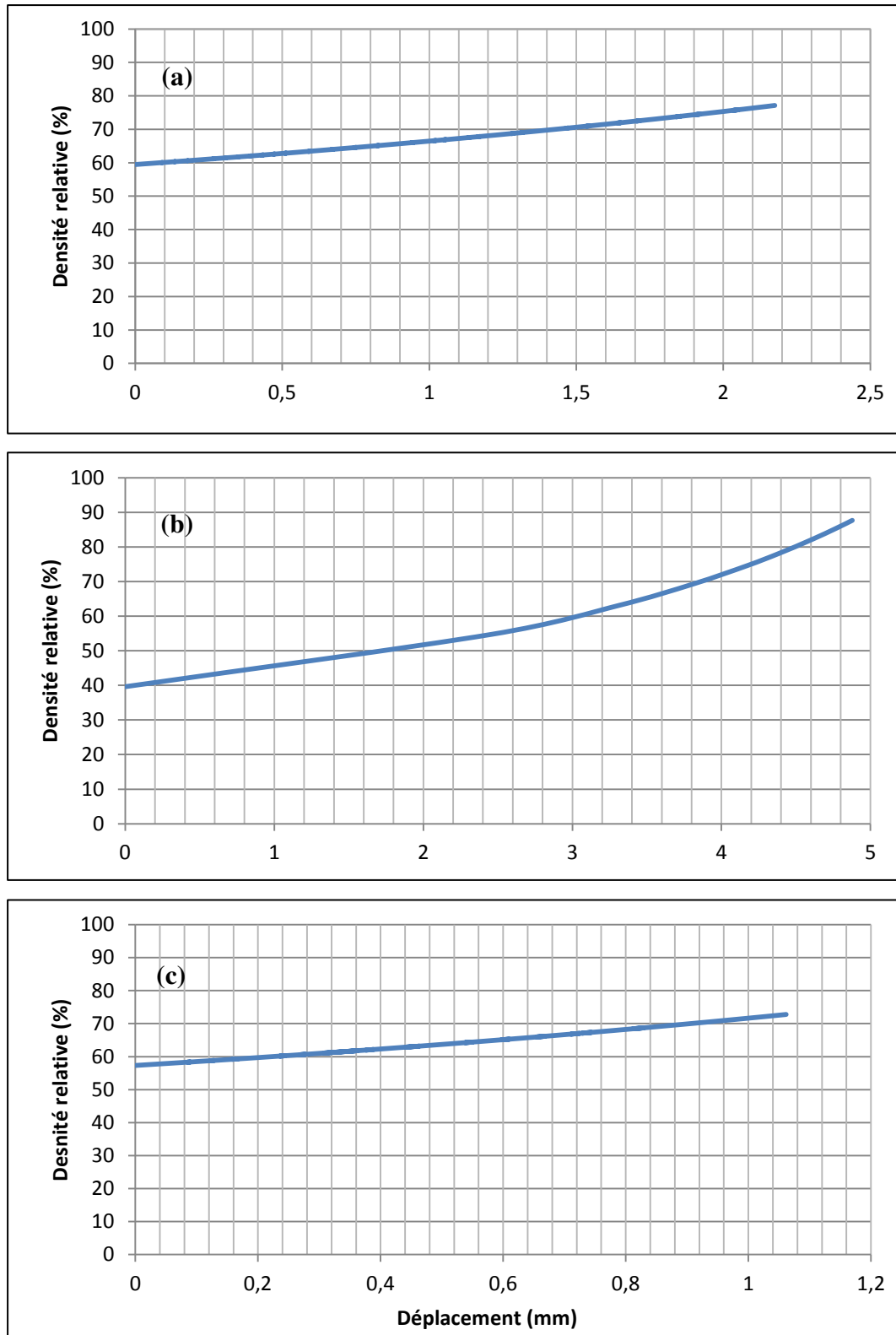


Figure III.3 : évolution de la densité relative en fonction du déplacement ($d \leq 40\mu m$).

(a) poudre de bronze, (b) poudre de cuivre, (c) poudre de verre.

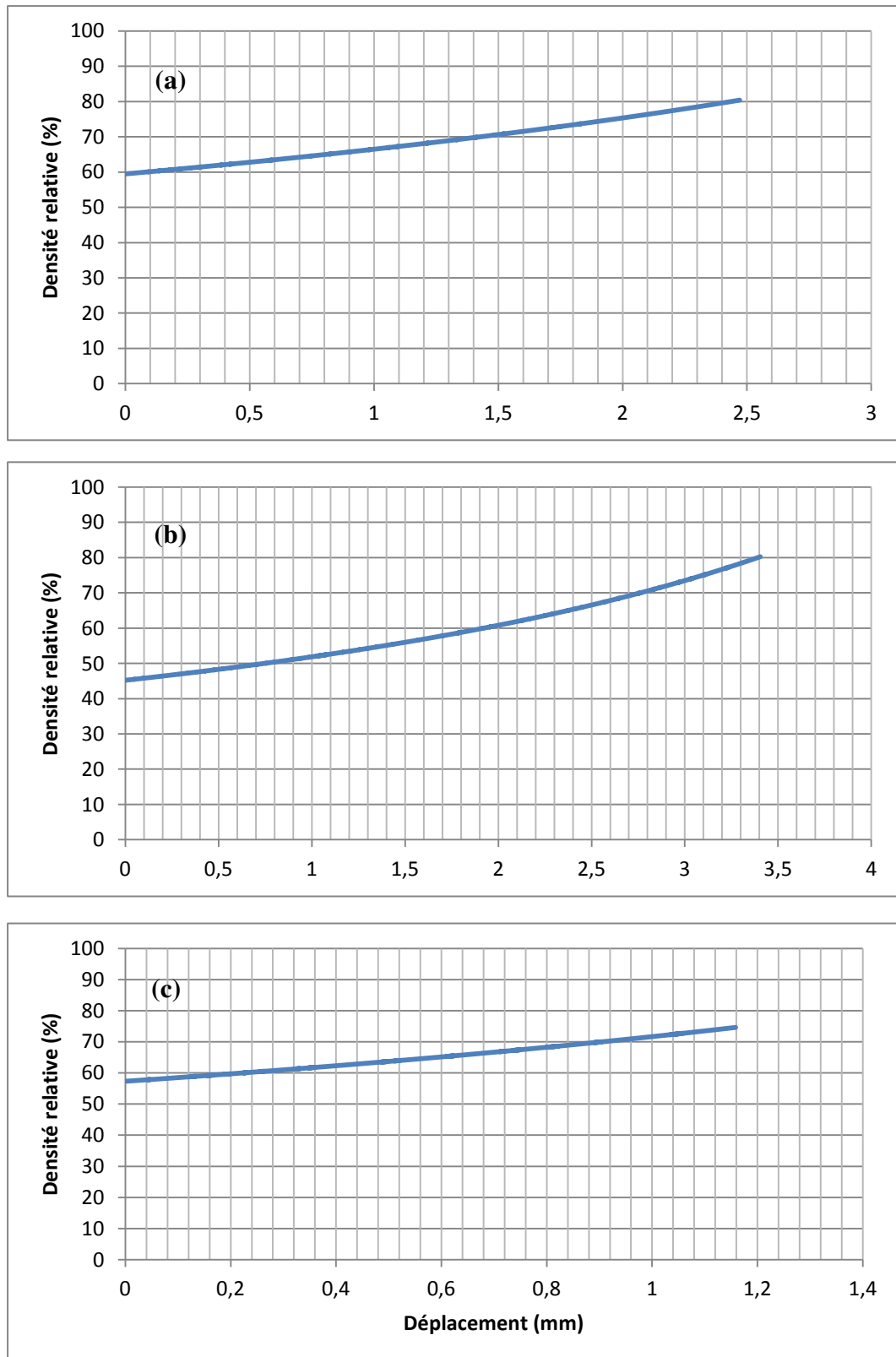


Figure III.4 : variation de la densité relative en fonction du déplacement ($63 \leq d \leq 80\mu m$).

(a) poudre de bronze, (b) poudre de cuivre, (c) poudre de verre.

Le réseau des courbes de la figure (III.3) représentent la densification des poudres du bronze, du cuivre et du verre.

La figure (III.3.a) représente l'évolution de la densité relative expérimentale du bronze dont la taille est inférieure ou égale à $40\mu\text{m}$ ($d \leq 40\mu\text{m}$) en fonction du déplacement du poinçon. Nous constatons que dans la phase de réarrangement, la compressibilité $d\rho/dP$ est faible car les grains sont de forme sphérique. La densité relative est évoluée de manière quasi uniforme et elle atteint une valeur de 77% pour un déplacement de 2.17 mm, car il s'agirait d'une poudre sensiblement plus résistante.

La figure (III.3.b) est relative à la poudre de cuivre. Elle représente la variation de la densité relative du cuivre en fonction du déplacement du poinçon. Nous remarquons que cette poudre est plus compressible que la poudre de bronze. Dans le premier stade de la compression qui correspond à la phase de réarrangement des grains, la densité relative augmente de manière brusque et rapide. Cette augmentation pourrait être attribuée à la forme des grains qui est ici irrégulière.

Dans le deuxième stade de la densification, qui correspond à la déformation élastique et plastique de la poudre, une vitesse rapide de densification est observée car il s'agirait d'une poudre de cuivre qui est, comparativement à la poudre de bronze, facilement déformable.

À la figure (III.3.c), on observe ainsi le même type d'évolution, mais concernant cette fois la poudre de verre. La courbe de l'évolution de la densité relative est similaire à la courbe de la poudre de bronze. Sauf que, la poudre de verre est plus compressible que celle de la poudre du bronze.

Pour observer l'effet de la taille des grains sur la densification des poudres, nous avons étudié les mêmes poudres mais de taille différente. À la figure (III.4), nous présentons les courbes de la variation de la densité relative en fonction du déplacement pour une gamme de taille comprise entre $63\mu\text{m}$ et $80\mu\text{m}$ ($63 \leq d \leq 80\mu\text{m}$). On observe le même comportement des poudres que ceux relative à la taille inférieure ou égale $40\mu\text{m}$. Néanmoins, on constate que la compression s'effectue d'autant plus difficile que les particules sont fines.

Chapitre IV

Modélisation de la compression en matrice

IV.1 Introduction :

L'étude de la compression des poudres notamment la compression en matrice est le sujet d'un nombre croissant de travaux de recherche théoriques et expérimentaux. L'objectif principal de ces recherches consiste à trouver une corrélation fiable et précise entre la pression et la densité lors de la densification des poudres.

IV.2 Relations pression-densité :

De nombreuses relations reliant la pression à la densité ont été postulées, nous citons celle de Walker en 1923 qui s'écrira :

$$V_r = a - k \ln P \quad (\text{IV.1})$$

Où P et V_r , sont respectivement, la pression appliquée et le volume relatif. a et K sont des constantes dépendant de la nature de la poudre.

En 1938, Bal'shin a repris la même équation et a tenté de lui donner une justification théorique par application de la mécanique des fluides. Cette équation a quelque peu éclairci le sujet, mais elle est peu utilisée. Une vingtaine d'équations ont été ensuite développées comme celles de Heckel, de Kawakita et de Cooper et Eaton, etc. [10, 11].

Les modèles de Heckel et de Kawakita sont les plus utilisés et les plus proches des résultats expérimentaux. Dans ces modèles, on a introduit la relation entre la densité relative de la poudre et la pression pour caractériser le comportement des poudres soumises à la compression en matrice.

- Modèle de Heckel :

Heckel a tenté de trouver une corrélation entre la densité relative ρ_r et la pression P . Son équation s'écrit [10, 11, 16] :

$$\ln \left(\frac{1}{1-\rho_r} \right) = KP + \ln \left(\frac{1}{1-\rho_{r_0}} \right) \quad (\text{IV.2})$$

Où ρ_{r_0} est la densité relative initiale de la poudre et K est une constante reliée aux caractéristiques physiques de la poudre.

Différentes corrélations de la constante K aux propriétés mécaniques de la poudre ont été proposées. Heckel a proposé une relation entre la constante K et la contrainte d'écoulement plastique σ_0 exprimée par [6, 7, 24] :

$$k = \frac{1}{3\sigma_0} \quad (\text{IV.3})$$

Hersey et Rees ont considéré par la suite le coefficient K comme l'inverse de la pression moyenne d'écoulement P_y :

$$k = \frac{1}{P_y} \quad (\text{IV.4})$$

Où P_y est la pression à partir de laquelle le matériau commence à se déformer plastiquement. En conséquence, la constante K est reliée à l'aptitude du matériau à se déformer plastiquement sous l'effet de la pression de compactage [7, 16, 24].

Comme la densité initiale ρ_{r_0} est difficile à estimer, Heckel préfère transformer le terme $\ln\left(\frac{1}{1-\rho_{r_0}}\right)$ en une constante A et l'équation s'écrira donc sous la forme :

$$\ln\left(\frac{1}{1-\rho_r}\right) = KP + A \quad (\text{IV.5})$$

- **Modèle de Kawakita :**

En 1970, Kawakita et Ludde ont proposé la relation empirique traduisant l'évolution du volume du comprimé en fonction de la pression appliquée à la poudre [6, 10, 11] :

$$C = \frac{V_{a_0} - V(P)}{V_{a_0}} = \frac{a b P}{1 + b P} \quad (\text{IV.6})$$

Avec :

V_{a_0} : le volume apparent initial.

$V(P)$: le volume à la pression P .

a et b : les constantes ajustables.

La relation IV.6 est plus aisément utilisable sous la forme :

$$\frac{1}{C} = \frac{V_{a_0}}{V_{a_0} - V_P} = \frac{1}{a b} \times \frac{1}{P} + \frac{1}{a} \quad (\text{IV.7})$$

En utilisant la condition limite P tendant vers l'infini ($P \rightarrow \infty$), la constante a s'écrit [6, 24]:

$$a = 1 - \frac{V_{\infty}}{V_{a_0}} = 1 - \frac{V_S}{V_{a_0}} \quad (\text{IV.8})$$

Où V_{∞} est le volume de la poudre comprimée sous une pression théorique tendant vers l'infini ($P \rightarrow \infty$) ; on admettra que ce volume correspond au volume solide de la poudre. On constate, en se reportant aux définitions précédemment introduites, que la constante a n'est autre que le taux de porosité initiale.

Par ailleurs, la constante b a la dimension de l'inverse d'une pression et n'a aucune corrélation avec les propriétés mécaniques de la poudre étudiée [24].

Dans son modèle, Kawakita se base sur le changement relatif du volume quoiqu'il obtienne le même résultat en utilisant la densité. Ce modèle ne peut prédire avec précision le volume initial et les paramètres ajustables a et b . Aussi, il ne tient pas compte de la taille et de la morphologie des particules.

IV.3 Modèle suggéré :

Plusieurs modèles relatifs à la densification des poudres en matrice sont donc proposés ; mais aucun modèle ne traduit fidèlement et précisément le micro-mécanisme régissant le comportement des poudres en compaction en matrice. De telles approches nécessiteraient alors de nouvelles observations.

Dans cette étude préliminaire, nous avons pensé à élaborer un modèle théorique permettant de traduire précisément le comportement des poudres durant le cycle de la densification en matrice.

On considère une matrice de section S et de diamètre D contenant une quantité de poudres monolithiques de hauteur initiale h_0 . Les grains de la poudre sont supposés sphériques, monodisperses et formant un empilement dense et ordonné (figure IV.1).

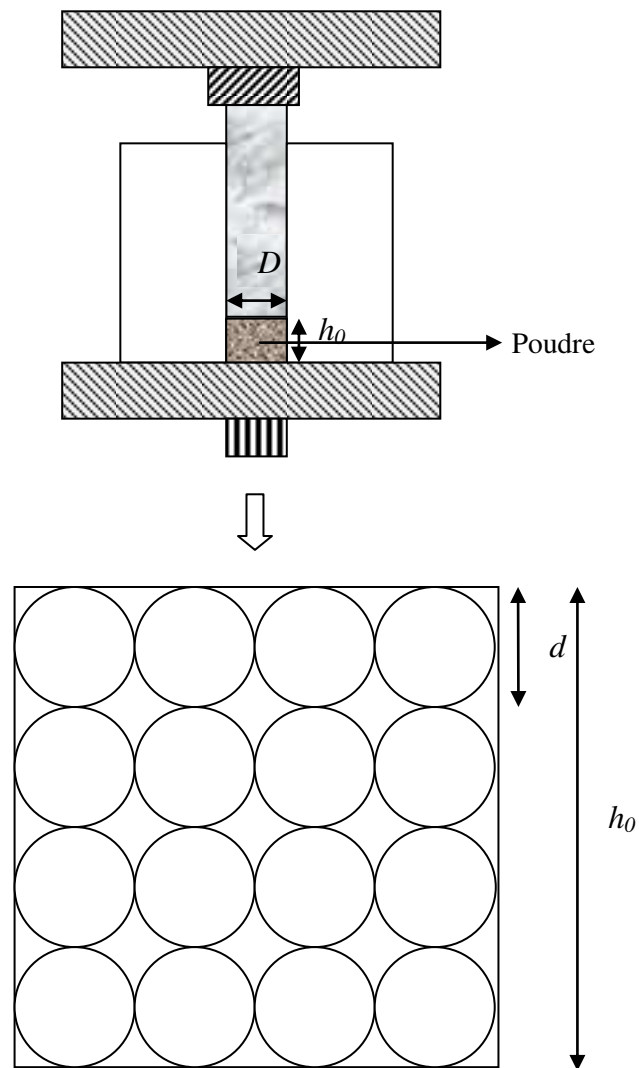


Figure IV.1 : empilement avant compression.

Le nombre de couches n formé par l'empilement est donné par :

$$n = \frac{h_0}{d} \quad (\text{IV.9})$$

Au cours de la densification, les particules soumises à la force verticale F s'écrasent progressivement. Cette opération correspond à un déplacement dh du poinçon (figure IV.2).

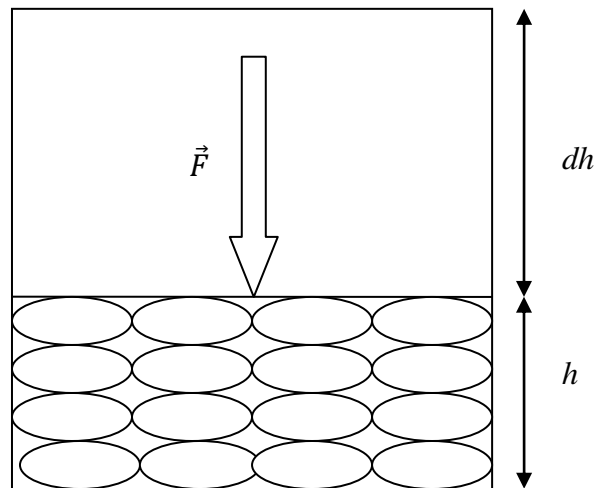


Figure IV.2 : empilement pendant la compression.

Le déplacement du poinçon dh correspond à :

$$dh = n dh_p = n (d - d') \quad (\text{IV.10})$$

Où dh_p , d et d' représentent respectivement, la réduction du diamètre d'une particule, le diamètre de la particule avant écrasement et le diamètre de la particule au cours de la compression.

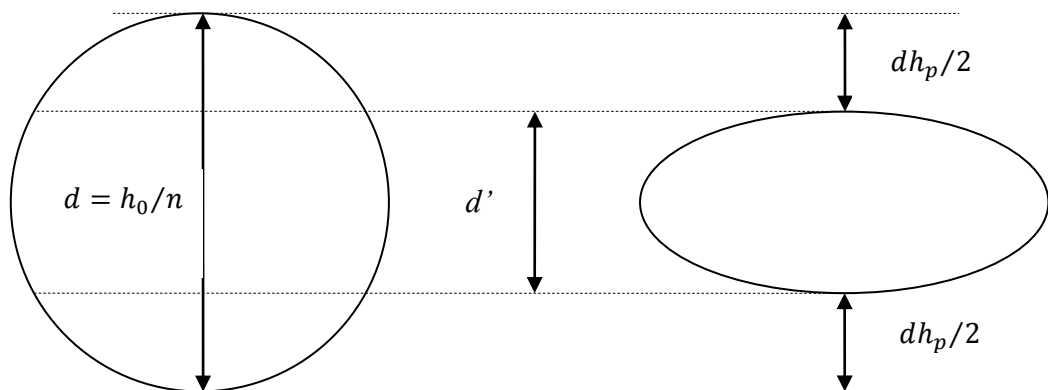


Figure IV.3 : la variation du diamètre du grain lors de la compression.

L'écrasement des particules se traduit par l'intrusion la matière solide dans les pores de l'empilement. Le volume total de la matière solide qui contribue au remplissage des pores est égal au volume de l'ensemble des calottes sphériques des particules constituant l'empilement.

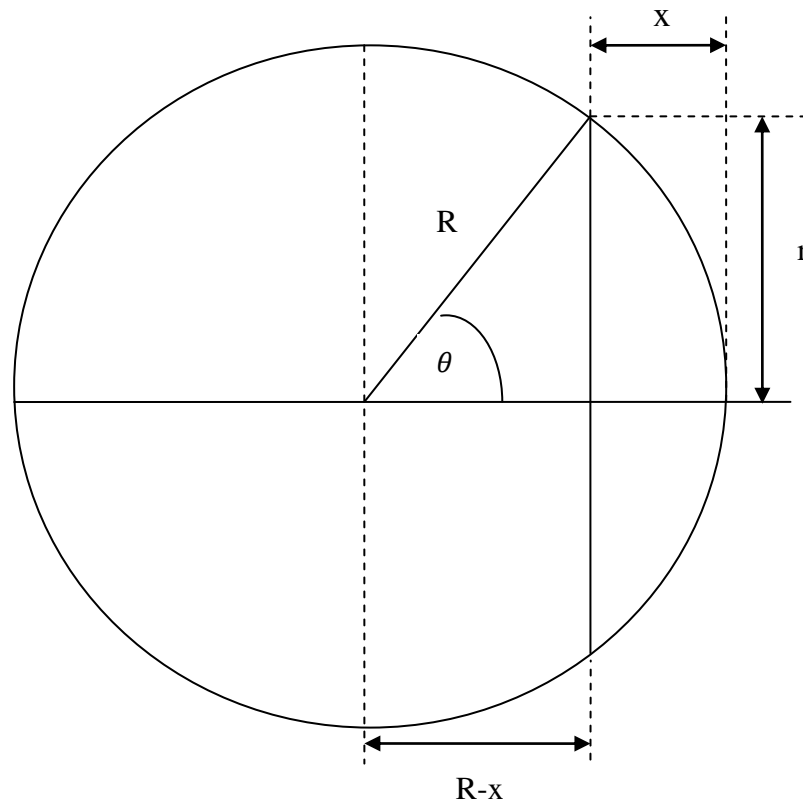


Figure IV.4 : calcul du volume de la calotte sphérique.

La calotte sphérique élémentaire de rayon de base r et de hauteur x est délimitée par l'angle θ formé par le rayon de la sphère R et $(R-x)$.

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

La hauteur de la calotte s'écrira donc :

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

$$dx = R \sin \theta d\theta \quad (\text{IV.11})$$

La surface S_c et le volume élémentaire dV_{cs} de la calotte sphérique s'écrivent :

$$S_c = \pi r^2 = \pi(R \sin \theta)^2 \quad (\text{IV.12})$$

$$dV_{cs} = S_c dx \quad (\text{IV.13})$$

D'où :

$$dV_{cs} = \pi(R \sin \theta)^2 R \sin \theta d\theta$$

$$dV_{cs} = \pi R^3 (1 - \cos^2 \theta) \sin \theta d\theta$$

$$dV_{cs} = \pi R^3 (\sin \theta d\theta - \sin \theta \cos^2 \theta d\theta)$$

Par intégration :

$$V_{cs} = \pi R^3 \left[\int_0^\theta \sin \theta d\theta + \int_0^\theta -\sin \theta \cos^2 \theta d\theta \right]$$

$$V_{cs} = \pi R^3 \left[[-\cos \theta]_0^\theta + \left[\frac{1}{3} \cos^3 \theta \right]_0^\theta \right]$$

$$V_{cs} = \pi R^3 \left[\frac{1}{3} \cos^3 \theta - \cos \theta + \frac{2}{3} \right]$$

Comme $\cos \theta = \frac{(R-x)}{R}$, V_{cs} s'écrira aussi :

$$V_{cs} = \pi R^3 \left[\frac{1}{3} \left(\frac{R-x}{R} \right)^3 - \left(\frac{R-x}{R} \right) + \frac{2}{3} \right]$$

$$V_{cs} = \pi \left[\frac{1}{3} (R-x)^3 - R^2 (R-x) + \frac{2}{3} R^3 \right]$$

$$V_{cs} = \pi \left[\frac{1}{3} (R-x)^3 + R^2 x - \frac{1}{3} R^3 \right] \quad (\text{IV.14})$$

D'après la figure (IV.3), x peut s'exprimer par :

$$x = \frac{dh_p}{2}$$

Sachant que :

$$dh_p = \frac{dh}{n} \quad \text{et} \quad n = \frac{h_0}{d}$$

Finalement x devient :

$$x = R \frac{dh}{h_0} \quad (\text{IV.15})$$

En remplaçant x par sa valeur dans l'équation (IV.14), V_{cs} s'écrira finalement :

$$\begin{aligned} V_{cs} &= \pi \left[\frac{1}{3} \left(R - R \frac{dh}{h_0} \right)^3 + R^3 \frac{dh}{h_0} - \frac{1}{3} R^3 \right] \\ V_{cs} &= \pi R^3 \left[\frac{1}{3} \left(1 - \frac{dh}{h_0} \right)^3 + \frac{dh}{h_0} - \frac{1}{3} \right] \\ V_{cs} &= \frac{\pi R^3}{3} \left[3 \left(\frac{dh}{h_0} \right)^2 - \left(\frac{dh}{h_0} \right)^3 \right] \end{aligned} \quad (\text{IV.16})$$

Où dh , h_0 et R sont respectivement, le déplacement du poinçon à la pression P , la hauteur initiale de la poudre dans la matrice et le rayon de la particule.

Au cours de la compression selon la verticale, chaque particule se déformera des deux côtés supérieurs et inférieurs et contribuera alors au remplissage des pores de l'empilement par un volume égal à $2V_{cs}$. Le volume solide total $V_{cs_{tot}}$ résultant de la déformation des grains et qui contribuera au remplissage des pores s'écrira alors :

$$V_{cs_{tot}} = 2N V_{cs} \quad (\text{IV.17})$$

Avec N , le nombre total des grains de l'empilement.

En remplaçant V_{cs} par sa valeur dans l'équation (IV.17), $V_{cs_{tot}}$ s'écrira :

$$V_{cs_{tot}} = 2N \frac{\pi R^3}{3} \left[3 \left(\frac{dh}{h_0} \right)^2 - \left(\frac{dh}{h_0} \right)^3 \right] \quad (\text{IV.18})$$

Si m , m_g et V_g sont respectivement, la masse de la poudre, la masse de la particule et le volume de la particule, m s'écrira :

$$m = N m_g$$

Et la densité théorique sera donnée par :

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

D'où l'on tire la masse d'un grain :

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

Le nombre total des grains de l'empilement égale donc :

$$N = \frac{m}{m_g} = \frac{3m}{4\pi R^3 \rho_{th}} \quad (\text{IV.19})$$

Le volume solide total devient alors :

$$V_{cs_{tot}} = \frac{1}{2} \frac{m}{\rho_{th}} \left[3 \left(\frac{dh}{h_0} \right)^2 - \left(\frac{dh}{h_0} \right)^3 \right] \quad (\text{IV.20})$$

Afin d'étudier le comportement de la poudre en compression, on établit à la pression P la relation entre la densité relative $\rho_r(P)$ et le déplacement dh du poinçon. La densité relative à la pression P s'écrira :

$$\rho_r(P) = \frac{\rho_a(P)}{\rho_{th}} \quad (\text{IV.21})$$

La densité apparente à la pression P s'exprimera par :

$$\rho_a(P) = \frac{m}{V_a(P)} \quad (\text{IV.22})$$

Et le volume apparent à la pression P , $V_a(P)$ sera défini par :

$$V_a(P) = V_{a_0} - V_{cs_{tot}}(P) \quad (\text{IV.23})$$

Où, $V_{a_0} = Sh_0$ est le volume apparent initial de la poudre.

Les relations (IV.21), (IV.22) et (IV.23) donnent :

$$\rho_r(P) = \frac{m}{(V_{a_0} - V_{cs_{tot}}(P)) \rho_{th}} \quad (\text{IV.24})$$

En remplaçant $V_{cs_{tot}}$ et V_{a_0} par leurs valeurs dans la relation (IV.24), on trouve :

$$\rho_r(P) = \frac{m}{\left(sh_0 - \frac{1}{2} \frac{m}{\rho_{th}} \left[3 \left(\frac{dh}{h_0} \right)^2 - \left(\frac{dh}{h_0} \right)^3 \right] \right) \rho_{th}}$$

$$\rho_r(P) = \frac{1}{\left(\frac{sh_0}{m} - \frac{1}{2\rho_{th}} \left[3\left(\frac{dh}{h_0}\right)^2 - \left(\frac{dh}{h_0}\right)^3 \right] \right) \rho_{th}}$$

La densité apparente initiale ρ_{a_0} est définie par :

$$\rho_{a_0} = \frac{m}{V_{a_0}} = \frac{m}{sh_0} \quad (\text{IV.25})$$

La densité relative à la pression P , $\rho_r(P)$ s'écrira donc :

$$\rho_r(P) = \frac{1}{\left(\frac{\rho_{th}}{\rho_{a_0}} - \frac{1}{2} \left[3\left(\frac{dh}{h_0}\right)^2 - \left(\frac{dh}{h_0}\right)^3 \right] \right)}$$

Finalement, la relation liant la densité relative au déplacement dh du poinçon à une pression donnée s'écrira sous la forme :

$$\rho_r(P) = \frac{1}{\left(\frac{1}{\rho_{r_0}} - \frac{1}{2} \left[3\left(\frac{dh}{h_0}\right)^2 - \left(\frac{dh}{h_0}\right)^3 \right] \right)} \quad (\text{IV.26})$$

Avec :

ρ_{r_0} : la densité relative initiale de la poudre.

dh : le déplacement du poinçon lors de la compression.

h_0 : la hauteur initiale de la poudre dans la matrice.

La relation théorique (IV.26) peut être alors utilisée pour étudier ou modéliser le comportement des poudres lors de leurs densifications en matrice et prédire les paramètres de structure globaux ainsi que les caractéristiques physiques et mécaniques de la poudre. Aussi, elle permet d'élaborer des matériaux granulaires à porosité contrôlée.

IV.4 Organigramme de programme :

Après avoir établi la relation théorique, nous avons pensé à mettre au point un mini programme informatique permettant d'étudier le comportement des poudres en compression en matrice. Ce programme va nous permet de prédire l'évolution de la densité apparente, la densité relative et la porosité en fonction de la pression de compactage de la poudre considérée ou du déplacement du poinçon. Les différentes étapes du programme sont illustrées par l'organigramme suivant :

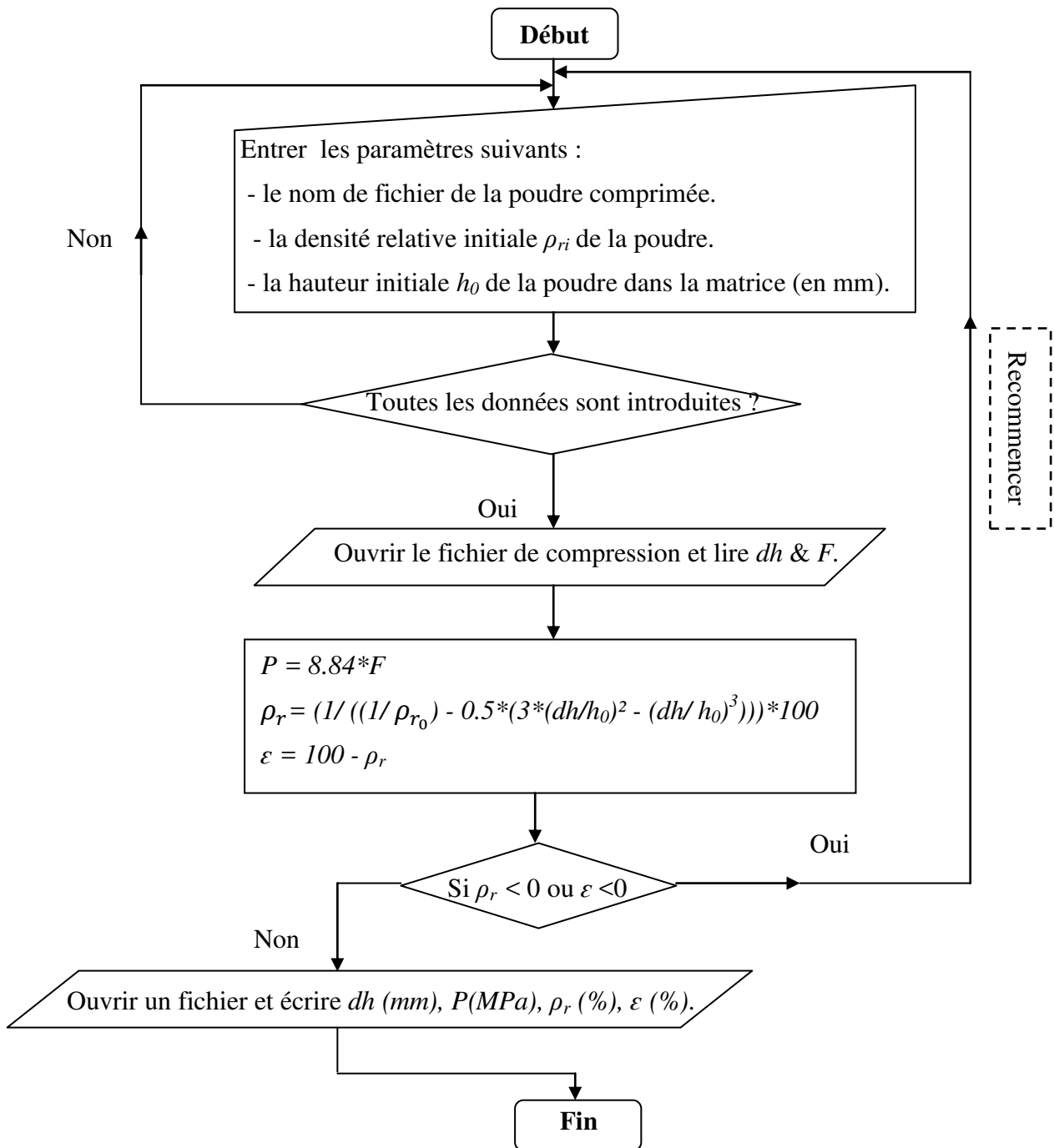


Figure IV.5 : Méthodologie de la programmation.

IV.5 Résultats et discussions :

À l'aide du programme que nous avons mis au point, nous avons essayé de reproduire les résultats obtenus par l'expérience. Les figures (IV.6) et (IV.7) représentent les courbes modèles de la compressibilité relative aux deux gammes de taille $d \leq 40\mu m$ et $63 \leq d \leq 80\mu m$.

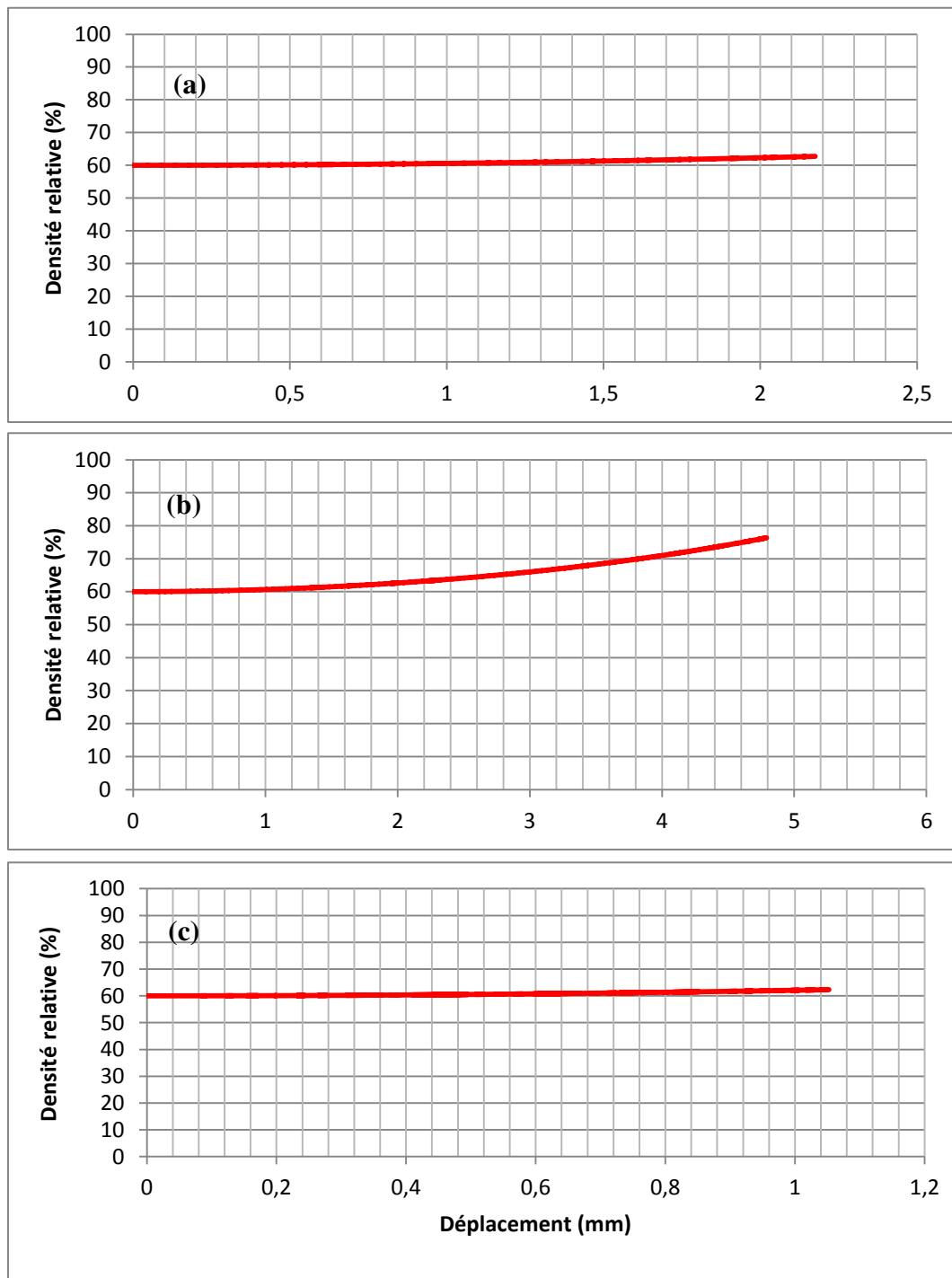


Figure IV.6 : courbes modèle de la densification ($d \leq 40\mu m$).

(a) poudre de bronze, (b) poudre de cuivre, (c) poudre de verre.

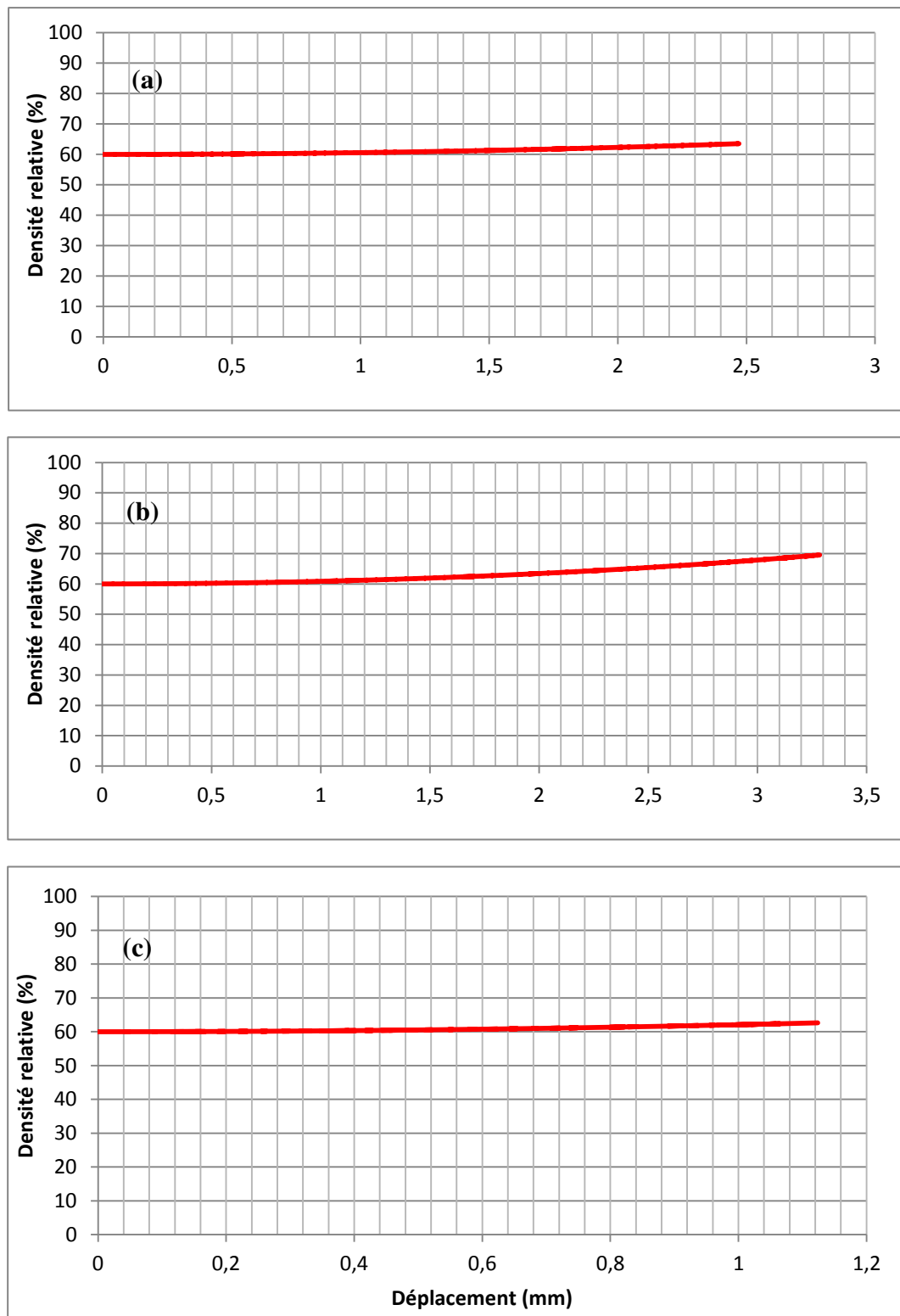


Figure IV.7 : courbes modèle de la densification ($63 \leq d \leq 80\mu m$).

(a) poudre de bronze, (b) poudre de cuivre, (c) poudre de verre.

Afin de comparer les résultats obtenus par le modèle aux résultats réalisés par l'expérience, nous avons superposé les courbes issues de l'expérience à celles obtenues par le modèle.

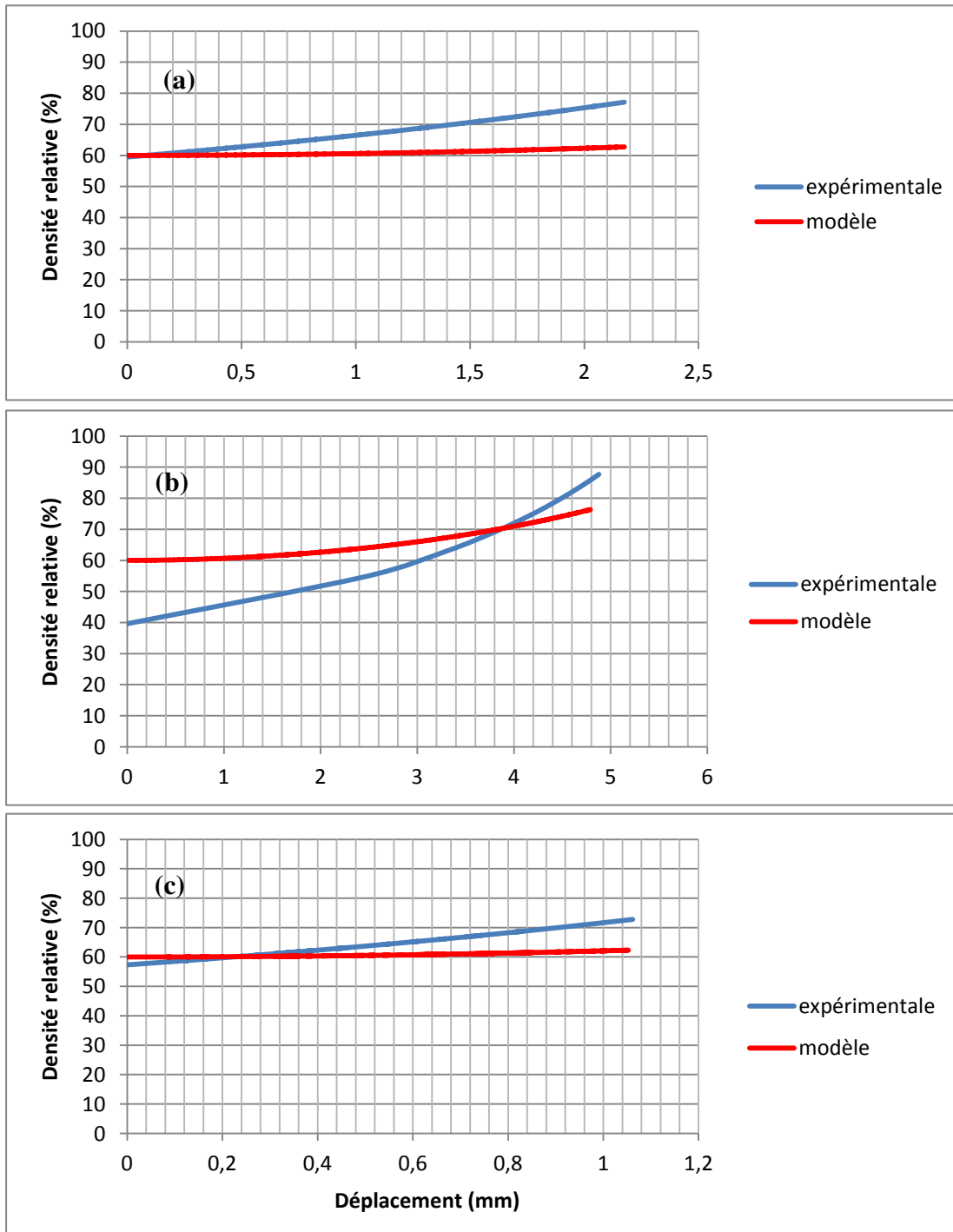


Figure IV.8 : superposition des courbes modèles aux courbes expérimentales ($d \leq 40\mu\text{m}$).

(a) poudre de bronze, (b) poudre de cuivre, (c) poudre de verre.

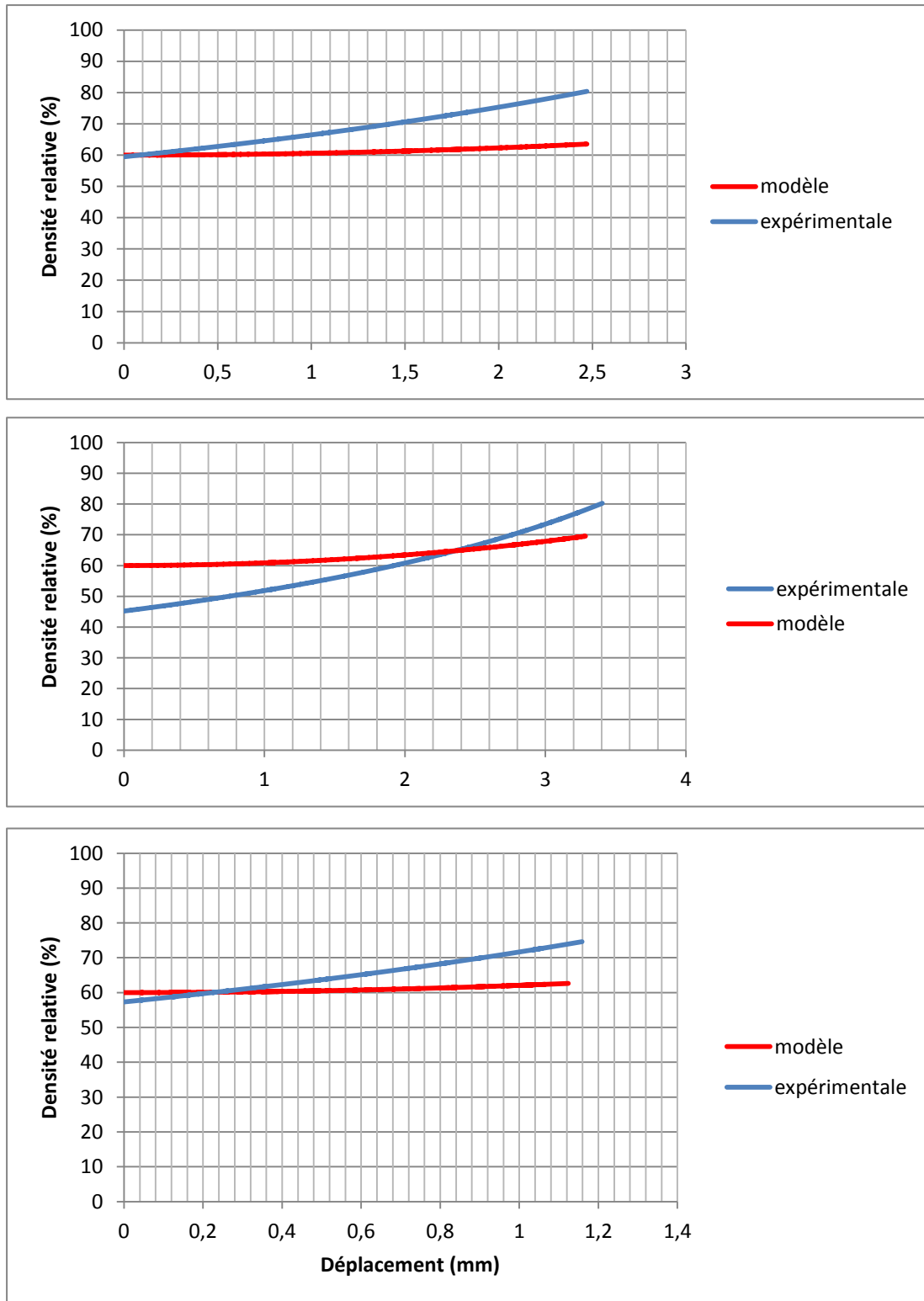


Figure IV.9 : superposition des courbes modèles aux courbes expérimentales ($63 \leq d \leq 80\mu m$).
 (a) poudre de bronze, (b) poudre de cuivre, (c) poudre de verre.

Les courbes des figures (IV.8) et (IV.9) représentent la superposition des courbes modèles aux courbes expérimentales relatives à chacune des poudres.

Aux figures (IV.8.a) et (IV.9.a), on observe un décalage entre l'allure de la courbe expérimentale et la courbe modèle. Ce décalage peut être attribué, d'une part aux erreurs commises lors de l'expérimentation et d'autre part, au modèle qui ne tient pas compte des propriétés mécaniques et physiques de la poudre comprimée.

Quant à la poudre du cuivre, figures (IV.8.b) et (IV.9.b), le décalage observé est nettement plus important. Ce dernier serait attribué à la forme irrégulière des grains de la poudre du cuivre ainsi que de sa nature.

Aux figures (IV.8.c) et (IV.9.c), on observe le même type de comportement de la poudre du verre que celle du bronze.

Le décalage entre la courbe expérimentale et la courbe théorique pourrait être traduit par le fait que le modèle suppose en arrangement parfait des grains de la poudre et ne prévoit pas les caractéristiques physiques et mécaniques des poudres étudiées. En revanche, les courbes expérimentales intègrent implicitement tous les paramètres physiques, mécaniques et morphologie qui pourraient avoir des influences sur la compressibilité des poudres.

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

Cette observation, nous a conduits alors à penser à réduire ces décalages, entre les courbes de compressibilité modèles et expérimentales, en introduisant des paramètres ajustables a et b . L'équation théorique qui nous avons obtenue (IV.26) s'écrira alors :

$$\rho_r(P) = \frac{a}{\left(\frac{1}{\rho r_0} - b \frac{1}{2} \left[3 \left(\frac{dh}{h_0}\right)^2 - \left(\frac{dh}{h_0}\right)^3 \right] \right)} \quad (\text{IV.27})$$

Les paramètres ajustables a et b sont calculés à partir des fichiers de compression issues de l'expérience. Le tableau (IV.1) ci-après résume les valeurs de ces paramètres ajustables pour chaque poudre.

Poudre	Taille (μm)	a	b
Bronze	40	0.99	5.25
	$63 \leq d \leq 80\mu\text{m}$	0.99	4.68
Cuivre	40	0.66	2.48
	$63 \leq d \leq 80\mu\text{m}$	0.75	2.98
Verre	40	0.96	5.63
	$63 \leq d \leq 80\mu\text{m}$	0.96	5.19

Tableau IV.1 : les valeurs des paramètres ajustables pour les poudres utilisées.

IV.6 Analyse des résultats par le model de Heckel :

Les constante K et A de l'équation de Heckel (IV.5) sont calculées à partir des résultats expérimentaux. Les valeurs de ces constantes, relatives à chacune des poudres sont regroupées dans le tableau suivant :

Poudre	Taille (μm)	K	A
Bronze	40	0.001	0.923
	$63 \leq d \leq 80\mu\text{m}$	0.001	0.900
Cuivre	40	0.003	0.576
	$63 \leq d \leq 80\mu\text{m}$	0.003	0.661
Verre	40	0.001	0.890
	$63 \leq d \leq 80\mu\text{m}$	0.001	0.860

Tableau IV.2 : les constantes de Heckel pour les poudres utilisées.

Les courbes de Heckel des poudres utilisées sont illustrées par les figures (IV.10) et (IV.11).

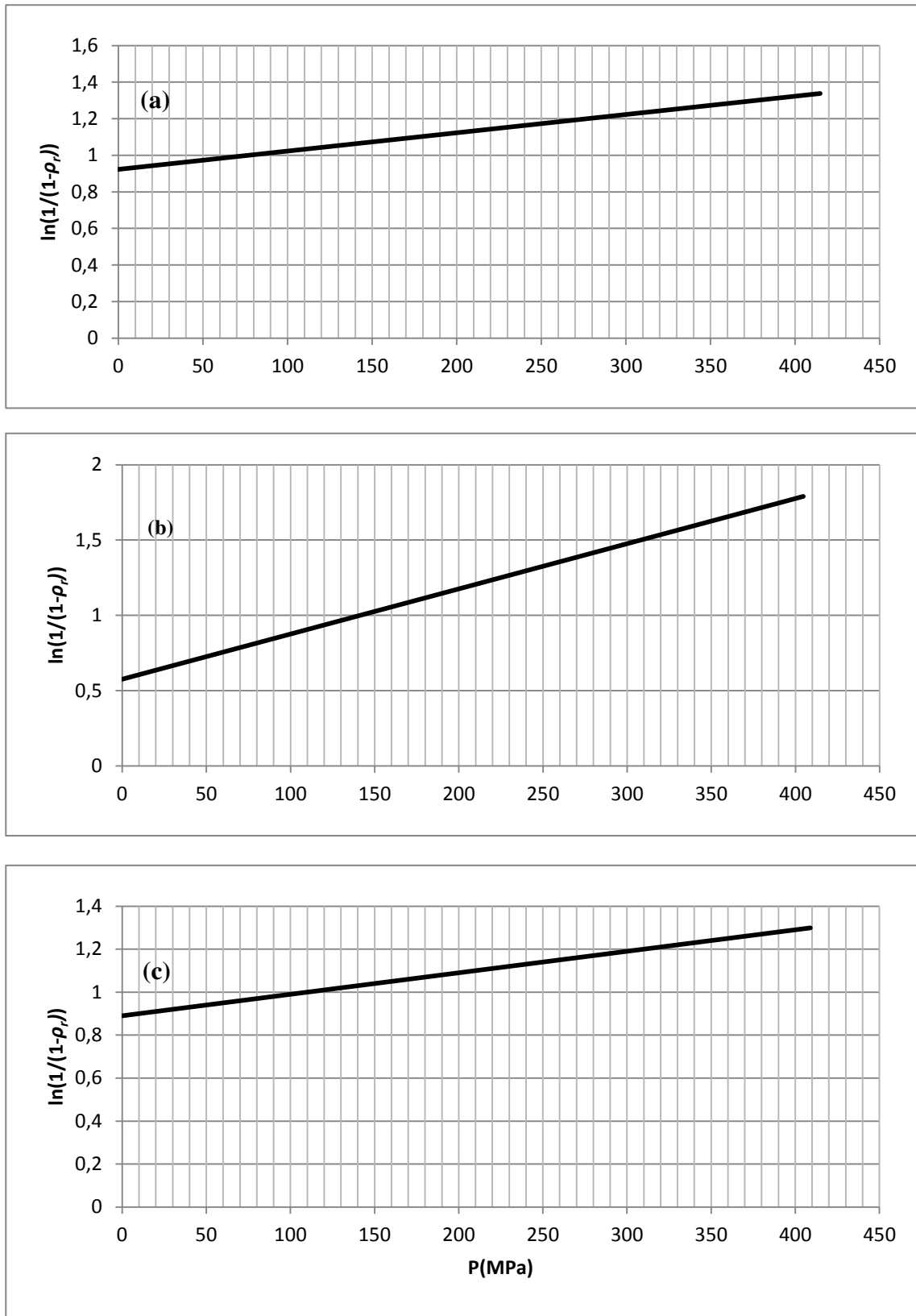


Figure IV.10 : présentation des courbes de Heckel ($d \leq 40\mu m$).

(a) poudre de bronze, (b) poudre de cuivre, (c) poudre de verre.

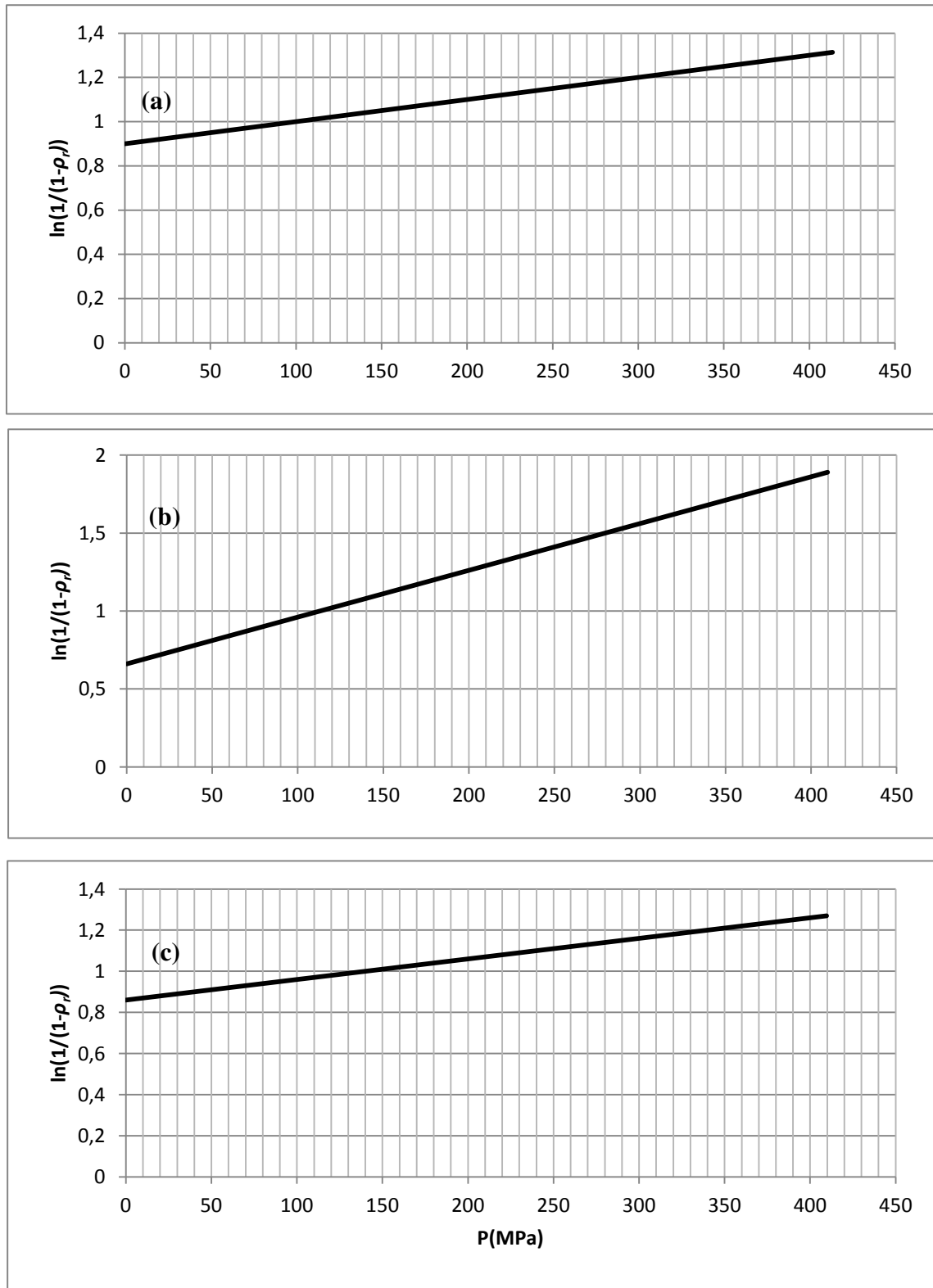


Figure IV.11 : présentation des courbes de Heckel ($63 \leq d \leq 80\mu m$).

(a) poudre de bronze, (b) poudre de cuivre, (c) poudre de verre.

IV.7 Étude comparative des modèles :

Afin de vérifier la validité de modèle élaboré, les courbes obtenues sont confrontées aux résultats du modèle de Heckel et à celles issues de l'expérience par la superposition des courbes.

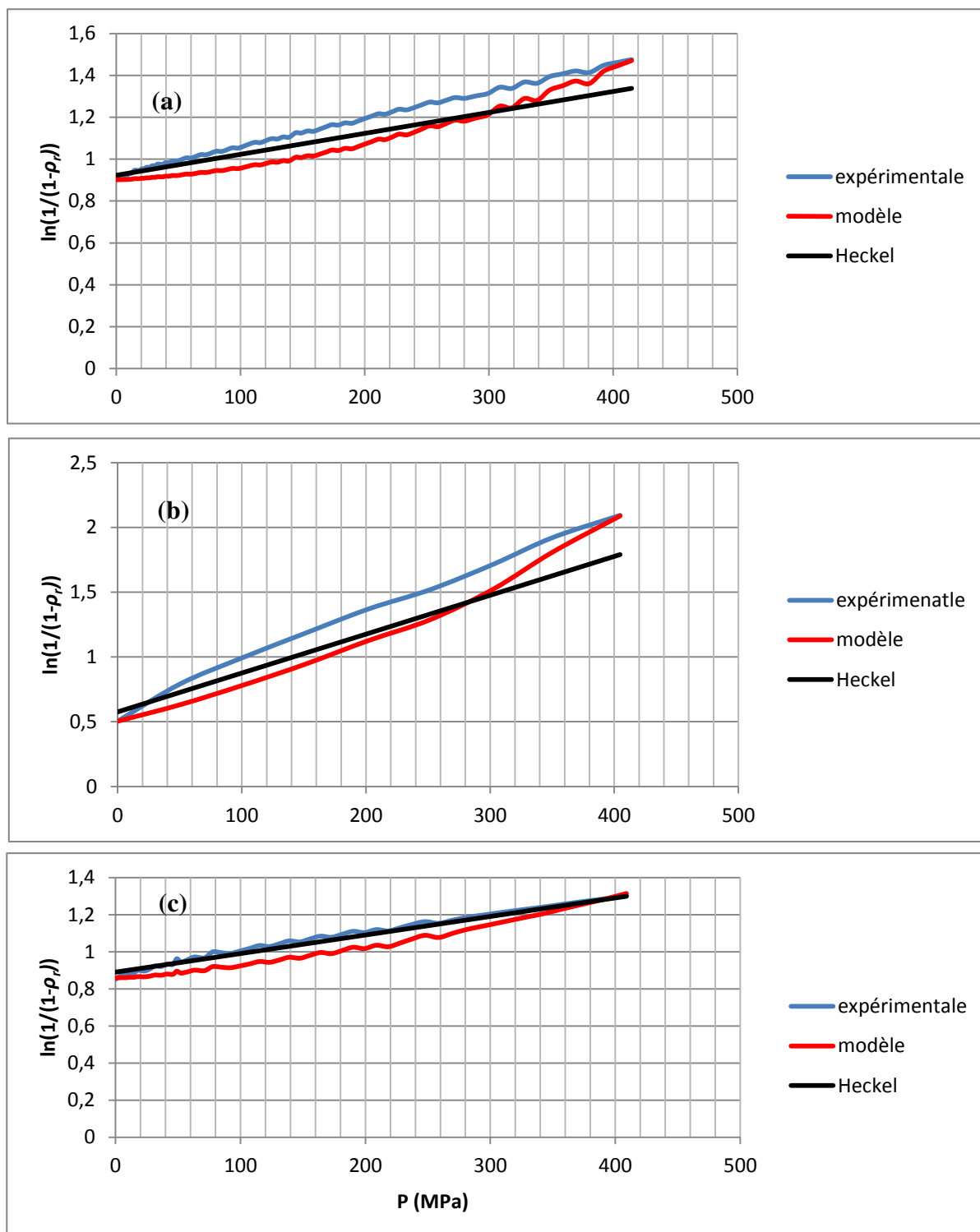


Figure IV.12 : superposition des courbes ces des poudres de taille ($d \leq 40\mu\text{m}$).

(a) poudre de bronze, (b) poudre de cuivre, (c) poudre de verre.

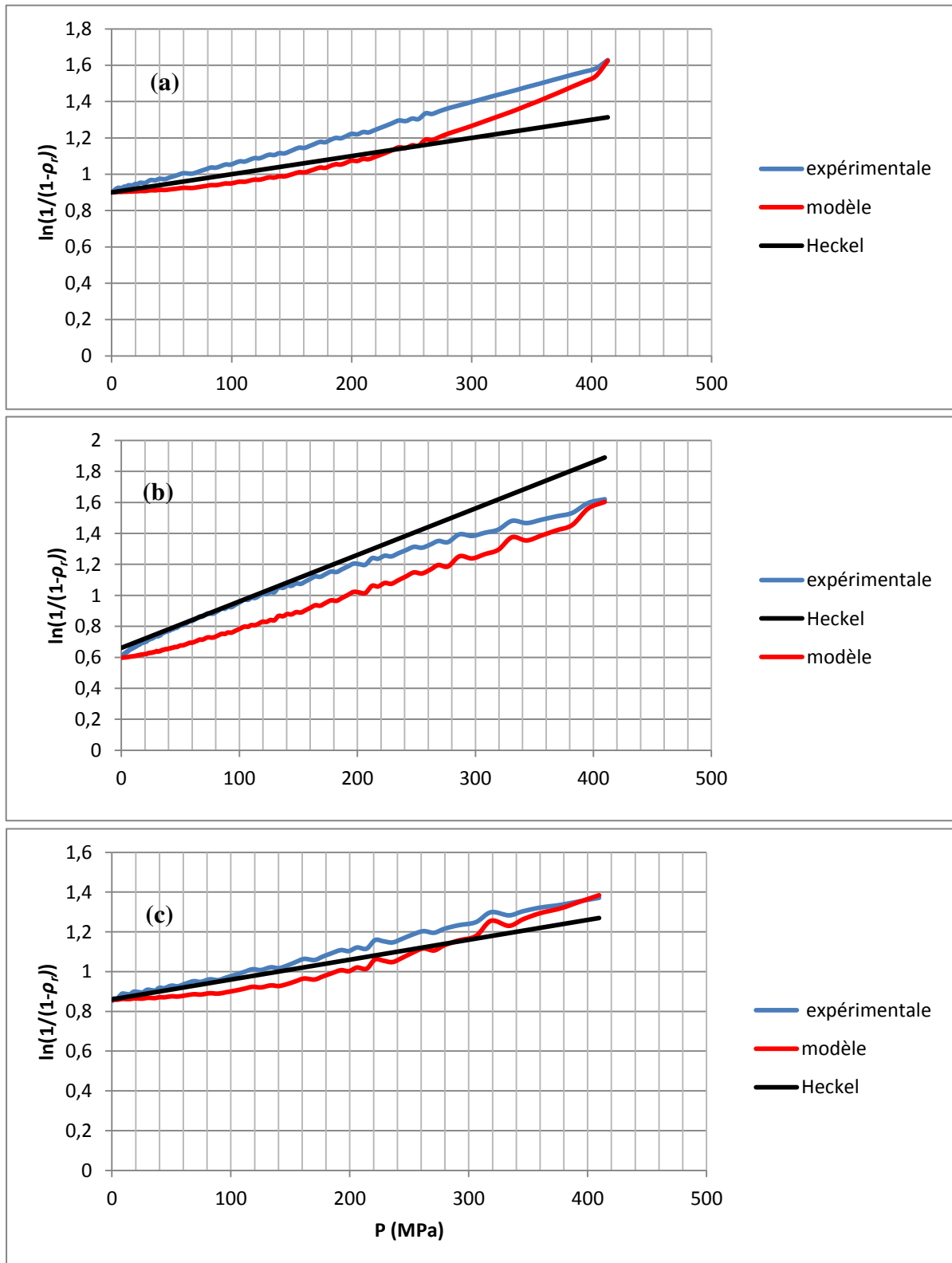


Figure IV.13 : superposition des courbes cas des poudres de taille ($63 \leq d \leq 80\mu m$).

(a) poudre de bronze, (b) poudre de cuivre, (c) poudre de verre.

En introduisant les valeurs des paramètres ajustables a et b , il s'avère que le modèle théorique élaboré reproduit, en excluant les incertitudes liées aux frottements de la poudre avec les parois de la matrice, des résultats quantitativement conformes aux résultats obtenus par l'expérience. En revanche, le modèle de Heckel produit des résultats moins précis comparativement au modèle théorique obtenu.

Nous remarquons que les valeurs des paramètres ajustables a et b varient d'une poudre à une autre. Il reste alors, dans une continuation de ce travail, à rechercher une corrélation fiable et précise entre ces paramètres et les propriétés physique ou mécanique de la poudre.

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale et perspectives

Ce travail de mémoire a été orienté avec l'objectif principal de modéliser le comportement des poudres en compression en matrice pour élaborer des matériaux granulaires à froid. Après avoir défini, dans le premier chapitre, les différents paramètres physiques influant sur le comportement général des poudres et les micromécanismes intervenant lors de leur densification, nous avons présenté dans le deuxième chapitre les diverses méthodes et techniques expérimentales utilisées pour mesurer ces différents paramètres tels que, la taille et les paramètres de structure globaux.

L'étude de la partie expérimentale de ce travail est basée principalement sur des séries d'expériences de consolidation des poudres en matrice à l'aide d'une presse hydraulique MTS 810. Ces expériences ont été réalisées au laboratoire de métallurgie physique de l'université de Poitiers (France).

À l'aide d'un programme informatique, 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 effets de la taille et de la forme des grains sur la compressibilité ont été mis en évidence. Nous avons conclu que, quelle que soit la nature ou la forme des grains, la finesse des grains se traduit par une diminution de la compressibilité. À tailles identiques, la différence de compressibilité résulte des différences morphologiques et mécaniques des grains.

La dernière partie de ce travail constitue l'objet principal de cette étude. Il s'agirait essentiellement de concevoir un modèle théorique original qui traduirait les transformations microstructurales ainsi que les micromécanismes régissant le comportement des poudres métalliques ou céramiques soumises à une densification à froid en matrice.

Une formule mathématique qui pourrait traduire ce processus a été développée. Suite à quoi, un programme informatique spécifique a été mis au point permettant, en effectuant des simulations dans les mêmes conditions opératoires, de traduire le comportement des poudres en compression en matrice.

Les résultats obtenus par le modèle ont été confrontés d'une part, aux résultats issus de l'expérimentation et, d'autre part, aux prévisions du modèle de Heckel. Les faibles écarts

observés entre les résultats expérimentaux et ceux du modèle sont attribués aux propriétés intrinsèques de la poudre car, le modèle mathématique ne tient pas compte de ces dernières. C'est pourquoi, nous avons pensé à introduire des paramètres ajustables, engendrant implicitement les propriétés physico-chimiques ou mécaniques de la poudre.

Les valeurs des paramètres ajustables relatifs à chaque poudre, permettant de reproduire des résultats similaires à ceux de l'expérience, ont été déterminées.

Au terme de cette étude et après avoir analysé les divers paramètres intervenant dans les calculs relatifs à la densification en matrice, nous avons dressé un logiciel spécifique qui représente la solution sous forme visible. C'est le « produit fini » de ce travail.

À la suite de ce travail, de nombreuses perspectives sont envisageables :

En effet, les résultats obtenus dans cette étude préliminaire seront sans doute fort utiles, aussi bien sur le plan théorique que sur le plan expérimental, pour comprendre le comportement particulier de ce milieu complexe constitué de poudres.

Quant à la modélisation de la compression en matrice, le thème demanderait à être nécessairement complété. Il serait très utile de trouver une corrélation fiable et précise entre les paramètres ajustables et les propriétés physico-chimiques et/ou mécaniques des poudres étudiées. Ce qui permettra d'élaborer des matériaux granulaires à propriétés et à porosité contrôlées.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

1. **AMMARCHA, Chawki.** " *Mélange des poudres en continu modèles dynamiques et caractérisation des mélanges en ligne* " [Thèse de doctorat]. - Toulouse : Institut National Polytechnique, 2010.
2. **ANGELO, P.C & SUBRAMANIAN, R.** " *Powder Metallurgy : Science, Technology and Applications* " [Livre]. - New Delhi : Phi Learning Private Limited, 2008.
3. **BOUNOUA, A ; BOURAHLA, A ; GROSBRAS, M.** " *Éffet de la taille et de la forme des grains sur la densification des poudres métallique et céramiques* " [Article]. - Annales de chimie , 2009.
4. **BOUNOUA, A ; HUVIER, C ; GROSBRAS, M.** " *Effet de l'homogénéité sur la compressibilité des mélanges de poudres* " [Conférence]. - Toulouse : Powder Technology, 2012.
5. **BOUNOUA, Abdelkader.** " *Compressibilité de mélanges de poudres métalliques et céramiques* " [Diplôme d'Études Approfondies]. - France : Université de Poitiers, 1992.
6. **BOUNOUA, Abdelkader.** " *La métallurgie des poudres* " [Cours]. - France : Université de Poitiers, 1995.
7. **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.
8. **BUCHER, S ; IACOB, C ; CABIOCH, Th ; GROSBRAS, M.** " *Synthèse, caractérisations et aptitude à la mise en forme de poudres revêtues. Application au système W/Cu* " [Article]. - Powder Metallurgy, 2012.
9. " *Bulk Density and tapped density of powders* " [Document]. -The International Pharmacopoeia, 2012.
10. **BUSIGNIES, Virginie.** " *Recherche de lois de mélange sur les propriétés mécaniques de systèmes granulaires compactés* " [Thèse de doctorat]. - France : Université Paris XI, 2005.
11. **ÇOMOĞLU, Tansel.** " *An overview of compaction equations* " [Article]. - Journal of Faculty of Pharmacy of Ankara University, 2007.

12. **DAVIS, J.R.** " *Handbook of Thermal Spray Technology* " [Livre]. - United States of America : ASM International, 2004.
13. **DEMEYRE, Jean-François.** " *Mécanismes et dynamique du mélange des poudres et caractérisation de l'homogénéité de mélanges de poudres* " [Document]. - France : École des Mines d'Albi Carmaux, 2004.
14. **FAUDUET, Henri.** " *Mécanique des fluides & des solides appliquée à la chimie* " [Livre]. - Paris : Lavoisier, 2011.
15. **Fataëlis.** " *La ségrégation* " [Article en ligne]. Omnilogie, 2011. Disponible à l'adresse URL : http://omnilogie.fr/O/La_ségrégation, consulté en ligne le 19 mai 2016.
16. **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.
17. **FRACHON, A.** " *Modélisation et simulation numérique de la compression en matrice de poudres métalliques* " [Thèse de doctorat]. - Grenoble : Institut National Polytechnique, 2002.
18. **GAD, Shayne Cox.** " *Pharmaceutical Manufacturing Handbook : Production and Processes* " [Livre]. - Canada : John Wiley & Sons, Inc, 2008.
19. **GATUMEL, Cendrine et CALVET, Rachel et al.** " *Sciences et Technologies des Poudres*" [Cours en ligne]. - France : École des Mines d'Albi-Carmaux, 2008. Disponible à l'adresse URL : http://nte.mines-albi.fr/STP/co/STP_web.html, consulté en ligne le 19 mai 2016.
20. **GROZA, R.J ; SHACKELFORD, F.J ; LAVERNIA, E.J ; POWERS, M.T.** " *Materials Processing Handbook* " [Livre]. - United States of America : Taylors & Francis Groupe, 2007.
21. **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.
22. **HUVIER, C ; BOUNOUA, A ; GROSBRAS, M.** " *Elastic modulus and mechanical strength of porous materials* " [Conférence]. - Grenoble : SF2M, 1998 .

23. **JERIER, Jean-François.** " *Modélisation de la compression haute densité des poudres métalliques ductiles par la méthode des éléments discrets* " [Thèse de doctorat]. - Grenoble : Université Joseph Fourier, 2009.
24. **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.
25. **MEZIANI, Hakima.** " *Elaboration d'un composite WC/Cu par infiltration* " [Mémoire de magistère]. - Tizi-Ouzou : Université Mouloud Mammeri, 2013.
26. **MIKLI, Valdek ; KÄERDI, Helmo ; KULU, Priit ; BESTERCI, Michal.** " *Characterization of powder particle* " [Article]. -Proceedings of the Estonian Academy of Sciences, 2001.
27. **OLMOS NAVARRETE, Luis Rafael.** " *Étude du frittage de poudres par microtomographie in situ et modélisation discrète* " [Thèse de doctorat]. - Grenoble : Institut Polytechnique, 2009.
28. **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.
29. **SEVILLE, Jonathan ; TÜZÜN, Uğur & CLIFT, Roland.** " *Processing of Particulate Solids* " [Livre]. - London : Chapman & Hall, 1997.
30. **TOUSSAINT, Franck.** " *Etude expérimentale et simulation numérique de la mise en forme par compression et frittage de poudres* " [Thèse de doctorat]. - Grenoble : Institut National Polytechnique, 2001.