



**HAL**  
open science

# Etude expérimentale et simulation numérique de la mise en forme par compression et frittage de poudres

Franck Toussaint

## ► To cite this version:

Franck Toussaint. Etude expérimentale et simulation numérique de la mise en forme par compression et frittage de poudres. Mécanique [physics.med-ph]. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2001. Français. NNT : . tel-00266456

**HAL Id: tel-00266456**

**<https://theses.hal.science/tel-00266456v1>**

Submitted on 22 Mar 2008

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.





INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

N° attribué par la bibliothèque

|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|

**THESE**

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'INPG**

**Spécialité : "Mécanique : Conception, Géomécanique, Matériaux"**

préparée aux laboratoires Sols, Solides, Structures

et

Génie Physique et Mécanique des Matériaux

dans le cadre de l'Ecole Doctorale "Mécanique et Energétique"

présentée et soutenue publiquement

par

**Franck TOUSSAINT**

le 04 décembre 2001

**Etude expérimentale et simulation  
numérique de la mise en forme par  
compression et frittage de poudres**

---

**Directeurs de thèse : Pierre DOREMUS et Didier BOUVARD**

---

**JURY**

M. Denis FAVIER	, Président
M. Hervé DI BENEDETTO	, Rapporteur
M. John Allen DODDS	, Rapporteur
M. Pierre DOREMUS	, Directeur de thèse
M. Didier BOUVARD	, Directeur de thèse
M. Luc FEDERZONI	, Examineur
M. Philippe TENAUD	, Examineur



*A mes parents,  
A Anabelle.*



## Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein des laboratoires Sols, Solides, Structures (3S) et Génie Physique et Mécanique des Matériaux (GPM2) sous la direction de Messieurs Pierre Doremus et Didier Bouvard.

Je voudrais leur exprimer toute ma gratitude pour leur disponibilité constante, la confiance qu'ils m'ont accordé, les orientations judicieuses qu'ils m'ont proposé, les conseils avisés qu'ils m'ont donné. Qu'ils reçoivent ici toute ma reconnaissance.

Monsieur Denis Favier, Professeur à l'Université Joseph Fourier, m'a fait l'honneur de présider le jury de ma thèse. Je le remercie vivement pour son précieux concours.

Mes remerciements vont également à Monsieur John Allen Dodds, Professeur à l'Ecole des Mines d'Albi-Carmaux et Monsieur Hervé Di Benedetto, Professeur à l'Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat de Lyon pour l'attention et l'intérêt qu'ils ont manifestés en acceptant d'être les rapporteurs de mon travail.

Je tiens à assurer de ma profonde gratitude Monsieur Luc Federzoni, Docteur au CEA de Grenoble, pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail et pour les précieux conseils qu'il m'a prodigué lors de la phase de simulation des pièces de référence.

Que Monsieur Philippe Tenaud, Vice-Président Recherche et Développement au sein de la société UGIMAG, particulièrement intéressé par la modélisation et la simulation de la compression-filtration et du frittage des ferrites, soit remercié pour avoir bien voulu accepter de faire partie des membres du jury.

Le travail présenté dans ce manuscrit n'aurait pas abouti sans le soutien financier de la communauté européenne au travers du contrat de recherche BRITE-EURAM "Modelling of Cold Compaction" (MC<sup>2</sup>) et sans les nombreuses collaborations universitaires et industrielles suivantes : AMES, CEA/CEREM, CERAMETAL, CISI, FEDERAL MOGUL Technology, Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik, HÖGANÄS, LULEÄ University et UGIMAG. Je remercie toutes les personnes qui ont participé activement à ce programme de recherche et j'espère que ces différentes coopérations se poursuivront dans le futur.

Je voudrais tout particulièrement remercier Messieurs Eric Di Marcello et Lionel Fine de la société UGIMAG pour leur collaboration fructueuse dans le travail propre aux ferrites.

Je souhaiterais remercier tous les membres permanents, doctorants et stagiaires des laboratoires 3S et GPM2 qui m'ont accompagné pendant ce travail. Qu'il me soit permis de remercier tout particulièrement Vincent et Arnaud pour la bonne ambiance qu'ils ont fait régner dans le bureau.

J'adresse également un grand merci aux membres de l'équipe "Plasticité cristalline" du laboratoire de Mécanique Appliquée (LMécA) d'Annecy pour leur aide particulière et leurs précieux conseils dans la préparation de la soutenance.

Enfin, merci à tous ceux que je n'ai pas cité ici et qui ont contribué, de près ou de loin, à la réussite de ce travail.

# Table des matières

<b>Partie I Poudres conventionnelles (Fer et Carbure de tungstène)</b>	<b>7</b>
<b>Chapitre 1 Métallurgie des poudres et Pré-requis</b>	<b>9</b>
1.1 Introduction . . . . .	10
1.2 Métallurgie des poudres . . . . .	10
1.2.1 Elaboration de la poudre . . . . .	10
1.2.2 Densification et mise en forme . . . . .	12
1.2.3 Frittage . . . . .	14
1.2.4 Calibrage, traitements thermiques et finitions . . . . .	15
1.3 Notions sur la formulation des lois de comportement élastoplastique . . . . .	16
1.3.1 Aspects phénoménologiques . . . . .	16
1.3.2 Critère de plasticité . . . . .	17
1.3.3 Loi d'écoulement . . . . .	18
1.4 Les matériaux de l'étude . . . . .	18
1.4.1 Poudre de fer Distaloy AE . . . . .	19
1.4.2 Poudre WC-Co . . . . .	20
1.4.3 Poudre WC-TiCN . . . . .	21
1.5 Conclusion . . . . .	21
<b>Chapitre 2 Caractérisation expérimentale des matériaux pendant la phase de compression</b>	<b>23</b>
2.1 Introduction . . . . .	25
2.2 Essais de compression en matrice instrumentée . . . . .	25
2.2.1 Dispositif expérimental . . . . .	25
2.2.2 Méthode d'étalonnage de la matrice . . . . .	26
2.2.3 Principe et interprétation de l'essai . . . . .	28
2.2.4 Influence de la hauteur de poudre comprimée sur les résultats . . . . .	31

2.2.5	Résultats expérimentaux . . . . .	34
2.3	Essais de compression simple . . . . .	36
2.3.1	Généralités sur l'essai de compression simple . . . . .	36
2.3.2	Influence de l'élançement des échantillons . . . . .	38
2.3.3	Influence de la lubrification . . . . .	39
2.3.4	Résultats expérimentaux . . . . .	41
2.4	Essais de compression diamétrale . . . . .	41
2.4.1	Principe de l'essai . . . . .	42
2.4.2	Influence de la géométrie des échantillons sur les résultats . . . . .	43
2.4.3	Résultats expérimentaux . . . . .	45
2.5	Essais de frottement . . . . .	46
2.5.1	Dispositif expérimental et principe de l'essai . . . . .	46
2.5.2	Analyse des résultats . . . . .	48
2.6	Mesure des paramètres élastiques des matériaux . . . . .	52
2.6.1	Dispositif expérimental et principe de l'essai . . . . .	52
2.6.2	Résultats expérimentaux . . . . .	53
2.7	Conclusion . . . . .	54
<b>Chapitre 3 Simulation numérique</b>		<b>57</b>
3.1	Introduction . . . . .	58
3.2	Présentation et identification des paramètres du modèle . . . . .	58
3.2.1	Modèle de Drucker-Prager/Cap dans ABAQUS . . . . .	58
3.2.2	Identification des paramètres du modèle . . . . .	61
3.3	Simulation de la compression d'une pièce de référence . . . . .	66
3.3.1	Géométrie et cinématique de compression . . . . .	66
3.3.2	Maillage et paramètres de calcul . . . . .	69
3.3.3	Analyse des résultats des simulations . . . . .	71
3.3.4	Discussion des résultats . . . . .	73
3.4	Conclusion . . . . .	74
<b>Chapitre 4 Approche phénoménologique du comportement frittant d'une poudre WC-Co</b>		<b>75</b>
4.1	Introduction . . . . .	76
4.2	Loi de comportement . . . . .	76
4.3	Technique expérimentale . . . . .	77
4.3.1	Équipement de dilatométrie . . . . .	77
4.3.2	Conditions d'essai et hypothèses de dépouillement . . . . .	79

4.4	Résultats expérimentaux et identification des paramètres . . . . .	79
4.4.1	Etude d'un cycle de référence . . . . .	79
4.4.2	Etude d'un cycle thermique de type "escalier" . . . . .	82
4.4.3	Etude d'un cycle thermique avec chargement intermittent . . . . .	86
4.5	Validation et comparaison des résultats . . . . .	89
4.5.1	Modélisation des paliers isothermes du cycle en escalier . . . . .	90
4.5.2	Modélisation du cycle de référence . . . . .	91
4.5.3	Comparaison des résultats . . . . .	91
4.6	Conclusion . . . . .	94

**Partie II Pâte d'hexaferrite de strontium 97**

**Chapitre 5 Matériaux et procédé industriel de mise en forme 99**

5.1	Introduction . . . . .	100
5.2	Généralités sur les hexaferrites . . . . .	100
5.2.1	Propriétés cristallines . . . . .	101
5.2.2	Notions de magnétisme . . . . .	104
5.2.3	Procédé d'élaboration de la pâte $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ . . . . .	107
5.3	Procédé industriel de fabrication d'aimants permanents . . . . .	110
5.3.1	Mise en forme par compression-filtration . . . . .	110
5.3.2	Frittage . . . . .	113
5.4	Présentation des matériaux de l'étude . . . . .	115
5.5	Conclusion . . . . .	116

**Chapitre 6 Regard sur la modélisation des phénomènes de compression et filtration 119**

6.1	Introduction . . . . .	120
6.2	Comportement homogène équivalent . . . . .	121
6.3	Formalisme diphasique basé sur la théorie des mélanges . . . . .	122
6.3.1	Définitions . . . . .	122
6.3.2	Lois de conservation . . . . .	123
6.3.3	Vers une application du formalisme multiphasique aux pâtes ferrites . . . . .	128
6.4	Développements théoriques basés sur une technique d'homogénéisation . . . . .	129
6.4.1	Méthode des développements à échelles multiples . . . . .	129
6.4.2	La méthode à travers quelques exemples . . . . .	131
6.5	Magnétohydrodynamique . . . . .	134
6.6	Conclusion . . . . .	136

<b>Chapitre 7 Caractérisation expérimentale du matériau</b>	<b>139</b>
7.1 Introduction . . . . .	140
7.2 Essai de compression en matrice . . . . .	140
7.2.1 Dispositif expérimental . . . . .	140
7.2.2 Résultats expérimentaux . . . . .	143
7.2.3 Mesure des paramètres élastiques . . . . .	153
7.3 Essai de dilatométrie . . . . .	156
7.3.1 Dispositif expérimental et principe des essais . . . . .	156
7.3.2 Résultats expérimentaux . . . . .	156
7.4 Conclusion . . . . .	164
<b>Chapitre 8 Simulation numérique de la compression et du frittage d'un segment ferrite</b>	<b>165</b>
8.1 Introduction . . . . .	166
8.2 Simulation numérique de la compression d'un segment ferrite . . . . .	166
8.2.1 Loi de comportement . . . . .	166
8.2.2 Identification des paramètres du modèle . . . . .	168
8.2.3 Résultats, analyse et discussion . . . . .	172
8.3 Simulation numérique du frittage d'un segment ferrite . . . . .	177
8.3.1 Equations constitutives . . . . .	177
8.3.2 Identifications des paramètres de la loi . . . . .	179
8.3.3 Résultats, analyse et discussion . . . . .	182
8.4 Conclusion . . . . .	192
<b>Conclusion générale et perspectives</b>	<b>195</b>
<b>Annexes</b>	<b>201</b>
<b>Annexe A Caractérisation expérimentale de la poudre WC-Co</b>	<b>201</b>
<b>Annexe B Caractérisation expérimentale de la poudre WC-TiCN</b>	<b>207</b>
<b>Annexe C Etude expérimentale du comportement du mélange WC-TiCN au cours du frittage</b>	<b>213</b>
<b>Annexe D Etude expérimentale de la pâte Grade B au cours du frittage</b>	<b>217</b>
<b>Annexe E Procédure de pilotage de la presse 10 tonnes du laboratoire 3S</b>	<b>221</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>223</b>

# Introduction générale

La mise en forme des poudres ou métallurgie des poudres est un procédé en plein développement, de plus en plus adaptée à la fabrication de pièces mécaniques de petites et moyennes dimensions mais aussi comme moyen de synthèse de matériaux nouveaux, exigés par les techniques de pointes, telles que les industries nucléaire, aérospatiale, automobile... Pour les pièces de structures, cette filière concurrence les méthodes d'élaboration plus traditionnelles comme le moulage ou le forgeage, notamment. Son grand intérêt tient au fait qu'elle permet des cadences de production très élevées sur de grandes séries avec un nombre réduit d'étapes de fabrication moyennant une utilisation optimale de la matière première et un coût des opérations de base relativement faible. Cependant, son développement est limité par les difficultés à obtenir simultanément de hautes caractéristiques mécaniques et une grande précision dimensionnelle.

En particulier, les dimensions des pièces produites dépendent des opérations de compression et de frittage. Au cours de cette première opération, le frottement sur les parois de la matrice induit par l'action de la pression axiale exercée sur la poudre est généralement la cause d'une répartition non homogène de la densité au sein du comprimé dit "à vert" ou "à cru". Ce premier facteur conduit généralement à des retraits plus ou moins anisotropes au cours du frittage, qui affectent considérablement la précision des cotes des pièces si bien que des opérations de recompression, calibrage et/ou usinage sont souvent nécessaires. Pour certains matériaux comme les aciers, les changements de forme entre la pièce à vert et le fritté sont limités (retraits de l'ordre du pourcent) en raison de densités élevées atteintes à l'issue de la compression. La maîtrise des cotes des pièces au cours des opérations de compression et d'éjection est alors primordiale mais délicate car elle dépend essentiellement des propriétés des poudres, compressibilité, densité apparente et pression appliquée. Dans le cas des poudres dures comme les céramiques, les densités atteintes après compression sont faibles (entre 50 et 60% en densité relative) et par conséquent les retraits au cours de la densification par frittage sont importants. La maîtrise des changements de forme au

cours du frittage est alors beaucoup plus importante. Enfin, en raison du caractère relativement friable du comprimé après compression, l'opération d'éjection de la pièce peut induire des fissures conduisant irrémédiablement la pièce au rebut. Tous ces artefacts alourdissent considérablement les frais de mise au point d'une nouvelle fabrication qui ne sont amortis que sur des séries importantes. Le calcul des dimensions des outillages par les ingénieurs des bureaux des méthodes est par conséquent une tâche ardue et fastidieuse pour laquelle l'outil de simulation numérique semble s'imposer.

L'étude expérimentale, la modélisation et la simulation numérique du procédé de mise en forme par compression et frittage de poudres métalliques a fait l'objet de nombreux travaux dans la communauté scientifique : [BORTZMEYER, 1990], [MOSBAH, 1995], [COCCOZ, 1995], [PAVIER, 1998], [COUBE, 1998], [BRANDT, 1998]... Des procédures expérimentales plus ou moins compliquées sont utilisées pour décrire le comportement des matériaux. Leurs résultats servent à identifier les paramètres de modèles issus généralement de la mécanique des sols pour décrire le comportement des poudres au cours de la compression. Les pièces calculées à partir de codes de calcul par éléments finis sont pour la plupart de forme géométrique simple. Dans ce contexte jusqu'alors relativement dispersé, un consortium d'industriels et d'universitaires européens s'est regroupé pour mettre en œuvre un programme d'action. Ce projet de recherche, intitulé "Modelling of Cold Compaction" (MC<sup>2</sup>), propose d'unifier le travail de différents partenaires : AMES (Espagne), CEA (France), CERAMETAL (Luxembourg), CS-SI (France), Federal Mogul Technology (France), Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik (Allemagne), Höganäs (Suède), INPG (France), Université de Luleå (Suède) et Ugimag Carbone Lorraine (France) afin de dégager un outil numérique à vocation industrielle apte à simuler le procédé de mise en forme. Les matériaux sélectionnés par les partenaires industriels trouvent des applications directes dans trois secteurs différents de la métallurgie des poudres :

- la poudre Distaloy AE à base de fer fournie par Höganäs est principalement utilisée dans la fabrication de pièces pour l'industrie automobile,
- les poudres de carbure de tungstène WC-Co et WC-TiCN fournies par CERAMETAL servent essentiellement à l'élaboration d'outils de coupe,
- les pâtes d'hexaferrite de strontium constituées d'un mélange de poudre de ferrite et d'eau sont utilisées par Ugimag pour fabriquer des aimants permanents.

Les travaux expérimentaux développés doivent non seulement caractériser le comportement de chacun de ces matériaux tant au cours de la compression que du frittage mais également

---

constituer une base de donnée matériaux permettant d'identifier les paramètres des modèles retenus pour simuler la mise en forme des pièces. Cette dernière tâche est réalisée à partir de codes de calcul reposant sur la méthode des éléments finis. Les modèles sélectionnés pour décrire le comportement des matériaux sont des modèles phénoménologiques faciles à identifier. Pour valider la démarche, des pièces de références sont produites en milieu industriel. La comparaison des résultats numériques avec les mesures expérimentales issues de ces pièces doit valider la pertinence de l'approche et diriger les actions futures de recherches à mener.

Le présent travail, qui s'inscrit dans ce programme de recherche, se propose de suivre cette démarche. Les matériaux étudiés sont donc ceux décrits ci-dessus avec une analyse toutefois plus attentive de la poudre Distaloy AE et des pâtes d'hexaferrites. Ce choix est motivé par le rapprochement géographique des partenaires industriels concernés avec les laboratoires de recherche "Sols, Solides, Structures" (3S) et "Génie Physique et Mécanique des Matériaux" (GPM2) dans lesquels le travail a été conduit. De plus, les poudres de carbures de tungstène ont fait récemment l'objet d'études spécifiques au sein même de ces deux unités au travers des thèses de GILLIA [2000] et ALVAIN [2001].

De nombreux laboratoires se sont intéressés à caractériser le comportement des poudres métalliques. Mais, jusqu'à ce jour, les conditions des essais et les incertitudes expérimentales qui leur sont associées n'ont jamais été clairement discutées malgré les nombreux résultats obtenus. S'agissant des ferrites, les travaux recensés dans la littérature sont très peu nombreux et aucun d'eux n'est destiné à la simulation du procédé de mise en forme par compression-filtration puis frittage. Les principales originalités de ce travail résident donc dans :

- l'étude de l'influence des conditions expérimentales sur les résultats des essais de caractérisation du comportement des poudres en compression,
- l'étude des pâtes de ferrite, notamment la simulation des retraits dimensionnels anisotropes au cours du frittage.

Le plan de ce manuscrit s'articule en deux parties. La première partie est consacrée à l'étude des poudres de fer et de carbure de tungstène.

► Dans le premier chapitre, la métallurgie des poudres, cadre de ce travail de thèse, est présentée dans son ensemble. L'accent est mis sur le compactage à froid, principal objet de notre étude. Des informations concernant l'élaboration des poudres et le frittage mais également

sur la formulation des lois de comportement élastoplastique nécessaires à la compréhension de ce mémoire y sont introduites. Enfin les matériaux étudiés et leurs principales propriétés sont décrits.

► Les expériences mises en œuvre pour caractériser le comportement mécanique des matériaux au cours de la compression sont présentées dans le deuxième chapitre. Seuls les résultats issus de la poudre Distaloy AE sont reportés, ceux obtenus sur les poudres WC-Co et WC-TiCN sont rassemblés en annexe. L'étude expérimentale repose sur différents essais : compression en matrice instrumentée, compression simple, compression diamétrale ou essai brésilien. Une étude attentive de l'influence de la taille des échantillons sur les résultats de chacun de ces essais a été menée. De plus, un banc d'essai de frottement a été spécialement utilisé pour déterminer les valeurs de coefficient de frottement poudre/outils.

► Le troisième chapitre procède à l'identification des paramètres du modèle élastoplastique retenu pour simuler la compression d'une pièce de référence. Les résultats numériques sont comparés aux mesures expérimentales issues de cette pièce et les capacités du modèle à décrire les transferts de poudre sont discutés.

► Le chapitre 4 est consacré à l'étude du frittage du carbure de tungstène WC-Co (L'étude de la poudre de fer Distaloy AE faisant l'objet d'une étude spécifique, actuellement menée par LAME [2002]). La démarche expérimentale basée sur des essais de dilatométrie permet d'identifier chacun des paramètres de la loi viscoplastique frittante retenue.

Dans la seconde partie de ce mémoire, nous exposons l'ensemble du travail effectué sur les pâtes d'hexaferrite de strontium de la société UGIMAG.

► La spécificité du procédé industriel de fabrication des aimants permanents qui consiste en la compression-filtration sous champ magnétique de la pâte de ferrite dans une matrice est décrit dans ce cinquième chapitre. Les poudres de ferrite, leur élaboration et leurs propriétés cristalline et magnétique sont introduites afin de mieux comprendre les différentes phases d'élaboration d'un aimant permanent. Enfin les matériaux étudiés sont présentés.

► Dans le chapitre 6, nous essayons de dégager les fils conducteurs qui doivent nous permettre de mieux comprendre et décrire le comportement de tels matériaux. En particulier, le

---

formalisme polyphasique basé sur la théorie des mélanges, les développements théoriques axés sur les techniques d'homogénéisation ainsi que les travaux réalisés en magnétohydrodynamique des milieux poreux constituent différentes voies de recherche à explorer dans les travaux futurs.

► Le septième chapitre est consacré à la caractérisation expérimentale du comportement de la pâte de ferrite tant en compression qu'au frittage. Seuls les résultats de la caractérisation expérimentale issus de la pâte d'hexaferrite de strontium grade A sont reportés.

► Le huitième chapitre concerne la simulation numérique du procédé de compression et de frittage. Les paramètres des modèles sont identifiés à partir des résultats de la caractérisation expérimentale présentés au chapitre précédent. Les résultats des simulations numériques de la compression et du frittage de segments ferrites sont comparés aux mesures issues des pièces fabriquées en milieu industriel.

Enfin, nous terminons ce travail par une conclusion qui rassemble les points forts de notre étude et ouvre de nouvelles perspectives.

Des annexes placées à la fin du manuscrit rassemblent les résultats expérimentaux obtenus dans le cadre du programme mais non présentés dans le corps du manuscrit.



Première partie

Poudres conventionnelles (Fer et  
Carbure de tungstène)



# Chapitre 1

## Métallurgie des poudres et Pré-requis

### Sommaire

---

<b>1.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>10</b>
<b>1.2</b>	<b>Métallurgie des poudres</b>	<b>10</b>
1.2.1	Elaboration de la poudre	10
1.2.2	Densification et mise en forme	12
1.2.3	Frittage	14
1.2.4	Calibrage, traitements thermiques et finitions	15
<b>1.3</b>	<b>Notions sur la formulation des lois de comportement élastoplastique</b>	<b>16</b>
1.3.1	Aspects phénoménologiques	16
1.3.2	Critère de plasticité	17
1.3.3	Loi d'écoulement	18
<b>1.4</b>	<b>Les matériaux de l'étude</b>	<b>18</b>
1.4.1	Poudre de fer Distaloy AE	19
1.4.2	Poudre WC-Co	20
1.4.3	Poudre WC-TiCN	21
<b>1.5</b>	<b>Conclusion</b>	<b>21</b>

---

## 1.1 Introduction

L'industrie de la métallurgie des poudres est une industrie en plein essor depuis quelques décennies en raison des avantages techniques et économiques qu'elle procure. Un nombre de plus en plus croissant de pièces fabriquées par cette filière est destiné aux industries des secteurs de l'énergie nucléaire, de l'automobile, de l'aéronautique... qui la préfèrent aux procédés conventionnels de mise en forme des métaux comme le forgeage ou le moulage. La métallurgie des poudres trouvent également des applications dans la fabrication de produits difficiles voire même impossible à obtenir autrement que par frittage. Les outils de coupe, pièces d'usure, paliers ou coussinets auto-lubrifiants, ... constituent quelques applications directes. Dans ce contexte, il semble nécessaire dans un premier temps de renseigner le lecteur sur les principales techniques utilisées dans l'industrie de la métallurgie des poudres. Après quelques notions de plasticité nécessaires à la bonne compréhension des chapitres suivants, les matériaux retenus par les partenaires industriels du programme de recherche MC<sup>2</sup> seront présentés.

## 1.2 Métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres <sup>1</sup> peut être caractérisée par les trois mots clés suivants : **poudre**, **pression** et **température**. Les différents modes de fabrication sur laquelle elle repose, permettent l'obtention de pièces poreuses ou non, de formes, dimensions et masses variés. Les techniques intervenants successivement au cours de l'élaboration d'un composant peuvent se résumer de la façon suivante :

- élaboration de la poudre,
- densification et mise en forme,
- frittage,
- calibrage, traitements thermiques et finitions.

### 1.2.1 Elaboration de la poudre

Les poudres utilisées ne sont pas des produits naturels au sens où elles ne sont pas issues directement du milieu naturel. Elles sont produites suivant différentes méthodes dont chacune

---

<sup>1</sup>De part la diversité des techniques mises en œuvre dans le domaine de la métallurgie des poudres, nous indiquons aux lecteurs avides d'apprendre quelques ouvrages de références qui ont notamment servis à élaborer ce paragraphe : [GERMAN, 1996], [EUDIER, 1993], [MEYER, 1980]

se distingue par les propriétés conférées non seulement à la poudre en terme de granulométrie, microstructure, coulabilité, compressibilité ... mais également à la pièce finale. Ces méthodes peuvent être dissociées en deux classes différentes : les méthodes **mécaniques** et **chimiques**.

Les méthodes dites mécaniques rassemblent principalement deux techniques :

- Le **broyage** repose sur la fragmentation d'un matériau solide sous l'effet de chocs répétés. Des éléments étrangers tels que des billes sont généralement utilisés afin d'accroître l'intensité du broyage sous l'effet des impacts, de la pression et des frottements mutuels. Le broyage peut être réalisé à sec ou par voie humide.
- L'**atomisation** consiste à désintégrer (et solidifier) un métal liquide sous l'effet d'un gaz, d'un liquide sous pression, ou d'ultrasons. Le degré de dispersion, de forme et de structure des particules de poudre peuvent varier en changeant l'énergie mise en jeu, la température, la viscosité, la tension de surface et les conditions de refroidissement de l'alliage liquide.

Les méthodes chimiques sont beaucoup plus nombreuses et variées. On peut citer comme exemple :

- La **réduction** d'un composé métallique par un agent réducteur solide ou gazeux représente la méthode de production la plus utilisée à ce jour. Les procédés utilisent principalement le carbone et l'hydrogène comme milieu réducteur. Une partie des poudres de fer de Höganäs est produite de cette manière, le minerai de fer est réduit par l'intermédiaire d'un agent réducteur solide et subit par la suite diverses opérations de séchage, séparation magnétique, recuit ... Néanmoins, le procédé d'atomisation tend aujourd'hui à supplanter ce procédé : nous verrons que la poudre de fer Distaloy AE, étudié dans ce manuscrit, est une poudre atomisée.
- L'**électrolyse** d'une solution aqueuse d'un sel de métal est réservée à la production de poudres très pures (fer, cuivre, nickel par exemple). Son utilisation est également limitée par son coût relativement élevé.
- La méthode par **plasma** permet de produire des poudres ultrafines. Les particules de poudres sont produites sous l'action d'un jet d'argon ionisé à très haute température, 4500°C à 5000°C.

Dans la majorité des cas, les poudres ne sont pas utilisées directement après production. Des procédés de classification de la taille des grains, de réduction, de recuit, de mélangeage avec un

lubrifiant ou un liant et de granulation sont fréquemment mis en œuvre.

### 1.2.2 Densification et mise en forme

La mise en forme des poudres métalliques est un procédé utilisé pour produire des pièces ayant une forme particulière à partir d'une poudre métallique. L'opération de densification et de mise en forme conduit à une pièce cohésive manipulable dite "à vert" ou "à cru". La pièce subit ensuite une opération de frittage qui se distingue de la précédente par le fait qu'elle a lieu à haute température et conduit généralement la pièce à sa densité théorique maximale. L'objectif principal de la densification est donc de produire une pièce capable d'être manipulée au cours des procédés de production aval. Les techniques mises en œuvre reposent pour la plupart sur la notion de pression.

- La **compression à froid en matrice** est en pratique une des principales méthodes utilisées. Elle occupe au sein de ce travail une place essentielle puisque la première partie de ce rapport lui est consacrée. Dans ce contexte, nous avons souhaité la détailler. Dans une description successive de la mise en forme d'une pièce par ce biais (Figure 1.1), l'étape initiale consiste à remplir la matrice.

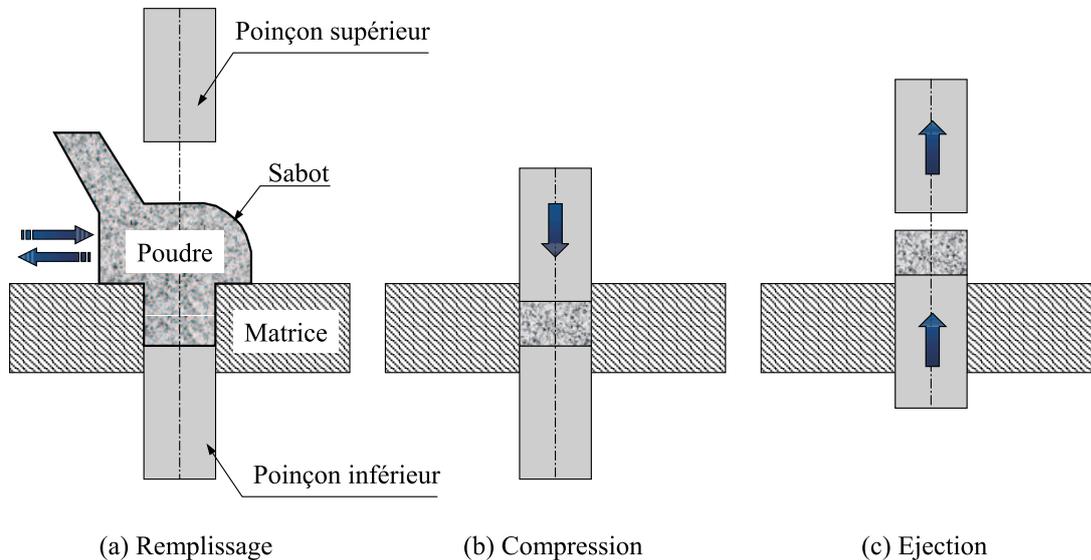


FIG. 1.1 – Description des différentes étapes d'un cycle de compression à froid en matrice.

Un sabot, relié à une trémie assure généralement l'alimentation de manière automatique. La vibration du sabot ou parfois de l'ensemble sabot et matrice augmente la coulabilité

de la poudre et modifie également la densité initiale, dite densité de remplissage, dans la matrice. L'arasement que provoque le retrait du sabot permet d'assurer que la même quantité de poudre soit déversée à chaque passe. L'étape suivante consiste à comprimer la poudre. Les forces généralement mises en jeu au travers de poinçons doivent vaincre :

1. les forces de frottement de la poudre contre les parois de la matrice,
2. les forces de frottement interparticulaire ou frottement interne,
3. les forces pour déformer plastiquement les particules de poudre.

La compression peut être par simple effet (Figure 1.2 (a)) dans le cas où seul le poinçon supérieur descend. Une compression double effet est souvent utilisée afin de symétriser et diminuer le gradient de densité engendré par le frottement de la poudre sur les parois de la matrice (Figure 1.2 (b)).

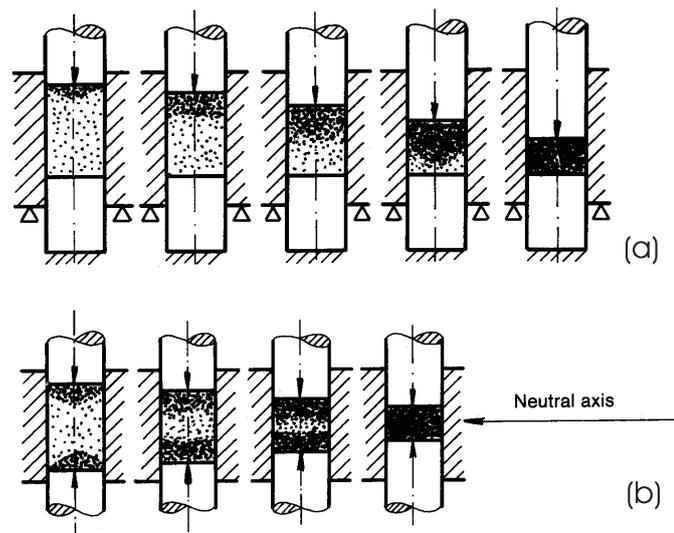


FIG. 1.2 – Densification d'une poudre dans les cas d'une compression simple effet (a) et double effet (b).

Dans le même but, la compression peut avoir lieu avec une matrice flottante, la compression de la poudre étant accompagnée du mouvement vertical de la matrice. Pour la compression de pièces mécaniques complexes, un outillage à poinçons multiples est utilisé. Le pilotage de l'ensemble est optimisé de manière à éviter ou favoriser, selon les cas, des écoulements de matière d'une région à une autre, toujours dans le but d'homogénéiser la densité au sein de la pièce. La décharge et l'éjection constituent les opérations finales du cycle de

fabrication. Le relâchement des efforts exercés sur les poinçons engendre une déformation élastique du comprimé au sein même de la matrice que l'on qualifie de rebond axial (de l'ordre de 0.05 à 0.2% dans le cas d'une poudre de fer). L'éjection de la pièce consiste à vaincre les efforts radiaux qu'exerce la matrice sur la pièce. L'opération est réalisée par remontée du ou des poinçons inférieurs et/ou descente de la matrice. L'échantillon recouvre ces déformations élastiques en sortant progressivement de la matrice. Au cours de ces deux opérations (décharge et éjection), la libération des contraintes induites à la compression peut provoquer de la plastification locale mais également des fissures.

- La **compression isostatique à froid** (CIP) consiste à comprimer la poudre initialement contenue dans une gaine en caoutchouc, polymère ou acier mou plongée dans un fluide (huile ou solutions aqueuses diverses) d'un conteneur étanche. La pression du liquide est transférée à la poudre au travers des parois du moule élastique. Ce procédé est généralement utilisé pour produire des pièces de révolution de taille importante à partir de poudres faiblement compressibles.
- La **compression isostatique à chaud** (HIP) est un procédé lourd dans lequel la poudre est consolidée dans un conteneur au sein d'une enceinte sous l'effet combiné d'une pression de gaz et d'une élévation de température [SANCHEZ, 1999], [ARYANPOUR, 1999].
- Citons enfin le **compressage sous rouleaux de poudre**, le **moulage par injection de métal** (MIM) [BARRIERE, 2000], la **compression dynamique**, l'**extrusion...**, procédés dont une description détaillée est donnée par SALAK [1995].

### 1.2.3 Frittage

Le frittage est une opération importante au cours de laquelle le matériau acquiert les propriétés physiques et mécaniques requises. Dans notre cas, il sera simplement vu comme un procédé permettant de transformer un corps dispersé en un solide métallique. L'opération de frittage consiste à chauffer la pièce à une température telle que les grains de poudre se soudent entre eux :

- par des déplacements d'atomes à l'état solide (diffusion de matière à l'état solide) : on parle dans ce cas de **frittage en phase solide**,
- par une sorte de brasage lorsque la température de fusion d'un des constituants a été

dépassée de telle sorte qu'une phase liquide apparaisse : on parle alors **frittage avec phase liquide**.

Le frittage est réalisé industriellement dans des fours dont la conception est déterminée par le matériau, la forme, la taille et la quantité de pièces mais aussi la température de frittage, la durée du traitement thermique, l'atmosphère...

Plusieurs processus ont lieu dans le four :

1. le lubrifiant utilisé lors de la compression uniaxiale est éliminé sous une atmosphère généralement oxydante. Cette opération doit être réalisée avec soin car les produits carbonés qui se forment lors de la décomposition constituent des obstacles sérieux au soudage des grains,
2. les pièces sont préchauffées jusqu'à la température exigée dite de frittage (phase de montée en température),
3. la température de frittage est maintenue pendant une durée variable de quelques minutes à plusieurs heures suivant le matériau considéré.
4. un refroidissement lent s'opère dans un premier temps, suivi par un refroidissement rapide.

La sélection et le maintien d'une atmosphère adaptée est l'un des paramètres importants contrôlant le succès du frittage des pièces de poudres métalliques. Outre le fait d'éliminer de manière volatile le lubrifiant, l'atmosphère évite l'oxydation des pièces et réduit les films d'oxyde entre les particules garantissant un contact optimal au transfert de masse. Dans la plupart des cas, le frittage entraîne une augmentation de la densité du matériau. A cette densification correspond un retrait global de la pièce généralement anisotrope, dont la maîtrise constitue un enjeu économique important. D'autre part, les hétérogénéités de densités induites à la compression peuvent fissurer les pièces.

#### 1.2.4 **Calibrage, traitements thermiques et finitions**

Les propriétés finales des pièces incluant les tolérances dimensionnelles ainsi que les formes de celles-ci, peuvent être améliorées dans certains cas par des traitements thermiques additionnels et des usinages variés. Dans ce but, le calibrage à froid, dont le principe consiste à recomprimer la pièce dans une matrice, permet de ramener les cotes à celles spécifiées dans le cahier des charges. Malheureusement des contraintes internes sont généralement induites pendant l'opération et

un recuit de la pièce est souvent nécessaire. Dans la majorité des fabrications, des opérations d'usinage sont réalisées. Elles incluent notamment des perçages et/ou taraudages dans la direction perpendiculaire à l'axe de compression ou des rectifications. Enfin des traitements de surface sont généralement réalisés dans le but de préserver la pièce contre les attaques corrosives (dépôts électrolytiques, ...).

### 1.3 Notions sur la formulation des lois de comportement élasto-plastique

Ce paragraphe n'a pas la prétention de constituer un cours sur la plasticité. Son objectif principal est simplement de rappeler quelques notions essentielles à la bonne compréhension de ce mémoire. Nous avons donc choisi de présenter la modélisation mathématique sur laquelle repose les deux modèles que nous avons retenus pour décrire le comportement de nos poudres par l'intermédiaire d'une loi élastoplastique. Pour atteindre cet objectif, nous définirons les concepts de :

- critère de plasticité,
- direction d'écoulement plastique.

#### 1.3.1 Aspects phénoménologiques

Le schéma élastoplastique du comportement des matériaux a été initialement élaboré à partir de constatations expérimentales sur les métaux. L'étude de la courbe contrainte-déformation issue d'un essai de traction simple (Figure 1.3) met en évidence un seuil pour la contrainte  $\sigma_0$  appelé limite d'élasticité, à partir duquel le comportement devient irréversible.

Si après une charge de l'éprouvette jusqu'au point B, on effectue une décharge, le chemin suivi est décrit par le segment BC. L'éprouvette ne reprend pas sa dimension initiale : la déformation représentée par la longueur OC est une déformation permanente (ou résiduelle)  $\varepsilon_p$ . Au cours d'une nouvelle charge, le chemin repris est identique à celui de la décharge, le comportement est réversible jusqu'au point B. Quand la contrainte dépasse la valeur de  $\sigma_B$  dite seuil de plasticité, le point courant reprend la courbe de première charge, courbe représentative de l'essai sans décharge. Dans le cas où le seuil de plasticité  $\sigma_B$  est une fonction de la déformation  $\varepsilon_p$ , le matériau est dit **écrouissable**. Le seuil de plasticité unidimensionnel que nous venons de définir à partir de l'essai de traction simple caractérise le domaine d'élasticité dans l'espace des contraintes à une

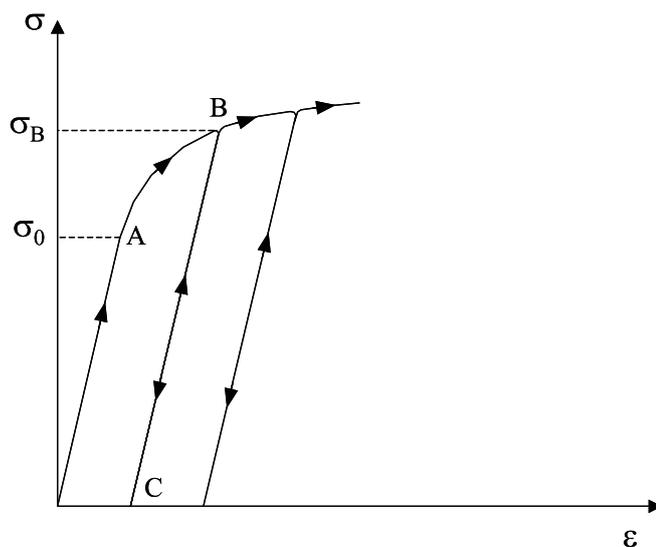


FIG. 1.3 – Courbe contrainte-déformation en essai de traction d'un matériau écrouissable.

dimension. La généralisation de cette notion au cas tridimensionnel est le **critère de plasticité**. Il définit le domaine dans l'espace des contraintes à l'intérieur duquel toute variation de contrainte n'engendre que des déformations élastiques. Sa mise en évidence est réalisée expérimentalement à partir d'essais multiaxiaux tels que des essais de traction ou compression-torsion, compression triaxiale...

### 1.3.2 Critère de plasticité

La modélisation mathématique de ces domaines est couramment décrite à partir d'une équation faisant intervenir les composantes du tenseur des contraintes  $\sigma$  et la ou les variables d'écrouissage  $V_k$  [LEMAITRE and CHABOCHE, 1996]. Elle est représentée par une fonction scalaire  $f$ , appelée **fonction de charge** ou **surface d'écoulement** du matériau. Pour décrire complètement la possibilité d'écoulement plastique, on introduit un critère de charge-décharge tel que :

$$\left\{ \begin{array}{ll} f < 0 & \text{comportement plastique} \\ f = 0 \quad \text{et} \quad df = 0 & \text{écoulement plastique} \\ f = 0 \quad \text{et} \quad df < 0 & \text{décharge élastique} \end{array} \right.$$

Différents critères sont couramment utilisés pour les métaux : le critère de Tresca, le critère de Beltrami, le critère de Von Mises en sont quelques exemples. Dans le cas des matériaux

granulaires tels que les sols, les roches ou les bétons, on utilise davantage des critères de type courbe intrinsèque en raison du phénomène de rupture qui intervient généralement pour ces matériaux [SALENCON, 1987].

### 1.3.3 Loi d'écoulement

Si le seuil de plasticité nous permet de savoir quand la déformation plastique a lieu, la loi d'écoulement va nous donner la direction et l'intensité de la déformation plastique. L'hypothèse de normalité généralisée, associée aux phénomènes dissipatifs instantanés relie le tenseur des vitesses de déformation plastique  $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_p$  à la surface potentielle  $F$  de sorte que :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_p = \dot{\lambda} \frac{\partial F}{\partial \boldsymbol{\sigma}} \quad (1.1)$$

où  $\dot{\lambda}$  est le multiplicateur plastique déterminé à partir de la condition de consistance  $\dot{f} = 0$ . Il est nul lorsqu'il n'y a pas d'écoulement. La théorie développée est dite **associée** quand surface potentielle et surface de charge sont confondues ( $F = f$ ). On parle alors de **matériau standard généralisé**. Un cas plus général est celui de la **plasticité non associée** ( $F \neq f$ ) utile pour décrire certains matériaux et pratiquement indispensable en mécanique des sols. Le schéma de la plasticité non associée est plus complexe puisqu'il nécessite l'emploi d'un potentiel supplémentaire.

## 1.4 Les matériaux de l'étude

Dans le contexte dans lequel s'inscrit ce travail de thèse, les partenaires industriels du programme de recherche MC<sup>2</sup> ont initialement défini un certain nombre de matériaux à étudier. Parmi ces matériaux, trois poudres ont été retenues <sup>2</sup> :

- **La poudre Distaloy AE** : C'est une poudre de fer partiellement préalliée contenant du cuivre, du nickel, du molybdène, du graphite et de la cire sur laquelle nous avons étudié l'influence de nombreux paramètres et réalisé la simulation numérique d'une pièce de référence.
- **La poudre WC-Co "Micrograin tungstene carbide grade"** : C'est un mélange de poudres de carbure de tungstène et de cobalt largement utilisé industriellement notamment

---

<sup>2</sup>Deux pâtes utilisées pour la fabrication des aimants permanents ont également été spécifiés, mais elles seront présentées et feront l'objet de l'étude menée dans la seconde partie de ce manuscrit.

pour la fabrication d'outils de coupe et de pièces d'usure.

- **La poudre WC-TiCN "Cermet grade"** : Elle se différencie de la nuance précédente par une phase TiCN et l'ajout de nickel comme liant métallique. Destinée également à la fabrication d'outils de coupe, elle a été choisie parce qu'elle présente de bonnes propriétés à hautes températures mais cause davantage de problèmes à la fabrication que la poudre WC-Co.

#### 1.4.1 Poudre de fer Distaloy AE

La poudre Distaloy AE fabriquée par Höganäs (Suède) est constituée d'une poudre à base de fer et de différents éléments alliés. Ces derniers sont choisis de telle sorte que la poudre soit particulièrement bien adaptée à la fabrication de pièces massives. La nuance étudiée se compose de 3.86% de nickel, 1.48% de cuivre, 0.50% de molybdène, 0.60% de graphite et 0.66% de cire. Le nickel augmente non seulement la ductilité de la pièce mais favorise aussi son durcissement au cours du frittage. Le molybdène augmente également la dureté, mais également la trempabilité du produit lorsqu'il est combiné au cuivre. Ce dernier agit sur la limite élastique, à la rupture et la tenue en fatigue du matériau. Il participe directement à la liaison entre les grains. L'ajout de graphite confère à la pièce une résistance élevée aussi bien à froid qu'après frittage. Son rôle est également de permettre la formation d'acier au frittage. Enfin, la cire est utilisée pour abaisser le coefficient de frottement entre la poudre et l'outillage.

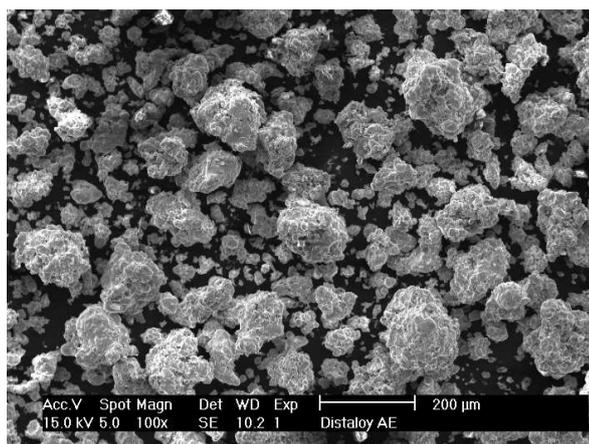


FIG. 1.4 – Micrographie de la poudre Distaloy AE dans son état initial.

La Figure 1.4 présente une micrographie de la poudre. Les particules de forme irrégulière ou

spongieuse sont constituées de chacun des éléments précédents liés par la cire. La poudre Distaloy AE est une poudre atomisée. La taille des grains varie de 20 à 180  $\mu\text{m}$ . La densité apparente  $\rho_0$  de la poudre est égale à 3.10  $\text{g}/\text{cm}^3$  (valeur fournie par la société Höganäs). Sa détermination est réalisée à partir du rapport de la masse d'une quantité de poudre versée sans tassement dans un récipient de volume fixé. La densité théorique du matériau totalement dense est calculée à partir de la densité des corps purs constituant la poudre au moyen de l'équation 1.2 :

$$\frac{1}{\rho_{th}} = \sum_{i=1}^n \frac{X_i}{\rho_i} = \frac{X_{Fe}}{\rho_{Fe}} + \frac{X_{Ni}}{\rho_{Ni}} + \frac{X_{Cu}}{\rho_{Cu}} + \frac{X_{Mo}}{\rho_{Mo}} + \frac{X_C}{\rho_C} + \frac{X_{cire}}{\rho_{cire}} \quad (1.2)$$

où  $X_i$  et  $\rho_i$  sont respectivement la fraction massique et la densité de l'élément  $i$ . Les valeurs utilisées pour le calcul sont rassemblées dans le tableau 1.1 et conduisent à  $\rho_{th} = 7.48 \text{ g}/\text{cm}^3$ .

Elément	Fe	Ni	Cu	Mo	C-Graphite	Cire H-Wachs
Fraction massique (%)	92.9	3.86	1.48	0.50	0.60	0.66
Densité ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	7.86	8.9	8.96	10.2	2.62	1

TAB. 1.1 – Fraction massique et densité des éléments constituant la poudre Distaloy AE.

### 1.4.2 Poudre WC-Co

La poudre WC-Co est une poudre à base de carbure de tungstène fournie par la société CERAMETAL et contenant 10% de cobalt et 2.50% d'éléments divers<sup>3</sup>. Elle constitue un standard pour la fabrication des outils de coupe et des pièces d'usure. C'est un matériau extra fin puisque la taille des grains est inférieure à 1  $\mu\text{m}$ . De ce fait, le matériau présente une très mauvaise coulabilité, particulièrement gênante lors du remplissage automatique industriel des matrices. Le mélange est alors transformé sous forme de granules dont la Figure 1.5 présente une micrographie. Ces granules, de forme sphérique, ont un diamètre qui varie de 40 à 220  $\mu\text{m}$ , avec un diamètre moyen d'environ 200  $\mu\text{m}$ . La cohésion des constituants, carbure de tungstène WC et cobalt Co, est assurée par un liant organique, généralement du polyéthylène glycol (PEG). La densité apparente  $\rho_0$  du matériau est de 3.20  $\text{g}/\text{cm}^3$  tandis que la densité du matériau totalement dense est  $\rho_{th} = 14.40 \text{ g}/\text{cm}^3$ .

<sup>3</sup>Ces éléments ne sont pas mentionnés pour des raisons de confidentialités



FIG. 1.5 – Micrographie de la poudre WC-Co granulée dans son état initial.

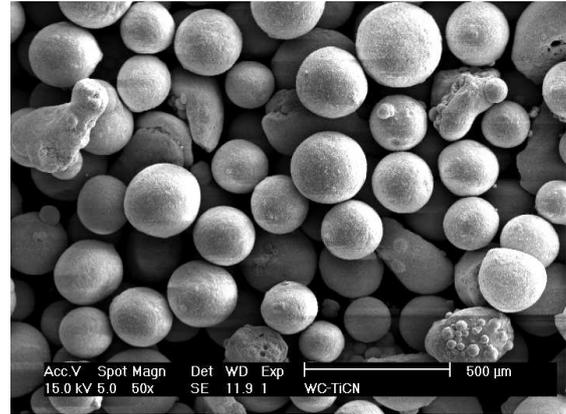


FIG. 1.6 – Micrographie de la poudre WC-TiCN granulée dans son état initial.

### 1.4.3 Poudre WC-TiCN

La poudre WC-TiCN est également une poudre de carbure de tungstène fournie par la société CERAMETAL. Sa composition, relativement complexe, est là encore confidentielle (WC, TiCN, Co, Ni...). Destinée à la fabrication d'outil de coupe en raison de ces bonnes propriétés à haute température, elle pose néanmoins davantage de problèmes pour la fabrication des pièces. La Figure 1.6 présente une micrographie de la poudre granulée. Le diamètre moyen des granules est similaire à celui de la nuance WC-Co puisque de l'ordre de  $200\ \mu\text{m}$ . La densité apparente de la poudre vaut  $\rho_0 = 1.54\ \text{g}/\text{cm}^3$  pour une densité totalement dense  $\rho_{th} = 6.40\ \text{g}/\text{cm}^3$ .

## 1.5 Conclusion

Dans ce premier chapitre nous venons de présenter :

- la métallurgie des poudres et ses principales filières, le procédé d'élaboration de pièces mécaniques par compression uniaxiale en matrice de poudres métalliques puis frittage ayant été plus particulièrement développé,
- les notions de critère de plasticité et de loi d'écoulement utilisées dans la formulation des lois de comportement élastoplastique,
- les différents matériaux retenus par les partenaires industriels du programme de recherche MC<sup>2</sup>.

En gardant à l'esprit que l'objectif du programme de recherche est de dégager un outil numérique permettant de simuler le procédé de mise en forme par compression et frittage de poudres métalliques, nous allons tenter de dégager dans les chapitres qui suivent une démarche qui permettent d'atteindre ce but.

## Chapitre 2

# Caractérisation expérimentale des matériaux pendant la phase de compression

### Sommaire

---

<b>2.1</b>	<b>Introduction</b> . . . . .	<b>25</b>
<b>2.2</b>	<b>Essais de compression en matrice instrumentée</b> . . . . .	<b>25</b>
2.2.1	Dispositif expérimental . . . . .	25
2.2.2	Méthode d'étalonnage de la matrice . . . . .	26
2.2.3	Principe et interprétation de l'essai . . . . .	28
2.2.4	Influence de la hauteur de poudre comprimée sur les résultats . . . . .	31
2.2.5	Résultats expérimentaux . . . . .	34
<b>2.3</b>	<b>Essais de compression simple</b> . . . . .	<b>36</b>
2.3.1	Généralités sur l'essai de compression simple . . . . .	36
2.3.2	Influence de l'élanement des échantillons . . . . .	38
2.3.3	Influence de la lubrification . . . . .	39
2.3.4	Résultats expérimentaux . . . . .	41
<b>2.4</b>	<b>Essais de compression diamétrale</b> . . . . .	<b>41</b>
2.4.1	Principe de l'essai . . . . .	42
2.4.2	Influence de la géométrie des échantillons sur les résultats . . . . .	43
2.4.3	Résultats expérimentaux . . . . .	45
<b>2.5</b>	<b>Essais de frottement</b> . . . . .	<b>46</b>

2.5.1	Dispositif expérimental et principe de l'essai . . . . .	46
2.5.2	Analyse des résultats . . . . .	48
<b>2.6</b>	<b>Mesure des paramètres élastiques des matériaux . . . . .</b>	<b>52</b>
2.6.1	Dispositif expérimental et principe de l'essai . . . . .	52
2.6.2	Résultats expérimentaux . . . . .	53
<b>2.7</b>	<b>Conclusion . . . . .</b>	<b>54</b>

---

## 2.1 Introduction

L'objectif principal de ce chapitre est de caractériser le comportement mécanique des poudres afin de pouvoir simuler le procédé de mise en forme par compression en matrice à partir d'un modèle adapté. Toutefois, les résultats obtenus permettront également de mieux comprendre les mécanismes physiques mis en jeu au cours de la mise en forme et de relier ultérieurement les phénomènes microscopiques éventuellement mésoscopiques aux phénomènes macroscopiques observés. Pour atteindre ces objectifs, il est nécessaire d'avoir recours à des essais mécaniques permettant de connaître la réponse de l'échantillon lorsque celui-ci est soumis à une sollicitation mécanique. L'interprétation des essais repose généralement sur l'hypothèse d'homogénéité du champ de contrainte et/ou déformation au sein de l'échantillon comme c'est plus ou moins le cas dans l'essai de compression simple. D'autres essais nécessitent une étude mathématique plus ou moins sophistiquée basée sur des hypothèses discutables comme l'essai de compression en matrice instrumentée. Dans le cadre de ce travail, nous avons utilisé trois essais principaux : l'essai de compression en matrice instrumentée, l'essai de compression simple et l'essai de compression diamétrale ou essai brésilien. Des essais complémentaires, pour étudier le frottement poudre/outils ont été entrepris au moyen d'un banc de frottement permettant de dissocier les effets de la densification de ceux de la pression appliquée. Enfin, les paramètres élastiques ont été obtenus à partir d'un appareil basé sur l'analyse du comportement vibratoire d'un échantillon lorsque celui-ci est soumis à une impulsion par choc. L'étude expérimentale porte sur les trois matériaux présentés au paragraphe 1.4. Néanmoins dans un souci de clarté de la présentation, seuls les résultats concernant la poudre de fer Distaloy AE seront présentés dans les paragraphes suivants. Les résultats concernant les poudres de carbures sont donnés en Annexes A et B.

## 2.2 Essais de compression en matrice instrumentée

### 2.2.1 Dispositif expérimental

L'essai de compression en matrice instrumentée est sans doute l'essai le plus utilisé pour caractériser le comportement mécanique des poudres <sup>4</sup>. Le dispositif expérimental conçu, développé et mis au point au laboratoire "Sols, Solides, Structures" (3S) est présenté sur la Figure 2.1.

L'ensemble est composé d'un poinçon supérieur et inférieur et d'une matrice instrumentée

---

<sup>4</sup>L'expérience acquise au sein du laboratoire 3S dans ce domaine a été initiée par MOSBAH [1995]

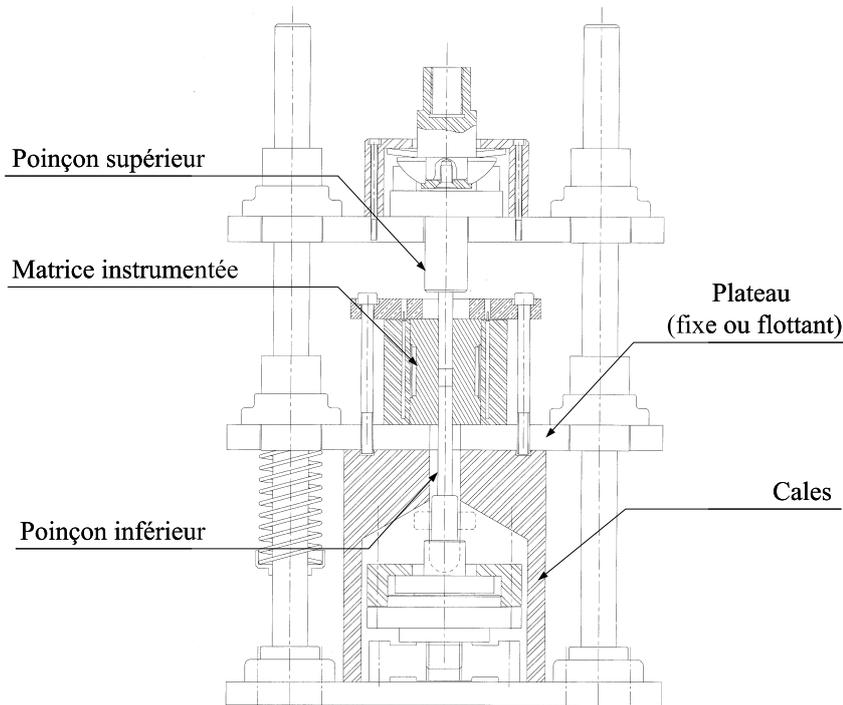


FIG. 2.1 – Dispositif expérimental de compression en matrice.

cylindrique de diamètre intérieur 12 mm. Les poinçons sont équipés de capteurs de forces permettant la mesure en continu des efforts supérieurs et inférieurs appliqués sur l'échantillon. La matrice repose sur un plateau maintenu fixe ou flottant suivant l'interposition de cales entre ce dernier et le bâti. Elle est dotée de 6 jauges de déformation qui grâce à un étalonnage préalable permettent de déterminer la contrainte radiale moyenne appliquée à l'échantillon. Un capteur de déplacement permet de mesurer en continu la hauteur de l'échantillon et d'en déduire la densité du matériau. Les résultats des essais de compression en matrice présentés par la suite sont menés avec la matrice fixe. Le dispositif en matrice flottante est utilisé pour l'élaboration des échantillons destinés aux essais de compression simple.

### 2.2.2 Méthode d'étalonnage de la matrice

L'étalonnage de la matrice repose sur l'établissement d'une relation entre la contrainte radiale moyenne et la déformée de la matrice, cette dernière étant obtenue à partir des jauges de déformation collées sur ses parois. Les travaux numériques menés par MOSBAH [1995] et FRACHON [1998] démontrent que la valeur de la déformée à mi-hauteur est directement pro-

proportionnelle à la contrainte radiale moyenne exercée sur la poudre. Cette propriété reste valable à condition d'être dans une configuration de compression simple effet. La démarche d'étalonnage de la matrice consiste donc à comprimer des cylindres de caoutchouc de différentes hauteurs et d'enregistrer les déformations observées par les 6 jauges. La nature incompressible du matériau permet d'assurer une transmission intégrale de l'effort axial appliquée sur les parois de la matrice. Nous avons pris soin de lubrifier les cylindres à chaque essai afin de limiter le frottement et avoir une transmission des efforts la plus parfaite possible. La détermination de la valeur de déformation à mi-hauteur de l'échantillon a été obtenue en ajustant une fonction de type polynomial sur le profil expérimental de la déformée à partir d'une macro sous Excel. Il est alors possible de reporter l'évolution de la déformée à mi-hauteur en fonction de la hauteur du cylindre en caoutchouc comprimé, pour différentes valeurs de contraintes appliquées. Les résultats reportés sur la Figure 2.2 montrent que les courbes iso-contraintes sont proportionnelles entre elles.

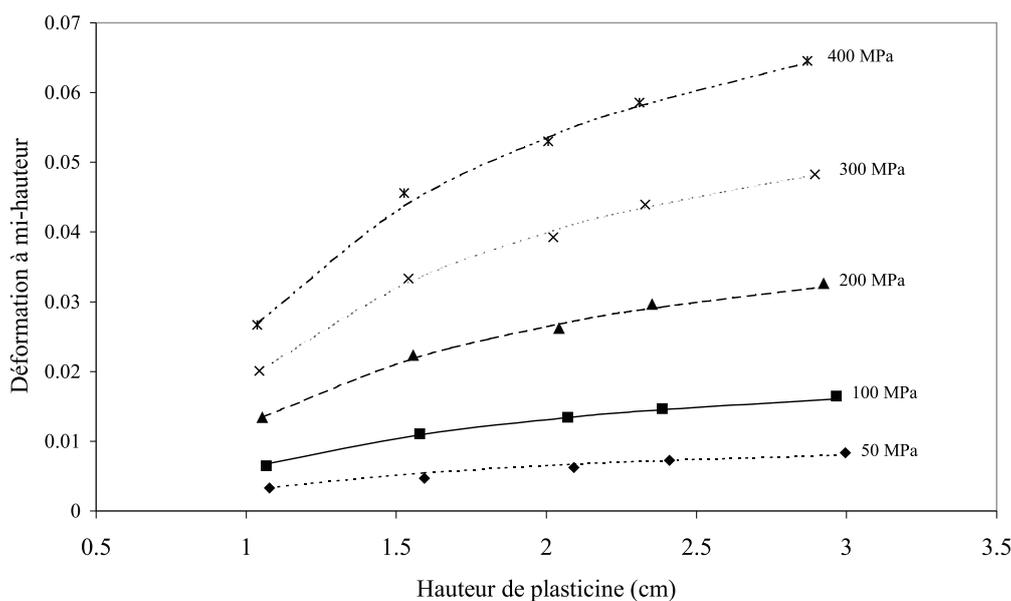


FIG. 2.2 – Courbes d'étalonnage du dispositif de compression instrumentée du laboratoire 3S.

De ce constat, la connaissance d'une d'entre elles permet par une simple règle de proportionnalité d'en déduire toutes les autres, quelques soit la contrainte considérée. Nous avons donc retenu la courbe correspondant à une contrainte  $\sigma_{ref}$  égale à 300 MPa et lissé les points expérimentaux à partir d'une fonction polynomiale  $F(H)$  telle que :

$$F(H) = a + \frac{b}{1 + \left(\frac{H}{c}\right)^n} \quad (2.1)$$

avec  $a = -0.192$ ,  $b = 0.268$ ,  $c = 0.197$  et  $n = -0.804$ . Pour un instant donné de la compression, la connaissance de la hauteur  $H$  et de la valeur de la déformation de la matrice à mi-hauteur du comprimé permet de calculer la contrainte radiale moyenne exercée sur les parois de la matrice par la formule :

$$\sigma_{rm} = \frac{\varepsilon\left(\frac{H}{2}\right)}{F(H)} \sigma_{ref} \quad (2.2)$$

### 2.2.3 Principe et interprétation de l'essai

L'interprétation des résultats d'un essai de compression en matrice instrumentée est rendue délicate par la présence du frottement entre la poudre et la matrice qui engendre des contraintes de cisaillement. Pour pouvoir dégager une **loi de compressibilité** du matériau, la description de la distribution des contraintes et de la densité à l'intérieur de l'échantillon est analysée. Cette analyse consiste à étudier l'équilibre d'une tranche de comprimé, généralement cylindrique, d'épaisseur  $dz$  soumis aux contraintes radiale  $\sigma_r$ , circonférentielle  $\sigma_\theta$  et tangentielle  $\tau_z$ . Le problème axisymétrique impose l'égalité des contraintes  $\sigma_r$  et  $\sigma_\theta$ . La modélisation repose sur différentes hypothèses énoncées ci-dessous :

1. Les gradients de contraintes et de densité dans le sens radial sont négligeables. Cette hypothèse qui traduit que l'état de contrainte ne dépend que de la variable  $z$  n'est pas valable a priori au voisinage de l'interface poudre/poinçons [STRIJBOS, 1977].
2. La contrainte radiale est proportionnelle à la contrainte axiale ce qui se traduit par :

$$\sigma_r = \alpha \sigma_z \quad (2.3)$$

où  $\alpha$  appelé **coefficient de transmission des contraintes** est supposé constant en tout point du comprimé. Dans le cas d'un fluide, dont l'état de contrainte est toujours hydrostatique,  $\alpha$  est égal à l'unité.

3. La contrainte tangentielle est proportionnelle à la contrainte radiale soit :

$$\tau_z = \mu \sigma_r \quad (2.4)$$

où  $\mu$  est le **coefficient de frottement** entre la poudre et les parois de l'outillage. A un instant  $t$  donné,  $\mu$  est considéré comme constant sur toute la périphérie du comprimé.

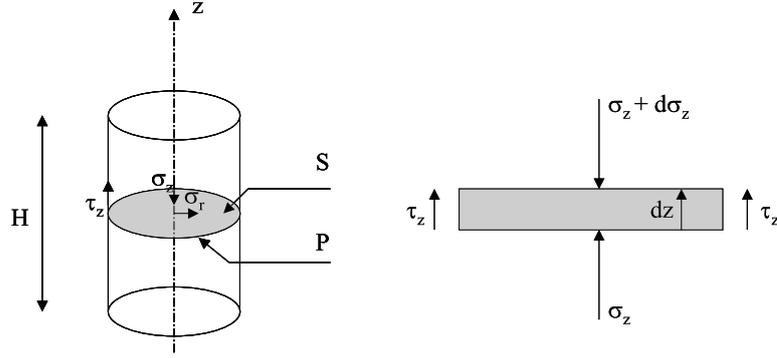


FIG. 2.3 – Modélisation par la méthode des tranches d'un échantillon cylindrique de poudre comprimé en matrice.

L'équilibre d'une tranche cylindrique de surface  $S$ , de périmètre  $P$  et d'épaisseur  $dz$  (Figure 2.3) située à la cote  $z$ , dont le poids propre est négligé conduit alors à :

$$Sd\sigma_z + P\tau_z dz = 0 \quad (2.5)$$

En introduisant les Equations 2.3 et 2.4, dans cette égalité, on obtient :

$$\frac{d\sigma_z}{dz} = -\frac{P}{S}\mu\alpha dz \quad (2.6)$$

Les coefficients de transmission des contraintes  $\alpha$  et de frottement  $\mu$  étant considérés constants, l'intégration de l'Equation 2.6 selon la variable  $z$  permet d'exprimer la contrainte axiale à la hauteur  $z$  du comprimé en fonction de la contrainte axiale supérieure  $\sigma_{zs}$  et des autres paramètres :

$$\sigma_z = \sigma_{zs} \exp\left(-\frac{P}{S}\mu\alpha z\right) \quad (2.7)$$

Dans le cas de notre dispositif expérimental pour lequel nous mesurons non seulement la contrainte exercée sur le poinçon supérieur  $\sigma_{zs}$  mais également celle exercée sur le poinçon inférieur  $\sigma_{zi}$ , il est alors possible de trouver le produit  $\mu\alpha$  en écrivant :

$$\mu\alpha = \frac{S}{PH} \ln\left(\frac{\sigma_{zs}}{\sigma_{zi}}\right) \quad (2.8)$$

Il est également possible à partir des deux équations précédentes d'exprimer la contrainte axiale à mi-hauteur de l'échantillon sous la forme :

$$\sigma_z \left( \frac{H}{2} \right) = \sqrt{\sigma_{zs} \cdot \sigma_{zi}} \quad (2.9)$$

L'expression donnée par l'Equation 2.9 signifie que la contrainte axiale à mi-hauteur de l'échantillon n'est entre autre que la moyenne quadratique des contraintes axiales supérieure  $\sigma_{zs}$  et inférieure  $\sigma_{zi}$ .

A partir de cette modélisation, PAVIER [1998], ROURE [1996] et MOSBAH [1995] ont proposé d'introduire les deux hypothèses complémentaires suivantes :

1. La densité locale à un instant donné ne dépend que de l'état de contrainte locale à cet instant, hypothèse raisonnable dans le cas d'un chargement monotone.
2. La densité du comprimé varie linéairement avec la variable  $z$ . Cette hypothèse semble raisonnable si l'on en croit les observations expérimentales rapportées par SAMUELSON [1983] et MOSBAH [1995]

Cette dernière hypothèse implique que la densité moyenne du comprimé  $\rho_m$  est égale à sa densité à mi-hauteur. Dès lors, nous sommes désormais en mesure de relier en un même point de l'échantillon :

- une contrainte : la contrainte à mi-hauteur de l'échantillon  $\sigma_z \left( \frac{H}{2} \right)$  que nous pouvons calculer à partir de l'Equation 2.9,
- une densité : la densité à mi-hauteur que nous assimilerons à la densité moyenne facilement mesurable expérimentalement à partir de la connaissance de la masse et du volume de poudre dans la matrice.

La relation  $\rho_m = f \left( \sigma_z \left( \frac{H}{2} \right) \right)$  qui associe une densité et une contrainte locale fournit la **loi de compressibilité locale**.

La mesure de la contrainte radiale moyenne  $\sigma_{rm}$  qu'exerce la poudre sur les parois de la matrice, permet de dissocier la contribution du frottement  $\mu$  entre la poudre et les parois de l'outillage de celle de la transmission des contraintes axiale et radiale  $\alpha$ . En définissant la contrainte radiale moyenne comme :

$$\sigma_{rm} = \frac{1}{H} \int_0^H \sigma_r(z) dz \quad (2.10)$$

puis en combinant les Equations 2.3 et 2.7, 2.10 devient :

$$\sigma_{rm} = \frac{\sigma_{zi}S}{\mu PH} \left( \exp \left( \frac{P}{S} \mu \alpha H \right) - 1 \right) \quad (2.11)$$

Par définition, l'expression du coefficient de frottement est telle que :

$$\mu = \frac{S}{PH} \frac{\sigma_{zs} - \sigma_{zi}}{\sigma_{rm}} \quad (2.12)$$

Par suite, l'expression du coefficient de transmission des contraintes  $\alpha$  est déduite de la combinaison de cette dernière relation avec l'Equation 2.8 de telle sorte que :

$$\alpha = \sigma_{rm} \frac{\ln \left( \frac{\sigma_{zs}}{\sigma_{zi}} \right)}{\sigma_{zs} - \sigma_{zi}} \quad (2.13)$$

#### 2.2.4 Influence de la hauteur de poudre comprimée sur les résultats

Il est indispensable de montrer que les résultats obtenus sont indépendants de la hauteur de poudre introduite dans la matrice et par conséquent que l'essai reflète le **comportement intrinsèque du matériau**. Dans ce but, une série de 5 essais a été réalisée pour différentes hauteurs d'échantillons de rapport  $\frac{H}{D}$ , équivalent à un élanement de comprimé, variant de 0.7 à 2.5. La Figure 2.4 présente l'évolution de la contrainte axiale supérieure appliquée sur l'échantillon en fonction de la densité relative moyenne pour chacun de ces essais.

On constate d'emblée que l'effort nécessaire pour atteindre une densité donnée est d'autant plus grand que l'élanement de l'échantillon est élevé. L'interprétation de ce résultat est facile puisque le rapport  $\frac{H}{D}$  est lié au rapport des surfaces de contact de la poudre sur les poinçons  $S_p$  et sur la paroi de la matrice  $S_m$  de sorte que :

$$\frac{H}{D} = \frac{S_m}{4S_p} \quad (2.14)$$

Par conséquent, plus le rapport  $\frac{H}{D}$  est important, plus la surface de frottement entre la poudre et la paroi latérale de la matrice est grande, et plus la perte d'effort axial par frottement est élevée. Dans ce cas, la contrainte axiale supérieure  $\sigma_{zs}$  n'est donc pas un paramètre qui traduit le comportement intrinsèque de la poudre. Si nous exprimons maintenant ces mêmes courbes en utilisant la contrainte axiale à mi-hauteur définie par l'Equation 2.9 à la place de la contrainte axiale supérieure, on observe à la Figure 2.5 une superposition des courbes.

L'effet de la géométrie du comprimé a disparu. La contrainte à mi-hauteur reflète donc le comportement propre de la poudre. Si nous étudions pour chacune des 5 hauteurs d'échantillons,

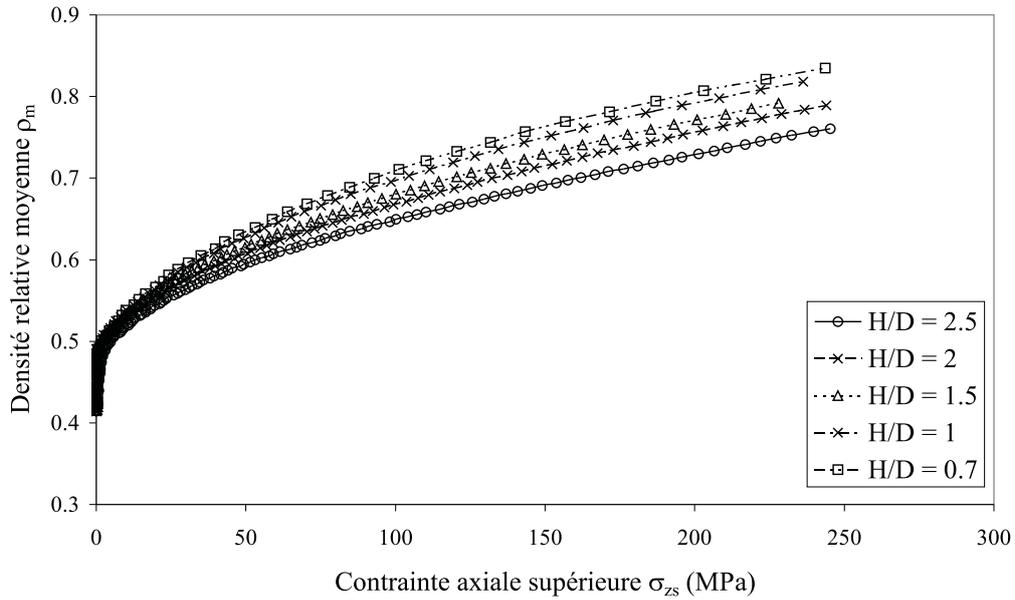


FIG. 2.4 – Evolution de la densité relative moyenne en fonction de la contrainte axiale supérieure pour différents rapports  $\frac{H}{D}$ .

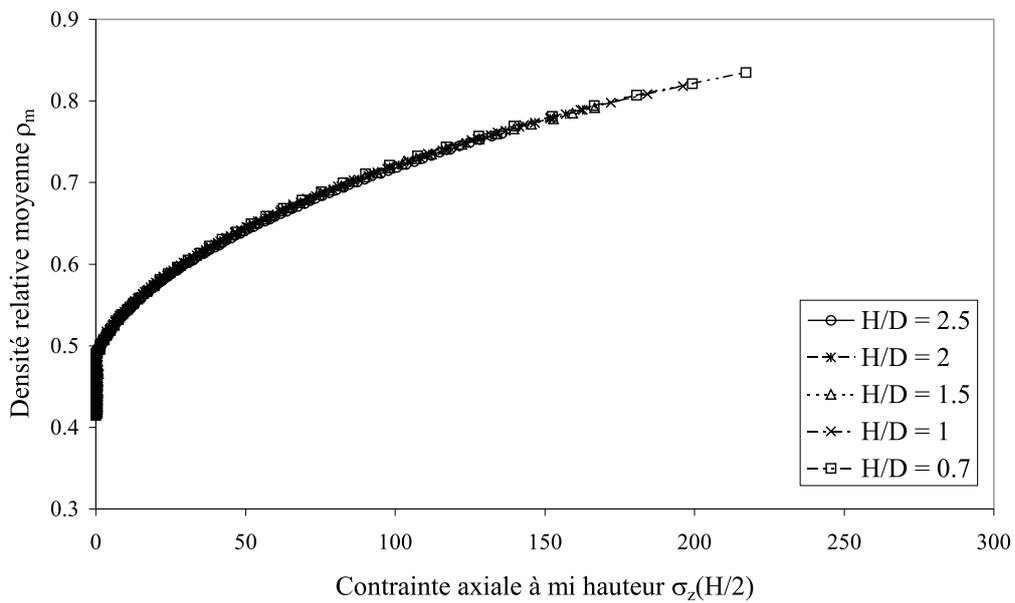


FIG. 2.5 – Evolution de la densité relative moyenne en fonction de la contrainte axiale à mi-hauteur pour différents rapports  $\frac{H}{D}$ .

l'évolution de la contrainte radiale à mi-hauteur, déduite de la contrainte axiale  $\sigma_z\left(\frac{H}{2}\right)$  à partir de  $\sigma_r\left(\frac{H}{2}\right) = \alpha\sigma_z\left(\frac{H}{2}\right)$ , en fonction de la densité relative moyenne des échantillons, on constate sur la Figure 2.6 que les courbes ne se superposent pas parfaitement.

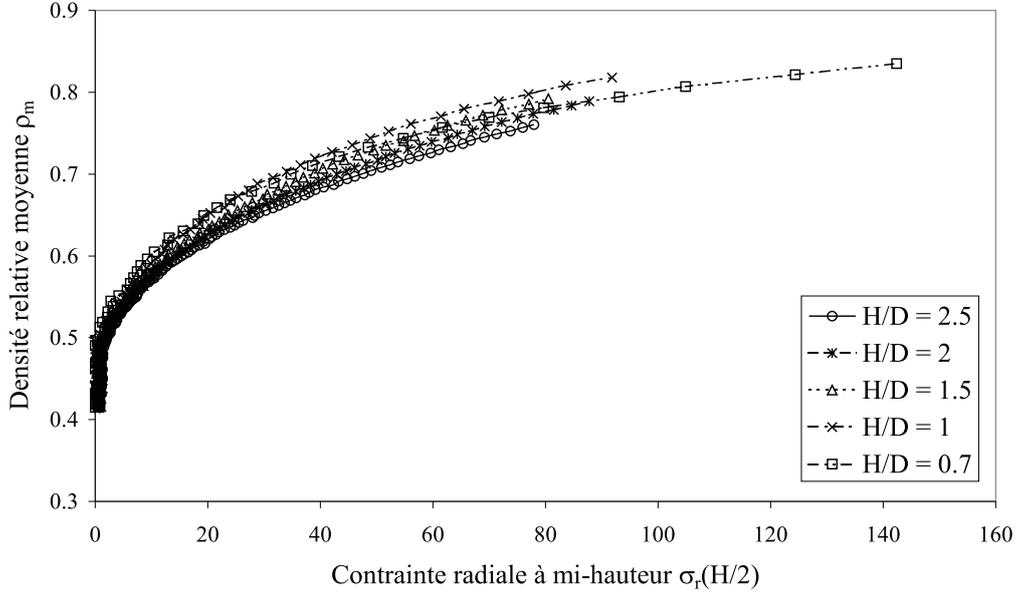


FIG. 2.6 – Evolution de la densité relative moyenne en fonction de la contrainte radiale à mi-hauteur pour différents rapports  $\frac{H}{D}$ .

Plusieurs points permettent d'expliquer ce constat.

- La méthode d'étalonnage présentée au paragraphe 2.2.2 conduit à une incertitude des mesures. Cette dernière dont l'estimation est difficile à réaliser provient de l'ensemble de la chaîne d'acquisition constituée des jauges utilisées pour mesurer le profil de la déformée mais aussi du capteur de force du poinçon supérieur qui permet d'affecter l'effort radial correspondant (matériau incompressible). D'autre part, la fonction polynomiale qui a été retenue est entièrement arbitraire. L'interpolation du profil de la déformée et la règle de proportionnalité entre les courbes iso-contraintes induisent également des erreurs.
- Certaines hypothèses du modèle peuvent également être remises en cause. En l'occurrence, les gradients de contraintes et de densité dans le sens radial supposés négligeables, ne le sont peut-être pas toujours, en particulier dans le cas d'échantillons présentant un élancement relativement faible. L'hypothèse de linéarité de la densité du comprimé avec la variable  $z$  peuvent être aussi remise en question.

De ces différents points, nous estimons que l'incertitude sur la mesure de la contrainte radiale est de l'ordre de 10%.

### 2.2.5 Résultats expérimentaux

Nous avons donc réalisé un essai de compression en matrice instrumentée sur la poudre Distaloy AE. La Figure 2.7 présente l'évolution des contraintes axiales supérieure et inférieure et radiale moyenne en fonction de la densité relative moyenne de l'échantillon et de la déformation pour une vitesse de compression  $V_c = 10$  mm/min soit une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  comprise entre  $3.5 \cdot 10^{-3}$  et  $8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et une contrainte axiale maximale appliquée de 600 MPa.

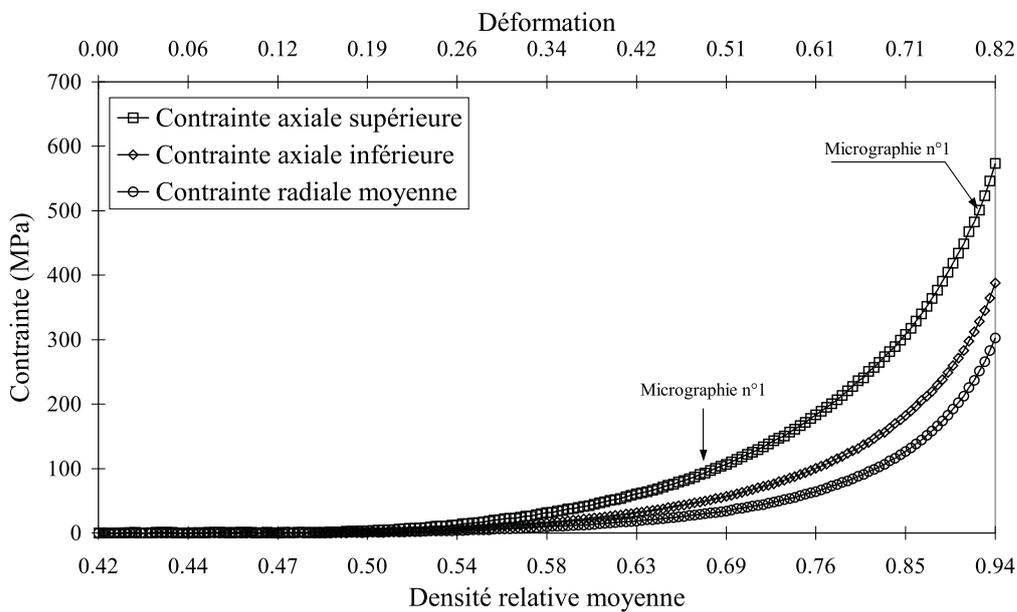


FIG. 2.7 – Evolution des contraintes axiales supérieure, inférieure et radiale moyenne en fonction de la densité relative moyenne et de la déformation.

La déformation <sup>5</sup> subie par la poudre Distaloy AE est très importante, 82% à la fin de la compression, ce qui correspond à une densité relative moyenne de 94%. L'écart entre les courbes de contraintes axiales supérieure et inférieure caractérise le frottement poudre/paroi de la matrice

<sup>5</sup>Cette déformation a été calculée à partir de la hauteur  $H$  à l'instant  $t$  et de la hauteur  $H_0$  initiale de l'échantillon suivant

$$\epsilon = -\ln\left(\frac{H}{H_0}\right) \quad (2.15)$$

représenté sur la Figure 2.8.

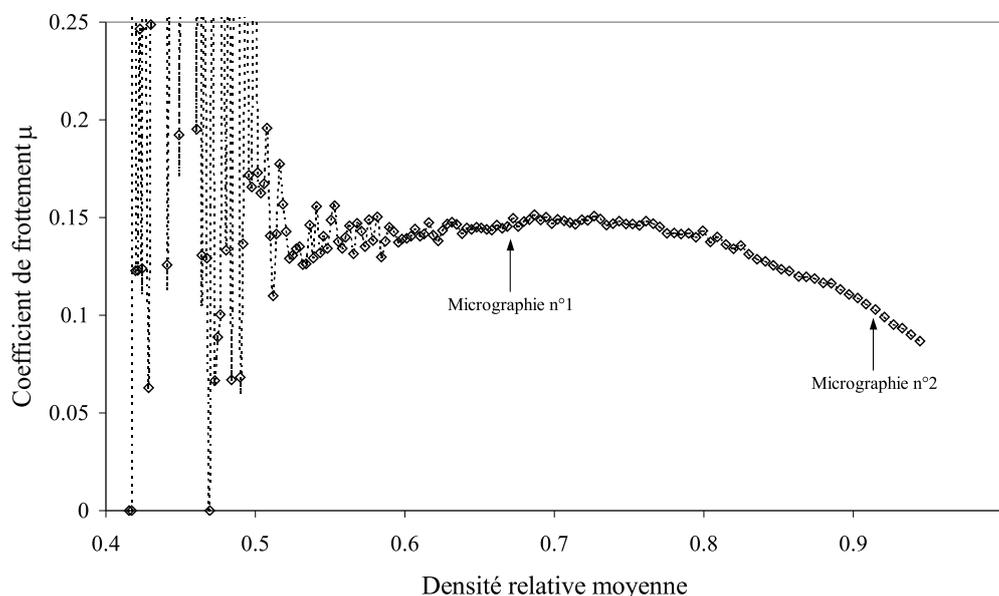
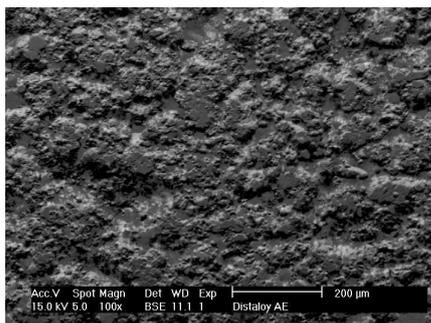


FIG. 2.8 – Evolution du coefficient de frottement  $\mu$  en fonction de la densité relative moyenne.

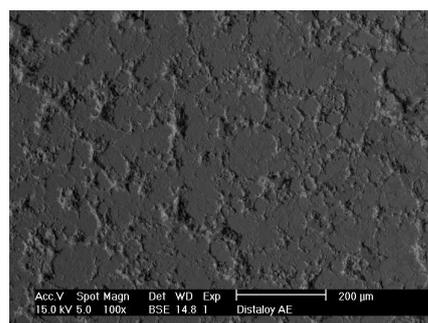
Après une zone où le bruit de mesure du dispositif expérimental est important, le coefficient s'établit à une valeur égale à 0.15 puis décroît jusqu'à la fin de l'essai.

Afin d'étudier et de comprendre davantage les mécanismes physiques intervenants au cours de la compression et d'interpréter l'évolution des courbes présentées sur les Figures 2.7 et 2.8, divers échantillons ont été observés au Microscope Electronique à Balayage.

La Figure 2.9 présente les micrographies de la surface supérieure de deux d'entre eux comprimés respectivement à 100 MPa et 600 MPa. On constate que pour une densité de  $5.07 \text{ g/cm}^3$ , les grains de poudre initialement de forme spongieuse sont fortement déformés et enchevêtrés les uns dans les autres. Cet état microscopique se caractérise à l'échelle macroscopique par un échantillon présentant une cohésion suffisante pour être manipulé. On s'aperçoit sur la micrographie n°1 que la surface est relativement irrégulière. La micrographie n°2 issue d'un spécimen comprimé à 600 MPa ayant une densité de  $6.87 \text{ g/cm}^3$ , présente une morphologie radicalement différente. Il est quasiment impossible de discerner la forme initiale des grains de poudre. La surface du comprimé est quasiment lisse. On comprend dès lors l'évolution décroissante de la courbe de frottement en fonction de la densité.



Micrographie n°1 :  
 $\sigma = 100 \text{ MPa} - \rho = 5.07 \text{ g/cm}^3$



Micrographie n°2 :  
 $\sigma = 600 \text{ MPa} - \rho = 6.87 \text{ g/cm}^3$

FIG. 2.9 – Micrographies MEB de la surface supérieure de deux échantillons comprimés respectivement à 100 et 600 MPa.

## 2.3 Essais de compression simple

### 2.3.1 Généralités sur l'essai de compression simple

L'essai de compression simple est un essai particulièrement utilisé pour décrire le comportement mécanique des matériaux granulaires tels que les bétons, les roches, les céramiques... L'éprouvette est soumise à une déformation à vitesse constante. La réponse du matériau est donnée par des courbes contrainte-déformation. Cette dernière est en générale mesurée localement à partir de jauges de déformations ou d'extensomètres [RIERA *et al.*, 2000], [MOSBAH, 1995]. La réalisation de l'essai est rendue délicate par les conditions d'élancement et de lubrification des faces d'appui à imposer afin d'éviter la déformation en tonneau des échantillons, car dans ce cas les contraintes ne sont plus uniformes. Nous avons développé des essais en mesurant la déformation longitudinale de l'échantillon à partir d'un capteur LVDT placé au plus près de celui-ci. La précision des mesures d'un tel dispositif n'est en général pas suffisante pour déterminer le module d'élasticité  $E$  du matériau, même en prenant en compte la déformation du bâti de la presse. Dans tous les cas, l'objectif de nos essais est d'obtenir l'évolution de la contrainte à la rupture en fonction de la densité de l'échantillon. Avant de présenter ces résultats, il est intéressant de quantifier l'influence sur les résultats de la géométrie des échantillons, notamment au travers de l'élancement, et du mode de lubrification.

La Figure 2.10 présente une courbe contrainte-déformation obtenue en compression simple

sur un échantillon cylindrique de la poudre Distaloy AE.

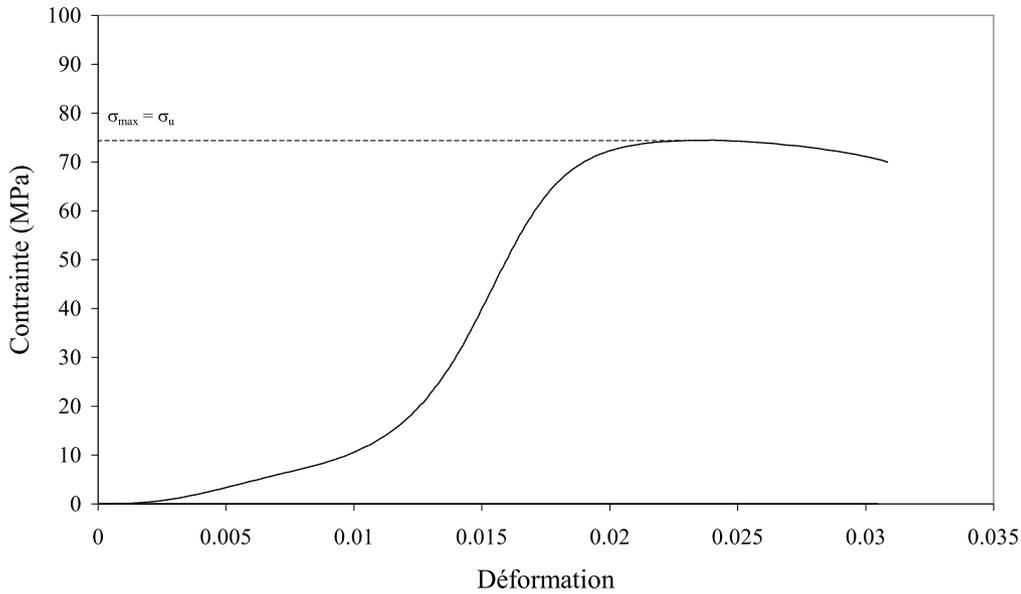


FIG. 2.10 – Courbe contrainte-déformation obtenue en compression simple sur un échantillon de la poudre Distaloy AE.

La contrainte est calculée à partir de la section nominale de l'échantillon  $S_0$  suivant :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \quad (2.16)$$

La contrainte à la rupture en compression simple que nous noterons  $\sigma_u$  est identifiée pour l'ensemble des essais réalisés à la contrainte maximale  $\sigma_{max}$ . La déformation  $\varepsilon$  est calculée suivant :

$$\varepsilon = -\ln\left(\frac{H}{H_0}\right) \quad (2.17)$$

où  $H$  et  $H_0$  sont respectivement la hauteur courante et la hauteur initiale de l'échantillon. Pour cet essai, la déformation reportée sur la Figure 2.10 n'est pas la déformation vraie car une feuille de papier graphite a été interposée entre les mors de la presse et l'échantillon. Ce point n'a néanmoins aucune influence pour la suite de ce travail dans la mesure où l'objectif de nos essais est de déterminer la contrainte à la rupture.

### 2.3.2 Influence de l'élanement des échantillons

Les échantillons utilisés pour cette étude sont des échantillons de forme cylindrique issus de la compression en matrice flottante de diamètre 12 mm de la poudre Distaloy AE. L'élanement des échantillons, i.e. le rapport  $H/D$  où  $H$  est la hauteur de l'échantillon et  $D$  son diamètre, a été échelonné de 1 à 2.5. Les essais ont été réalisés en utilisant une presse ADAMEL de 2 kN et une lubrification entre l'échantillon et les mors de la presse au moyen de papier graphite. La Figure 2.11 présente l'évolution de la contrainte à la rupture en fonction de la densité relative des échantillons pour les différents rapports  $H/D$  fixés.

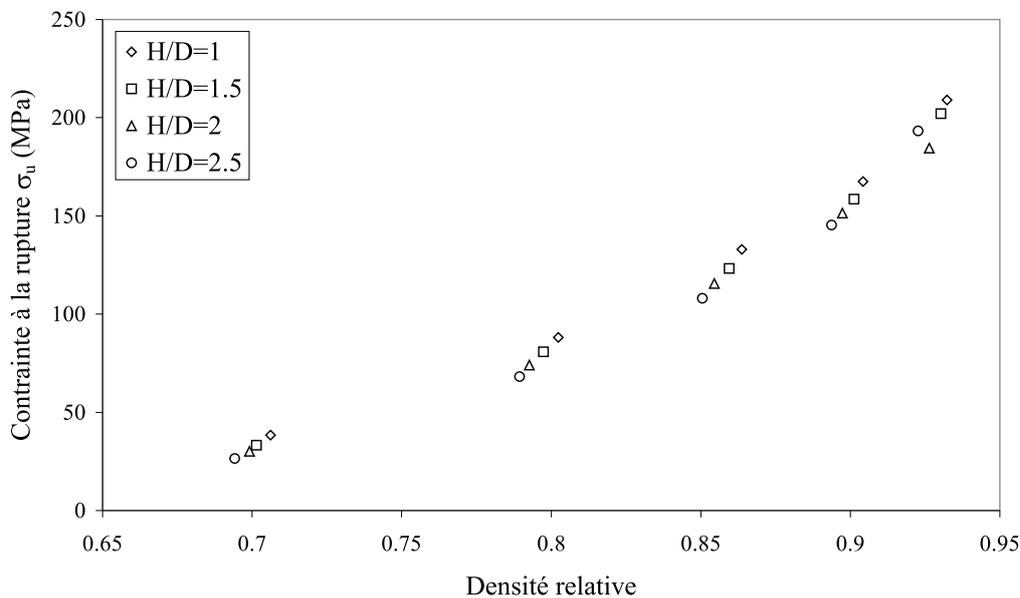


FIG. 2.11 – Influence de l'élanement des échantillons sur la valeur de la contrainte à la rupture en compression simple.

On constate que la contrainte à la rupture des échantillons est d'autant plus élevée que l'élanement est faible. Essayons d'apporter une explication sur ce point. Pour cela, il suffit de revenir au mode d'élaboration des échantillons. En effet, ces derniers ont été comprimés en matrice flottante de manière à rendre la distribution de densité symétrique. La Figure 2.12 (a) présente la répartition de densité généralement obtenue dans ce cas. On constate que les zones en contacts directs avec les poinçons sont davantage densifiées que le centre de l'échantillon. Ainsi, pour des spécimens d'élanement différent mais de densités moyennes égales (Figure 2.12 (b)), la rupture ne va pas se faire dans des zones de densité locale identique. Un échantillon d'élanement petit

va donc présenter une résistance à la rupture plus importante qu'un échantillon d'élanement élevé. On notera que pour affirmer notre hypothèse et obtenir des résultats plus fiables, il faudrait envisager à l'avenir d'usiner les échantillons de façon à supprimer totalement ou en partie les zones de têtes (en contact direct avec les poinçons), où les densités sont les plus importantes afin d'obtenir une répartition de densité la plus homogène possible. Dans la suite de notre travail, nous avons retenu de façon arbitraire des échantillons de rapport  $H/D$  égale à 2.

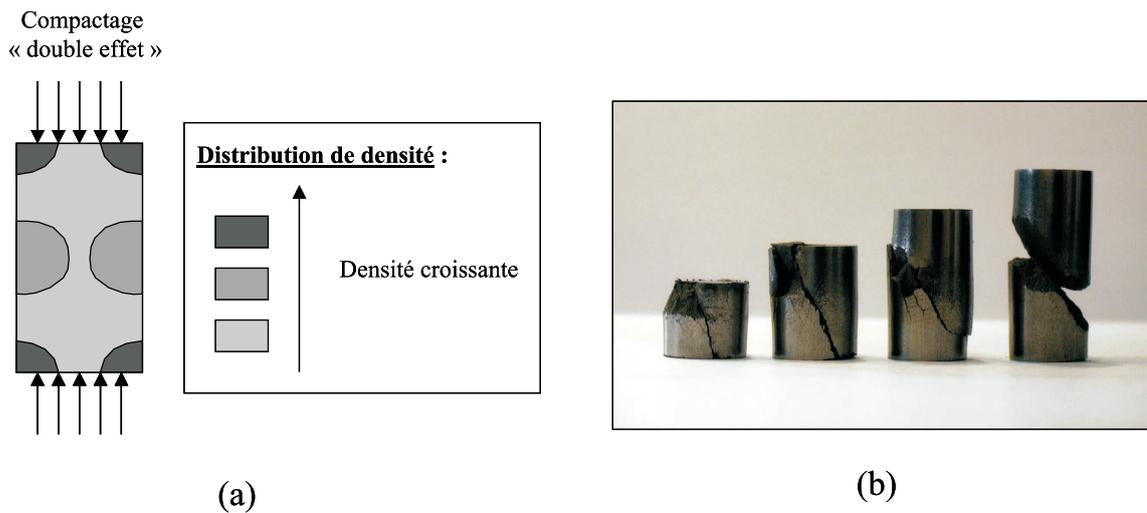


FIG. 2.12 – Rupture par compression simple pour différents ratios  $\frac{H}{D}$  : (a) Répartition de la densité au sein des échantillons (b) Photographie des échantillons rompus de la poudre Distaloy AE.

### 2.3.3 Influence de la lubrification

Dans le cas d'essai de compression, il est usuel de lubrifier le contact entre l'échantillon et les mors de la presse afin de limiter la déformation en tonneau des échantillons qui conduit généralement à un état de contrainte non-uniforme. En effet, ce frottement empêche au niveau du contact les déplacements latéraux locaux que l'on peut assimiler à un phénomène de frettage. Les moyens que l'on peut envisager sont nombreux et variés (mors polis, échantillons à extrémités cannelées, graisse, ...). Afin d'entrevoir l'influence du mode de lubrification sur les valeurs de résistance à la rupture de nos échantillons, nous avons étudié divers produits : du papier graphite, de la graisse, du téflon et aucun lubrifiant.

La Figure 2.13 donne les contraintes à la rupture obtenues pour différentes densités d'échan-

tillons et pour les différentes lubrifications. Les résultats ne semblent pas être affectés par les diverses conditions étudiées. Il semble donc très difficile de tirer des conclusions de cette étude. Il est néanmoins important de signaler que les conditions dite "sans lubrifiant" ne le sont pas en toute rigueur. En effet, la poudre avec laquelle nous avons réalisé les essais, contient en réalité un lubrifiant 'H-Wachs' présent pour limiter le frottement entre le matériau et les outils au cours de la mise en forme par compression en matrice.

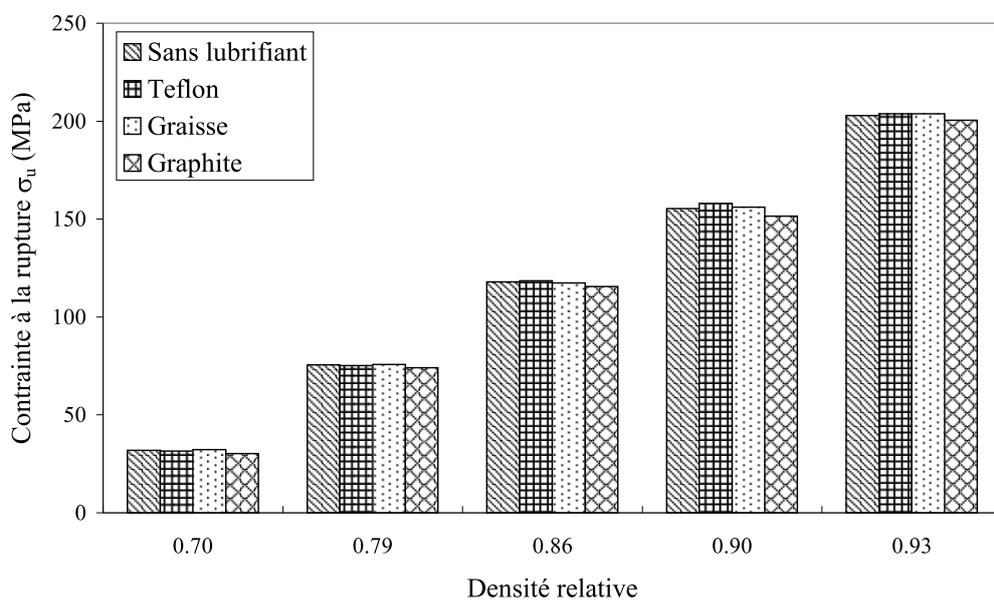


FIG. 2.13 – Influence du mode de lubrification sur la résistance à la rupture en compression simple.

Il pourrait de ce fait jouer un rôle identique au cours de l'essai. L'étude menée par KUHN [1971] repose sur des échantillons en acier sollicités dans des conditions de mors rugueux, mors polis et mors polis avec graisse. Elle montre que les mesures locales de déformation axiale et circumférentielle sont affectées par les conditions expérimentales mais l'interprétation des résultats qui est faite reste très obscure et aucune conclusion n'est mise en avant. Dans notre cas, les résultats des essais de compression simple que nous présenterons dans la suite de ce mémoire seront obtenus avec une lubrification sous forme de papier graphite.

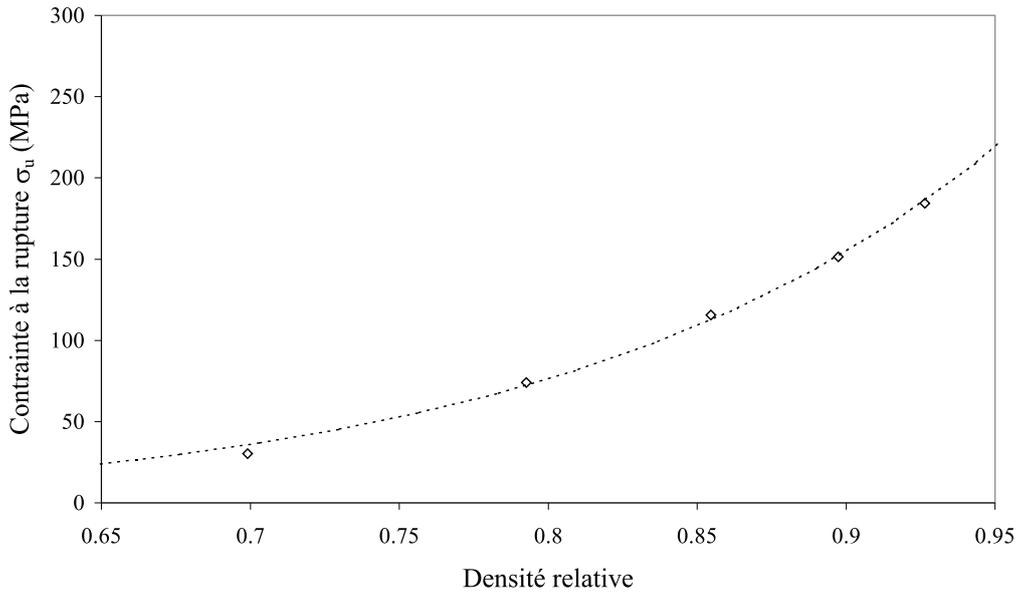


FIG. 2.14 – Evolution de la contrainte à la rupture en fonction de la densité relative dans le cas d’une sollicitation de compression simple.

### 2.3.4 Résultats expérimentaux

La Figure 2.14 présente l’évolution de la contrainte à la rupture en fonction de la densité relative d’échantillons cylindrique de diamètre 12 mm sollicités en compression simple. Les résultats obtenus montrent une croissance exponentielle en fonction de la densité du matériau et confirment les résultats obtenus par [COUBE, 1998], MOLERA [1998]. Les valeurs aux faibles densités sont extrapolées à partir de la fonction exponentielle :

$$\sigma_u = A \cdot [\exp(B \cdot (\rho - \rho_0)) - 1] \quad (2.18)$$

où  $A$  et  $B$  sont deux constantes ajustées par la méthode des moindres carrés sur les résultats expérimentaux et  $\rho_0$  est la densité initiale du matériau égale à  $3.10 \text{ g/cm}^3$ . Les valeurs des constantes sont  $A = 6.238 \text{ MPa}$  et  $B = 0.894 \text{ cm}^3/\text{g}$ .

## 2.4 Essais de compression diamétrale

Compte tenu des difficultés expérimentales liées à la réalisation d’un essai de traction sur les matériaux granulaires (usinage des éprouvettes, fixation aux mors de la machine ...), l’essai

de compression diamétrale est généralement utilisé pour mesurer la résistance à la rupture en traction d'un comprimé de poudre [CLAUSSEN and JAHN, 1970].

### 2.4.1 Principe de l'essai

L'essai de compression diamétrale consiste à écraser un échantillon cylindrique entre deux mors d'une presse comme le montre la Figure 2.15. Dans le cas d'un matériau isotrope, il se développe au sein du matériau une contrainte de traction  $\sigma_0$  dans la direction perpendiculaire au chargement définie par l'équation :

$$\sigma_0 = \frac{2P}{\pi D e} \quad (2.19)$$

où  $P$ ,  $D$  et  $e$  sont respectivement la force appliquée, le diamètre et l'épaisseur de l'échantillon [TIMOSHENKO and GOODIER, 1970], [FROCHT, 1947].

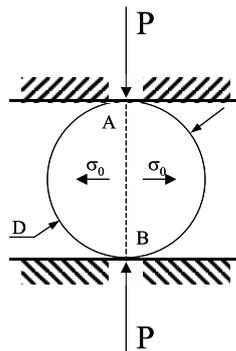


FIG. 2.15 – Principe de l'essai de compression diamétrale.

L'Equation 2.19 suppose un comportement élastique linéaire jusqu'à la rupture. Or l'état de contrainte dans le disque, (Figure 2.16), n'est pas homogène [FELL and NEWTON, 1970].

Le long du diamètre de chargement, la contrainte de traction  $\sigma_1$  est constante. Les contraintes de compression  $\sigma_2$  et de cisaillement  $\tau$  évoluent respectivement de  $3\sigma_0$  et  $2\sigma_0$  à l'infini au niveau du point de chargement. Récemment, FAHAD [1996] a mené une étude à partir d'un calcul de l'essai par la méthode des éléments finis. Il a montré que l'interprétation de l'essai avec l'Equation 2.19 était valide lorsque le contact de chargement se faisait sur une zone plate pas trop grande. En particulier, l'erreur commise en utilisant l'Equation 2.19 reste inférieure à 4% tant que la largeur du méplat ne dépasse pas 0.2 fois le diamètre  $D$  de l'échantillon.

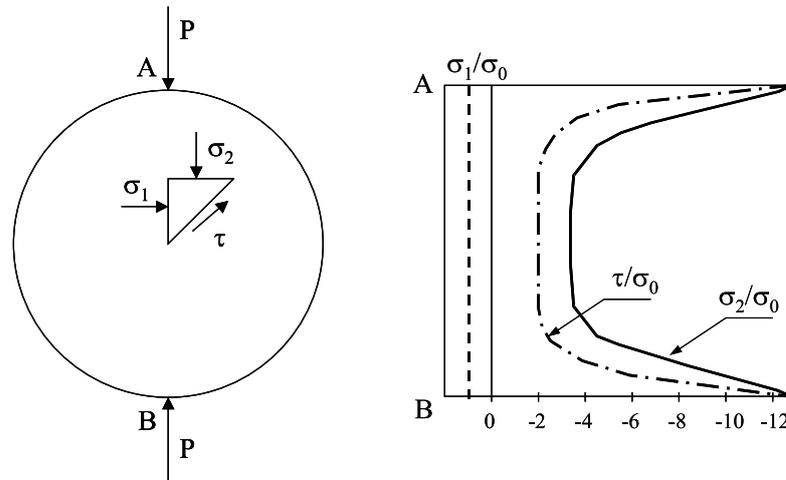


FIG. 2.16 – Distribution des contraintes le long du diamètre de chargement ( $\sigma_1$  : contrainte de traction,  $\sigma_2$  : contrainte de compression,  $\tau$  contrainte de cisaillement comparé avec la contrainte de traction maximale  $\sigma_0$ ), d'après FELL and NEWTON [1970].

### 2.4.2 Influence de la géométrie des échantillons sur les résultats

Nous allons chercher dans ce paragraphe à optimiser la géométrie de nos échantillons afin de satisfaire les conditions citées ci-dessus. Pour atteindre cet objectif, nous avons sollicité en compression diamétrale différents échantillons de diamètre  $D$  ( $8 \text{ mm} \leq D \leq 16 \text{ mm}$ ) et d'épaisseur  $e$  ( $3 \text{ mm} \leq e \leq 18 \text{ mm}$ ). La Figure 2.17 présente l'évolution de la contrainte à la rupture  $\sigma_0$  en fonction de la densité relative pour les différents rapports  $e/D$  étudiés.

On constate que le rapport  $e/D$  joue un rôle majeur sur les valeurs de contrainte à la rupture. En particulier, plus le rapport  $e/D$  est élevé, plus la résistance à la rupture des échantillons est importante. Plusieurs éléments peuvent expliquer ces différences :

- Le premier est propre au contact entre l'échantillon et les mors de la presse. En particulier, la largeur du méplat définie par FAHAD contrôle le mode de rupture qui doit s'initier au centre de l'échantillon. Pour nos spécimens, le contrôle de la largeur de ce méplat est difficile dans la mesure où celui-ci se crée par déformation plastique. Seule un examen attentif des échantillons permet de valider ce critère.
- Le second point repose sur l'hypothèse de contrainte plane sur laquelle est fondée la théorie qui n'est plus satisfaite dans le cas d'un rapport  $e/D$  trop important. Dans ce cas, la contrainte perpendiculaire au plan de l'échantillon doit être prise en compte et l'Equa-

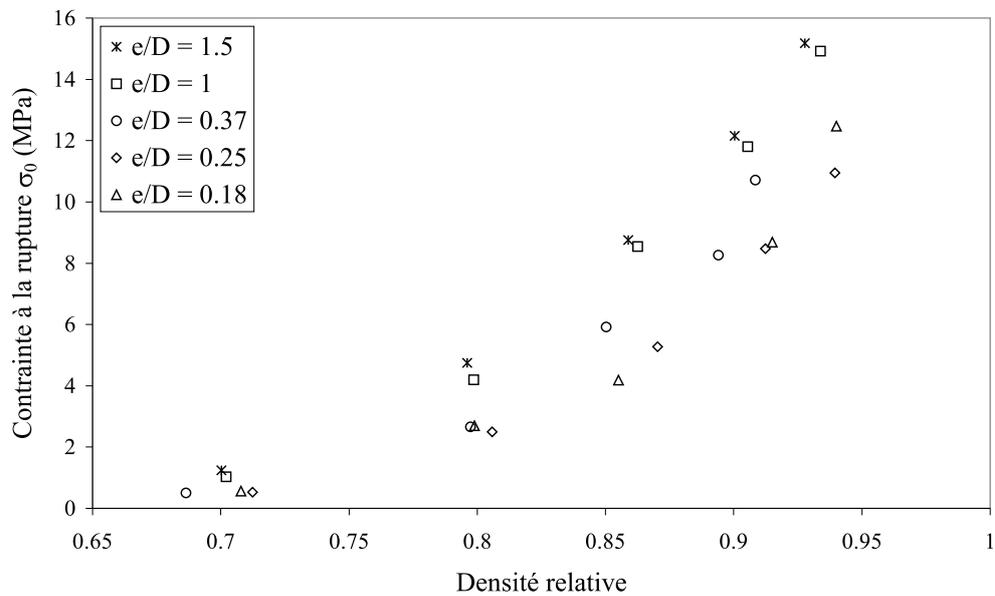


FIG. 2.17 – Evolution de la contrainte à la rupture  $\sigma_0$  en fonction de la densité relative lors d’une sollicitation de compression diamétrale pour différents rapports  $e/D$  d’échantillons.

tion 2.19 n’est plus valide.

Dans notre cas, un examen attentif de nos échantillons nous a permis de constater que seuls les échantillons de diamètre  $D = 16$  mm et d’épaisseur  $e = 3$  mm (rapport  $e/D = 0.18$ ) présentent une largeur de méplat inférieure à 0.2 fois le diamètre  $D$ . La Figure 2.18 montre la ligne de rupture initiée au centre de l’échantillon et propagée le long de l’axe de chargement.



FIG. 2.18 – Rupture d’un échantillon en compression diamétrale.

### 2.4.3 Résultats expérimentaux

Conformément aux spécifications précédentes, nous avons donc comprimé en matrice des disques de 16 mm de diamètre et 3 mm d'épaisseur à différentes densités. Ces échantillons ont ensuite été sollicités en compression diamétrale. La Figure 2.19 présente l'évolution de la contrainte à la rupture en fonction de la densité relative issue de ces différents essais. Les résultats expérimentaux, pour lesquels on constate une évolution croissante de la contrainte à la rupture avec la densité relative, peuvent être extrapolés à partir de la même fonction exponentielle que celle utilisée dans le cas de l'essai de compression simple :

$$\sigma_u = A \cdot [\exp(B \cdot (\rho - \rho_0)) - 1] \quad (2.20)$$

avec  $A = 0.025$  MPa et  $B = 1.577$  cm<sup>3</sup>/g, la densité initiale  $\rho_0$  du matériau étant égale à 3.1 g/cm<sup>3</sup>.

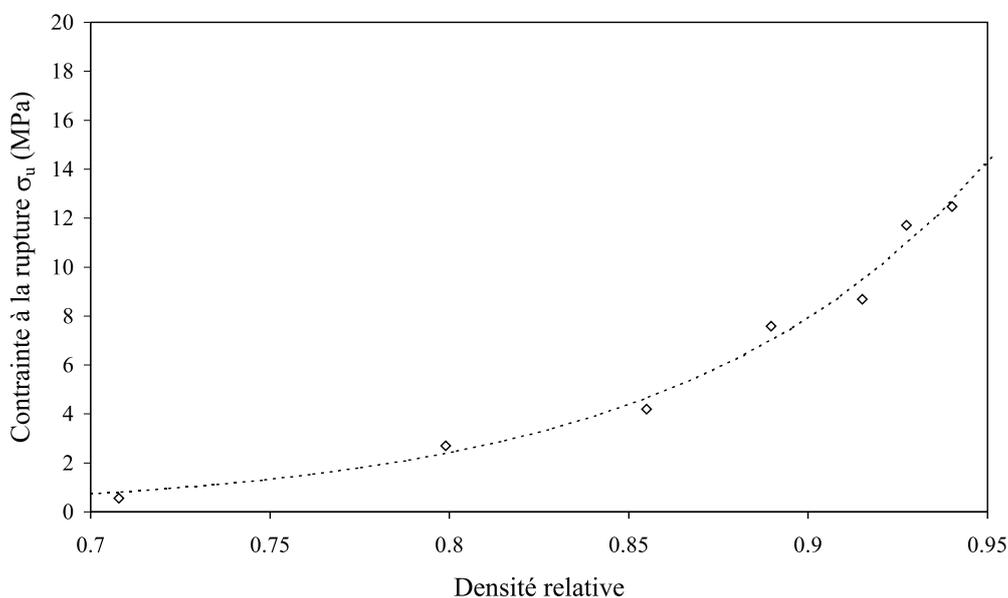


FIG. 2.19 – Evolution de la contrainte à la rupture en fonction de la densité relative dans la cas d'une sollicitation de compression diamétrale.

## 2.5 Essais de frottement

La connaissance de la valeur du coefficient de frottement poudre/outils est d'une importance capitale non seulement pour la modélisation et la simulation numérique du procédé de mise en forme mais aussi pour l'optimisation de la production industrielle. Le frottement est en effet un obstacle à la fabrication de pièces relativement hautes dont les conséquences peuvent être des dégradations de surface voir même des micro-fissures [ZENGER and CAI, 1997]. L'étude du coefficient de frottement est généralement effectuée au moyen soit de l'essai de compression en matrice instrumentée [ERNST *et al.*, 1991], [WIKMAN *et al.*, 2000], soit d'appareils plus spécifiques dont le principe consiste à faire glisser un disque de poudre sur une règle simulant la paroi des outils [WIKMAN *et al.*, 1997]. Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé à partir d'un dispositif de technologie analogue. Le banc d'essai de frottement utilisé a été préalablement mis en oeuvre par PAVIER [1998] et présente l'avantage de dissocier les effets de la densité de ceux de la contrainte appliquée.

### 2.5.1 Dispositif expérimental et principe de l'essai

La Figure 2.20 présente le banc d'essai de frottement. Il se compose d'une règle parallélépipédique (4) de 200 mm × 20 mm × 20 mm et d'un ensemble poinçon et matrice (7) de diamètre 16 mm. La compression de la poudre (3) s'effectue directement sur la règle par l'intermédiaire du poinçon adapté à une presse hydraulique (8) de 50 tonnes munie d'un capteur de force (2) indiquant la valeur de l'effort normal appliqué noté  $F_n$ .

La hauteur du comprimé doit rester suffisamment faible pour que l'effort appliqué et mesuré soit assimilable à l'effort qu'exerce l'échantillon sur la règle<sup>6</sup>. Le déplacement relatif entre l'échantillon et la règle, supporté par une glissière à billes, est mesuré au moyen d'un capteur de déplacement optique (1) et obtenu au moyen d'une seconde presse hydraulique (6) de capacité 10 tonnes également équipée d'un capteur de force (5) mesurant la valeur de l'effort tangentiel résultant  $F_t$ . Le frottement induit par la glissière à billes a été mesuré égal à 0.001 et nous conduit à le négliger en comparaison avec les valeurs de coefficient de frottement comprimé/règle obtenues par la suite. D'autre part, un jeu de fonctionnement de 50  $\mu\text{m}$  a été fixé entre la matrice et la règle. La dynamique de l'essai présentée sur la Figure 2.21 a été développée de manière à pouvoir étudier séparément l'influence de plusieurs paramètres.

---

<sup>6</sup>Dans la pratique, une hauteur comprise entre 2 et 3 mm est utilisée.

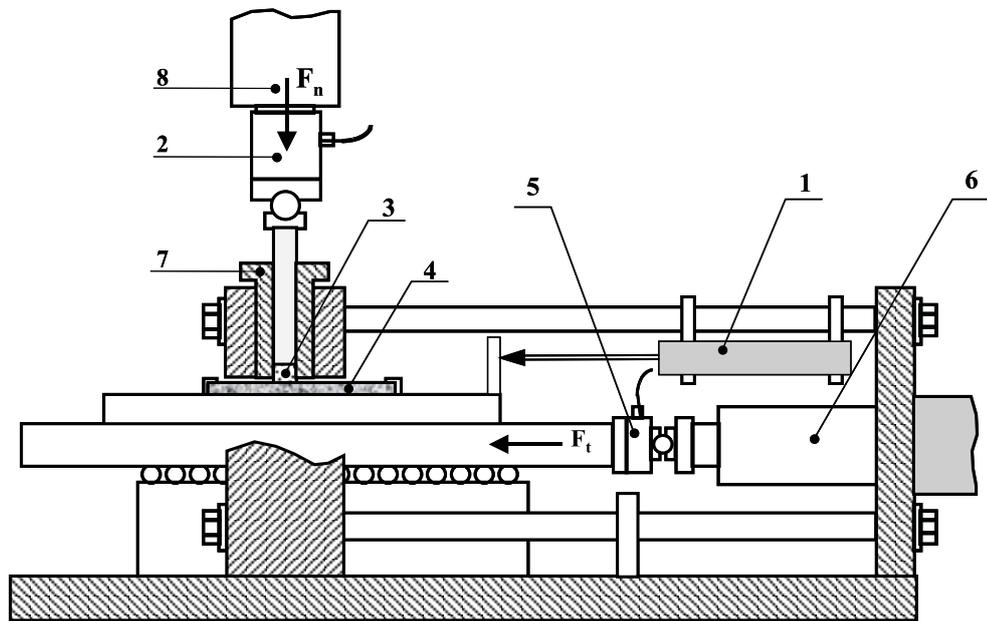
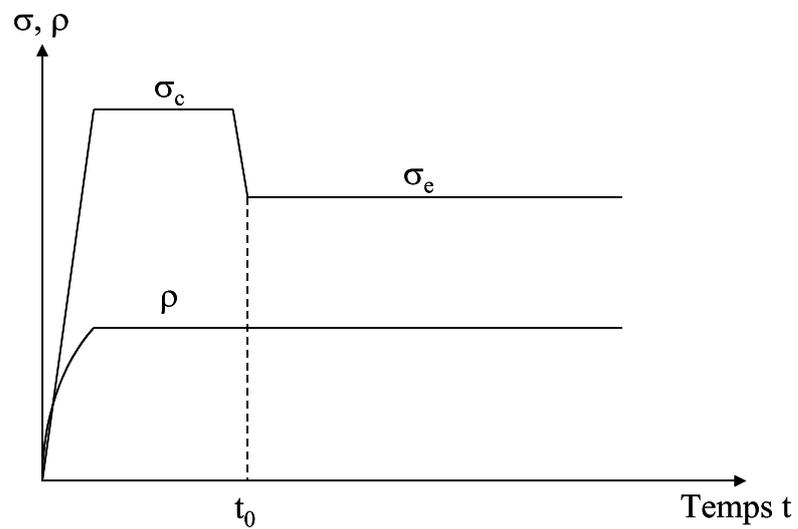


FIG. 2.20 – Banc d'essai de frottement.

FIG. 2.21 – Dynamique de l'essai de frottement ( $\sigma$  : contrainte,  $\rho$  : densité,  $t_0$  : temps de départ de l'essai).

Le protocole expérimental consiste dans un premier temps à comprimer la poudre sous une contrainte  $\sigma_c$  pour obtenir une densité d'échantillon donnée. L'effort est ensuite réduit à une valeur de contrainte dite d'essai, noté  $\sigma_e$  et telle que  $\sigma_e \leq \sigma_c$ , de telle sorte que la densité du comprimé reste constante durant l'essai. De cette façon, l'influence de la contrainte normale appliquée sur l'échantillon peut être étudiée séparément de celle de la densité. Le coefficient de frottement est par la suite défini par :

$$\mu = \frac{F_t}{F_n} \quad (2.21)$$

L'ensemble des essais a été réalisé sur une règle en carbure de tungstène (91.5% WC et 8.5% Co) ayant une dureté  $HV_1 = 1520$  et une rugosité  $Ra = 0.1 \mu\text{m}$  parallèlement au sens de déplacement. Cette nuance est couramment utilisée pour la fabrication des matrices utilisées industriellement.

## 2.5.2 Analyse des résultats

Les résultats des essais présentés dans les paragraphes qui suivent ont été obtenus sur la poudre de fer Distaloy AE pour des vitesses de déplacement de la règle variant de 0.1 cm/s à 10 cm/s, des contraintes normales  $50 \text{ MPa} \leq \sigma_e \leq 400 \text{ MPa}$  et des densités comprises entre 5.58 g/cm<sup>3</sup> et 6.76 g/cm<sup>3</sup>.

### 2.5.2.1 Evolution du coefficient de frottement en fonction du déplacement

Avant d'étudier l'influence de la densité, de la contrainte normale et de la vitesse sur les résultats, nous allons analyser la courbe présentée à la Figure 2.22 donnant l'évolution du coefficient de frottement en fonction du déplacement de la règle. A partir de la position initiale correspondant au coefficient de frottement statique  $\mu_{statique}$ , la valeur de  $\mu$  décroît jusqu'à une valeur minimale notée  $\mu_0$  puis croît et se stabilise. L'analyse de quelques micrographies des surfaces macroscopiques occupées par le pion sur la règle permet de justifier l'évolution de cette courbe [DOREMUS *et al.*, 2001]. Les constatations de ces auteurs sont similaires à celles observées lors de nos essais, l'étude réalisée portant sur une poudre de fer DISTALOY AE se différenciant de celle de notre étude par une teneur en lubrifiant légèrement plus élevée. DOREMUS [2001] observe que la structure de la surface de l'échantillon se modifie tout au long du déplacement de la règle. Il montre que la diminution du coefficient de frottement, de sa valeur statique  $\mu_{statique}$  à

sa valeur minimale  $\mu_0$ , résulte d'une lubrification de surface. Par suite, le lubrifiant emprisonné dans les pores est expulsé jusqu'à épuisement ce qui provoque une augmentation du coefficient de frottement  $\mu$ . Enfin le dernier stade correspond à un frottement non lubrifié au cours duquel l'échantillon se détériore en laissant des paillettes de différentes tailles sur la règle.

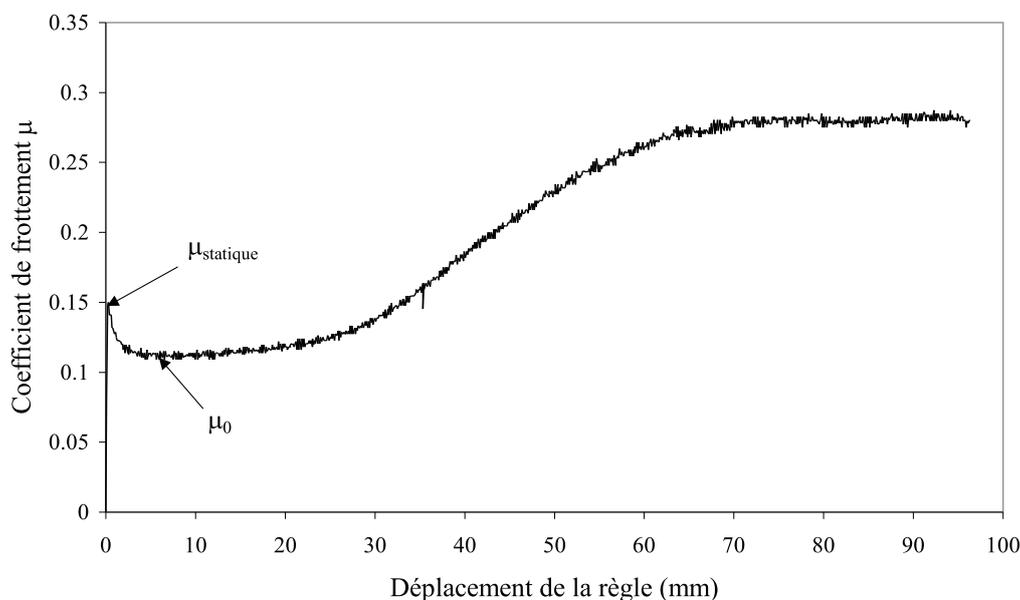


FIG. 2.22 – Evolution du coefficient de frottement  $\mu$  en fonction du déplacement de la règle.

Afin de comparer et de quantifier les effets de la densité, de la contrainte normale et de la vitesse de déplacement de la règle, seule la valeur  $\mu_0$  va être étudiée. Ce choix est adopté par de nombreux auteurs [PAVIER, 1998], [DOREMUS *et al.*, 2001], [ALVAIN, 2001] qui le justifient par le fait que les pièces produites industriellement ne présentent aucune détérioration et que  $\mu_0$  peut être vu comme un coefficient de frottement non perturbé par les modifications de la surface dues au glissement. En toute rigueur, le coefficient de frottement  $\mu$  évolue avec le déplacement de la règle. Le choix d'une valeur particulière, en l'occurrence  $\mu_0$ , est nécessaire à l'établissement d'un point de comparaison entre les divers résultats établis.

### 2.5.2.2 Découplage des paramètres densité, contrainte normale et vitesse

Les Figures 2.23, 2.24 et 2.25 présentent respectivement l'évolution du coefficient de frottement  $\mu_0$  en fonction de la densité, de la contrainte normale  $\sigma_e$  et de la vitesse de déplacement de la règle. L'analyse de ces courbes conduit aux constatations suivantes :

- pour une contrainte normale donnée,  $\mu_0$  est constant quelle que soit la densité de l'échantillon,
- pour une densité donnée,  $\mu_0$  diminue avec la contrainte normale appliquée  $\sigma_e$ ,
- pour un couple densité et contrainte normale donnée,  $\mu_0$  augmente avec la vitesse de déplacement de la règle

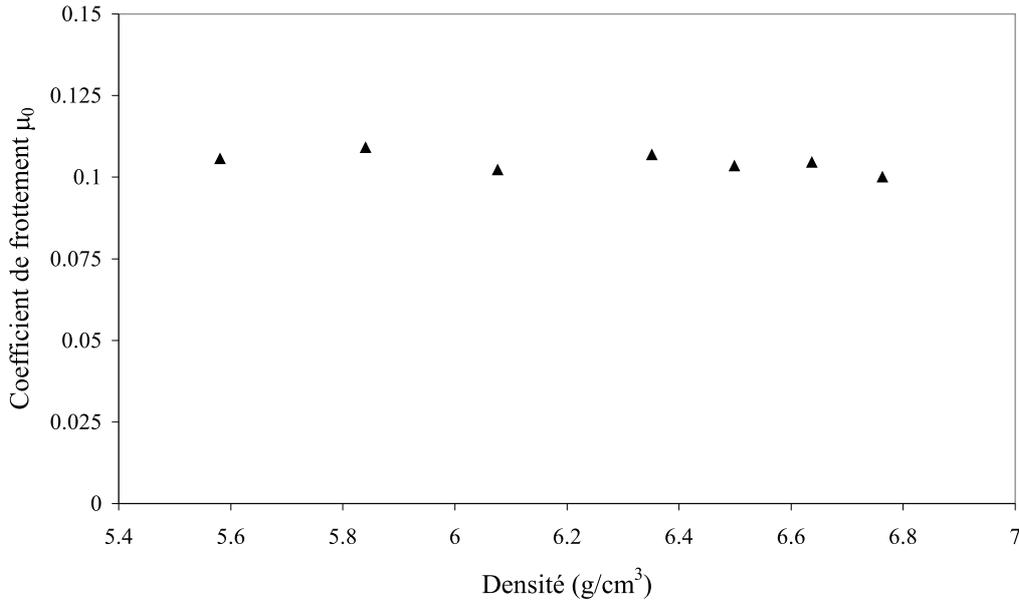


FIG. 2.23 – Evolution du coefficient de frottement  $\mu_0$  en fonction de la densité des échantillons.

De ces trois points de vue, les résultats que nous avons obtenus sont relativement concordants avec ceux obtenus par PAVIER [1998] qui a travaillé également sur une poudre de fer DISTALLOY AE mais dont le taux de lubrifiant est légèrement supérieur à notre poudre, 1%, contre 0.66% dans notre étude. Une différence apparaît néanmoins sur l'évolution de  $\mu_0$  avec la densité. Les résultats de PAVIER, mais également ceux obtenus par le "PM Modnet Methods and Measurements Group" [2000], montrent que  $\mu_0$  diminue avec la densité. Des explications plausibles de cette décroissance reposent d'une part sur l'étendue de la plage testée, PAVIER allant à des densités beaucoup plus élevées que les nôtres et surtout sur la teneur en lubrifiant qui est différente. Des essais complémentaires permettraient d'affirmer ou d'infirmier ce constat. La diminution du coefficient  $\mu_0$  avec la contrainte normale appliquée peut être expliquée par la densité surfacique de contacts locaux en présence pendant l'essai. La déformation plastique des grains, engendrée par l'intensité des contraintes mises en jeu, provoque une lubrification inter-

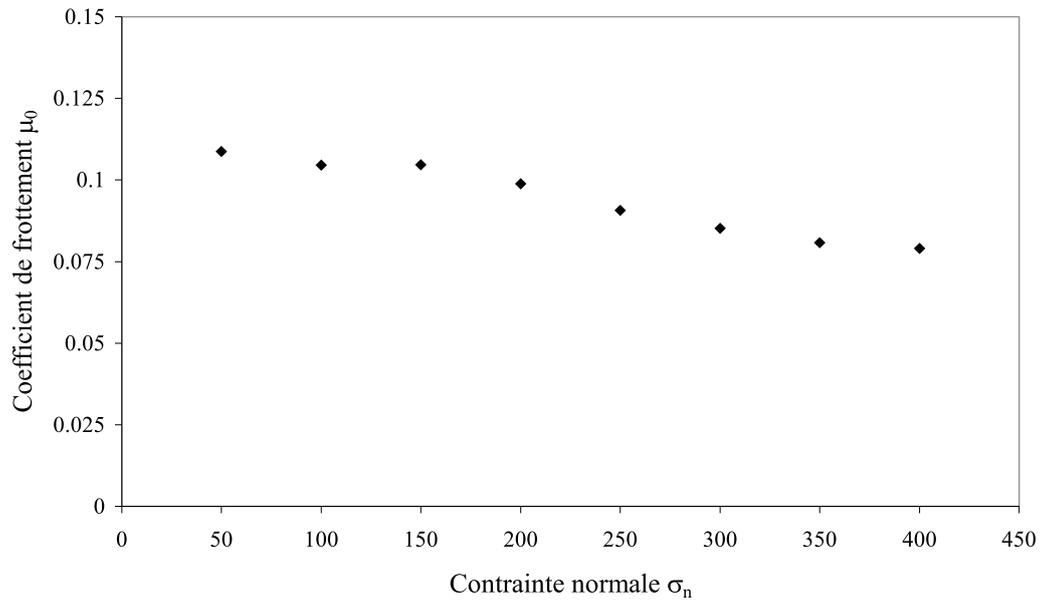


FIG. 2.24 – Evolution du coefficient de frottement  $\mu_0$  en fonction de la contrainte normale appliquée  $\sigma_e$ .

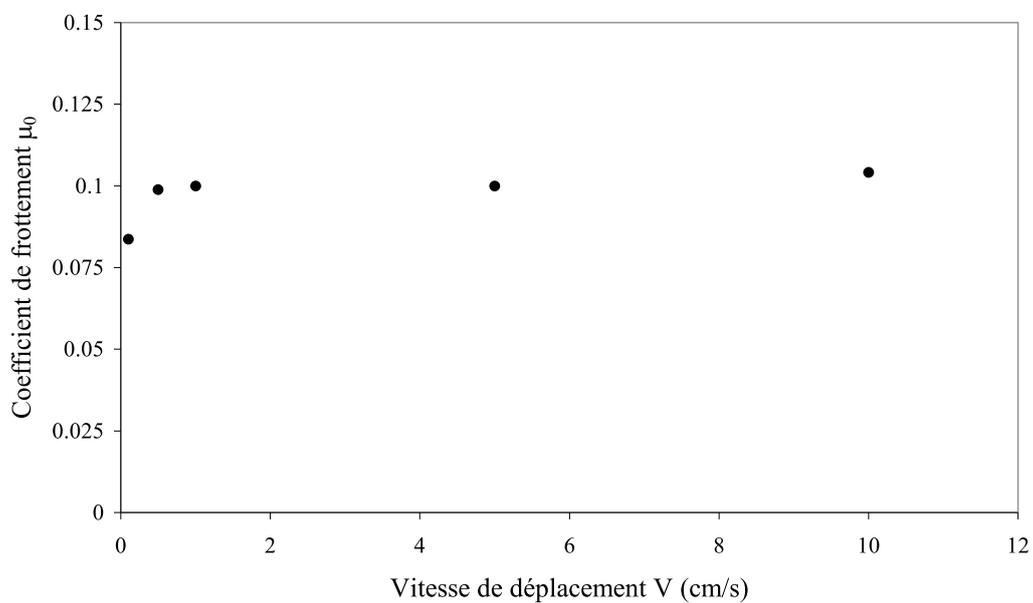


FIG. 2.25 – Evolution du coefficient de frottement  $\mu_0$  en fonction de la vitesse de déplacement de la règle.

particulière et un état de surface plus lisse. L'évolution de  $\mu_0$  avec la vitesse de déplacement de la règle s'explique par des arrachements particuliers locaux qui tendent à modifier l'état de surface du comprimé.

## 2.6 Mesure des paramètres élastiques des matériaux

La connaissance des constantes élastiques est d'un intérêt capital pour le calcul des structures. Dans le cas d'un solide élastique linéaire homogène et isotrope, deux coefficients indépendants  $E$  (module d'Young) et  $\nu$  (coefficient de Poisson) suffisent à caractériser le comportement du solide régi dans ce cas par la loi de Hooke :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \frac{1 + \nu}{E} \boldsymbol{\sigma} - \frac{\nu}{E} \text{Tr}(\boldsymbol{\sigma}) \mathbf{I} \quad (2.22)$$

où  $\boldsymbol{\varepsilon}$  et  $\boldsymbol{\sigma}$  sont respectivement le tenseur des déformations et le tenseur des contraintes de Cauchy. La détermination de ces paramètres est généralement réalisée à partir de méthodes statiques ou dynamiques. Le dispositif expérimental décrit et utilisé par la suite est basé sur la seconde méthode dont nous décrirons brièvement le principe général.

### 2.6.1 Dispositif expérimental et principe de l'essai

Le dispositif expérimental utilisé pour déterminer les paramètres élastiques de nos matériaux est un système de mesure *GrindoSonic* basé sur l'analyse de la réponse vibratoire à une excitation par choc. L'échantillon déformé par l'impulsion extérieure, oscille autour d'une position d'équilibre. Un détecteur piézo-électrique est utilisé pour capter la vibration mécanique qui est transformée en un signal électrique, amplifiée et analysée à partir du microprocesseur de l'appareil. Le programme EMOD permet ensuite de calculer avec précision les constantes élastiques à partir des données géométriques et des lectures précédentes.

L'équation du mouvement d'une poutre droite de masse volumique  $\rho$  en vibrations longitudinales est obtenue en écrivant la conservation de la quantité de mouvement d'une tranche d'élément de longueur  $dx$  pour lequel le comportement est supposé élastique de module d'Young  $E$  et conduit à :

$$\frac{E}{\rho} \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (2.23)$$

ou encore

$$\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \frac{1}{c_l} \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad \text{avec} \quad c_l = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (2.24)$$

Il s'agit d'une équation aux dérivées partielles (EDP) correspondant à une équation de propagation d'ondes longitudinales dans la poutre à la célérité  $c_l$ . La solution de l'équation peut être obtenue par séparations des variables et permet d'exprimer le module d'Young de la poutre en fonction de sa longueur  $l$  et de la fréquence de résonance d'amplitude  $N_m$  de l'harmonique de rang  $m$  de l'onde telle que :

$$N_m = \frac{m}{2l} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad \text{ou} \quad E = \frac{4l^2 \rho N_m^2}{m^2} \quad (2.25)$$

L'équation ainsi obtenue, qui suggère que le module d'Young est obtenu à partir de la mesure d'une fréquence, a été corrigée par GLANDUS [1981] qui introduit un terme correctif  $X$  fonction du coefficient de Poisson  $\nu$  du matériau et du facteur de forme de l'éprouvette  $\delta$  :

$$N_m = \frac{mX}{2l} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (2.26)$$

De cette façon, le calcul des deux modules  $E$  et  $\nu$  se ramène à la détermination de deux fréquences de résonances distinctes. Les solutions des problèmes de vibrations de structures n'ont été données à ce jour que pour quelques géométries simples, citons à ce titre, SPINNER [1961] pour les barreaux cylindrique et prismatique, GLANDUS [1981] pour les disques, DECNEUT [1970] pour les disques perforés destinés au calcul des meules abrasives.

### 2.6.2 Résultats expérimentaux

Une série de 6 essais a donc été réalisée sur des échantillons cylindriques de diamètre 45 mm et d'épaisseur 3 mm comprimés en matrice flottante à différentes densités. La Figure 2.26 présente l'évolution du module d'Young mesuré en fonction de la densité relative des échantillons.

On observe une évolution croissante du module d'Young en fonction de la densité des échantillons que l'on peut lisser à partir d'une méthode des moindres carrés en utilisant la fonction exponentielle :

$$E = E_0 + A \exp(B \times \rho) \quad (2.27)$$

avec  $E_0 = 10000.84$  MPa,  $A = 2.44 \cdot 10^{-11}$  MPa et  $B = 4.87 \text{ cm}^3/\text{g}$ .

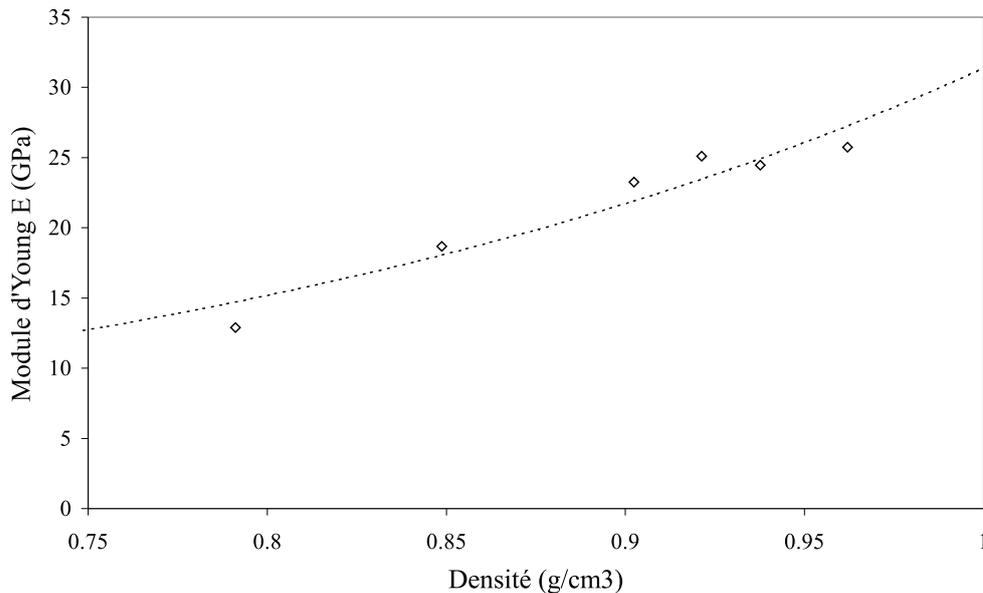


FIG. 2.26 – Evolution du module d'Young  $E$  en fonction de la densité relative des échantillons.

Le coefficient de Poisson  $\nu$  (Figure 2.27) semble diminuer avec la densité des échantillons. Sur la plage de densité testée, les valeurs obtenues sont relativement faibles et globalement le coefficient de Poisson est compris entre 0.11 et 0.07. On peut alors s'interroger sur la signification de valeur aussi faible notamment pour les échantillons les plus denses pour lesquels on s'attendrait à avoir une valeur plus proche de 0.3. En tout état de cause, ces résultats ne sont pas propre à la méthode dynamique dans la mesure où des résultats similaires ont été obtenus par RIERA [2000] sur des échantillons issus de la même nuance de poudre sollicités mécaniquement en compression simple. Nous n'avons néanmoins à l'heure aucune explication fondée sur de telles valeurs.

On notera que l'inconvénient majeur du dispositif expérimental utilisé, réside dans l'impossibilité de caractériser un matériau dont le module d'Young est dépendant de l'état de contrainte [PAVIER, 1998]. Nous utiliserons néanmoins ces résultats au cours de la simulation numérique de la compression d'une pièce de référence.

## 2.7 Conclusion

L'étude expérimentale que nous avons menée dans ce chapitre sur la poudre Distaloy AE a permis de rassembler un certain nombre d'information notamment sur les conditions experimen-

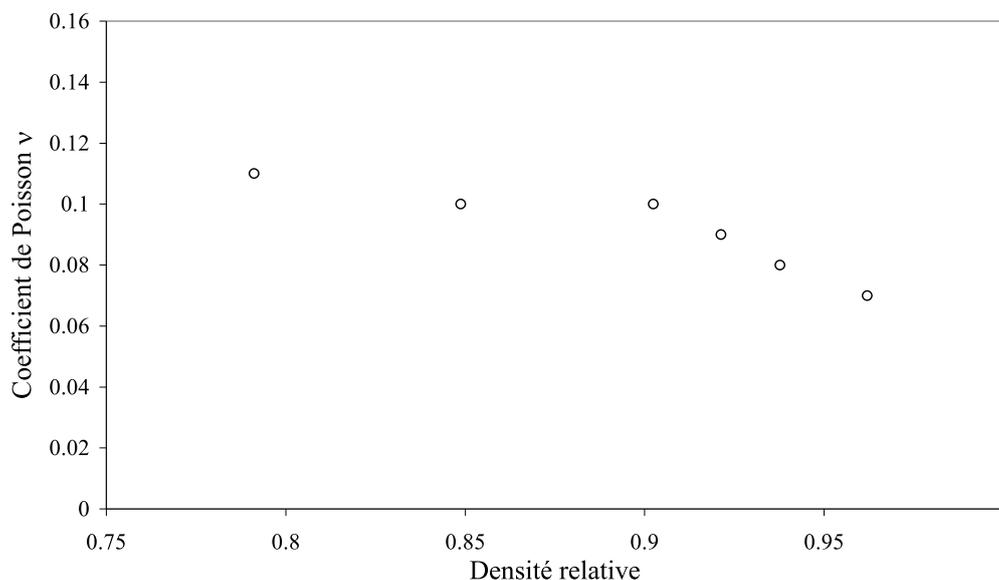


FIG. 2.27 – Evolution du coefficient de Poisson  $\nu$  en fonction de la densité relative des échantillons.

tales à adopter pour étudier le comportement intrinsèque du matériau.

L'essai de compression en matrice instrumentée a tout d'abord été étudié parce qu'il reflète le mieux possible le chargement mécanique que subit le matériau au cours de sa mise en forme. Nous avons montré que le comportement intrinsèque local peut s'exprimer à partir d'une loi donnant la densité moyenne en fonction de l'état de contrainte à mi-hauteur. L'étude de l'influence de la hauteur de poudre comprimée en matrice a montré que la méthode d'étalonnage conduisait à une incertitude relativement importante, estimée à 10%, sur la mesure de la contrainte radiale. Le dispositif de compression en matrice instrumentée a également été utilisé afin de fabriquer des échantillons destinés aux essais de compression simple et diamétrale. L'étude des facteurs géométriques des échantillons sollicités en compression simple a montré que l'élanement des spécimens était un paramètre influençant la valeur de la contrainte à la rupture. Il semble que la répartition non homogène des densités au sein des échantillons soit la principale cause de cette différence. D'autre part, le mode de lubrification adopté entre l'échantillon et les mors de la presse n'a aucune influence sur les valeurs de contraintes à la rupture. Enfin, l'essai de compression diamétrale est validé à partir du critère proposé par FAHAD [1996]. Le méplat qui se forme au niveau des surfaces de contact entre l'échantillon et les mors de la presse pendant la compression doit

rester inférieur à 0.2 fois le diamètre du spécimen. Deux essais complémentaires ont également été entrepris : un essai de frottement permettant d'étudier le comportement frottant d'un pion sur une règle en carbure de tungstène utilisé industriellement pour la fabrication des matrices et une mesure dynamique des paramètres élastiques du matériau.

Toutes ces données expérimentales vont maintenant être utilisées afin d'ajuster les paramètres du modèle retenus pour réaliser la simulation numérique de la compression d'une pièce industrielle. Néanmoins, avant d'aborder le chapitre suivant il nous semble nécessaire de faire quelques remarques afin de diriger les futures actions de recherche. Si l'on souhaite améliorer les moyens expérimentaux utilisés, le manque de mesures fiables aux plages de très faibles densités constitue incontestablement un point à aborder ultérieurement. Dans le cas propre à la poudre de fer Distaloy AE, de densité apparente  $\rho_0 = 3.10 \text{ g/cm}^3$ , les mesures obtenues en matrice instrumentée ne sont pas suffisamment précises en dessous de  $4.60 \text{ g/cm}^3$ . Pour les essais de compression simple et diamétrale, ces derniers ne sont réalisables que sur des échantillons dont la cohésion est suffisante pour être manipulée, soit une densité supérieure à  $5.20 \text{ g/cm}^3$ . D'autre part, l'étude de la décharge et de l'éjection des comprimés auxquelles aucune attention particulière n'a été consacré ici, sont également des étapes importantes du procédé. Au cours de ces opérations où l'échantillon se déforme élastiquement et/ou plastiquement dans un sens perpendiculaire à celui de l'axe de compression, nous ne disposons d'aucun dispositif permettant de réaliser avec précision ces mesures "radiales". Pourtant des moyens existent, nous pensons en particulier à des méthodes d'observations à partir d'une caméra, et permettraient d'obtenir des informations cruciales pour optimiser le procédé.

## Chapitre 3

# Simulation numérique d'une pièce de référence

### Sommaire

---

<b>3.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>58</b>
<b>3.2</b>	<b>Présentation et identification des paramètres du modèle</b>	<b>58</b>
3.2.1	Modèle de Drucker-Prager/Cap dans ABAQUS	58
3.2.2	Identification des paramètres du modèle	61
<b>3.3</b>	<b>Simulation de la compression d'une pièce de référence</b>	<b>66</b>
3.3.1	Géométrie et cinématique de compression	66
3.3.2	Maillage et paramètres de calcul	69
3.3.3	Analyse des résultats des simulations	71
3.3.4	Discussion des résultats	73
<b>3.4</b>	<b>Conclusion</b>	<b>74</b>

---

## 3.1 Introduction

Les lois de comportement utilisées pour simuler le procédé de mise en forme des poudres métalliques sont fréquemment empruntées à celles de la mécanique des sols en raison de certaines similitudes des matériaux étudiés. Il est généralement admis que le comportement des poudres pendant la compression à froid en matrice est un comportement élastoplastique. A l'heure actuelle, bon nombre de modèles plus ou moins compliqués sont utilisés pour simuler la compression en matrice des poudres métalliques. Une description exhaustive de quelques uns d'entre eux est présentée par COCCOZ [1995], MOSBAH [1995], BONNEFOY [2001]. Dans le cadre du programme de recherche MC<sup>2</sup>, le critère de choix du modèle relevait de plusieurs impératifs :

- une capacité du modèle à décrire le comportement des poudres observé expérimentalement,
- une implantation des équations constitutives dans le code si possible déjà existante,
- un nombre de paramètres à identifier minimal.

Le modèle de Drucker-Prager/Cap s'est avéré être le modèle présentant le meilleur compromis parmi ces critères. La version qui a été utilisée pour simuler une pièce industrielle de référence est celle du code de calcul par éléments finis ABAQUS explicit (version 5.8). Les paramètres nécessaires au bon déroulement du calcul ont été identifiés à partir des résultats de la caractérisation expérimentale du Chapitre 2. La simulation numérique de la compression porte sur une pièce qui a été fabriquée par la société FEDERAL MOGUL.

## 3.2 Présentation et identification des paramètres du modèle

### 3.2.1 Modèle de Drucker-Prager/Cap dans ABAQUS

La représentation du modèle de Drucker-Prager/Cap est généralement faite dans le plan des contraintes isotrope  $p$  et déviatoire  $q$ . La contrainte isotrope  $p$  également dite contrainte hydrostatique ou moyenne peut être reliée au premier invariant  $I_1$  du tenseur  $\boldsymbol{\sigma}$  des contraintes de Cauchy selon :

$$I_1 = \text{tr}(\boldsymbol{\sigma}) = 3p \tag{3.1}$$

La contrainte déviatoire  $q$  vient de la décomposition du tenseur  $\boldsymbol{\sigma}$  en ses parties dites sphérique et déviatorique de telle sorte que :

$$\boldsymbol{\sigma} = \underbrace{\frac{1}{3} \text{tr}(\boldsymbol{\sigma}) \mathbf{I}}_{\text{Partie sphérique}} + \underbrace{\mathbf{s}}_{\text{Partie déviatorique}} \quad (3.2)$$

où  $\mathbf{s}$  est le tenseur déviateur. Par suite, la contrainte déviatoire  $q$  est définie à partir du second invariant  $J_2$  du tenseur déviateur  $\mathbf{s}$  selon :

$$q = \sigma_{eq} = (3J_2)^{\frac{1}{2}} \quad \text{avec} \quad J_2 = \frac{1}{2} \text{tr}(\mathbf{s}^2) \quad (3.3)$$

où  $\sigma_{eq}$  est la contrainte équivalente de von Mises. La surface de charge du modèle est basée sur l'association d'une surface de charge de forme elliptique dite "Cap" et de la droite de rupture de Drucker-Prager. Sa représentation est présentée sur la Figure 3.1.

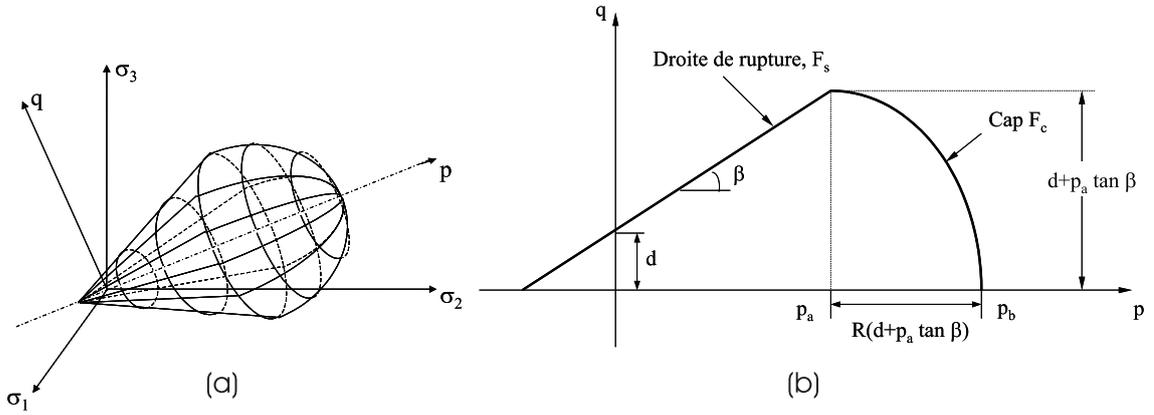


FIG. 3.1 – Surface de charge du modèle de Drucker-Prager/Cap, (a) : dans l'espace des contraintes principales, (b) : dans le plan des contraintes isotrope  $p$  et déviatoire  $q$ .

La fonction de charge de la droite de rupture s'exprime en fonction de la pression hydrostatique  $p$  et de la contrainte déviatoire  $q$  sous la forme :

$$F_s = q - p \tan \beta - d = 0 \quad (3.4)$$

où  $\beta$  est l'angle de frottement interne du matériau et  $d$  sa cohésion. L'équation du Cap est :

$$F_c = \sqrt{[p - p_a]^2 + \left[ \frac{Rq}{(1 + \alpha - \alpha/\cos \beta)} \right]^2} - R(d + p_a \tan \beta) = 0 \quad (3.5)$$

où  $R$  est l'excentricité de l'ellipse,  $p_a$  et  $p_b$  les pressions hydrostatiques aux intersections respectives de l'ellipse avec la droite de rupture et de l'axe de pression hydrostatique. Enfin  $\alpha$

est un paramètre nécessaire au traitement particulier des intersections entre les deux surfaces de charge, notamment en raison de la transition brusque du comportement rendant le traitement numérique délicat et source d'instabilité. Les paramètres  $p_a$  et  $p_b$  ne sont pas indépendants et sont reliés par l'équation :

$$p_a = \frac{p_b - Rd}{(1 + R \tan \beta)} \quad (3.6)$$

ce qui réduit le nombre de paramètres du modèle à identifier à **4 paramètres indépendants** :  $d, \beta, p_b$  et  $R$  exprimés en fonction de la variable d'érouissage, qui est supposée être la déformation volumique plastique  $\varepsilon_{vol}^{pl}$ . L'écoulement plastique est défini de telle sorte que la loi d'écoulement est associée sur le Cap et non-associée sur la droite de rupture et la région de transition. La surface potentielle (Figure 3.2) du modèle est décrite par deux surfaces potentielles de forme elliptique d'équation :

$$G_c = \sqrt{[p - p_a]^2 + \left[ \frac{Rq}{(1 + \alpha - \alpha/\cos \beta)} \right]^2} \quad (3.7)$$

pour la région du Cap et telle que :

$$G_s = \sqrt{[(p_a - p) \tan \beta]^2 + \left[ \frac{q}{(1 + \alpha - \alpha/\cos \beta)} \right]^2} \quad (3.8)$$

pour la composante non-associée, régions de la droite de rupture et de transition.

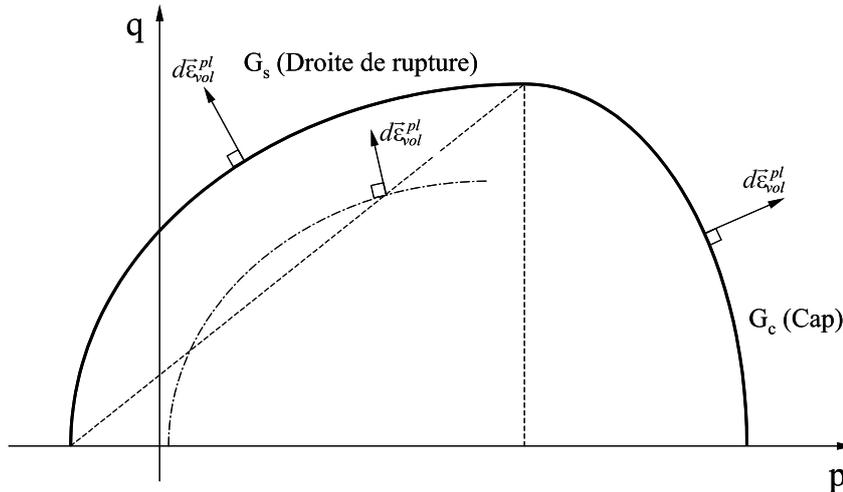


FIG. 3.2 – Surfaces potentielles du modèle de Drucker-Prager/Cap.

### 3.2.2 Identification des paramètres du modèle

La caractérisation expérimentale de la poudre de fer Distaloy AE a permis de constituer une base de données relativement conséquente sur les propriétés mécaniques du matériau. Nous allons l'utiliser maintenant afin de déterminer les 4 paramètres  $d$ ,  $\beta$ ,  $p_b$  et  $R$  du modèle. La procédure expérimentale adoptée consiste à utiliser :

- les résultats des essais de compression simple et diamétrale pour déterminer les paramètres de la droite de rupture,
- les résultats de l'essai de compression en matrice instrumentée pour identifier les paramètres de la surface de charge (Cap).

Pour utiliser les résultats de la base de données sur le modèle de Drucker-Prager/Cap, il est nécessaire tout d'abord d'opérer un changement de base de représentation. En effet, les résultats exprimés jusqu'à présent dans l'espace des contraintes principales doivent désormais être représentés dans le plan des contraintes isotrope  $p$  et déviatoire  $q$ . En utilisant les expressions 3.1 et 3.3, les résultats de chacun des trois essais s'expriment dans le nouveau plan  $(p,q)$  de la façon indiquée dans le Tableau 3.1.

Essai de compression simple	Essai de compression diamétrale	Essai de compression en matrice instrumentée
$p = \frac{\sigma_u}{3}$	$p = \frac{2}{3}\sigma_0$	$p = \frac{\sigma_z(\frac{H}{2}) + 2\sigma_r(\frac{H}{2})}{3}$
$q = \sigma_u$	$q = \sqrt{13}\sigma_0$	$q = \left  \sigma_z\left(\frac{H}{2}\right) - \sigma_r\left(\frac{H}{2}\right) \right $

TAB. 3.1 – Expression des résultats des essais de compression simple, diamétrale et en matrice instrumentée dans le plan des contraintes  $(p, q)$ .

A partir des résultats de ce tableau, on montre que les contraintes à la rupture des essais de compression simple et diamétrale se situent sur des droites dont les pentes avec l'axe des contraintes isotropes  $p$  sont respectivement de 3 et  $\frac{3\sqrt{13}}{2}$ . La Figure 3.3 sur laquelle nous avons reporté les résultats des trois essais, présente schématiquement la méthode d'identification des paramètres. On constate tout d'abord que les résultats des essais de compression simple et diamétrale, nous permettent de définir complètement les deux paramètres  $d$  et  $\beta$  puisque pour deux points d'une même densité (A et B sur la Figure 3.3) passent une droite unique.

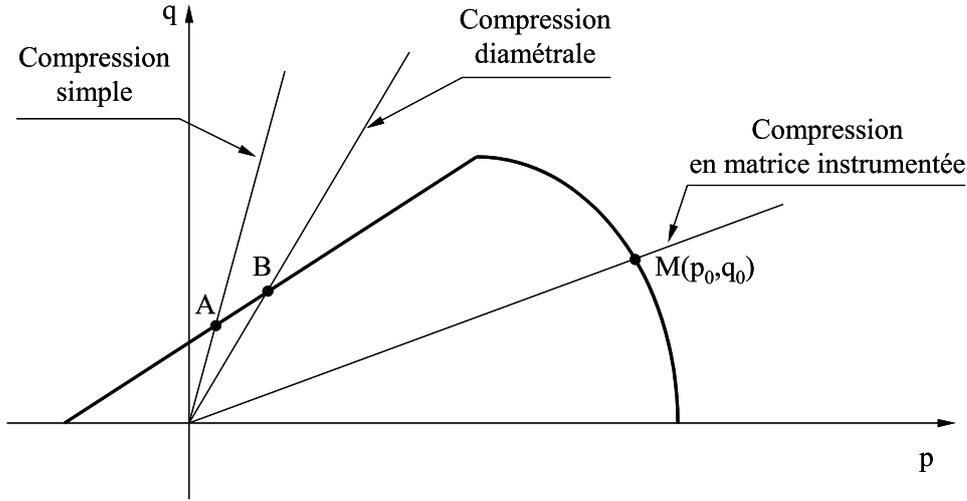


FIG. 3.3 – Représentation schématique du principe de l'identification des paramètres du modèle.

Les évolutions de l'angle  $\beta$  entre la droite de rupture et l'axe des contraintes isotropes  $p$  ainsi que celle de la cohésion  $d$ , ordonnée à l'origine, sont données sur la Figure 3.4. On note que l'angle  $\beta$  tend à diminuer avec la déformation volumique plastique mais que son amplitude varie que faiblement ( $71.4^\circ$  à  $\varepsilon_{vol}^{pl} = 0.45$  pour  $69.5^\circ$  à  $\varepsilon_{vol}^{pl} = 0.85$ ).

D'autre part, le paramètre  $d$  évolue de façon exponentielle avec la déformation volumique plastique de façon similaire aux contraintes à la rupture des essais qui ont servi à l'identifier. Les Equations 3.9 et 3.10, dont une représentation est donnée sur la Figures 3.4, sont utilisées pour extrapoler les données aux plages de faibles densités. Elles sont exprimées en fonction de la densité  $\rho$  du matériau de telle sorte que :

$$\beta = A\rho + B \quad (3.9)$$

avec  $A = -0.76^\circ \cdot \text{g/cm}^3$ ,  $B = 75.05^\circ$  et :

$$d = C \exp(D\rho) \quad (3.10)$$

où  $C = 2.1410^{-4}$  MPa et  $D = 1.64 \text{cm}^3/\text{g}$ . L'expression de la densité  $\rho$  en fonction de la variable d'écroutissage  $\varepsilon_{vol}^{pl}$  est obtenue à partir de l'équation :

$$\varepsilon_{vol}^{pl} = \ln\left(\frac{\rho}{\rho_0}\right) \quad (3.11)$$

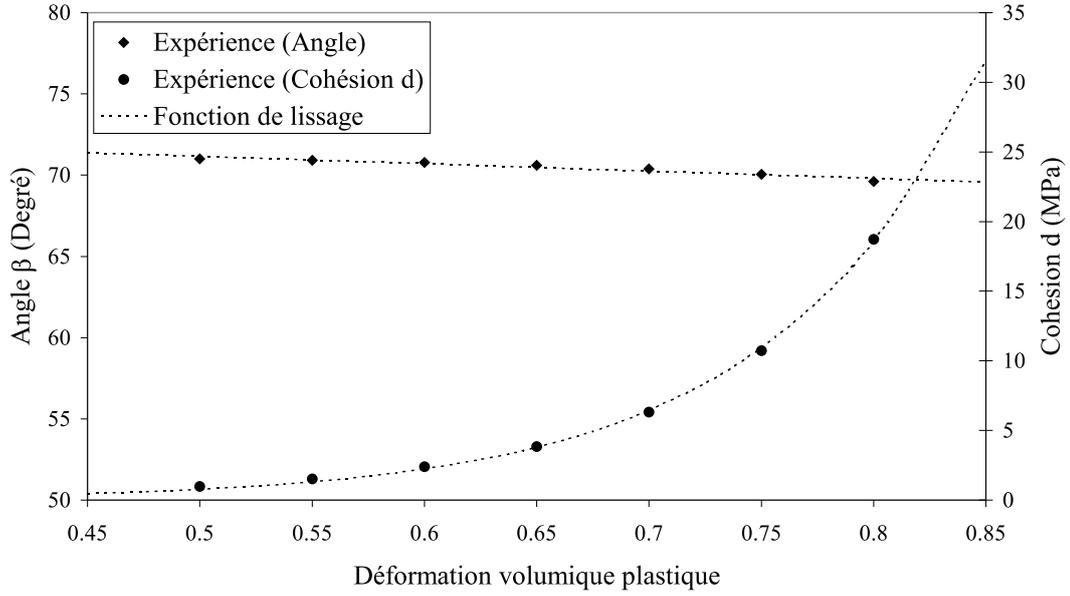


FIG. 3.4 – Evolution des paramètres  $d$  et  $\beta$  en fonction de la déformation volumique plastique  $\epsilon_{vol}^{pl}$ .

où  $\rho_0$  est la densité apparente de la poudre égale dans le cas du Distaloy AE à  $3.10 \text{ g/cm}^3$ . On notera que les fonctions utilisées permettent de décrire de façon très satisfaisante les évolutions de chacun des deux paramètres.

Pour obtenir les deux paramètres  $R$  et  $p_b$  de la surface Cap, on écrit que pour une densité donnée, le point  $M(p_0, q_0)$  sur la Figure 3.3, se trouve sur l'ellipse de telle sorte que <sup>7</sup> :

$$(p_0 - p_a)^2 + (Rq_0)^2 - R^2 (d + p_a \tan \beta)^2 = 0 \quad (3.12)$$

Malheureusement, cette seule équation ne suffit pas si l'on souhaite identifier de façon univoque chacun des deux paramètres. Il est nécessaire d'introduire une équation supplémentaire. Celle-ci est obtenue en considérant que le vecteur incrément de déformation plastique  $d\vec{\epsilon}^{pl}$  perpendiculaire à la surface potentielle l'est également à la surface de charge dans la mesure où les deux surfaces sont confondues. De manière analogue à la décomposition opérée sur le tenseur des contraintes en une partie sphérique et déviatorique, il est possible de projeter le vecteur  $d\vec{\epsilon}^{pl}$

<sup>7</sup>Dans cette écriture, pour simplifier les calculs, le paramètre  $\alpha$  est considéré comme nul, cette simplification ne changeant pas les résultats obtenus.

dans le plan  $(\varepsilon_p, \varepsilon_q)$  superposable au plan  $(p, q)$  en une composante volumique notée  $d\vec{\varepsilon}_{vol}^{pl}$  ou  $d\vec{\varepsilon}_p^{pl}$  et une composante déviatoire  $d\vec{\varepsilon}_q^{pl}$  suivant :

$$d\vec{\varepsilon}_p^{pl} = 2d\vec{\varepsilon}_r^{pl} + d\vec{\varepsilon}_z^{pl} \quad (3.13)$$

et

$$d\vec{\varepsilon}_q^{pl} = 2d\vec{\varepsilon}_r^{pl} + d\vec{\varepsilon}_z^{pl} \quad (3.14)$$

où  $d\vec{\varepsilon}_r^{pl}$  est l'incrément de déformation radiale et  $d\vec{\varepsilon}_z^{pl}$  est l'incrément de déformation axiale dans la base  $(\vec{e}_r, \vec{e}_\theta, \vec{e}_z)$  de  $\mathbf{R}^3$ . Si l'on considère que dans le cas d'une compression en matrice, l'incrément de déformation radiale  $d\vec{\varepsilon}_r^{pl}$  est négligeable devant celui de déformation axiale  $d\vec{\varepsilon}_z^{pl}$ , on peut écrire :

$$\frac{d\vec{\varepsilon}_q^{pl}}{d\vec{\varepsilon}_p^{pl}} = \frac{2}{3} \quad (3.15)$$

L'Equation 3.15 traduit le fait que la pente de la normale à l'ellipse est égale à  $\frac{2}{3}$  au point  $M(p_0, q_0)$  ou encore que la tangente<sup>8</sup> à l'ellipse en ce même point a pour pente  $-\frac{3}{2}$  soit :

$$\frac{p_0 - p_a}{R^2 q_0} = \frac{3}{2} \quad (3.17)$$

La combinaison des Equations 3.12 et 3.15 conduit au polynôme du second degré :

$$ap_a^2 + bp_a + c = 0 \quad (3.18)$$

avec  $a = \frac{2 \tan^2 \beta}{3q_0}$ ,  $b = \frac{4d \tan \beta}{3q_0} + 1$  et  $c = \frac{2d^2}{3q_0} - \frac{2}{3}q_0 - p_0$  dont la résolution usuelle à partir du calcul du discriminant permet de soulever l'indétermination des paramètres  $p_a$ ,  $R$  et par suite  $p_b$  avec l'Equation 3.6. La Figure 3.5 présente l'évolution des paramètres  $R$  et  $p_b$  en fonction de la déformation volumique plastique  $\varepsilon_{vol}^{pl}$ .

On constate une évolution croissante de chacun des deux paramètres avec la déformation volumique plastique. Les fonctions adoptées pour lisser les valeurs expérimentales sont des fonctions exponentielles d'équations :

---

<sup>8</sup>L'équation de la tangente en  $M_0$  de coordonnées  $(x_0, y_0)$  d'une courbe implicite définie par  $F(x, y)$  ( $F$  de classe  $\mathcal{C}^1$ ,  $\frac{\partial f}{\partial x}(x_0, y_0)$  et  $\frac{\partial f}{\partial y}(x_0, y_0)$  non simultanément nuls) est telle que :

$$\frac{\partial f}{\partial x}(x_0, y_0) \cdot (x - x_0) + \frac{\partial f}{\partial y}(x_0, y_0) \cdot (y - y_0) = 0 \quad (3.16)$$

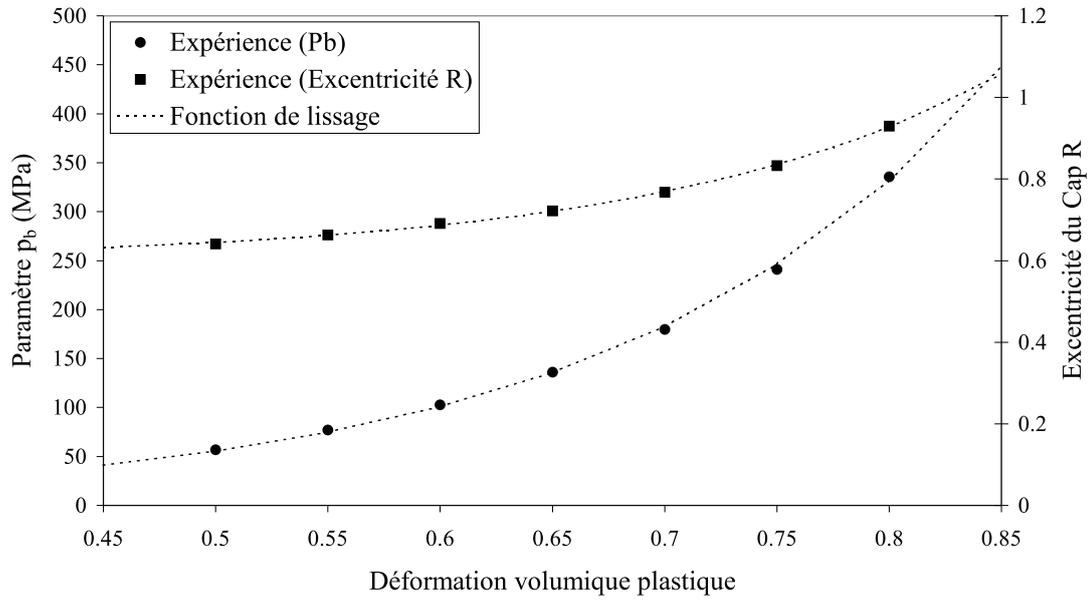


FIG. 3.5 – Evolution des paramètres  $p_b$  et  $R$  en fonction de la déformation volumique plastique  $\epsilon_{vol}^{pl}$ .

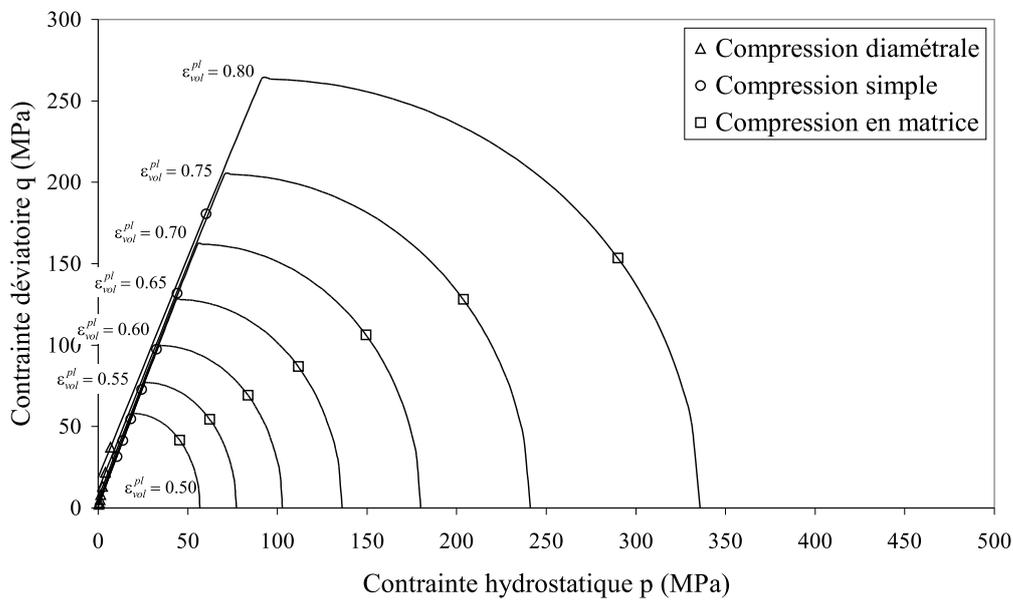


FIG. 3.6 – Représentation de quelques surfaces de charge obtenues à partir des essais de compression diamétrale, simple et en matrice.

$$p_b = E \exp(F\rho) \quad (3.19)$$

avec  $E = 0.45$  MPa et  $F = 0.95$  cm<sup>3</sup>/g et :

$$R = R_0 + G \exp\left(-\frac{\rho}{n}\right) \quad (3.20)$$

où  $R_0 = 0.57$ ,  $G = 6.37 \cdot 10^{-4}$  et  $n = -1.09$ .

La Figure 3.6 donne une représentation de quelques surfaces de charge dans le plan  $p - q$  des contraintes obtenues à partir des résultats de la caractérisation expérimentale.

### 3.3 Simulation de la compression d'une pièce de référence

Dans ce paragraphe, nous allons essayer de montrer les capacités du modèle à décrire les transferts de poudre lors de la compression, la répartition des densités au sein de la pièce à cru ainsi que les efforts exercés sur l'outillage. Pour atteindre cet objectif, une pièce axisymétrique de référence nommée '*Slopping Upper Punch*' a été fabriquée par la société Federal Mogul Technology. Les résultats de deux simulations effectués à partir des paramètres identifiés précédemment seront analysés et comparés à des mesures expérimentales.

#### 3.3.1 Géométrie et cinématique de compression

La pièce de référence étudiée est une pièce axisymétrique fabriquée industriellement avec un outillage relativement complexe présenté sur la Figure 3.7. Cet outillage se compose d'un poinçon supérieur (UP)<sup>9</sup>, d'un noyau (CR), d'un poinçon intérieur bas (LIP), d'un poinçon extérieur bas (LOP) et d'une matrice (DIE). L'intérêt essentiel de la pièce repose sur l'existence d'un décrochement dans la géométrie du poinçon supérieur en contact avec la poudre. Ainsi les deux colonnes sous-jacentes ne subissent pas la même réduction de volume au cours de la compression, ce qui génère des écoulements de poudre d'une colonne à l'autre. La Figure 3.8 présente la cinématique de l'outillage qui a été enregistrée lors de la compression de la pièce en milieu industriel. On constate que les outils ont un mouvement vertical descendant, excepté le poinçon extérieur bas qui est maintenu fixe.

---

<sup>9</sup>Pour simplifier l'appellation de chacun des outils, nous utiliserons à chaque fois que possible les initiales de la désignation anglophone, UP : Upper Punch, CR : Core Rod, LIP : Lower Inner Punch, LOP : Lower Outer Punch ...

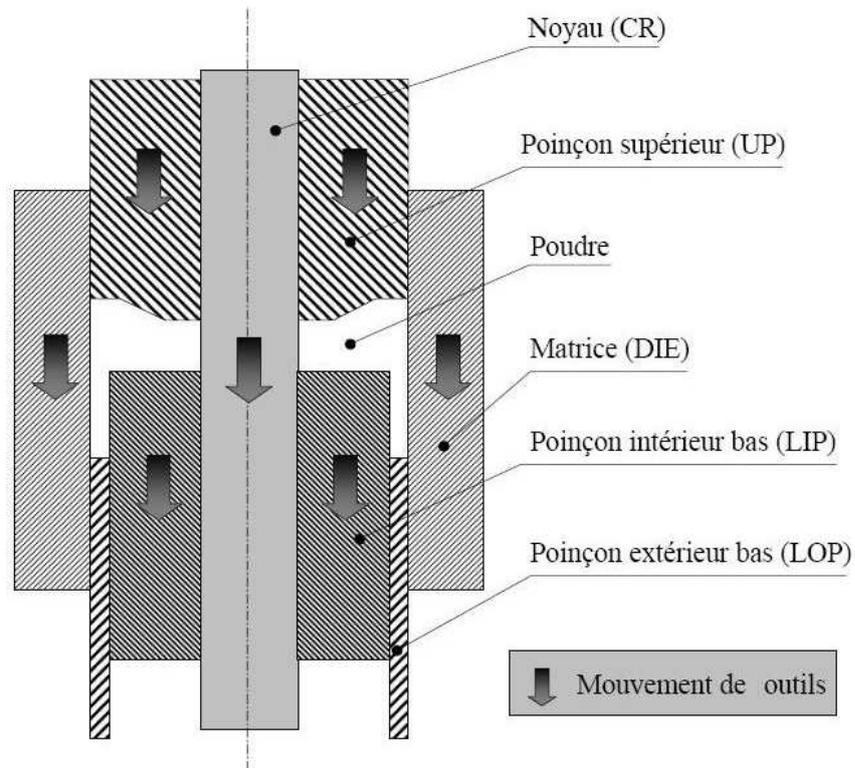


FIG. 3.7 – Outillage de compression de la pièce de référence 'Sloping Upper Punch'.

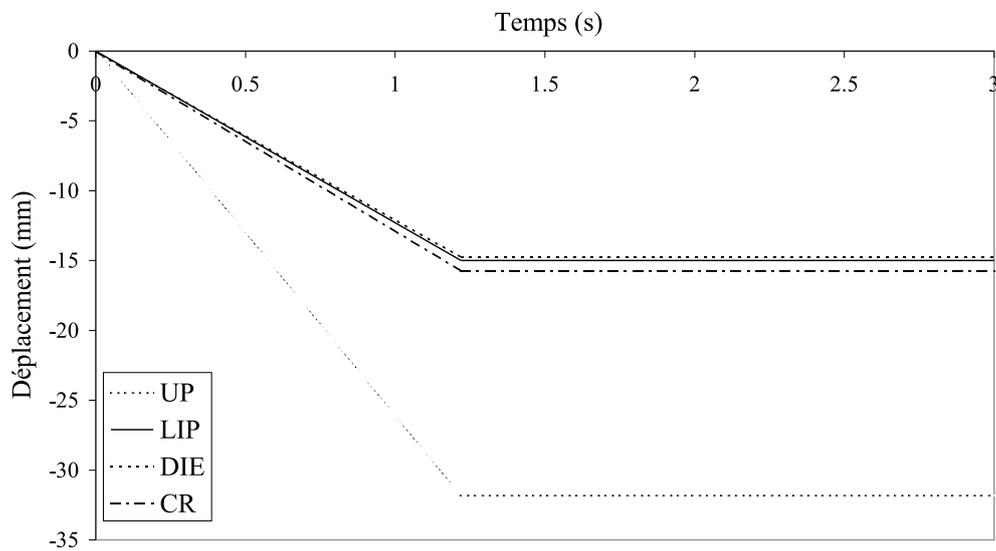


FIG. 3.8 – Cinématique de compression de la pièce de référence 'Sloping Upper Punch' obtenue à partir de l'enregistrement en milieu industriel.

Pour étudier et mettre en évidence numériquement le transfert de poudre, deux cinématiques de compression ont été définies. Nous avons en particulier considéré les deux cas présentés sur la Figure 3.9.

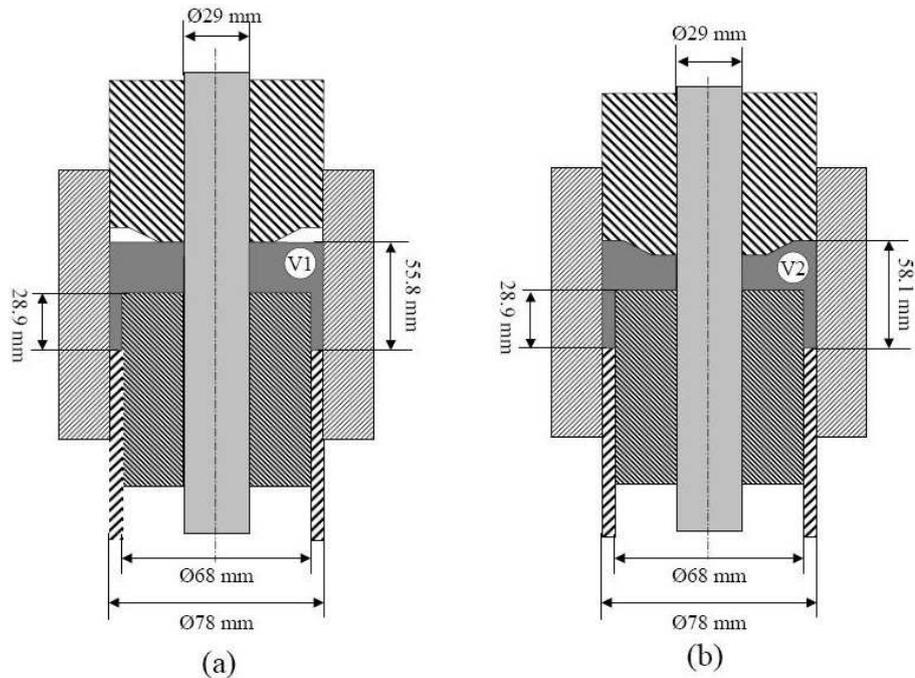


FIG. 3.9 – Configuration de simulation de la compression de la pièce de référence 'Sloping Upper Punch' (Volume  $V1$  de poudre : configuration (a) = Volume  $V2$  de poudre : configuration (b)).

La Figure 3.9 (a) présente la configuration la plus réaliste. La poudre de volume  $V1$  présente une surface libre araser par le passage du sabot lors du remplissage. Nous avons considéré une configuration différente présentée sur la Figure 3.9 (b). Celle-ci correspond au cas où le volume  $V2$  de poudre est en contact direct avec l'outillage. Ce volume  $V2$  a été définie de manière à ce que la densité finale de la pièce à vert soit identique pour chacune des deux configurations (a) et (b). Comme la masse initiale de poudre est identique, les volumes  $V1$  et  $V2$  sont égaux. Néanmoins les amplitudes de déplacement des outils sont différentes. Elles sont données pour chacune des deux approches (a) et (b) dans le Tableau 3.2. Les valeurs reportées tiennent compte de la déformation élastique des outils, cette dernière ayant été mesurée lors de la compression de la pièce en milieu industriel. La durée de la compression est de 1.22 s pour chacune des deux simulations.

Configuration	Déplacement UP (mm)	Déplacement LIP (mm)	Déplacement DIE (mm)	Déplacement CR (mm)
(a)	-33.09	-15.21	-14.75	-15.75
(b)	-29.89	-15.21	-14.75	-15.75

TAB. 3.2 – Déplacement des outils lors de la compression de la pièce de référence.

### 3.3.2 Maillage et paramètres de calcul

Le maillage de la pièce 'Sloping Upper Punch' pour chacune des deux configurations (a) et (b) est représenté sur la Figure 3.10.

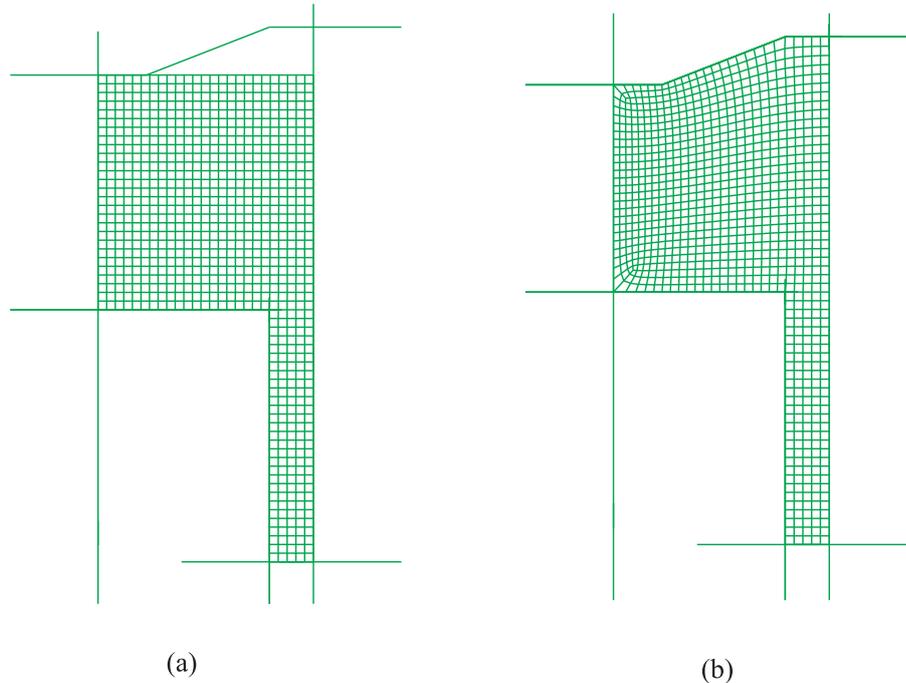


FIG. 3.10 – Maillage de la pièce de référence 'Sloping Upper Punch' pour chacune des deux configurations (a) et (b).

Pour des raisons de symétrie, seulement une moitié de la pièce est simulée. Le maillage est réalisé dans les deux cas à partir d'éléments de type 'CAX4R', axisymétriques à quatre nœuds et à un point d'intégration. Il comporte environ 800 éléments répartis de manière uniforme sur l'ensemble de la géométrie. Les outils sont modélisés par des éléments rigides auxquels est affecté

un noeud de référence nécessaire à la définition des amplitudes de déplacement. Ce choix présente l'avantage d'alléger considérablement les temps de calcul, le code n'ayant pas à gérer le maillage et le comportement mécanique de l'outillage. L'option de maillage adaptatif disponible au sein du code est utilisée de manière à réduire les distorsions trop importantes de certains éléments. Afin d'accélérer la vitesse du calcul, l'option de "mass scaling" a été utilisée avec un facteur de 2000 pour chacune des deux simulations. Cette option permet d'accroître de manière virtuelle la masse de la pièce, d'augmenter le pas de temps et de réduire le nombre d'incrément à effectuer pour réaliser le calcul. Les déplacements des outils sont réalisés à vitesse constante. Les paramètres matériaux utilisés pour les deux simulations, sont rassemblés dans le Tableau 3.3.

<b>Module d'Young <math>E</math></b>	$E = E_0 + A \exp(B \times \rho)$	$E_0 = 10000.84 \text{ MPa},$ $A = 2.44 \cdot 10^{-11} \text{ MPa},$ $B = 4.87 \text{ cm}^3/\text{g}$
<b>Coefficient de Poisson <math>\nu</math></b>	Constant	0.3
<b>Angle <math>\beta</math></b>	$\beta = A\rho + B$	$A = -0.76^\circ \cdot \text{g}/\text{cm}^3,$ $B = 75.05^\circ$
<b>Cohésion <math>d</math></b>	$d = C \exp(D\rho)$	$C = 2.14 \cdot 10^{-4} \text{ MPa},$ $D = 1.64 \text{ cm}^3/\text{g}$
<b>Paramètre <math>p_b</math></b>	$p_b = E \exp(F\rho)$	$E = 0.45 \text{ MPa},$ $F = 0.95 \text{ cm}^3/\text{g}$
<b>Excentricité <math>R</math></b>	$R = R_0 + G \exp\left(-\frac{\rho}{n}\right)$	$R_0 = 0.57, G = 6.37 \cdot 10^{-4},$ $n = -1.09$
<b>Coefficient de frottement <math>\mu</math></b>	Constant	0.10

TAB. 3.3 – Récapitulatif des paramètres matériaux utilisés lors des deux simulations.

Le frottement du matériau sur les outils a été modélisé à partir d'une loi de Coulomb. La valeur du coefficient de frottement est obtenue à partir des résultats de la caractérisation expérimentale et notamment des essais de frottement. Une valeur de  $\mu = 0.10$  est utilisée pour chacune des deux simulations, le code de calcul n'offrant la possibilité de considérer qu'un coefficient constant. La densité initiale considérée, issue du rapport de la masse de la pièce (473.4 g) et du volume initial de poudre ( $V_0 = 144 \text{ cm}^3$ ), est de  $3.28 \text{ g}/\text{cm}^3$ .

### 3.3.3 Analyse des résultats des simulations

La Figure 3.11 présente les distributions de densité issues respectivement des deux simulations (a) et (b). La comparaison de chacune des deux cartes ne met pas en évidence de différences notables.

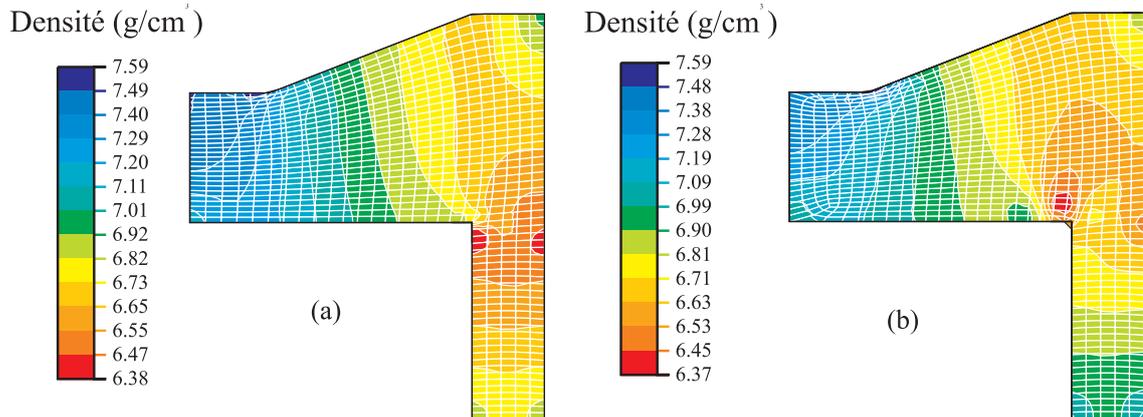


FIG. 3.11 – Distribution de densité au sein de la pièce de référence 'Sloping Upper Punch' pour chacune des deux simulations (a) et (b).

Dans les deux cas, la partie centrale de la pièce est plus densifiée que la partie externe en raison de la différence des réductions de volume. L'analyse de l'évolution des lignes d'iso-densités, montre une faible tendance à un écoulement de matière du centre de la pièce vers l'extérieur.

La Figure 3.12 présente de manière plus concrète l'écart entre les densités simulées et les mesures expérimentales. Ces dernières ont été réalisées en mesurant la masse et le volume utilisant le principe d'Archimède de différents morceaux de la pièce industrielle. Celle-ci a tout d'abord été coupée en deux, une moitié servant à calculer la densité moyenne totale, l'autre ayant subi 4 sections d'égal volume. La moyenne des mesures réalisées sur chacune de ces 4 portions et pour les 3 régions A, B et C (Figure 3.12) a été ensuite calculée. Les résultats obtenus sur la pièce fabriquée en milieu industriel montrent tout d'abord que la partie centrale de la pièce est moins dense que sa périphérie. La comparaison entre ces mesures expérimentales et les résultats de la simulation numérique met en évidence des écarts relativement importants puisque l'erreur maximale commise est de 6.5%. Pour apporter une explication à ces résultats, il semble intéressant d'étudier les chemins de contraintes suivis par différents éléments au cours de la compression en différents endroits de la pièce.

La Figure 3.13 montre qu'aux exceptions des éléments n°1 et n°2, les autres éléments suivent

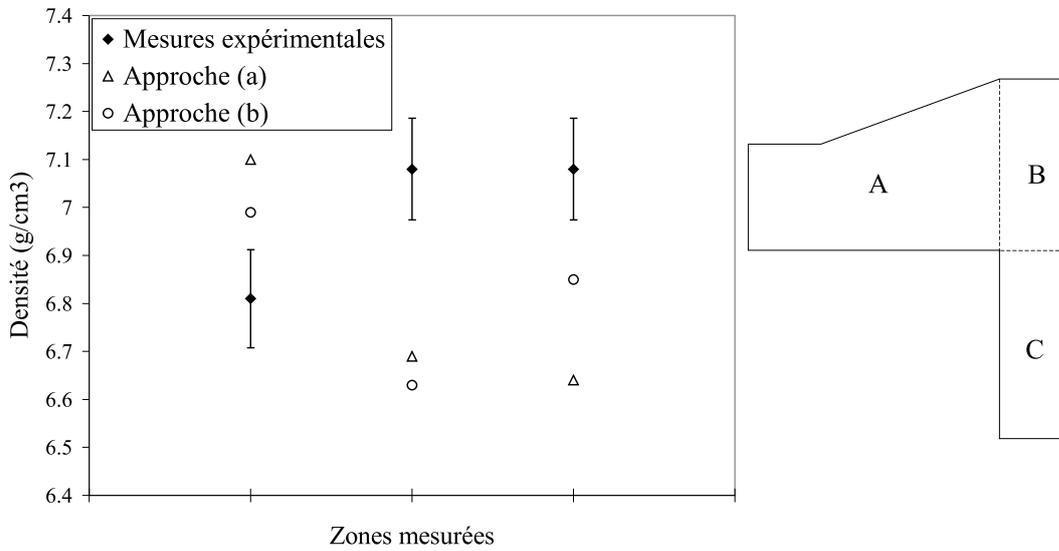


FIG. 3.12 – Comparaison entre densités numériques et expérimentales au sein de la pièce de référence 'Sloping Upper Punch'.

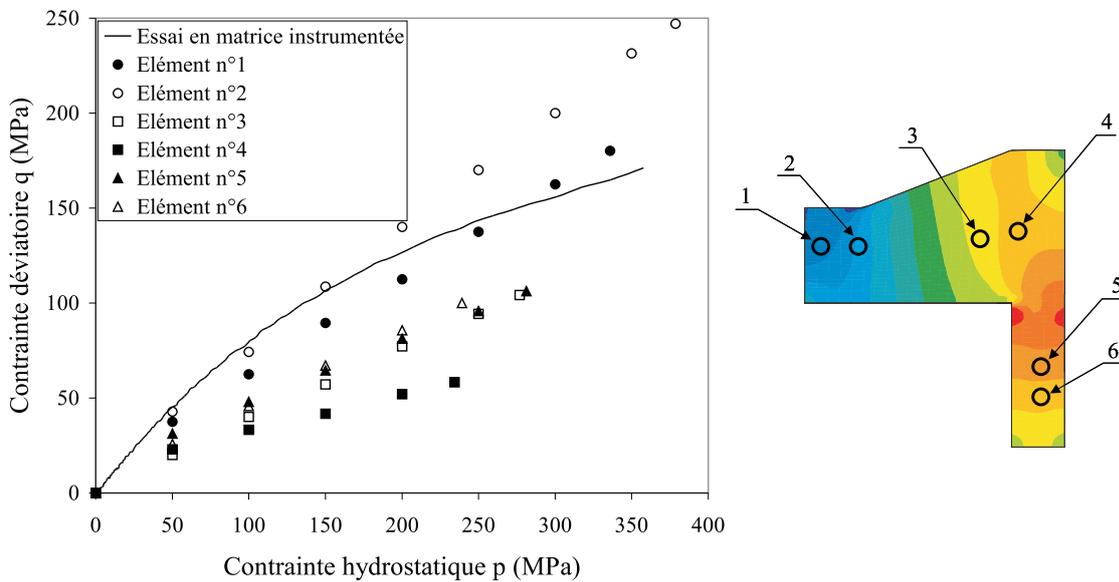


FIG. 3.13 – Chemins de contraintes suivis au cours de la compression par différents éléments de la pièce de référence 'Sloping Upper Punch'.

un chemin relativement différent de celui qui a été utilisé pour identifier les paramètres  $p_b$  et  $R$  du modèle, à savoir l'essai de compression en matrice instrumentée.

### 3.3.4 Discussion des résultats

Les écarts relativement importants entre les résultats numériques et expérimentaux tant en terme de répartitions de densité que d'efforts, nous amènent à discuter l'origine de ces divergences. La précision et par conséquent la fiabilité de nos résultats aux plages de faibles densités est un point sur lequel nous pouvons émettre un doute. En effet, comme nous l'avons mentionné dans la conclusion du chapitre 2, les mesures issues de l'essai de compression instrumentée sont très bruitées en dessous d'une densité égale à  $4.60 \text{ g/cm}^3$ . D'autre part, la réalisation des essais de compression simple et diamétrale qui ne peut se faire que sur des échantillons dont la cohésion doit être suffisante pour pouvoir les manipuler, permet d'obtenir des mesures qu'à partir d'une densité de  $5.20 \text{ g/cm}^3$ . Hors c'est très certainement au premier instant de la compression que les transferts de poudre sont les plus importants. Ce manque d'information sur le comportement du matériau de sa densité initiale à une densité d'environ  $5 \text{ g/cm}^3$  est très certainement à l'origine de la mauvaise prédiction de la répartition des densités au sein de la pièce. Si l'on se réfère aux résultats obtenus par ALVAIN [2001], la démarche expérimentale semble jouer un rôle important sur les résultats de la simulation. Ce dernier a en effet constaté des résultats divergents suivant qu'il simulait la compression d'une pièce avec les paramètres provenant des données d'essais triaxiaux ou de compression en matrice. Il semble que les transferts de poudre soient mieux décrits à partir des paramètres issus des résultats d'essais triaxiaux. En réalité, la description des transferts de poudres repose sur les possibilités de déplacement radial du matériau au cours de l'essai. Si l'on se réfère à la technologie employée lors de l'essai triaxial pour lequel la poudre se situe à l'intérieur d'une gaine en caoutchouc, on comprend aisément que les déformations mises en jeu sont foncièrement différentes de celles rencontrées lors d'un essai de compression en matrice. D'autre part, dans le cas de l'essai triaxial, la surface de charge Cap du modèle est identifiée à l'aide d'un nuage de point important couvrant l'ensemble du plan  $p - q$  des contraintes, limitant ainsi les incertitudes sur les paramètres du Cap. De ce constat, ALVAIN propose d'adapter les essais à réaliser pour identifier les paramètres du modèle à la complexité de la pièce (pièce simple sans transfert de poudre : essai de compression en matrice instrumentée, pièce plus complexe avec transfert de poudre : essai de compression triaxiale). COUBE [2000] a également été confronté à ce problème. Pour pouvoir simuler l'opération de

compression d'une pièce complexe présentant d'importants transferts de poudre, il introduit une limite de l'état de contrainte de Von Mises sur le modèle de Drucker-Prager/Cap. Cette limite permet de favoriser numériquement les écoulements de poudre à la fin de la compression. Cet artifice mathématique est satisfaisant dans un contexte industriel, puisqu'il permet de prédire de façon assez satisfaisante la répartition des densités au sein d'une pièce complexe. Enfin, BRANDT [1998] propose un modèle prenant en compte les conditions de chargement rencontrées, mais la complexité et la mise en œuvre de la démarche est beaucoup plus lourde.

### 3.4 Conclusion

Dans ce chapitre, un modèle élastoplastique a été retenu pour simuler la compression d'une pièce de référence. Les paramètres du modèle ont été identifiés à partir des différents essais du chapitre 2. Les résultats de la simulation ne permettent pas de prédire de façon satisfaisante la répartition des densités observée au sein de la pièce fabriquée en milieu industriel. L'erreur maximale commise est de 6.5%. A la lueur de ces résultats, il semble que le manque d'information sur le comportement en compression du matériau entre sa densité initiale jusqu'à une densité d'environ 5 g/cm<sup>3</sup>, soit préjudiciable à la précision des résultats. C'est en effet au premier instant de la compression que les écoulements de poudre sont les plus importants. Dans un contexte industriel, il semble qu'un artifice mathématique tel que celui développé et utilisé par COUBE [2000] soit suffisant. D'un point de vue plus scientifique, il est nécessaire d'étudier le comportement du matériau aux très faibles densités afin de rationaliser l'identification des paramètres du modèle.

## Chapitre 4

# Approche phénoménologique du comportement frittant d'une poudre WC-Co

### Sommaire

---

<b>4.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>76</b>
<b>4.2</b>	<b>Loi de comportement</b>	<b>76</b>
<b>4.3</b>	<b>Technique expérimentale</b>	<b>77</b>
4.3.1	Equipement de dilatométrie	77
4.3.2	Conditions d'essai et hypothèses de dépouillement	79
<b>4.4</b>	<b>Résultats expérimentaux et identification des paramètres</b>	<b>79</b>
4.4.1	Etude d'un cycle de référence	79
4.4.2	Etude d'un cycle thermique de type "escalier"	82
4.4.3	Etude d'un cycle thermique avec chargement intermittent	86
<b>4.5</b>	<b>Validation et comparaison des résultats</b>	<b>89</b>
4.5.1	Modélisation des paliers isothermes du cycle en escalier	90
4.5.2	Modélisation du cycle de référence	91
4.5.3	Comparaison des résultats	91
<b>4.6</b>	<b>Conclusion</b>	<b>94</b>

---

## 4.1 Introduction

Le travail présenté dans ce chapitre décrit l'une des tâches prévue dans le programme de recherche MC<sup>2</sup>. Il doit atteindre deux objectifs principaux :

- caractériser le comportement en cours de frittage des alliages WC-Co de la société CERA-METAL,
- identifier les paramètres de la loi élastoviscoplastique mise en place par GILLIA [2000] en vue de simuler les retraits dimensionnels induits au cours du frittage de pièces industrielles.

Dans ce contexte, l'étude est basée sur l'expérience acquise au laboratoire de Génie Physique et Mécanique des Matériaux (GPM2). L'approche mise en place est de nature macroscopique phénoménologique pour laquelle les mécanismes physiques du frittage ne constituent qu'un garde-fou pour l'interprétation et la compréhension des résultats. Nous ne détaillerons donc pas ici la physique du frittage et renvoyons le lecteur à de nombreux ouvrages académiques couvrant le sujet : GERMAN [1996], BERNACHE [1993] et THUMMLER [1993]. Le travail présenté porte uniquement sur la poudre WC-Co présentée au paragraphe 1.4, les résultats obtenus sur la poudre WC-TiCN sont reportés en Annexe B et une étude spécifique de la poudre Distaloy AE est actuellement menée par LAME [2002]. La démarche expérimentale repose sur différents essais dont la majorité est réalisable à l'aide d'un dilatomètre. La base de données matériaux constituée est ensuite utilisée pour identifier les paramètres de chacune des composantes de la loi élastoviscoplastique retenue.

## 4.2 Loi de comportement

Le comportement frittant du matériau est décrit par l'addition de quatre contributions :

- une déformation élastique  $\boldsymbol{\varepsilon}^{el}$ ,
- une déformation viscoplastique  $\boldsymbol{\varepsilon}^{vp}$ ,
- une dilatation thermique  $\boldsymbol{\varepsilon}^{th}$ ,
- une déformation de frittage naturel  $\boldsymbol{\varepsilon}^{fr}$ ,

de sorte que le tenseur des vitesses de déformation s'écrit :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}} = \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{el} + \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{vp} + \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{th} + \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{fr} \quad (4.1)$$

La déformation élastique étant faible devant les autres composantes, elle sera négligée. D'autre part, les travaux de [GILLIA and BOUVARD, 1996] montrent que les paramètres élastiques n'af-

fectent pas de manière significative les résultats de la simulation numérique. La dilatation thermique du matériau, importante en raison des fortes variations de température induite au cours du cycle de frittage, est régie par l'équation :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{th} = \alpha(T - T_0)\mathbf{I} \quad (4.2)$$

où  $\alpha$  est le coefficient de dilatation thermique, fonction de la température et  $T_0$  la température ambiante. Le terme  $\boldsymbol{\varepsilon}^{vp}$  est décrit au travers de la loi viscoplastique linéaire :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{vp} = -\frac{p}{3K}\mathbf{I} + \frac{\mathbf{s}}{2G} \quad (4.3)$$

où  $p$  est la pression hydrostatique ( $I_1 = tr(\boldsymbol{\sigma}) = 3p$ ),  $\mathbf{s}$  est le tenseur déviateur ( $\boldsymbol{\sigma} = \frac{1}{3}tr(\boldsymbol{\sigma})\mathbf{I} + \mathbf{s}$ ),  $K$  et  $G$  respectivement la viscosité volumique et de cisaillement. La déformation de frittage naturel est exprimée à partir d'une loi puissance de la forme :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{fr} = \Omega(T) (\rho_\infty(T) - \rho)^{n(T)} \quad (4.4)$$

où  $\rho_\infty(T)$  peut être vu comme la densité relative maximale que peut atteindre le matériau à la température  $T$ ;  $\Omega(T)$  et  $n(T)$  sont des paramètres fonctions de la température à ajuster. Le terme de déformation de frittage naturel  $\boldsymbol{\varepsilon}^{fr}$  joue un rôle majeur dans le modèle car il conditionne en grande partie les retraits dimensionnels induits par le frittage. La contribution viscoplastique  $\boldsymbol{\varepsilon}^{vp}$  prend toute son importance à haute température en raison de la diminution de la viscosité du matériau. Elle dépend de l'état de contrainte dans le matériau, induit par les contraintes extérieures appliquées (gravité, notamment) et les gradients de vitesse de densification. C'est sur ces deux termes que nous allons porter désormais toute notre attention lors de la caractérisation expérimentale du matériau.

## 4.3 Technique expérimentale

### 4.3.1 Equipement de dilatométrie

Le dispositif expérimental utilisé pour caractériser le comportement frittant de nos matériaux est un dilatomètre axial SETARAM TMA92 dont une description schématique est donnée sur la Figure 4.1. L'ensemble comprend un four cylindrique équipé d'une résistance en graphite assurant le chauffage et permettant de travailler à des températures variant de l'ambiante à 1600°C. Un

écran tubulaire en alumine isole l'échantillon du tube graphite et constitue l'enceinte principale dans laquelle l'atmosphère de travail est imposée (balayage de gaz neutre ou de mélange réducteur à débit et pression choisie).

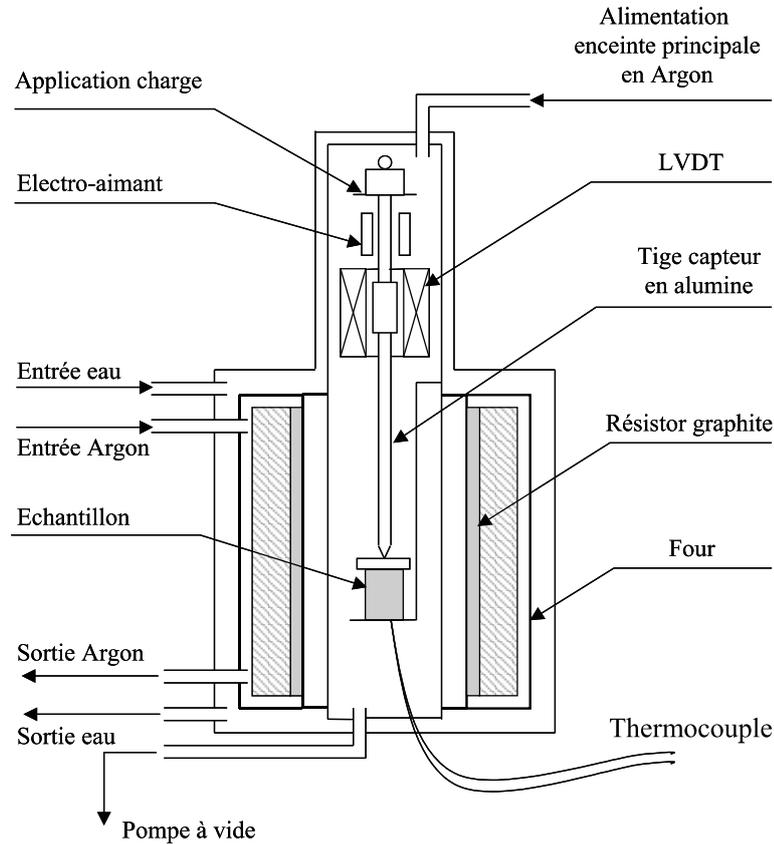


FIG. 4.1 – Schéma du dispositif de dilatométrie de l'étude.

Un thermocouple situé dans la partie inférieure du dispositif mesure et assure la régulation de la température dans l'enceinte. La mesure de la variation dimensionnelle de l'échantillon est assurée par un palpeur en alumine dont le mouvement est enregistré par l'intermédiaire d'un transformateur différentiel. Une bobine solidaire de la tige et mobile dans le champ magnétique d'un aimant, permet d'appliquer une charge axiale pouvant atteindre 150 g. L'acquisition du déplacement et de la température ainsi que la programmation du cycle thermomécanique sont gérées par une unité électronique reliée à un PC. Les mesures sont corrigées, pour chaque nouveau cycle thermique, des déformations de l'équipage à partir d'un essai dit "à blanc". Le détail de cette correction est présenté par GILLIA [2000] dans son mémoire de thèse.

### 4.3.2 Conditions d'essai et hypothèses de dépouillement

Les essais sont réalisés sur des échantillons de la poudre WC-Co comprimée et déliantée dans l'atelier de fabrication de CERAMETAL au Luxembourg. Les échantillons, de forme cylindrique, présentent une hauteur  $H$  de  $14.5 \pm 0.01$  mm et un diamètre  $D$  de  $8 \pm 0.01$  mm. Afin de rester dans des conditions proches du processus industriel, les essais ont été réalisés sous vide pendant la phase de montée en température et avec une pression partielle d'argon égale à 20 mbar pendant le palier et le refroidissement. Les essais en frittage naturel sont réalisés en appliquant une charge de 5 g afin d'assurer le contact permanent du palpeur avec la surface supérieure de l'échantillon. Nous supposons que cette faible charge n'a qu'une influence négligeable sur la déformation du matériau au cours du frittage. Comme la technologie de notre dispositif expérimental ne permet qu'une mesure de la déformation axiale  $\varepsilon_z$ , la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}_z$  du matériau est supposée identique dans toutes les directions et par suite, la vitesse de densification en volume  $\dot{\varepsilon}_{vol}^{fr}$  est :

$$\dot{\varepsilon}_{vol}^{fr} = 3\dot{\varepsilon}_z \quad (4.5)$$

L'évolution de la densité de l'échantillon au cours de l'essai est déterminée à partir de sa hauteur  $H$  mesurée pendant le cycle thermique et de son diamètre  $D$  [GILLIA *et al.*, 2001]. Ce dernier, n'étant pas mesuré en continu, est calculé à partir de l'évolution de la hauteur suivant :

$$D = D_0 + (H - H_0) \frac{D_f - D_0}{H_f - H_0} \quad (4.6)$$

où les indices 0 et  $f$  sont relatifs aux mesures des cotes de l'échantillon respectivement avant et après frittage. La densité relative de l'échantillon est définie comme le rapport de la densité du matériau à l'instant et à la température donnée et la densité maximale théorique, égale à 14.4 g/cm<sup>3</sup>.

## 4.4 Résultats expérimentaux et identification des paramètres

### 4.4.1 Etude d'un cycle de référence

Le cycle thermique de référence utilisé pour étudier la poudre WC-Co a été défini par CERAMETAL et est présenté sur la Figure 4.2. Il comporte une rampe en température de l'ambiante à 700°C à la vitesse de chauffe de 20°C/min, suivie d'une deuxième rampe de 700°C à 1420°C

à la vitesse de 4°C/min, puis un palier de 120 min à 1420°C. L'échantillon est alors refroidi naturellement.

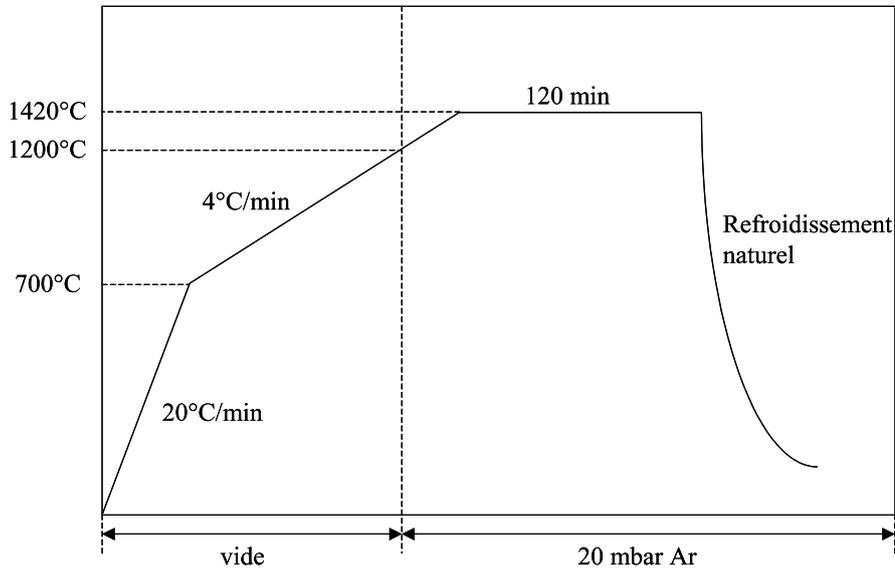


FIG. 4.2 – Cycle thermique de référence.

Les Figures 4.3 et 4.4 présentent respectivement l'évolution du retrait et de la vitesse de retrait de l'échantillon obtenu en suivant ce cycle thermique. On observe tout d'abord une dilatation de l'échantillon jusqu'à 700°C. Au dessus de cette température et jusqu'à 1330°C, la densification commence et s'intensifie progressivement et régulièrement. La vitesse de retrait ne cesse de croître jusqu'à 1330°C et présente un saut brutal entre 1330 et 1350°C, qui correspond à l'apparition d'une phase liquide. Par la suite, la vitesse de retrait chute très rapidement et la densification se termine avec une densité de l'échantillon égale à 100% de sa valeur théorique. Au cours du refroidissement, on observe sur la courbe de vitesse de retrait un pic qui traduit la contraction de l'échantillon.

L'évolution du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température a été déterminée à partir de la courbe de refroidissement au cours duquel seule la contribution de dilatation thermique intervient. Le coefficient de dilatation thermique a été calculé à partir des mesures de la variation de température et des déformations induites selon :

$$\alpha = \frac{\varepsilon^{th}}{(T - T_0)} \quad (4.7)$$

où  $T_0$  est la température ambiante. La Figure 4.5 donne son évolution en fonction de la

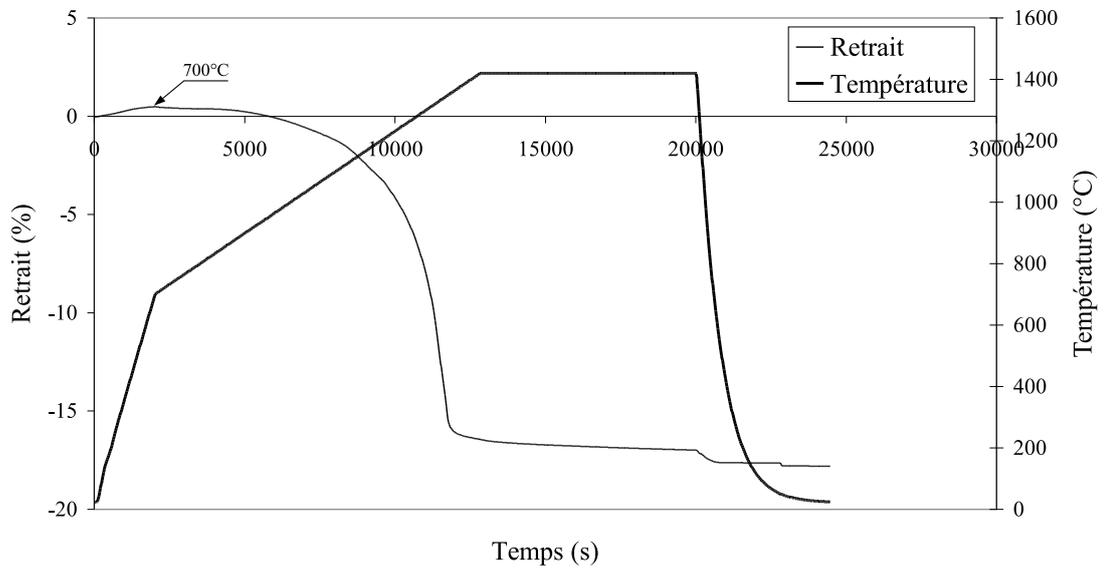


FIG. 4.3 – Evolution du retrait d'un échantillon WC-Co suivant le cycle de référence.

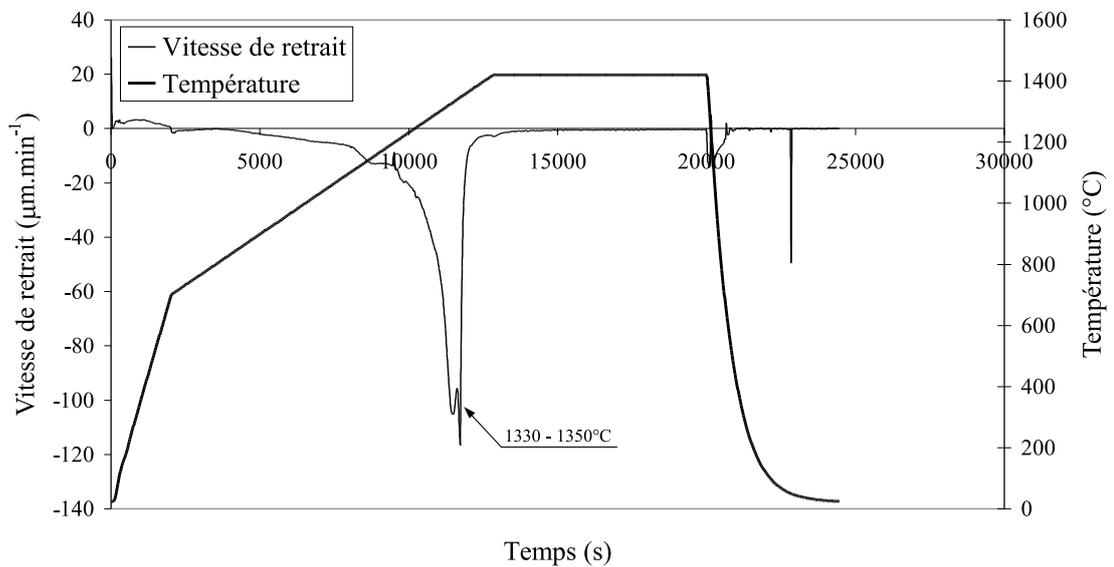


FIG. 4.4 – Evolution de la vitesse de retrait d'un échantillon WC-Co suivant le cycle de référence.

température. Les résultats expérimentaux peuvent être lissés par une fonction puissance telle que :

$$\alpha = a + b T + c T^{1.5} + d T^3 + e \frac{\ln(T)}{T^2} \quad (4.8)$$

avec  $a = -1.39 \cdot 10^{-05}$ ,  $b = -6.23 \cdot 10^{-08}$ ,  $c = 1.95 \cdot 10^{-09}$ ,  $d = -8.03 \cdot 10^{-15}$  et  $e = 3.06 \cdot 10^{-02}$ .

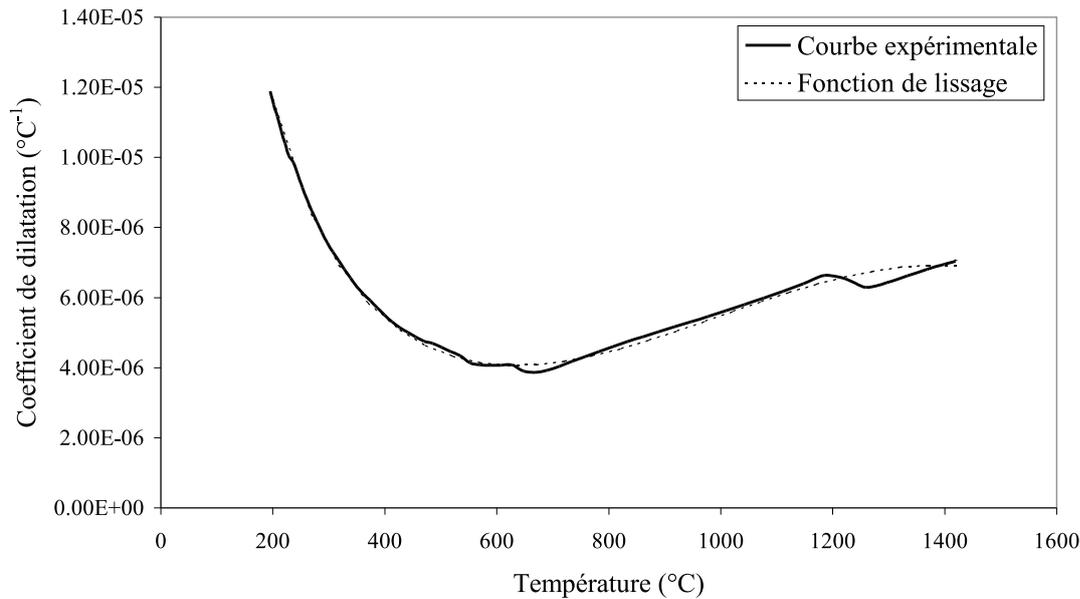


FIG. 4.5 – Evolution du coefficient de dilatation en fonction de la température pour un échantillon WC-Co dense.

#### 4.4.2 Etude d'un cycle thermique de type "escalier"

Pour découpler l'effet de la température de celui de la densité dans l'évolution de la vitesse de densification, il est nécessaire de réaliser des essais isothermes. Plutôt que de réaliser plusieurs essais nécessitant des temps d'expérimentation conséquents, GILLIA a mis au point un cycle particulier dit "en escalier". Cet artifice réduit considérablement la procédure expérimentale puisqu'un seul et unique cycle est alors suffisant pour dissocier les effets de la température et de la densité. Ce cycle "en escalier" est présenté sur la Figure 4.6. Il comporte une succession de paliers isothermes et de périodes de chauffage centrés sur le cycle de référence. La durée de chacun de ces isothermes ainsi que la montée en température entre chacun d'eux doivent être ajustés judicieusement afin de ne pas trop s'éloigner du cycle de référence. Pour étudier le comportement

frittant de notre matériau WC-Co, nous avons défini 6 paliers isothermes répartis entre 1100°C et 1325°C, comme indiqué sur la Figure 4.6.

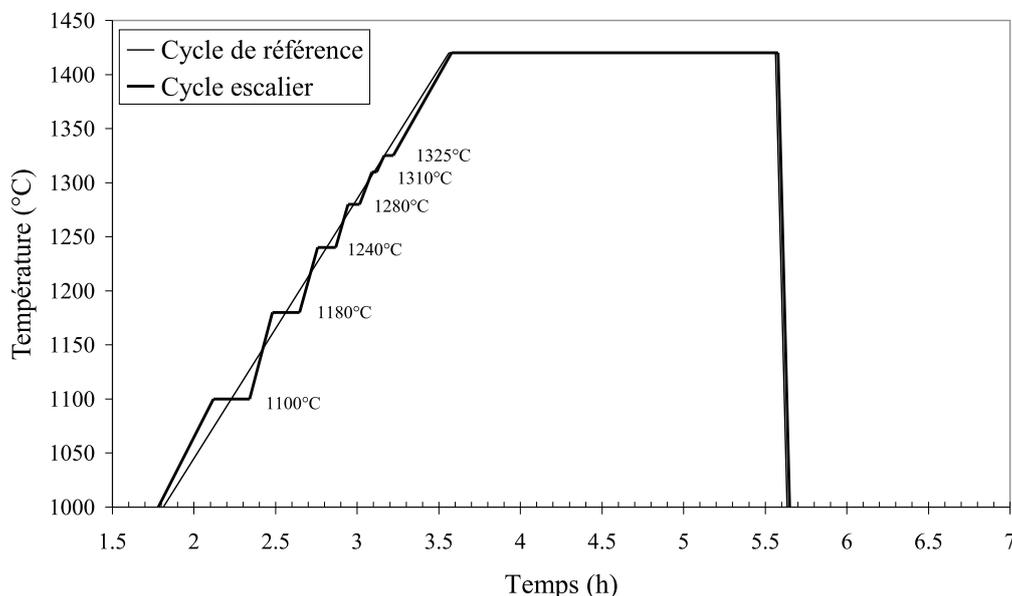


FIG. 4.6 – Cycle escalier pour l'étude de la poudre WC-Co.

Ce cycle a été appliqué à un échantillon présentant une densité relative déliantée égale à 56.1%. La vitesse de densification mesurée en fonction de la densité relative lors de ce cycle est présentée sur la Figure 4.7. La courbe est comparée à celle obtenue lors du cycle de référence. On constate tout d'abord que la vitesse de densification augmente pendant les périodes de chauffage et diminue pendant les paliers. Ce cycle en escalier, relativement différent du cycle de référence, nous amène à nous interroger sur l'influence de l'histoire du chargement thermique sur les résultats. Il est alors intéressant de comparer pour un même couple  $(\rho, T)$ , la vitesse de densification obtenue avec le cycle escalier (points marqués du symbole  $\circ$ ) et celle obtenue avec le cycle de référence (points marqués du symbole  $\blacktriangle$ ). On s'aperçoit sur la Figure 4.7 qu'il existe un écart relativement important (compris entre 25 et 50%) entre chacun des points dont l'origine pourrait être une vitesse de chauffe trop élevée entre chacun des paliers en température. Nous considérerons par la suite que la différence observée reste dans l'intervalle des incertitudes expérimentales, mais une étude plus attentive de ce point devrait être abordée dans l'avenir. Cet essai est dès lors intéressant car il nous permet d'identifier les paramètres  $\Omega(T)$ ,  $\rho_\infty(T)$  et  $n(T)$  de la loi puissance :

$$\dot{\epsilon}^{fr} = \Omega(T) (\rho_{\infty}(T) - \rho)^{n(T)} \quad (4.9)$$

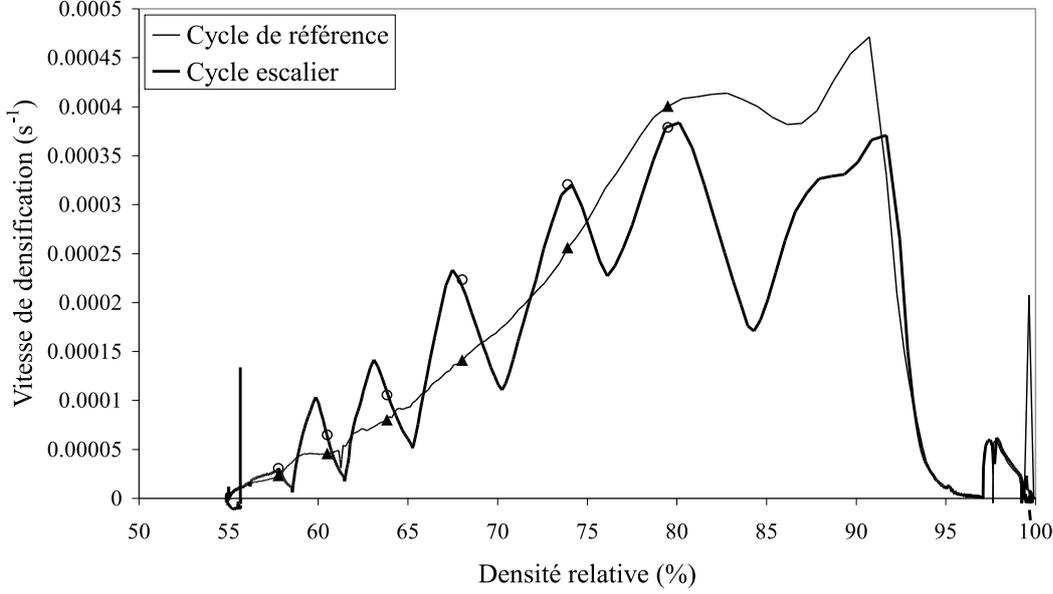


FIG. 4.7 – Cinétiques de densification en fonction de la densité relative du WC-Co : Les marques ○ : cycle en escalier et ▲ : cycle de référence montrent la différence de vitesse de densification pour un même couple  $(\rho, T)$ .

La densité limite  $\rho_{\infty}$  est estimée pour chaque palier isotherme en prolongeant les portions de courbe vitesse de densification en fonction de la densité relative jusqu'à l'axe des abscisses. La démarche d'identification consiste ensuite à reporter les valeurs du paramètre  $\rho_{\infty}$  dans l'Equation 4.9 et à tracer le logarithme de la vitesse de densification  $\ln(\dot{\epsilon}^{fr})$  en fonction de  $\ln(\rho_{\infty} - \rho)$  (Figure 4.8). Les segments de droite ainsi obtenus permettent de définir le paramètre  $n(T)$  comme étant la pente de chaque droite et  $\Omega(T)$  l'ordonnée à l'origine.

L'évolution de ces trois paramètres donnée sur la Figure 4.9 a été ajustée par une méthode des moindres carrés à partir des expressions analytiques suivantes :

- $\Omega(T) = a_0 + b_0 \exp\left(-\frac{T}{c_0}\right)$   
avec  $a_0 = 0.002$ ,  $b_0 = 3.62 \cdot 10^{12}$  et  $c_0 = 33.414$ ,
- $n(T) = a_1 + \frac{b_1}{1 + \left(\frac{T}{c_1}\right)^n}$   
avec  $a_1 = 1.023$ ,  $b_1 = 8.745$ ,  $c_1 = 1014.252$  et  $n = 30.327$ ,
- $\rho_{\infty}(T) = a_2 + b_2 T^n$

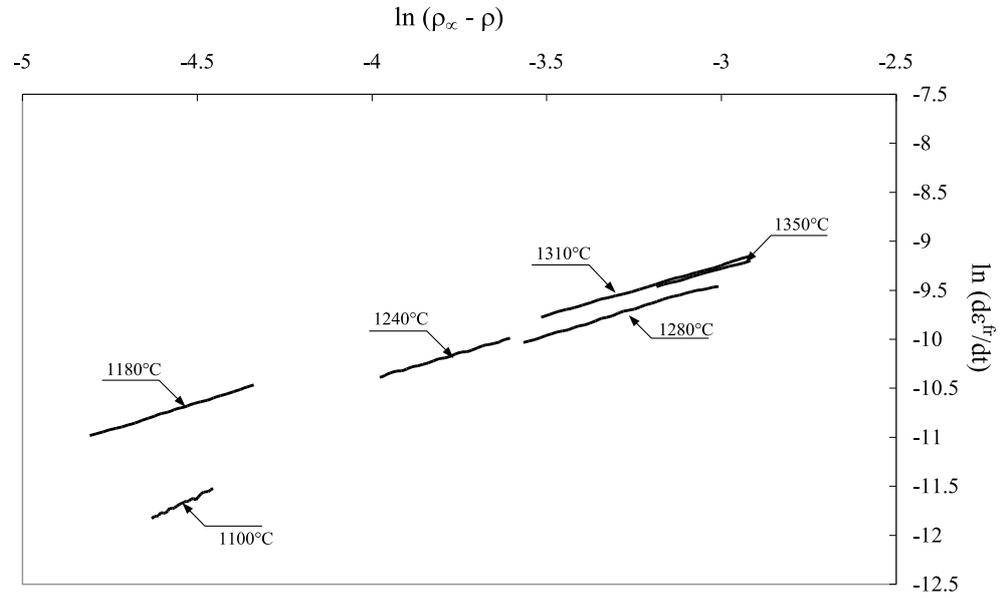


FIG. 4.8 – Représentation de la loi de densification dans un diagramme logarithmique : les pentes des droites représentent le coefficient  $n$ , les ordonnées à l'origine déterminent le paramètre  $\Omega$ .

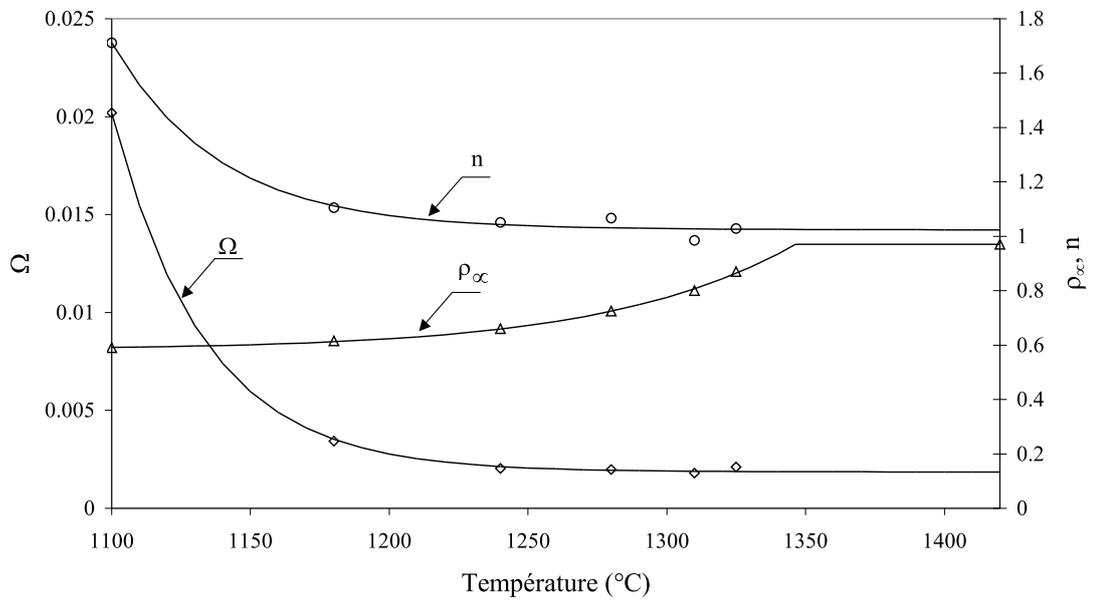


FIG. 4.9 – Paramètres  $\Omega$ ,  $n$  et  $\rho_\infty$  en fonction de la température.

avec  $a_2 = 0.585$ ,  $b_2 = 5.686 \cdot 10^{-64}$  et  $n = 20.079$ .

On peut noter que les résultats expérimentaux sont relativement bien décrits par les fonctions analytiques choisies.

#### 4.4.3 Etude d'un cycle thermique avec chargement intermittent

Cet essai est utilisé dans le but de mettre en évidence le comportement visqueux du matériau. Son principe est inspiré de la technique expérimentale développée par CAI [CAI *et al.*, 1997]. Elle a été reprise, adaptée et mise en pratique au laboratoire de "Génie Physique et Mécanique des Matériaux" (GPM2) par GILLIA [2000]. L'essai consiste à appliquer à l'échantillon des séquences de chargement mécanique pendant chaque palier isotherme d'un cycle en escalier, comme le montre la Figure 4.10.

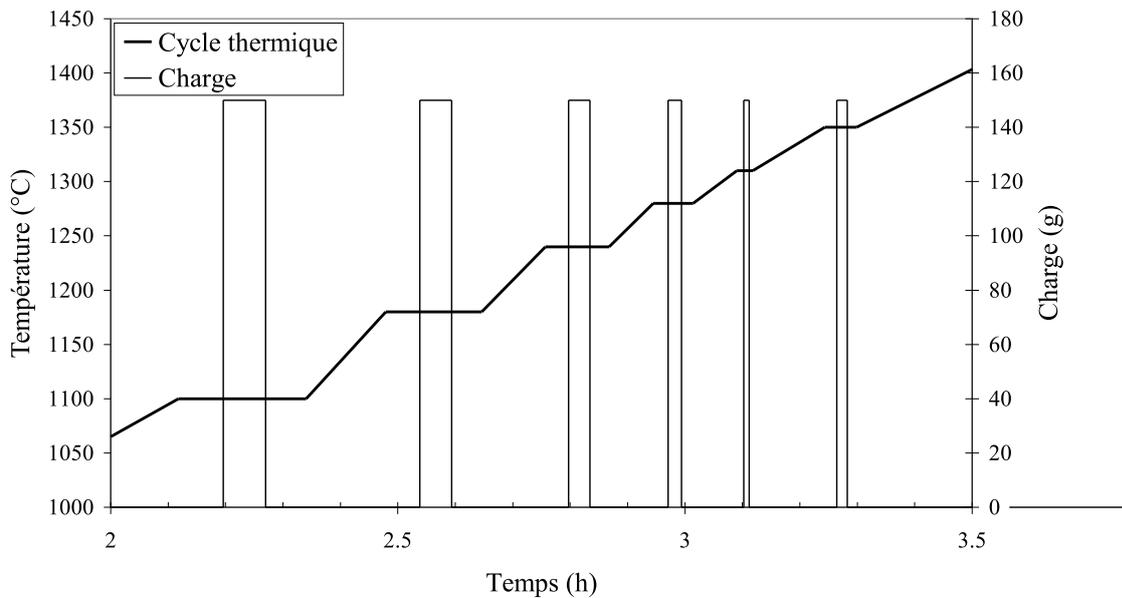


FIG. 4.10 – Cycle thermomécanique utilisé pour étudier le comportement de l'alliage WC-Co.

L'application de la charge sur l'échantillon est centrée sur le palier isotherme et sa durée est égale au tiers de celui-ci. La Figure 4.11 présente l'évolution de la vitesse de densification en fonction de la densité relative d'un échantillon WC-Co en réponse à ce cycle thermomécanique lorsqu'une charge intermittente de 150 g est appliquée. L'application de la charge provoque un saut de vitesse de densification. L'analyse de ce saut permet d'identifier la viscosité axiale pour un couple densité et température  $(\rho, T)$  donné. En effet, pendant l'application de la charge sur

le palier isotherme, seule la contribution viscoplastique est mise en jeu. La mesure des sauts de vitesse de déformation nous donne donc la vitesse de déformation viscoplastique pendant l'application de la charge. Il est alors possible de déterminer la viscosité axiale  $\eta_z$  à partir de la relation :

$$\eta_z = \frac{\Delta\sigma_z}{\Delta\dot{\epsilon}_z^{vp}} \quad (4.10)$$

où  $\Delta\sigma_z$  est le saut de contrainte appliquée et  $\Delta\dot{\epsilon}_z^{vp}$  le saut de vitesse induit. L'analyse est menée sur le saut en décharge, celui de la charge présentant une période transitoire (viscoélasticité) le rendant difficilement exploitable.

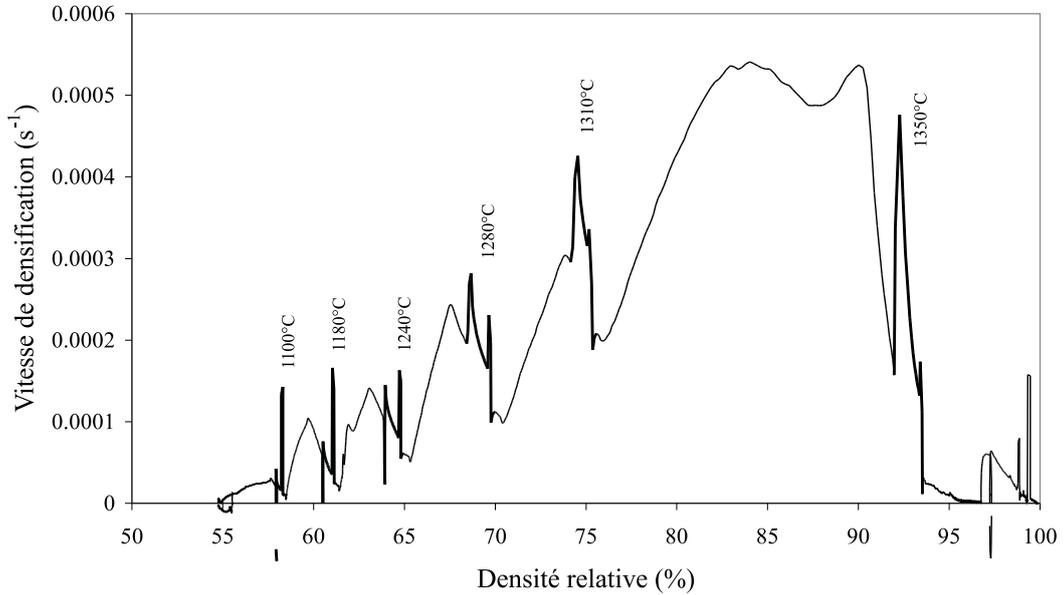


FIG. 4.11 – Influence d'une charge de 150 g sur la vitesse de densification d'un échantillon WC-Co.

La Figure 4.12 illustre l'analyse menée sur le saut de vitesse engendré par la charge de 150 g à la température de 1100°C. Les valeurs expérimentales obtenues à partir de cet essai sont représentées dans la Figure 4.13. Les résultats expérimentaux peuvent être extrapolés à partir d'une fonction exponentielle :

$$\eta_z = a \exp\left(-\frac{T}{\tau}\right) \quad (4.11)$$

avec  $a = 955 \cdot 10^6$  MPa.s et  $\tau = 100.60^\circ\text{C}$ . Il est important de noter que l'inconvénient majeur de cet essai réside dans le fait que les effets de la température et de la densité ne sont pas dissociés.

Pour pallier cet inconvénient, certains auteurs proposent d'appliquer sur le palier isotherme une succession de charge et décharge. Nous n'avons pas développé de tels essais. Toutefois le lecteur peut consulter les travaux d'ALVAIN [2001] et GILLIA [2000] sur l'étude d'un alliage WC-Co dont la nature et la composition est très proche de celui que nous avons étudié.

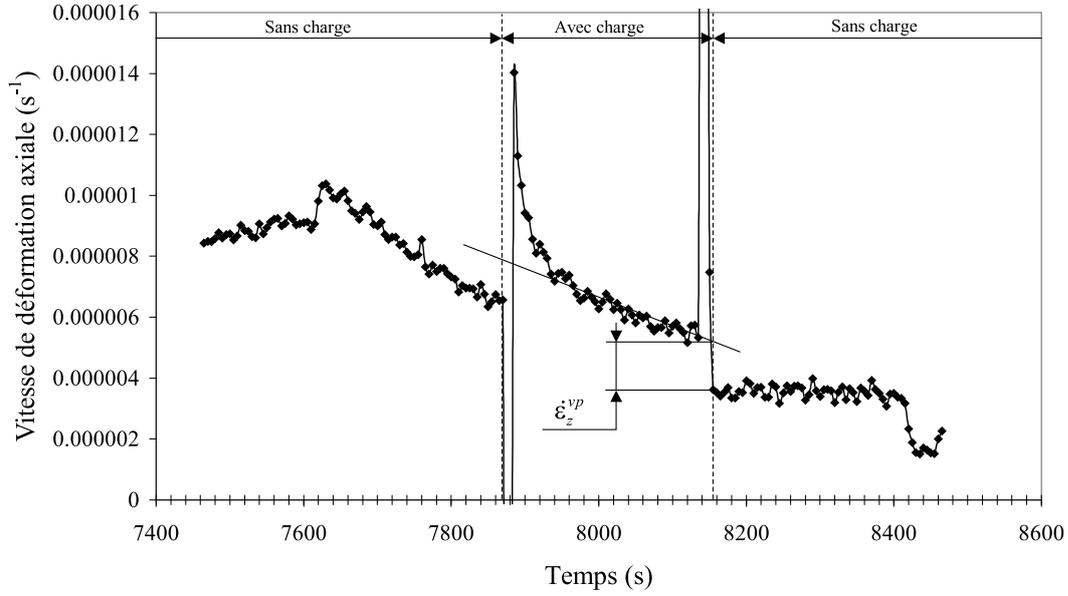


FIG. 4.12 – Détermination de la viscosité à partir du saut de vitesse induit par une charge de 150 g à 1100 °C.

L'identification des viscosités volumique et de cisaillement de la contribution viscoplastique (Equation 4.3) est réalisée à partir des équations suivantes :

$$G = \frac{\eta_z}{2(1 + \nu^{vp})} \quad (4.12)$$

$$K = \frac{\eta_z}{3(1 - 2\nu^{vp})} \quad (4.13)$$

$\nu^{vp}$  est le coefficient de Poisson visqueux défini par :

$$\nu^{vp} = -\frac{\dot{\varepsilon}_r^{vp}}{\dot{\varepsilon}_z^{vp}} \quad (4.14)$$

où  $\dot{\varepsilon}_z^{vp}$  et  $\dot{\varepsilon}_r^{vp}$  sont respectivement les vitesses de déformation viscoplastique axiale et radiale. La détermination de ce dernier paramètre au cours du cycle thermique n'est possible que si l'on

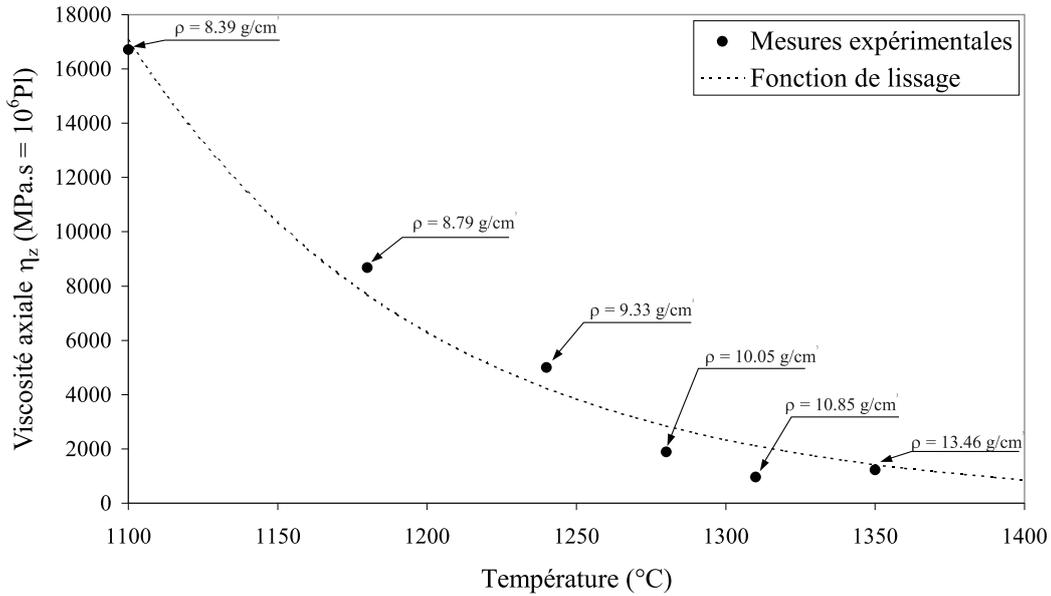


FIG. 4.13 – Evolution de la viscosité axiale identifiée sur un échantillon WC-Co.

accède à la mesure simultanée des déformations axiale et radiale. Malheureusement, la technologie du dilatomètre utilisé ne permet pas de réaliser ces deux mesures. Dans ce but, GILLIA a développé et mis au point un dispositif expérimental particulièrement bien adapté dont le principe repose sur l'analyse et le traitement d'images issues d'une caméra CCD d'échantillon cylindrique soumis à un cycle thermique. Nous n'avons pas pu réaliser d'expériences avec ce dispositif et ne pouvons donc donner l'évolution du coefficient de Poisson visqueux pour notre matériau. Nous rappelons simplement que l'évolution de  $\nu^{vp}$  avec la densité donnée par GILLIA est exponentielle de la forme :

$$\nu^{vp} = 0.5 \exp(A_\nu(\rho - 1)) \quad (4.15)$$

où  $\rho$  est la densité relative du matériau et  $A_\nu$  est un paramètre identifié expérimentalement et qui vaut 6.8 dans le cas de l'alliage WC-Co étudié par GILLIA.

## 4.5 Validation et comparaison des résultats

Le travail présenté dans ce paragraphe s'inscrit sous le sceau d'une double préoccupation :

- valider la loi de frittage naturel retenue ainsi que la démarche d'identification des para-

- mètres en simulant les résultats expérimentaux obtenus pour divers cycles,
- comparer les différents paramètres de la loi à ceux issus des travaux réalisés par GILLIA [2000] et ALVAIN [2001] portant également sur un alliage WC-Co.

#### 4.5.1 Modélisation des paliers isothermes du cycle en escalier

Afin de valider la démarche d'identification des paramètres  $\rho_{\infty}(T)$ ,  $\Omega(T)$  et  $n(T)$  de la loi de frittage naturel, nous avons calculé la vitesse de densification au cours du cycle escalier avec l'Equation 4.4 du paragraphe 4.4.2. La Figure 4.14 confronte les résultats de la simulation avec les mesures expérimentales.

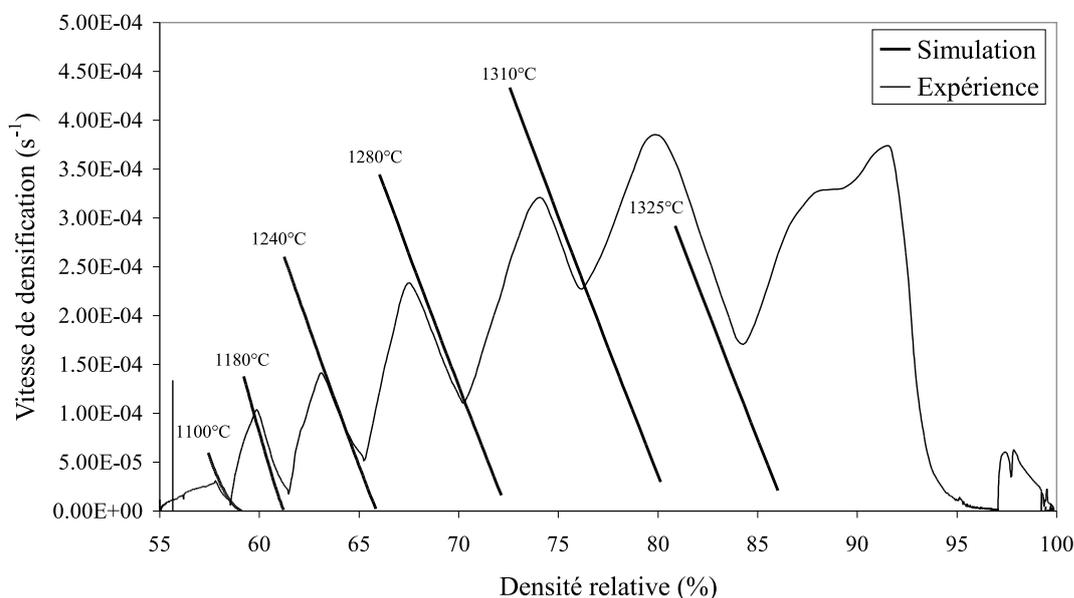


FIG. 4.14 – Confrontation entre les résultats simulés et expérimentaux pour les paliers isothermes du cycle en escalier.

En comparant les écarts entre vitesse de densification simulée et expérimentale pour une même densité relative, on constate que les erreurs commises sont relativement faible puisqu'inférieures à 7% pour l'ensemble des paliers isothermes excepté pour la température de 1325°C, où l'erreur commise avoisine 20%. Ces erreurs proviennent essentiellement des écarts entre les mesures expérimentales issues des différentes étapes d'identification des paramètres et les valeurs numériques données par les fonctions d'interpolation (lissage des points expérimentaux  $\rho_{\infty}(T)$ ,  $\Omega(T)$  et  $n(T)$  de la Figure 4.9)

### 4.5.2 Modélisation du cycle de référence

Nous avons ensuite comparé l'évolution de la vitesse de densification en fonction de la densité relative au cours du cycle de référence. On peut voir sur la Figure 4.15 que si les résultats simulés reproduisent assez fidèlement l'allure de la courbe expérimentale, l'écart entre les résultats simulés et expérimentaux est relativement important (erreur maximale de 35%).

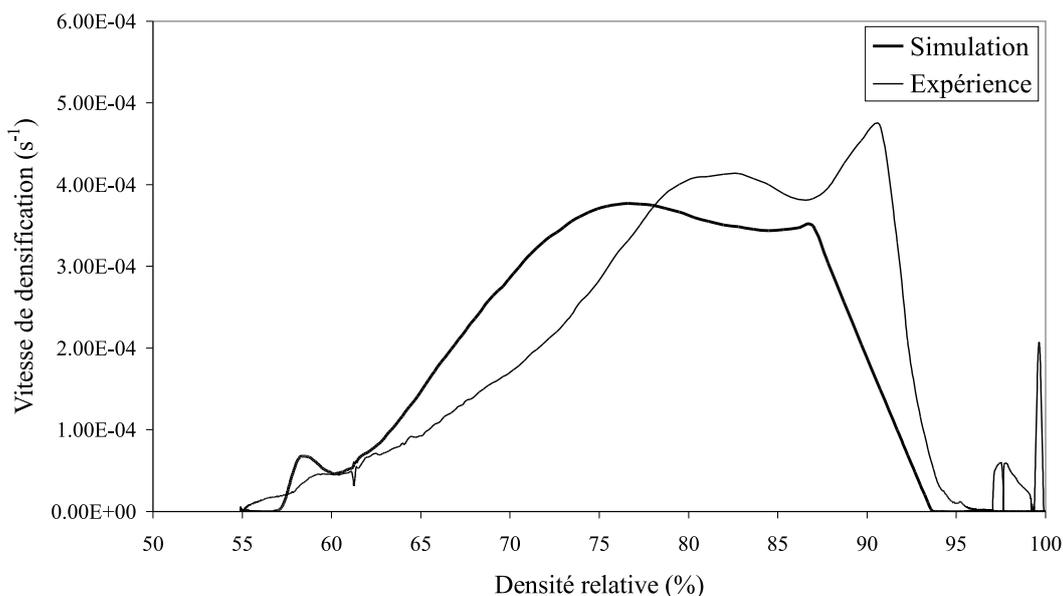


FIG. 4.15 – Comparaison des vitesses de densification expérimentale et simulée en fonction de la densité relative au cours du cycle de référence.

Ce décalage peut être attribué aux écarts conséquents, dont nous avons préalablement fait état au paragraphe 4.4.2, entre la vitesse de densification issue du cycle de référence et celle du cycle en escalier pour un même couple  $(\rho, T)$ . Dès lors, on constate toute l'importance à accorder à la définition des paliers et montés en température du cycle en escalier. Si les périodes de chauffage sont trop rapides, l'influence de l'histoire thermique n'est plus négligeable et la démarche expérimentale n'est plus adaptée.

### 4.5.3 Comparaison des résultats

Nous nous proposons dans ce paragraphe de comparer nos résultats avec ceux obtenus par GILLIA [2000] et ALVAIN [2001]. Ces deux auteurs ont travaillé sur un mélange de carbure de

tungstène/cobalt WC-Co de nature similaire à notre matériau et dont les principales caractéristiques sont reportées dans le Tableau 4.1.

	Notre mélange WC-Co	Mélange WC-Co (GILLIA)	Mélange WC-Co (ALVAIN)
Teneur en Co	10% en masse	13% en masse	10% en masse
Taille des grains de WC après frittage	-	5 $\mu\text{m}$	0.5 à 1 $\mu\text{m}$
Densité théoriques frittée 100% dense	14.40 g/cm <sup>3</sup>	14.20 g/cm <sup>3</sup>	14.40 g/cm <sup>3</sup>

TAB. 4.1 – Comparaison des principales caractéristiques des mélanges WC-Co étudiés par GILLIA et ALVAIN avec celles du matériau étudié dans ce manuscrit.

Nous allons focaliser notre attention sur les paramètres  $\rho_\infty(T)$ ,  $\Omega(T)$  et  $n(T)$  de la loi de frittage naturel défini au paragraphe 4.2 par l'Equation 4.4. La Figure 4.16 confronte l'évolution du paramètre  $\rho_\infty$  en fonction de la température que nous avons obtenue avec les résultats de GILLIA et ALVAIN.

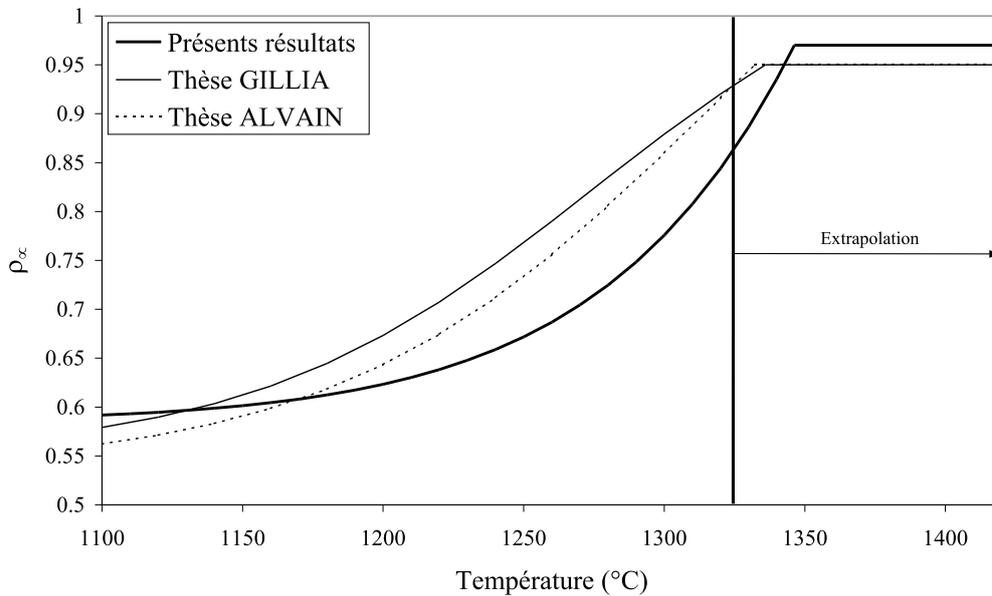


FIG. 4.16 – Comparaison de l'évolution du paramètre  $\rho_\infty$  obtenu en fonction de la température avec les résultats de GILLIA et ALVAIN.

On constate que globalement les trois courbes ont la même allure. Néanmoins, on distingue une valeur finale différente de  $\rho_\infty$ . En particulier, cette valeur est égale à 0.97 dans notre cas tandis que GILLIA et ALVAIN ont obtenu une valeur identique égale à 0.95. Bien que les matériaux soient relativement similaires, la densité relative maximale que chacun d'eux peut atteindre est différente. La Figure 4.17 montre l'évolution du paramètres  $\Omega$  en fonction de la température. On s'aperçoit que, si pour la plage de température variant de 1100°C à 1300°C les valeurs du paramètre sont relativement proches, les extrapolations en aval de ce domaine divergent de manière plus conséquente. En particulier,  $\Omega$  reste constant au-delà de 1300°C pour notre matériau, alors que l'évolution donnée par GILLIA et ALVAIN tend à croître vers les hautes températures. La Figure 4.18 compare finalement l'évolution du paramètre  $n$  en fonction de la température. On constate que les résultats obtenus sont foncièrement différents. Pour ALVAIN,  $n$  augmente linéairement, alors que pour GILLIA et nous, il décroît.

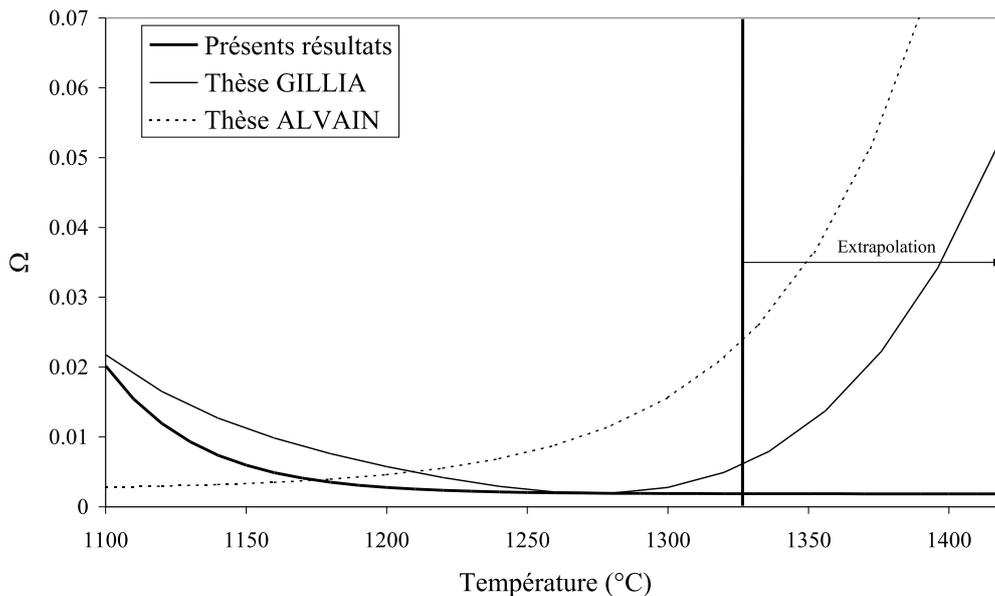


FIG. 4.17 – Comparaison de l'évolution du paramètre  $\Omega$  obtenu en fonction de la température avec les résultats de GILLIA et ALVAIN.

Ces divergences sur les évolutions des paramètres  $\Omega$  et  $n$  peuvent être expliquées par la méthode d'identification. Celle-ci consiste, rappelons-le, à reporter les valeurs du paramètre  $\rho_\infty$ , identifiées par prolongation "à la main" des paliers isothermes du cycle en escalier dans l'Equation 4.9 et à tracer le logarithme de la vitesse de densification  $\ln(\dot{\epsilon} f^r)$  en fonction de  $\ln(\rho_\infty - \rho)$ .

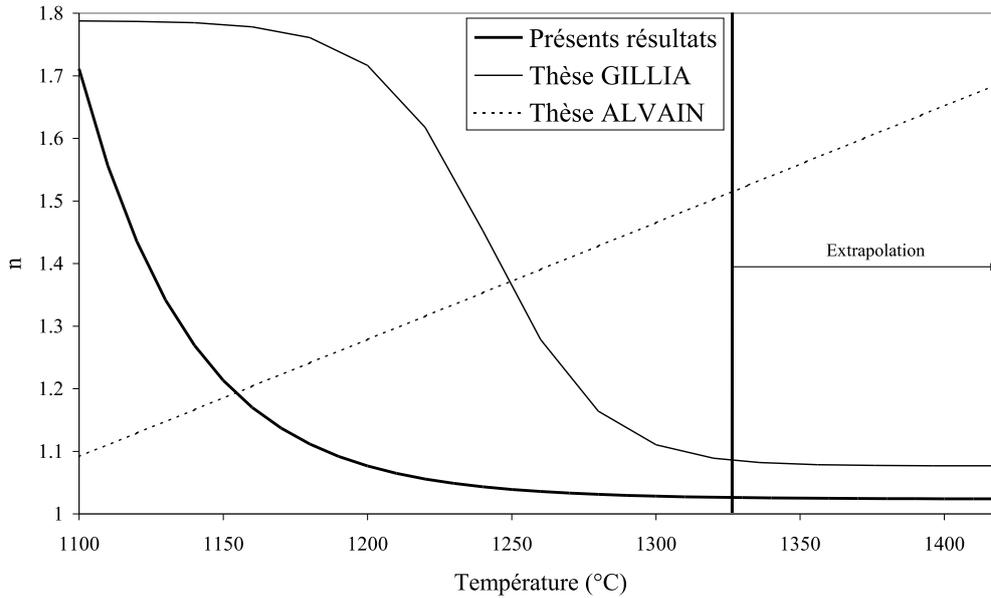


FIG. 4.18 – Comparaison de l'évolution du paramètre  $n$  obtenu en fonction de la température avec les résultats de GILLIA et ALVAIN.

Les segments de droite ainsi obtenus définissent le paramètre  $n(T)$  comme étant la pente de chaque droite et  $\Omega(T)$  l'ordonnée à l'origine. Les différences observées montrent les limites d'une identification empirique des paramètres. Les réponses à ce problème peuvent être trouvées dans l'étude de la physique du frittage afin de fixer les valeurs des paramètres en tout début et fin de frittage pour lesquels nous avons quelques difficultés à obtenir des mesures fiables. Une autre alternative consiste à utiliser une loi où les paramètres ont un réel sens physique.

## 4.6 Conclusion

L'étude expérimentale menée sur l'alliage WC-Co de l'industrie CERAMETAL à partir d'essais de dilatométrie a permis de constituer une base de données matériau conséquente qui a été transmise à l'ensemble des partenaires du programme de recherche MC<sup>2</sup>. Celle-ci a notamment été utilisée par le Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik pour simuler le frittage d'une pièce de la société CERAMETAL.

Les résultats obtenus ont également permis d'identifier l'ensemble des paramètres de la loi proposée par GILLIA [2000] excepté pour le coefficient de Poisson visqueux. Sa détermination

nécessite l'utilisation d'un dispositif expérimental dont la mise en œuvre et l'utilisation sont plus lourdes qu'un dilatomètre.

Enfin, la démarche de validation de la loi et de la comparaison des paramètres que nous avons obtenus avec ceux de GILLIA et ALVAIN montrent les limites de l'approche. En particulier, il ressort de cette étude que l'histoire du chargement thermique joue un rôle important sur le comportement du matériau, en particulier dans le cas des montés en température entre chaque palier isotherme du cycle dit "en escalier" et de leur durée. La comparaison des paramètres de la loi de frittage obtenus par les différents auteurs montre qu'une démarche d'identification des paramètres plus rationnelle doit être mise en œuvre, en se basant notamment sur la physique du frittage.



## Deuxième partie

# Pâte d'hexaferrite de strontium



## Chapitre 5

# Matériaux et procédé industriel de mise en forme

### Sommaire

---

<b>5.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>100</b>
<b>5.2</b>	<b>Généralités sur les hexaferrites</b>	<b>100</b>
5.2.1	Propriétés cristallines	101
5.2.2	Notions de magnétisme	104
5.2.3	Procédé d'élaboration de la pâte $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	107
<b>5.3</b>	<b>Procédé industriel de fabrication d'aimants permanents</b>	<b>110</b>
5.3.1	Mise en forme par compression-filtration	110
5.3.2	Frittage	113
<b>5.4</b>	<b>Présentation des matériaux de l'étude</b>	<b>115</b>
<b>5.5</b>	<b>Conclusion</b>	<b>116</b>

---

## 5.1 Introduction

La deuxième partie de ce mémoire est consacrée à l'étude des pâtes d'hexaferrite de strontium dont la nature est foncièrement différente des poudres de fer ou de carbure de tungstène étudiées dans la première partie. Les hexaferrites de strontium font partie d'une classe de matériaux oxydes ferrimagnétiques dits "ferrites" dont le premier secteur d'application est celui des aimants permanents. Le procédé de mise en forme de ces aimants repose sur la filtration-compression de la pâte dans un moule de forme approprié tandis qu'un champ magnétique est appliqué, orientant les grains de poudres et conduisant à une aimantation du matériau. La pièce à vert ainsi obtenue est ensuite séchée et frittée. Si les phénomènes physiques mis en jeu au cours du frittage sont identiques à ceux des poudres conventionnelles, l'orientation des particules induite par le champ magnétique pendant la compression entraîne des retraits anisotropes qui ne peuvent être négligés.

Le présent chapitre s'inscrit sous le sceau d'une double préoccupation :

- rapporter les principales propriétés magnéto-cristallines des hexaferrites dans le but de comprendre les phénomènes physiques mis en jeu au cours du procédé de fabrication des aimants permanents,
- présenter le procédé d'élaboration des segments ferrites utilisé par l'industrie Rhône-Alpine UGIMAG de Saint Pierre d'Allevard afin d'en déduire une démarche d'optimisation.

## 5.2 Généralités sur les hexaferrites

Les hexaferrites ou ferrites hexagonaux représentent une famille d'oxyde ferrimagnétique dits ferrites. Découvert dans les années 1950 au sein des laboratoires PHILIPS, leurs secteurs d'application se situent dans le domaine des aimants permanents, de l'enregistrement magnétique et des dispositifs absorbants les ondes électromagnétiques (filtres antibruits, isolateurs et revêtements absorbants). Les propriétés cristallographique, magnétique et électromagnétique des hexaferrites sont décrites dans de nombreux ouvrages académiques. BRANDO [1995] les a notamment étudiés afin de déterminer de nouvelles phases potentiellement intéressantes pour des applications d'absorption des ondes radar. AUTISSIER [1989] a cherché à en améliorer les propriétés par perfectionnement de la microstructure. DI MARCELLO [1990] a travaillé sur la synthèse de grains fins pour l'enregistrement magnétique.

### 5.2.1 Propriétés cristallines

La composition chimique des hexaferrites peut être décrite dans un diagramme ternaire BaO-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MeO (Figure 5.1) où Me est un cation bivalent (Fe<sup>2+</sup> par exemple) et où l'élément baryum Ba peut être remplacé par le plomb Pb ou par le strontium Sr. Les principaux composés définis à partir de ce diagramme ont été répertoriés dans le Tableau 5.1.

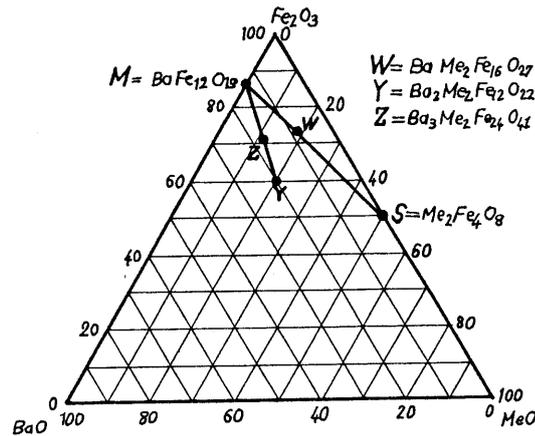


FIG. 5.1 – Diagramme ternaire BaO-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MeO.

Type	Formule	Structure de Braun
M	BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub>	RSR*S*
W	BaMe <sub>2</sub> Fe <sub>16</sub> O <sub>27</sub>	RS <sub>2</sub> R*S* <sub>2</sub>
X	BaMe <sub>2</sub> Fe <sub>28</sub> O <sub>46</sub>	(RSR*S* <sub>2</sub> ) <sub>3</sub>
Y	BaMe <sub>2</sub> Fe <sub>12</sub> O <sub>22</sub>	(TS) <sub>3</sub>
Z	BaMe <sub>2</sub> Fe <sub>24</sub> O <sub>41</sub>	RSTR*S*T*S*
U	BaMe <sub>2</sub> Fe <sub>36</sub> O <sub>60</sub>	(RSR*S*T*S*) <sub>3</sub>

TAB. 5.1 – Caractéristiques des différentes phases d'hexaferrite.

L'hexaferrite de strontium correspond à la phase M lorsque l'élément baryum est remplacé par le strontium et a pour formule **SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>**. La structure cristalline des hexaferrites est caractérisée par un empilement compact de couches d'ions oxygène O<sup>2-</sup> de type cubique ou

hexagonal. Cet empilement offre trois types de sites interstitiels pour les cations fer  $\text{Fe}^{3+}$  (ou ses substituants  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ , ...) dont le site bipyramidal propre aux hexaferrites. Certains ions de ce réseau peuvent être partiellement substitués par des cations de taille voisine tels que  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$  ou  $\text{Pb}^{2+}$ . Afin de rationaliser la description de ces structures complexes, BRAUN [1957] a introduit des blocs structuraux (R, S et T), présentés sur la Figure 5.2, qui permettent par combinaison de décrire la structure cristallographique des hexaferrites. De cette façon la cellule unité cristallographique de  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  (Figure 5.3 b) s'écrit  $\text{RSR}^*\text{S}^*$  ( $1^*$  correspondant à une rotation de  $180^\circ$  du bloc considéré).

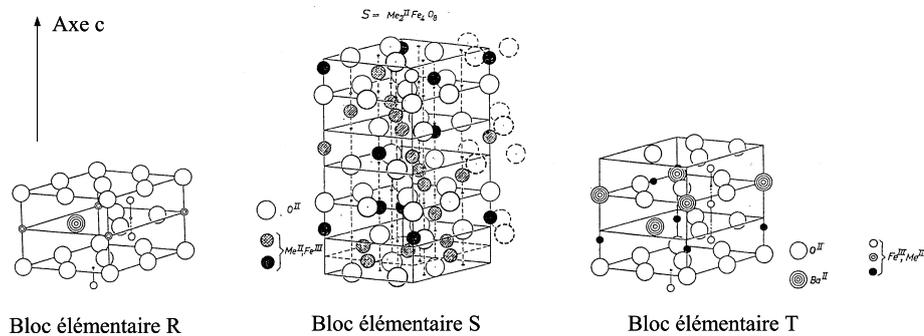


FIG. 5.2 – Blocs structuraux élémentaires.

Le motif ou maille du réseau regroupe 2 molécules  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  superposées, mais dont les atomes de strontium sont décalés de  $180^\circ$  autour de l'axe c. Cette structure est fortement anisotrope et toutes les propriétés seront affectées par l'existence :

- d'une direction privilégiée, celle de l'axe c (vertical),
- d'un plan de base (horizontal).

Ainsi la résistance mécanique est plus faible suivant les plans de base dits plan de clivage. Le coefficient de dilatation suivant le sens parallèle à l'axe c est le double de celui qui lui est perpendiculaire. Du point de vue magnétique, cet axe est une direction de facile aimantation. A partir du motif de la maille, la reproduction du modèle sur de longues distances, en respectant exactement l'ordre du modèle et les directions des alignements des atomes, constitue un ensemble appelé cristal. Pratiquement, pour les hexaferrites, on peut obtenir des cristaux de quelques microns aux formes extérieures géométriques régulières.

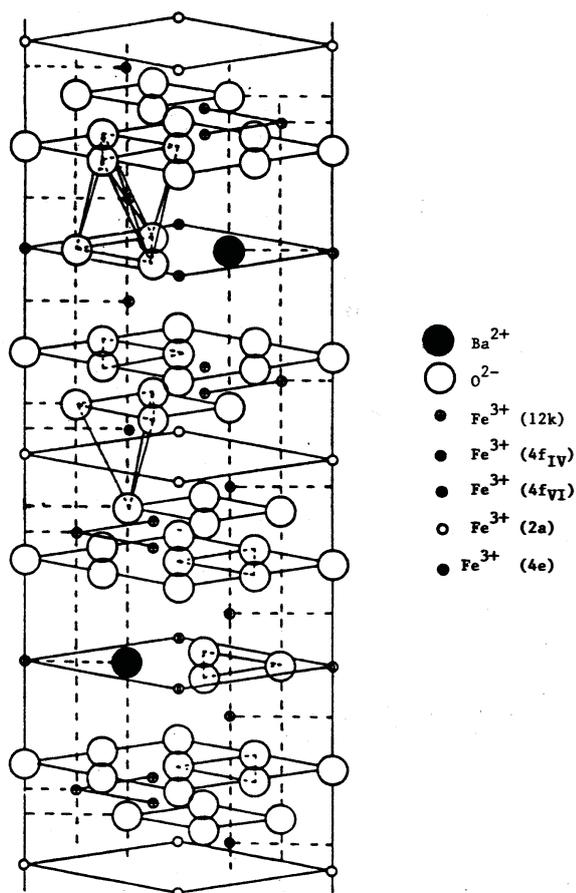


FIG. 5.3 – Structure cristallographique de SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>.

## 5.2.2 Notions de magnétisme

### 5.2.2.1 Origine du magnétisme

Le magnétisme du matériau est lié à l'ion  $\text{Fe}^{3+}$ . Autour du noyau de charge électrique positive (protons + neutrons) gravitent des électrons répartis sur les couches électroniques. En plus de ce mouvement orbital, les électrons tournent sur eux mêmes : le mouvement est dit de "spin" (toupie).

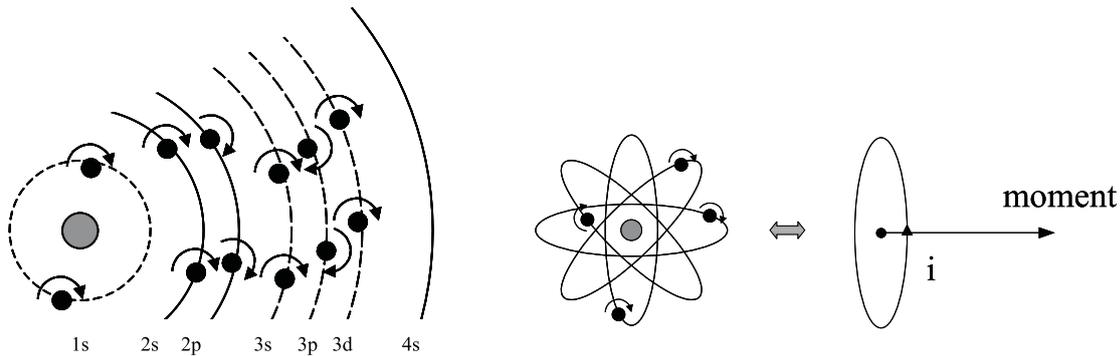


FIG. 5.4 – Explication schématique du magnétisme (exemple de l'atome de fer).

Dans le cas du fer (Figure 5.4) la sous couche 3d de ce dernier possède des spins non compensés. En mouvement orbital, les électrons créent des courants électriques identifiables à de petites bobines circulaires. De plus, la rotation de l'électron sur lui-même (le spin) est elle-même équivalente à un circuit de courant ayant un moment magnétique. Ainsi, chaque électron d'un atome apporte deux contributions. On dit que l'atome est porteur d'un moment magnétique. Le moment magnétique résultant d'une unité de formule  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  est déduit de celui de l'ion  $\text{Fe}^{3+}$  qui est égal à  $5 \mu_B$  (magnétons de Bohr) à la température de 0 K. La valeur de l'unité  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  est déduite de cette valeur à partir du modèle de GORTER [GORTER, 1957] considérant les moments magnétiques des cations  $\text{Fe}^{3+}$  colinéaires à l'axe c et vaut  $20 \mu_B$  d'aimantation à saturation, à la température de 0 K. En l'absence de champ magnétique, le matériau possède des atomes porteurs d'un moment magnétique de contribution macroscopique nulle de part la création de domaines inverses. Le matériau n'est pas aimanté. En présence du champ d'une bobine par exemple, les moments élémentaires pivotent progressivement parallèlement à ce champ (H). L'aimantation totale résultante apparaît dans le sens du champ. Elle croît avec celui-ci mais pas

indéfiniment. Quand tous les moments sont parallèles à  $H$ , sa valeur est maximale : le matériau est dit saturé.

### 5.2.2.2 Propriétés magnétiques

Les propriétés du matériau peuvent être abordées à partir d'un cycle d'hystérésis qui consiste en une représentation graphique de l'évolution de l'aimantation ( $M$ ) face à la variation du champ magnétique ( $H$ ) appliqué (Figure 5.5). Lorsque le matériau est initialement désaimanté et qu'on lui applique un champ magnétique ( $H$ ), l'aimantation ( $M$ ) croît selon la courbe O-C connue sous le nom de **courbe de première aimantation**. La valeur de l'aimantation atteinte, à l'application du champ magnétique le plus élevé du cycle, est appelée aimantation à saturation ( $M_s$ ). Lors de la réduction jusqu'à zéro du courant de la bobine, l'aimantation décroît également. Quand le champ appliqué est nul, la valeur de l'aimantation porte le nom d'**aimantation rémanente** ( $M_r$ ). Pour juger de la résistance à la désaimantation, en inversant le sens du courant (i.e. en appliquant un champ magnétique inverse), l'aimantation décroît jusqu'à s'annuler. La valeur du champ magnétique appliqué en ce point se nomme **champ coercitif intrinsèque** ( $H_c$ ). Si l'on continue à augmenter le champ jusqu'à la valeur maximale atteinte dans la courbe de première aimantation, mais de sens inverse, on obtient le point D, symétrique de C ( $M_s$  se retrouve en inverse). Si à partir de ce point zéro, on change le sens du courant et on augmente le champ magnétique jusqu'à appliquer ( $H_{max}$ ), l'aimantation atteint à nouveau le point C. La courbe fermée entre les points C et D se nomme **cycle d'hystérésis**.

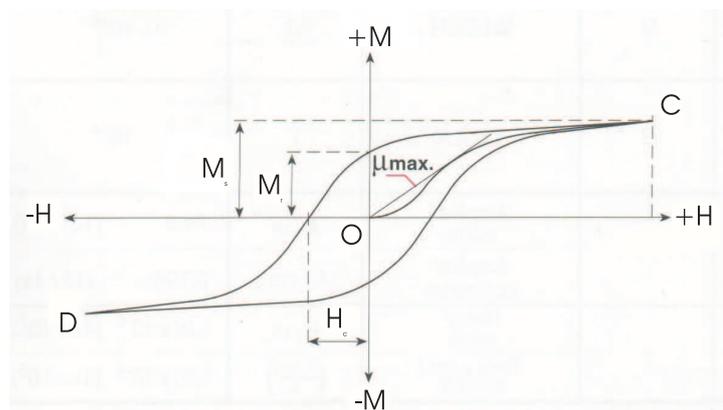


FIG. 5.5 – Cycle d'hystérésis.

Le cycle d'hystérésis décrit ci-dessus a été fait en considérant l'aimantation vraie du matériau.

On peut tout aussi bien tracer, en fonction du champ appliqué, l'induction créée (B), résultante de l'aimantation M et du champ appliqué H.

L'aimantation d'un cristal ferromagnétique est fortement dépendante de la température. L'aimantation diminue lorsque la température augmente (Figure 5.6) et s'annule à la température de Curie voisine de 750 °C pour l'hexaferrite de strontium.

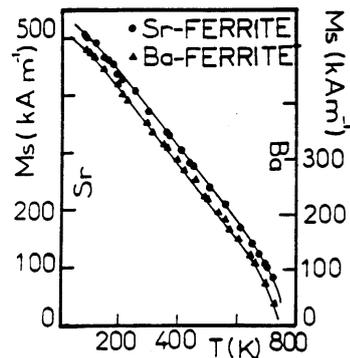


FIG. 5.6 – Influence de la température sur l'aimantation des ferrites de barium et de strontium d'après TENAUD [1988].

Au dessus de cette température, l'agitation thermique l'emporte sur les forces d'alignement des moments atomiques. Le cristal présente alors une aimantation seulement en présence d'un champ magnétique H selon la loi :

$$M = \chi H \quad (5.1)$$

où M est l'aimantation,  $\chi$ , la susceptibilité et H le champ magnétique externe. Ainsi, après frittage, la pièce a perdu toute aimantation. Cette dernière est réintroduite juste avant le montage dans le mécanisme auquel la pièce est destinée de manière à faciliter les opérations de contrôle de qualité ainsi que la manipulation à l'emballage.

### 5.2.2.3 Qualités magnétiques requises des aimants

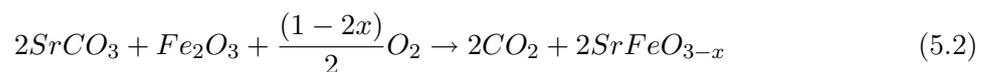
Les qualités d'un aimants peuvent être caractérisées au travers de trois indicateurs issus du cycle d'hystérésis : **la rémanence  $B_r$** , **le champ coercitif intrinsèque  $jH_c$**  et **le produit d'induction  $(B.H)_{max}$** . La rémanence, qui, rappelons-le, est l'induction de l'aimant quand

aucun champ contraire n'est appliqué, vaut environ 350 à 400 mT pour l'hexaferrite de strontium. Le champ coercitif, donnant une induction nulle, est voisin de 240 à 400 kA/m. Enfin le produit d'énergie volumique  $(B.H)_{max}$  qui définit la valeur énergétique de l'aimant par unité de volume, découle de la quadrature de la courbe de désaimantation et vaut environ 30 à 35 kJ/m<sup>3</sup>. Ces paramètres sont bien entendu gouvernés par les propriétés magnétiques intrinsèques du matériau mais aussi par un nombre important de facteurs microstructuraux. En particulier, la rémanence est fortement liée à la densité du fritté et à l'orientation des cristaux, le champ coercitif à la qualité des cristaux et à leur distribution en taille. Enfin le produit d'énergie est d'autant plus élevé et proche de l'aimant idéal à courbe rectangulaire que les tailles des cristaux sont uniformes et de distribution serrée mais également que l'aimantation est bien orientée. L'ensemble de ces objectifs ne se réalisent pratiquement que si les conditions de frittage sont optimales.

### 5.2.3 Procédé d'élaboration de la pâte SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>

Plusieurs méthodes distinctes permettent de synthétiser la poudre d'hexaferrite. Une description très exhaustive de chacune d'elles a été donnée par BRANDO [1995] auquel nous renvoyons le lecteur curieux. Nous nous limiterons dans ce paragraphe à la méthode dite de chamottage ou calcination ou ferritisation, la mieux adaptée du point de vue du coût et de l'industrialisation et avec laquelle nos matériaux ont été élaborés.

La Figure 5.7 présente les principales étapes à partir des matières premières composées de l'oxyde de fer Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et du carbonate de strontium SrCO<sub>3</sub> jusqu'à l'obtention de la pâte prête à la mise en forme. L'opération principale de l'élaboration réside en la calcination des matières premières. Cette réaction à haute température consiste à porter le mélange d'oxyde de fer, de carbonate de strontium et d'eau à une température comprise entre 1230 et 1350°C. Plusieurs réactions chimiques interviennent durant cette opération. Les deux principales sont des réactions entre phases solides par diffusion des atomes entre particules de poudres au contact. La première qui est une réaction de décarbonatation et première ferritisation, apparaît vers 650°C et est gouvernée par l'équation non stoechiométrique :



La réaction est fortement endothermique. Elle se termine vers 1000°C. Le composé *Ferrate de Strontium* ainsi formé réagit quant à lui avec l'oxyde de fer encore présent suivant une seconde réaction chimique à plus haute température (entre 800 et 1200°C) :

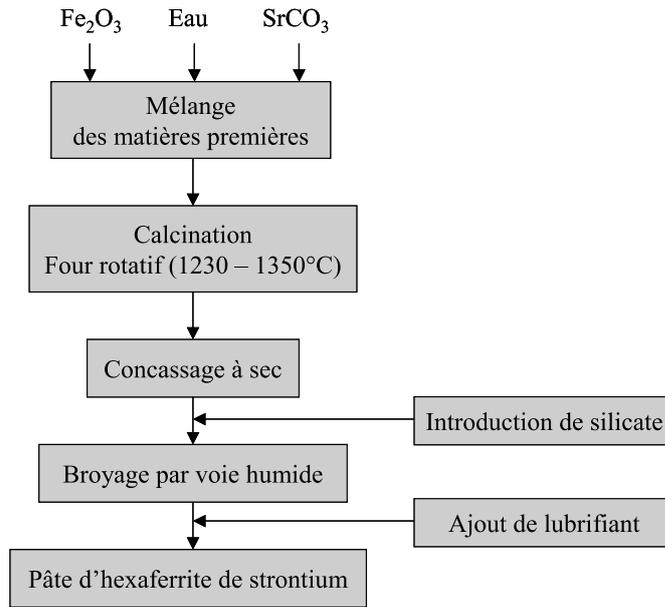
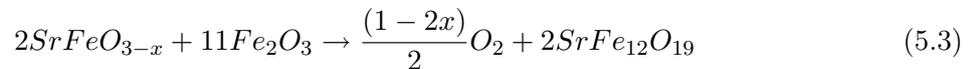


FIG. 5.7 – Schéma synoptique du procédé d'élaboration de la pâte d'hexaferrite de strontium  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ .



pour donner l'hexaferrite de strontium de type M. Enfin un mécanisme de recristallisation prend place à  $1210^\circ\text{C}$ , favorisé par la phase liquide naissante. La recristallisation du matériau en cristaux de grande taille est intéressante dans la mesure où elle facilite le broyage et conduit à une **poudre à particules monocristalines**, susceptibles de s'orienter correctement sous l'action du champ magnétique pendant la compression. Les étapes suivantes à la calcination sont des opérations de broyage par voie sèche puis humide permettant de diminuer la taille des granules de diamètre moyen 1 cm à la sortie du four rotatif en une poudre d'environ  $1\ \mu\text{m}$ . La pâte est implicitement obtenue lors du broyage à bille sous eau. La teneur en eau est de l'ordre de 40%.

La taille des grains de poudre est un paramètre dont la maîtrise au cours du procédé de l'élaboration du matériau est essentielle car son influence est conséquente sur les propriétés magnétiques de l'aimant, notamment sur l'intensité du champ coercitif intrinsèque  $jH_c$  mais également sur la courbe de première aimantation [TENAUD, 1988]. La taille des particules doit donc être inférieure à un diamètre critique noté  $D_c$  en dessous duquel le comportement magnétique est

monodomaine (Figure 5.8) et le champ coercitif intrinsèque est maximal. Pour une dimension de grain supérieur à  $D_c$ ,  $jH_c$  diminue, de même pour les grains dont la taille est inférieure à  $0.01 \mu\text{m}$ .

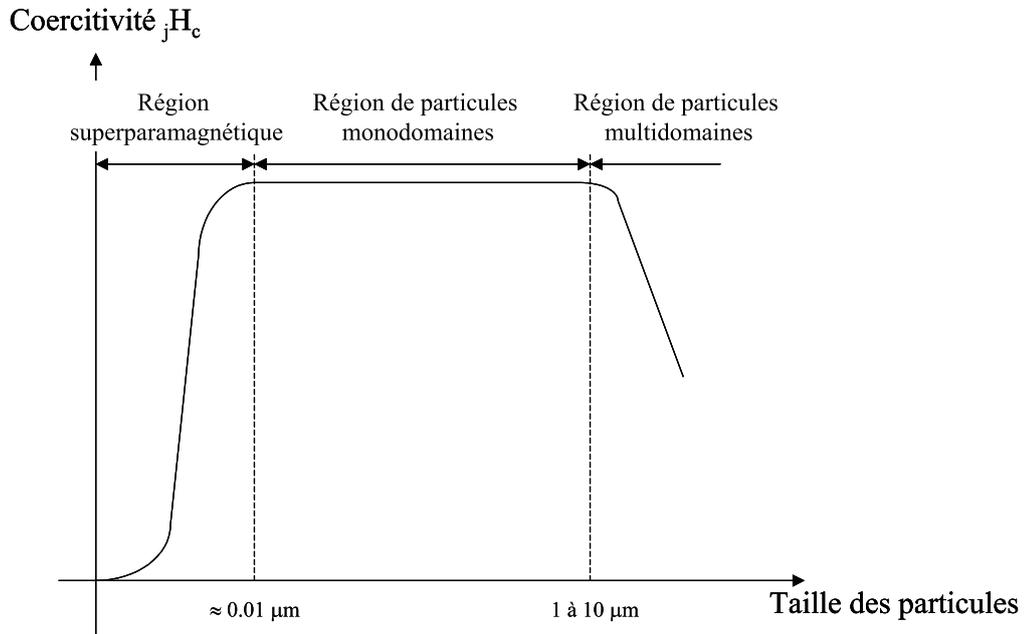


FIG. 5.8 – Influence de la taille des particules  $D_c$  sur la coercitivité intrinsèque.

La Figure 5.9 présente une micrographie MEB des grains de la poudre d'hexaferrite de strontium utilisée industriellement.

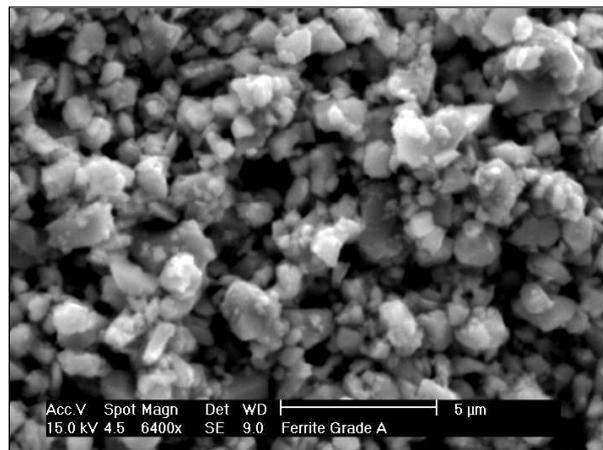


FIG. 5.9 – Micrographie MEB des grains de la poudre d'hexaferrite de strontium.

Les grains sont de forme plaquettaire, leur taille moyenne est comprise entre 0.90 et 1.00  $\mu\text{m}$ .

## 5.3 Procédé industriel de fabrication d'aimants permanents

### 5.3.1 Mise en forme par compression-filtration

Le procédé industriel de filtre-pressage sous champ magnétique n'est décrit qu'au travers de quelques rares publications académiques. L'article de VAN DEN BROEK [1977] est le plus exhaustif. Il décrit l'ensemble de la technologie de fabrication des aimants permanents de l'élaboration des poudres jusqu'au frittage en passant par l'étape de mise en forme par filtre-pressage sous champ magnétique. STUIJTS [1954] et [1958] en fait également une description en axant son étude sur le principe d'orientation des cristaux à partir d'observations de micrographies d'échantillons comprimés. Enfin GORDON [1962] décrit un dispositif expérimental mis au point pour étudier les effets de l'orientation du champ magnétique au cours de l'opération de filtration-compression. Cette opération peut être dissociée en 3 étapes différentes schématisées sur la Figure 5.10.

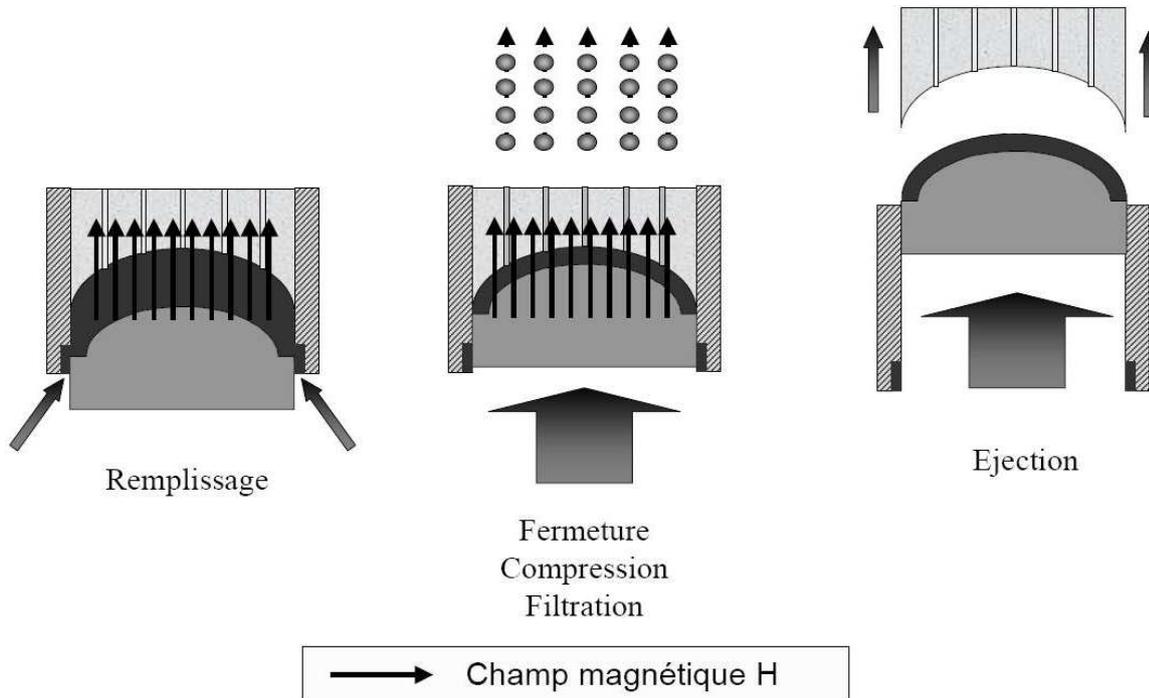


FIG. 5.10 – Description schématique des différentes étapes du procédé de filtration compression sous champ magnétique.

La première étape commence par la fermeture du système. Les pistons inférieurs étant en position basse, la pâte est amenée sous l'action de l'injecteur dans les cavités via les chenaux d'alimentation. A ce stade la pâte subit une précompression de l'ordre de 5 à 10 MPa. Le champ magnétique appliqué parallèlement à l'axe de la presse est présent dès l'injection de la pâte dans la matrice. La compression-filtration de la pâte a lieu ensuite par remontée des poinçons inférieurs tandis que le champ magnétique est toujours maintenu. L'eau est évacuée au travers d'orifices présents sur le bloc poinçon supérieur en passant préalablement au travers d'un filtre papier. Les grains de ferrites assimilables à des plaquettes hexagonales initialement en désordre s'orientent selon leurs axes de facile aimantation (axe *c*) sous l'action du champ magnétique. La teneur en eau dans le gâteau (i.e. la pâte comprimé) est de l'ordre de 12 à 13%. Avant l'ouverture du système et l'éjection de la pièce, cette dernière doit subir un cycle de désaimantation sans lequel la destruction du comprimé serait irrémédiable. En effet, les forces magnétiques de répulsion entre les particules alignées et aimantées parallèlement sont très supérieures aux forces mécaniques responsables de la cohésion de la pièce à cru. Le cycle peut ensuite être reproduit à l'identique. Les conditions de compression des pâtes sont variables d'une nuance à une autre, néanmoins le Tableau 5.2 en donne les principales caractéristiques.

	<b>Contrainte de compression</b>	<b>Vitesse de compression</b>	<b>Température de la pâte</b>
<b>Valeurs usuelles</b>	30 MPa	0.3 mm/s	50°C
<b>Intervalle possible</b>	25 à 45 MPa	0.05 à 5 mm/s	15 à 80°C

TAB. 5.2 – Conditions de compression des pâtes d'hexaferrite de strontium.

La Figure 5.11 présente l'un des dispositifs filtre-presse utilisés sur le site UGIMAG de Saint Pierre d'Allevard. Afin d'accroître les cadences de production, ce dernier assure la compression simultanée de 18 segments ferrites. La conception de tels dispositifs est rendue délicate en raison des contraintes mécaniques et magnétiques que les pièces doivent satisfaire. Plus particulièrement, les poinçons sont munis d'inserts amagnétiques en stellite permettant de canaliser les lignes de champ afin d'obtenir une orientation des plaquettes de ferrite parallèles à la courbure du segment.

La Figure 5.12 tente d'expliquer les différentes étapes d'orientation des plaquettes d'hexaferrite. Sous l'action du champ magnétique extérieur, généralement créé à partir d'une bobine située autour de la matrice amagnétique, l'aimantation du cristal tourne et se rapproche de celle de

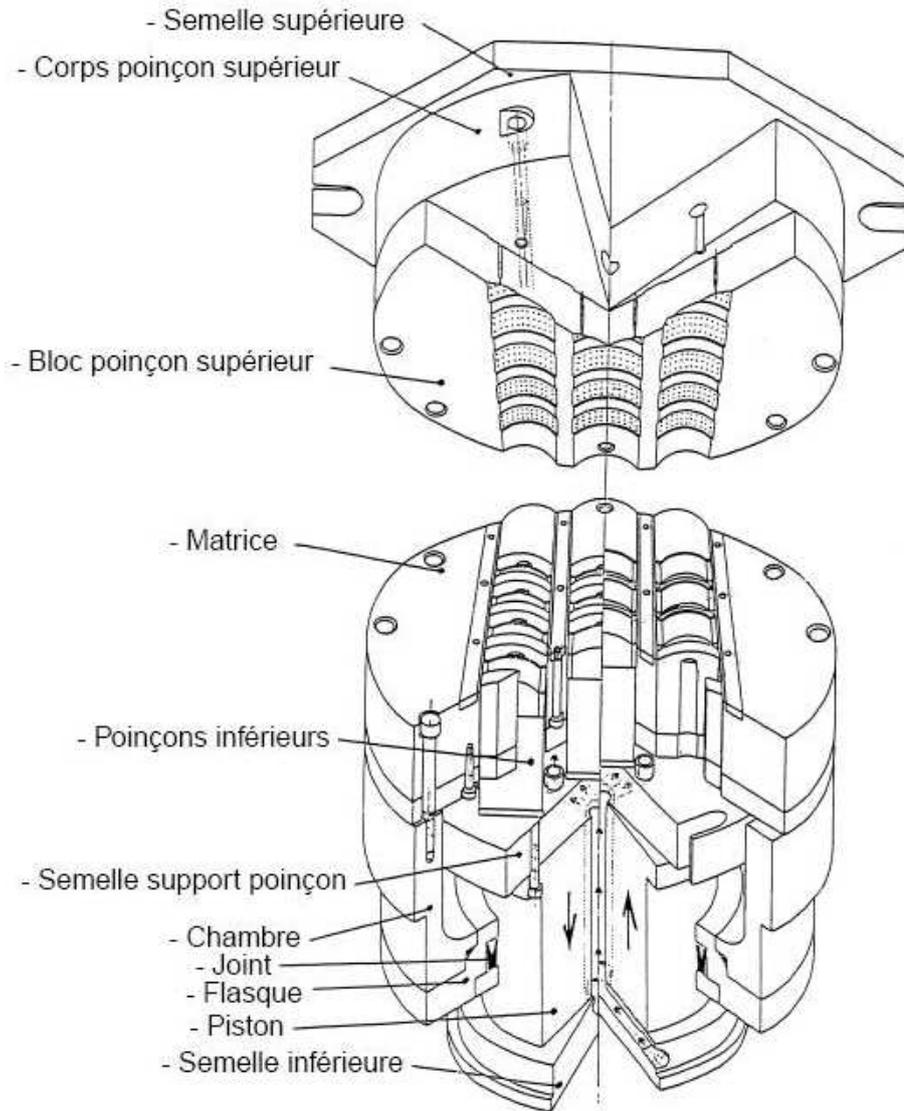


FIG. 5.11 – Dispositif filtre-presse.

$H_{ext}$ . Le moment magnétique quitte la direction de facile aimantation (axe c). Quand la rotation de la plaquette est achevée, l'aimantation est maximale : le matériau est saturé et un champ plus intense reste sans effet sur l'aimantation qui reste constante.

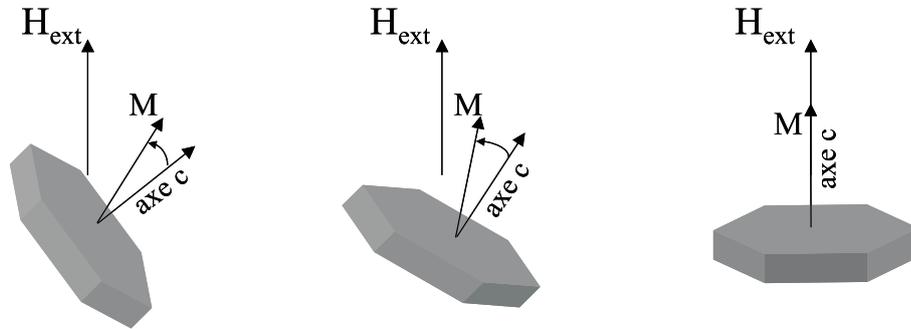


FIG. 5.12 – Principe de l'orientation des cristaux de ferrite sous champ magnétique.

### 5.3.2 Frittage

Le frittage des ferrites est réalisé en atmosphère oxydante, généralement sous air et doit atteindre quatre objectifs principaux :

- densification de la pièce,
- croissance cristalline faible pour conserver des grains monodomaines,
- poursuite de l'orientation,
- évacuation des défauts engendrés au broyage.

Industriellement, les pièces à vert sont séchées et frittées dans un four électrique ou à gaz de très haute capacité. La densité relative de la pièce, initialement de 60%, passe à quasiment 100% à la fin du frittage. Les retraits dimensionnels sont anisotropes ; le retrait est de l'ordre de 23% suivant la direction cristallographique préférentielle (axe c) et de 13% dans la direction perpendiculaire. La Figure 5.13 présente un cycle normalisé de frittage des ferrites constitué d'une montée rapide en température jusqu'à 1000°C, une rampe de 100°C/h jusqu'à la température de frittage maintenue généralement pendant 10 mn puis un refroidissement libre.

L'opération de frittage joue un rôle déterminant sur les propriétés finales de la pièce. La microstructure conditionne les propriétés magnétiques du produit : « voir paragraphe 5.2.2.3 ». Sa maîtrise passe par celle de la température de frittage, généralement voisine de 1250°C, mais aussi au travers des additifs introduits lors de l'élaboration du matériau (silice). L'influence et le

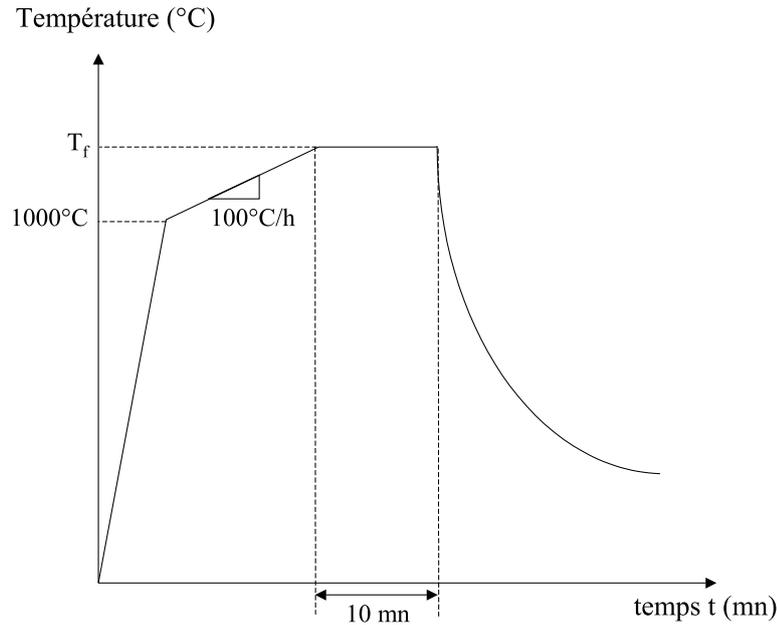


FIG. 5.13 – Cycle typique de frittage des hexaferrites.

rôle de ces derniers sur le comportement au broyage des pâtes et sur les propriétés magnétiques des matériaux ont tout particulièrement été étudiés par WOLF [1996] qui a cherché à densifier le matériau autour de 1100°C afin de conserver une microstructure à grains fins. Le diagramme de phase du système  $\text{SrO-Fe}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  a été étudié par KOOLS [1985]. Il a permis de montrer toute l'importance du rapport molaire  $n$  entre  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  et  $\text{SrO}$  et d'un excès de silice  $\text{SiO}_2$  noté  $x$ . Ainsi les propriétés magnétiques sont optimales dans un domaine où  $x$  est compris entre 0.5 et 1.5, là où la densification s'effectue en phase liquide transitoire. La valeur de  $n$  est généralement voisine de 5.5 mais dans tous les cas inférieure à 5.8 sans quoi le matériau n'aurait pas atteint une densification maximale à la température de frittage.

**Remarque :** Les pièces frittées sont en général rectifiées afin notamment de réaliser une conformation aux cotes finales mentionnées dans le cahier des charges. L'extrême dureté du matériau (45 à 50 HRC) nécessite l'emploi de meules diamants dont l'utilisation accroît le coût unitaire de la pièce. Il est alors aisé de comprendre tout l'intérêt des industriels à obtenir des pièces aux plus près des cotes.

## 5.4 Présentation des matériaux de l'étude

Les matériaux que nous avons étudiés sont deux pâtes d'hexaferrite de strontium désignées par la suite Grade A et Grade B, dont le Tableau 5.3 donne les principales caractéristiques magnéto-physico-chimiques.

Composition chimique (%)	Nuance de pâte	
	Grade A	Grade B
Sr	7.9 - 8.2	
CaOSr	0.35 - 0.45	
SiO <sub>2</sub>	0.45 - 0.50	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Env. 0.1	
<b>Caractéristiques de la pâte</b>		
Taille moyenne des grains ( $\mu\text{m}$ )	0.90 - 1.00	0.75 - 0.85
Densité apparente ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	1.96	
Pourcentage massique d'eau (%)	39	
<b>Caractéristiques magnétiques du fritté</b>		
Induction rémanente (mT)	382	396
Champ coercitif (kA/m)	280	283

TAB. 5.3 – Caractéristiques magnéto-physico-chimiques des pâtes et frittés étudiées.

La pâte Grade A se distingue de la pâte Grade B principalement par la taille moyenne des grains au sein de la suspension, la nuance Grade B étant la plus fine des deux. La densité apparente du matériau est calculée à partir du pourcentage massique d'eau de la pâte égale à 39% en considérant une densité de la poudre sèche de  $5.12 \text{ g}/\text{cm}^3$  selon la formule :

$$\rho_{\text{pâte}} = \frac{\rho_{\text{H}_2\text{O}} \times \rho_{\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}}}{X_{\text{H}_2\text{O}} \times \rho_{\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}} + X_{\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}} \times \rho_{\text{H}_2\text{O}}} \quad (5.4)$$

où  $X_i$  et  $\rho_i$  sont respectivement la fraction massique et la densité du constituant  $i$ . La Figure 5.14 présente une micrographie optique de la pâte Grade A avant compression.

Les grains très fins sont agglomérés entre eux en raison de l'importante fraction volumique

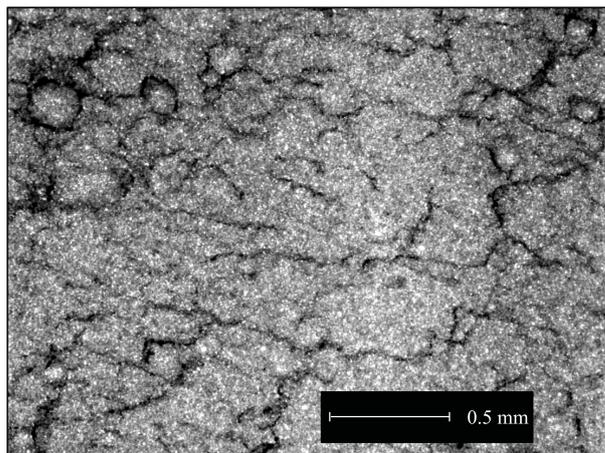


FIG. 5.14 – Micrographie optique de la pâte d'hexaferrite de strontium.

d'eau voisine de 75%. La pâte possède une texture lorsqu'elle est agitée similaire à celle d'une boue plus ou moins visqueuse dont le comportement rhéologique est caractérisé par un seuil d'écoulement élevé et une forte thixotropie. Son comportement peut être modélisé par un modèle rhéologique de fluide non newtonien type Casson régi par l'équation :

$$\sqrt{\tau} = \sqrt{\tau_0} + \sqrt{\eta_c \dot{\gamma}} \quad \text{si } \tau > \tau_0 \quad \text{et } \dot{\gamma} = 0 \quad \text{si } \tau \leq \tau_0 \quad (5.5)$$

où  $\tau$  est la contrainte tangentielle ou de cisaillement,  $\dot{\gamma}$  est vitesse de cisaillement et  $\eta_c$  la viscosité dynamique. Lorsque la pâte n'est pas agitée, les grains de poudre initialement en suspension tombent rapidement au fond du récipient dans laquelle ils se trouvent.

## 5.5 Conclusion

Nous avons résumé dans ce chapitre les principales propriétés tant magnétique que physique des hexaferrites. Le mode d'élaboration de la pâte et le procédé de mise en forme par compression-filtration sous champ magnétique ont montré la spécificité de la technologie de fabrication des aimants permanents.

Quelques informations complémentaires et spécifiques aux nuances étudiées ont été également fournies.

Soulignons encore que les pâtes d'hexaferrite étudiées sont des suspensions constituées d'un

mélange de poudre et d'eau dont les moyens de caractérisation expérimentale à mettre en oeuvre sont différents de ceux présentés dans la première partie de ce mémoire.



## Chapitre 6

# Regard sur la modélisation des phénomènes de compression et filtration

### Sommaire

---

<b>6.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>120</b>
<b>6.2</b>	<b>Comportement homogène équivalent</b>	<b>121</b>
<b>6.3</b>	<b>Formalisme diphasique basé sur la théorie des mélanges</b>	<b>122</b>
6.3.1	Définitions	122
6.3.2	Lois de conservation	123
6.3.3	Vers une application du formalisme multiphasique aux pâtes ferrites	128
<b>6.4</b>	<b>Développements théoriques basés sur une technique d’homogénéisation</b>	<b>129</b>
6.4.1	Méthode des développements à échelles multiples	129
6.4.2	La méthode à travers quelques exemples	131
<b>6.5</b>	<b>Magnétohydrodynamique</b>	<b>134</b>
<b>6.6</b>	<b>Conclusion</b>	<b>136</b>

---

## 6.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est de présenter une revue des principales approches théoriques susceptibles d'apporter des concepts clés pour décrire le comportement des pâtes de ferrite au cours de leur mise en forme par compression-filtration sous champ magnétique.

La complexité et la multitude des phénomènes mis en jeu au cours de l'opération de mise en forme nous ont conduits à procéder à des choix arbitraires. Nous avons donc mené nos recherches autour des deux thèmes suivants :

- modélisation du comportement des pâtes et suspensions,
- interaction entre phénomènes magnétiques et mécaniques.

Dans la littérature, plusieurs approches sont utilisées pour modéliser le comportement des matériaux comme les pâtes ou les suspensions. Ce dernier est généralement décrit au moyen de modèles basés sur un **formalisme monophasique**. Avec cette démarche, qui utilise l'hypothèse d'homogénéité du matériau, la rhéologie du mélange dépend généralement de la fraction volumique de particules. Son intérêt est souvent limité à la simulation de l'opération de remplissage et est inapte à rendre compte des phénomènes de ségrégations, car le comportement du mélange est décrit par un champ de vitesse unique. Dans la mise en forme de matériau diphasique telle que celle des pâtes de ferrite par compression-filtration, les vitesses des phases solides et liquides sont souvent différentes. Pour rendre compte de ce phénomène, le comportement du matériau est décrit à partir d'un **formalisme diphasique**. Basé sur la théorie des mélanges polyphasiques, les constituants sont considérés comme des milieux continus superposables. Les équations de conservation de la masse, de la quantité de mouvement et de l'énergie de chacun des constituants sont écrites comme pour un milieu continu classique. Cependant, des termes supplémentaires sont introduits afin de rendre compte des interactions entre les constituants du mélange. Enfin, une autre voie consiste à utiliser des **approches micro-macro**. Ces approches prétendent déduire le comportement à l'échelle macroscopique à partir de la modélisation des phénomènes physiques à l'échelle microscopique. Ces méthodes ambitieuses permettent à ce jour une meilleure compréhension de la physique du problème et sont indispensables à long terme si l'on souhaite fournir des modèles plus réalistes.

## 6.2 Comportement homogène équivalent

Le comportement des matériaux comme les suspensions est généralement décrit à partir de l'hypothèse d'homogénéité du mélange. Ce dernier est donc vu comme un fluide visqueux newtonien ou non newtonien présentant une viscosité équivalente. Ainsi dès 1906, EINSTEIN [1906] propose dans le cas de suspension diluée de sphères rigides, une loi reliant la viscosité relative  $\eta_r$  du mélange à la fraction volumique des particules :

$$\eta_r = \frac{\eta}{\eta_0} = 1 + 2.5 \phi \quad (6.1)$$

avec  $\eta_0$  viscosité du liant et  $\eta$  viscosité de la suspension. La validité de cette relation a été établie pour une fraction volumique de particules  $\phi$  inférieure à environ 0.1, c'est à dire lorsque les particules sont relativement éloignées les unes des autres. Depuis cette date, la loi a été successivement reprise notamment par BATCHELOR [1972] dans le cas de suspension "semi-diluée". Toutefois, ces relations deviennent caduques dès lors que les tailles des particules au sein de la suspension sont différentes (suspensions polydisperses). D'autres lois prenant en compte les concentrations respectives des particules de même dimension sont alors applicables [MOONEY, 1951], [ROSCOE, 1952], [FARRIS, 1968]. Dans le cas des dispersions colloïdales (particules de dimension moyenne comprise entre 0.2 et 0.002  $\mu\text{m}$  en suspension dans un fluide), le comportement du mélange est décrit au travers de modèles exprimant la viscosité en fonction non seulement de la fraction volumique de particules mais aussi du taux de cisaillement. De telles lois sont également utilisées pour décrire le comportement en régime permanent des semi-solides ou encore pour simuler le moulage par injection de poudres. JOLY [1976] et LOUE [1992] proposent une loi d'évolution exponentielle de la viscosité apparente  $\eta_a$  avec la fraction volumique de solide  $f^s$  de la forme :

$$\eta_a = A \exp(B f^s) \quad (6.2)$$

où  $A$  et  $B$  sont deux constantes à ajuster. Des lois d'évolution plus élaborées peuvent être utilisées. TURN et WANG [1991] proposent notamment une évolution de la viscosité apparente tenant compte de la gamme de vitesse de cisaillement.

### 6.3 Formalisme diphasique basé sur la théorie des mélanges

Pour rendre compte du caractère hétérogène des pâtes ou suspensions, une approche théorique généralement utilisée repose sur la théorie des mélanges [TRUEDELLE and TOUPIN, 1960]. Celle-ci considère les diverses phases du mélange comme des milieux continus superposables dans l'espace. Elle a été utilisée en mécanique des sols pour modéliser le comportement des milieux poreux drainés [COUSSY, 1991]. Plus récemment, elle a servi à modéliser le comportement de polymères chargés de poudres métalliques en injection [LANTERI *et al.*, 1996], [DUTILLY, 1998], [BARRIERE, 2000], et en extrusion [LOUGE, 1996a], [CASELLA, 1997], [RACINEUX, 1999] mais également le comportement d'alliage à l'état semi-solide [GEBELIN, 2000] et des SMC [LECORRE, 2001].

#### 6.3.1 Définitions

Pour pouvoir écrire les équations de conservation de la masse et de la quantité de mouvement, il faut définir un volume élémentaire représentatif (VER) du matériau étudié. Le volume infinitésimal  $V$  entourant le point matériel doit donc être suffisamment grand vis à vis de la taille des particules et des molécules de fluide mais suffisamment petit à l'échelle des déformations [NGUYEN *et al.*, 1994]. Sous l'hypothèse d'existence d'un VER, le mélange peut être décrit comme un milieu diphasique (Figure 6.1), vu comme la superposition de deux constituants (l'eau de laquelle on aurait retiré la poudre de ferrite (phase liquide) et la poudre dont on aurait retiré l'eau (phase solide)).

Les deux phases peuvent donc être considérées comme des **milieux continus poreux superposables**. Chaque phase ( $\alpha$ ) ( $\alpha = s$  pour la phase solide ou  $\alpha = l$  pour la phase liquide) est alors décrite par :

- sa densité apparente  $\rho^{(\alpha)} = f^{(\alpha)}\rho_{(\alpha)}$  où  $\rho_{(\alpha)}$  est la densité intrinsèque ou la densité théorique du matériau 100% dense et  $f^{(\alpha)}$  la fraction volumique de la phase  $\alpha$  ( $f^{(\alpha)} = V^{(\alpha)}/V$ ),
- sa vitesse de déformation macroscopique  $\mathbf{D}^{(\alpha)} = \frac{1}{2} (\mathbf{grad}^T \vec{v}^{(\alpha)} + \mathbf{grad} \vec{v}^{(\alpha)})$ ,
- son champ de contrainte macroscopique  $\boldsymbol{\sigma}^{(\alpha)}$ ,
- ses propres conditions aux limites.

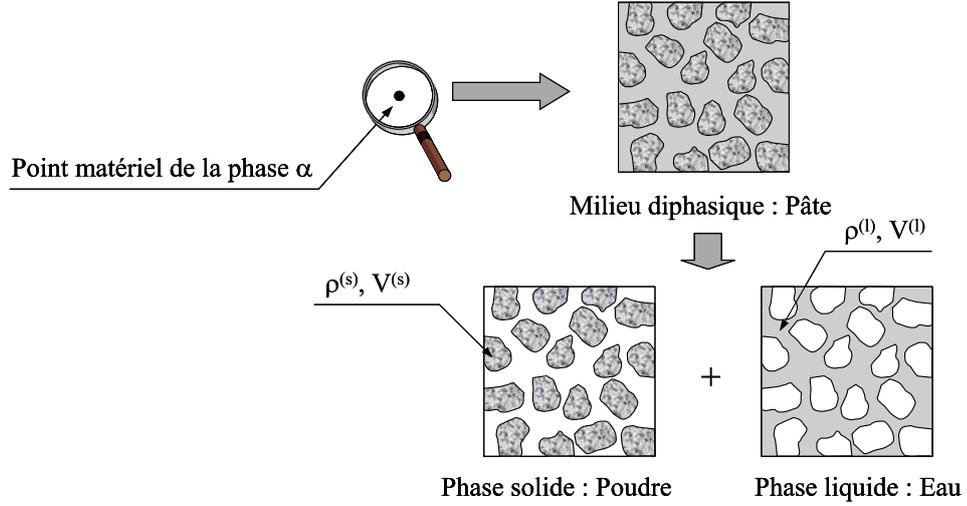


FIG. 6.1 – Représentation schématique de la pâte de ferrite vue comme un milieu diphasique.

### 6.3.2 Lois de conservation

A partir de ces définitions, sont écrits, pour chacune des phases  $\alpha$ , les divers bilans thermodynamiques classiques de la mécanique des milieux continus. Les équations de conservation de la masse et de la conservation de la quantité de mouvement suffisent dans le cas d'un problème isotherme. En conditions anisothermes, il faut introduire les équations de conservation de l'énergie. Nous ne développerons pas ces dernières équations dans ce manuscrit, néanmoins le lecteur pourra se référer aux travaux de BOWEN [1976] sur l'établissement de ce bilan.

#### 6.3.2.1 Conservation de la masse

Le bilan de masse est écrit en considérant que la masse de chacune des phases  $\alpha$  reste constante au cours du temps, sous l'hypothèse qu'aucun transfert de masse n'est possible entre les différents constituants du mélange (phénomènes de diffusion par exemple). Ce bilan aboutit aux équations locales suivantes :

$$\frac{d^{(s)}\rho^{(s)}}{dt} + \rho^{(s)} \mathbf{div} \vec{v}^{(s)} = 0 \quad (6.3)$$

$$\frac{d^{(l)}\rho^{(l)}}{dt} + \rho^{(l)} \mathbf{div} \vec{v}^{(l)} = 0 \quad (6.4)$$

où  $\frac{d^{(\alpha)}}{dt}$  est la dérivée particulière en suivant la phase ( $\alpha$ ).

**Remarque** : Si le milieu est saturé, la somme des fractions volumiques doit être nulle en tout point du milieu et à tout instant [MODIGELL *et al.*, 1998] :

$$f^{(s)} + f^{(l)} = 1 \quad (6.5)$$

### 6.3.2.2 Conservation de la quantité de mouvement

L'équation du mouvement de la phase  $\alpha$  est obtenue à partir de l'application du principe fondamental de la mécanique classique pour un milieu continu déformable à une partie  $D$  du système étudié [TRUESDELL and TOUPIN, 1960]. Pour chaque phase, ces équations s'écrivent :

$$\rho^{(s)} \frac{d^{(s)} \vec{v}^{(s)}}{dt} = \mathbf{div} \boldsymbol{\sigma}^{(s)} + \vec{b}^{(s)} + \vec{\pi}^{(l/s)} \quad (6.6)$$

$$\rho^{(l)} \frac{d^{(l)} \vec{v}^{(l)}}{dt} = \mathbf{div} \boldsymbol{\sigma}^{(l)} + \vec{b}^{(l)} - \vec{\pi}^{(l/s)} \quad (6.7)$$

où  $\vec{b}^{(\alpha)}$  représente la résultante des forces volumiques extérieures s'appliquant sur la phase  $\alpha$ , et où  $\vec{\pi}^{(l/s)}$  représente l'action du milieu solide sur le milieu liquide. D'après le principe d'action réaction, les forces d'interaction doivent vérifier :

$$\vec{\pi}^{(l/s)} + \vec{\pi}^{(s/l)} = 0 \quad (6.8)$$

La théorie des mélanges proposée par BOWEN [1976] suppose qu'il n'y a pas de moment volumique partiel exercé sur le constituant  $\alpha$ , ni de moment d'interaction entre les différentes phases. Sous ces hypothèses, la conservation de la quantité de mouvement mène à la symétrie du tenseur  $\boldsymbol{\sigma}^{(\alpha)}$ .

### 6.3.2.3 Lois de comportement

La détermination du comportement mécanique du milieu diphasique nécessite dans un premier temps la connaissance du comportement de chacune des phases. Le tenseur des contraintes de chaque milieu est généralement décomposé en deux contributions :

$$\boldsymbol{\sigma}^{(s)} = \boldsymbol{\sigma}^{(l/s)} + \boldsymbol{\sigma}^{(s)eff} \quad (6.9)$$

$$\boldsymbol{\sigma}^{(l)} = \boldsymbol{\sigma}^{(s/l)} + \boldsymbol{\sigma}^{(l)eff} \quad (6.10)$$

$\sigma^{(l/s)}$  et  $\sigma^{(s/l)}$  sont respectivement la contrainte induite dans la phase liquide par la phase solide et réciproquement.  $\sigma^{(s)eff}$  et  $\sigma^{(l)eff}$  représentent les tenseurs des contraintes effectives de la phase solide et de la phase liquide respectivement. Dans le cas d'un milieu biphasique saturé constitué d'une première phase plutôt liquide et d'une seconde plutôt solide, présentant une fraction volumique de la phase solide élevée ( $f^{(s)} \simeq 0.6$ ), les tenseurs  $\sigma^{(l/s)}$  et  $\sigma^{(s/l)}$  sont généralement exprimés sous la forme :

$$\sigma^{(l/s)} = -f^{(s)}p_i\mathbf{I} \quad (6.11)$$

$$\sigma^{(s/l)} = -f^{(l)}p_i\mathbf{I} = -(1 - f^{(s)})p_i\mathbf{I} \quad (6.12)$$

où  $\mathbf{I}$  est le tenseur unité,  $p_i$  la pression interstitielle. Ces hypothèses analogues à celles adoptées dans les sols saturés, [BIOT, 1955], [COUSSY, 1991], ont été reprises pour modéliser la mise en forme des alliages métalliques à l'état semi-solide [NGUYEN *et al.*, 1994], [MARTIN *et al.*, 95], [GEBELIN, 2000] mais également le moulage par injection de polymères chargés en poudres métalliques [BARRIERE, 2000]. Les lois de comportement de la phase solide et de la phase liquide sont finalement recherchées sous la forme :

$$\sigma^{(s)} = -f^{(s)}p_i\mathbf{I} + \sigma^{(s)eff} \quad (6.13)$$

$$\sigma^{(l)} = -(1 - f^{(s)})p_i\mathbf{I} + \sigma^{(l)eff} \quad (6.14)$$

GEBELIN [2000] adopte cette décomposition pour simuler le comportement d'alliage de magnésium. Il décrit le comportement de son alliage semi-solide à partir de la loi thermoélastoviscoplastique initialement proposée par ABOUAF [1986] et GREEN [1972] et également utilisée à froid par SHIMA et OYANE [1976] selon :

$$\mathbf{D}^{(s)} = \frac{D_{eq}}{\sigma_{eq}} \left[ \frac{A}{2} \sigma^{(s)eff} + \frac{6B - A}{6} tr(\sigma^{(s)eff}) \right] \quad (6.15)$$

Il considère expérimentalement que seule la partie hydrostatique du tenseur des contraintes agit sur le comportement de la phase liquide. Sur le plan numérique, la rhéologie de cette dernière phase est décrite par un modèle fluide purement visqueux avec une viscosité macroscopique fonction de la fraction volumique  $f^{(l)}$  sous la forme suivante :

$$\boldsymbol{\sigma}^{(l)eff} = 2\eta_{(l)}f^{(l)}\mathbf{D}^{(l)} \quad (6.16)$$

BARRIERE [2000], pour simuler le moulage par injection de polymères chargés de poudres, adopte la même loi que celle adoptée par GEBELIN pour la phase liquide. Il considère que la phase solide peut être décrite à partir d'un modèle de fluide visqueux non newtonien dont la viscosité dépend de la vitesse de déformation et de la fraction volumique de la phase solide suivant :

$$\boldsymbol{\sigma}^{(s)eff} = 2\eta_{(s)}(f_{(s)}, \mathbf{D}^{(s)})\mathbf{D}^{(s)} \quad (6.17)$$

Enfin LANTERI [1996], pour des pâtes de céramiques, adopte un comportement viscoplastique et LOUGE [1996b] généralise un comportement de type Cam Clay pour des pâtes d'alumine.

#### 6.3.2.4 Evolution des masses volumiques

En adoptant les décompositions 6.13 et 6.14 des tenseurs des contraintes de chaque phase, on introduit une nouvelle inconnue : la pression interstitielle  $p_i$ . Les problèmes sont généralement résolus de deux manières différentes. Une première voie adoptée par GEBELIN [2000] considère la masse volumique intrinsèque de chaque phase  $\alpha$  lié à la pression interstitielle  $p_i$  par une fonction d'état. La densité macroscopique s'écrit sous la forme :

$$\rho^{(\alpha)} = f^{(\alpha)}\rho_{(\alpha)}(p_i) \quad (6.18)$$

Une seconde voie généralement utilisée suppose que chacun des matériaux constituant les phases sont intrinsèquement incompressibles :

$$\forall p_i, \quad \rho^{(\alpha)} = f^{(\alpha)}\rho_{(\alpha)}^0 \quad (6.19)$$

#### 6.3.2.5 Terme d'interaction

La loi utilisée pour le terme d'interaction entre les phases est généralement composée de deux termes résultant des efforts exercés par la différence des vitesses des différentes phases et par les gradients thermiques. Dans le cas d'une évolution isotherme, le comportement d'interaction entre les constituants est généralement décrit à partir d'une loi de Darcy :

$$\overline{\pi}^{(s/l)} = k(\overline{v}^{(s)} - \overline{v}^{(l)}) \quad (6.20)$$

où  $k$ , est le coefficient d'interaction qui s'exprime en fonction de la viscosité du fluide filtrant  $\eta^{(l)}$  et la perméabilité  $B$  du squelette selon :

$$k = \frac{\eta^{(l)}}{B} \quad (6.21)$$

Le coefficient de perméabilité  $B$  dépend de paramètres géométriques liés à la morphologie du milieu. Il peut être déterminé à partir de formules empiriques ou expérimentalement. Dans ce dernier cas, il faut réaliser des essais de filtration du fluide à travers le squelette solide (sans le déformer) à différentes vitesses.

### 6.3.2.6 Bilan équations/inconnues

Les lois générales purement mécaniques spécifiques à la description du comportement du milieu biphasique sont rassemblées ci-dessous dans les Equations 6.22 à 6.25 :

1. Conservation de la masse la phase solide (milieu poudre)

$$\frac{d^{(s)}\rho^{(s)}}{dt} + \rho^{(s)} \mathbf{div} \overline{v}^{(s)} = 0 \quad (6.22)$$

2. Conservation de la masse du milieu fluide (eau)

$$\frac{d^{(l)}\rho^{(l)}}{dt} + \rho^{(l)} \mathbf{div} \overline{v}^{(l)} = 0 \quad (6.23)$$

3. Conservation de la quantité de mouvement du milieu poudre

$$\rho^{(s)} \frac{d^{(s)}\overline{v}^{(s)}}{dt} = \mathbf{div} \left( -f^{(s)} p_i \mathbf{I} + \boldsymbol{\sigma}^{(s)eff} \right) + \overline{b}^{(s)} + \overline{\pi}^{(l/s)} \quad (6.24)$$

4. Conservation de la masse du milieu fluide

$$\rho^{(l)} \frac{d^{(l)}\overline{v}^{(l)}}{dt} = \mathbf{div} \left( -(1 - f^{(s)}) p_i \mathbf{I} + \boldsymbol{\sigma}^{(l)eff} \right) + \overline{b}^{(l)} - \overline{\pi}^{(l/s)} \quad (6.25)$$

Si les lois de comportement de la phase solide, du milieu fluide et du terme d'interaction sont connues, les inconnues à déterminer sont :

- la fraction volumique  $f^{(s)}$  (1 inconnue),

- les champs de vitesses  $\vec{v}^{(s)}$  et  $\vec{v}^{(l)}$  (6 inconnues),
- la pression interstitielle  $p_i$  (1 inconnue).

Soit au total, 8 inconnues à déterminer. Les équations à disposition sont :

- les équations de conservation de la masse (2 équations),
- les équations de conservation de la quantité de mouvement (6 équations)

Moyennant la prise en compte des conditions initiales et des conditions aux limites, ces 8 équations permettent de résoudre le problème.

### 6.3.3 Vers une application du formalisme multiphasique aux pâtes ferrites

La Figure 6.2 synthétise la démarche à adopter si l'on souhaite décrire le comportement des pâtes ferrites à partir d'une approche diphasique.

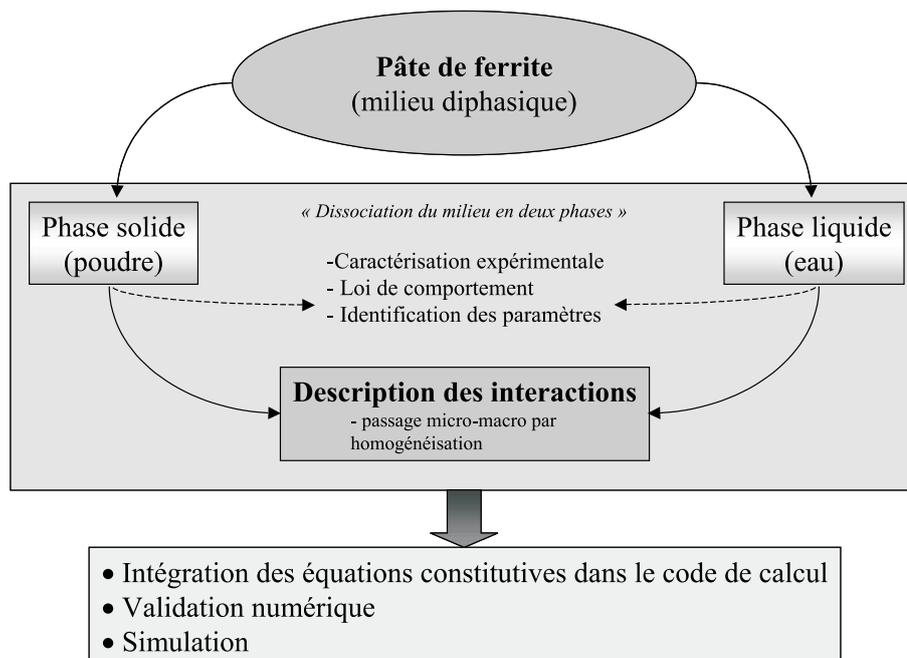


FIG. 6.2 – Représentation schématique de la démarche à adopter pour simuler la compression-filtration des ferrites à partir d'une approche diphasique.

La pâte est considérée comme un milieu saturé formé de deux phases : l'eau et la poudre. En adoptant la décomposition 6.13, le comportement de la phase solide peut être étudié à partir d'une série d'expérience de caractérisation expérimentale. Pour déterminer le comportement effectif du matériau, GEBELIN [2000] a effectué sur ses alliages semi-solides un essai de compression

en matrice drainée à de **faibles vitesses de déformation**. En effet, dans ces conditions, le terme relatif à la pression interstitielle devient négligeable et par conséquent l'essai reflète le comportement effectif de la phase solide. Une autre voie, plus délicate, pourrait consister à adopter une approche théorique permettant de relier les propriétés microscopiques aux propriétés macroscopiques, en considérant, à l'échelle microscopique, les grains de poudre entourés d'une fine couche de fluide. De la même manière, à partir de la décomposition 6.14, la rhéologie de la phase liquide peut être décrite à partir d'un modèle de type fluide visqueux newtonien ou être considéré comme négligeable suivant la fraction volumique de phase solide en présence. Enfin la détermination de la forme du terme d'interaction pourra être obtenue par des considérations théoriques à partir de passage micro-macro par homogénéisation.

## 6.4 Développements théoriques basés sur une technique d'homogénéisation

Les méthodes d'homogénéisation prétendent donner une description complète à l'échelle macroscopique du milieu étudié à partir de la description complète à l'échelle microscopique. La méthode des développements à échelles multiples, introduite par BENSOUSSAN [1978] et SANCHEZ-PALENCIA [1980], permet d'atteindre ces objectifs. Les détails de la méthodologie présentés ici, sont donnés par AURIAULT [1991]. Les problèmes abordés à l'aide de cette méthode sont nombreux et variés. Il nous semble tout particulièrement intéressant de présenter et d'interpréter les résultats sur lesquels elle débouche au travers de quelques exemples de la littérature afin de mettre en évidence les informations qu'elle est susceptible d'apporter pour modéliser le comportement des pâtes ferrites au cours de leur mise en forme par compression-filtration sous champ magnétique.

### 6.4.1 Méthode des développements à échelles multiples

La méthode repose sur l'existence d'un Volume Élémentaire Représentatif (VER) du milieu, très petit comparé au volume macroscopique. Dans un milieu périodique, le VER représente la cellule périodique. Si  $l$  représente la longueur caractéristique du VER et  $L$  la longueur caractéristique macroscopique (Figure 6.3), la séparation des échelles impose :

$$\frac{l}{L} = \varepsilon \ll 1 \tag{6.26}$$

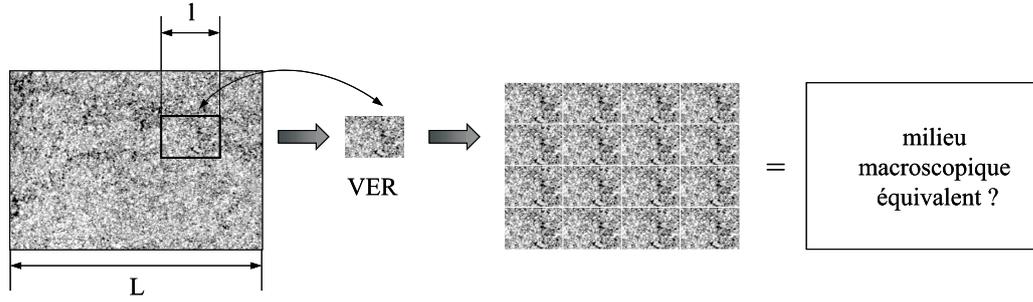


FIG. 6.3 – Description schématique du comportement des pâtes ferrites à partir d’une méthode d’homogénéisation.

Les deux longueurs caractéristiques  $L$  et  $l$  introduisent deux variables d’espace sans dimension  $\mathbf{y} = \mathbf{X}/l$  et  $\mathbf{x} = \mathbf{X}/L$ , où  $\mathbf{X}$  est une variable d’espace physique. La variable  $\mathbf{x}$  est la variable macroscopique (ou lente) et  $\mathbf{y}$  est la variable d’espace microscopique (ou rapide). La première étape de la méthode consiste à choisir le point de vue : macroscopique ou microscopique. Ils sont équivalents et leur choix dépend des commodités. On notera cependant que la dérivation spatiale<sup>10</sup> est différente. Si le point de vue microscopique est adopté, celle-ci prend la forme :

$$\frac{d}{d\mathbf{y}} = \frac{\partial}{\partial \mathbf{y}} + \varepsilon \frac{\partial}{\partial \mathbf{x}} \quad (6.27)$$

Si le point de vue macroscopique est retenu, l’opérateur dérivé devient :

<sup>10</sup>On considère la grandeur  $\Phi$  fonction des variables d’espace macroscopique  $\mathbf{x}$  et microscopique  $\mathbf{y}$  soit  $\Phi = \Phi(\mathbf{x}, \mathbf{y})$ . La dérivation composée, dans le cas où le point de vue microscopique est adoptée, donne :

$$\frac{d\Phi(\mathbf{x}, \mathbf{y})}{d\mathbf{y}} = \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{y}} + \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{x}} \frac{\partial \mathbf{x}}{\partial \mathbf{y}}$$

Compte tenu de  $\varepsilon = l/L$ ,  $\mathbf{y} = \mathbf{X}/l$  et  $\mathbf{x} = \mathbf{X}/L$ , il vient  $\frac{\partial \mathbf{x}}{\partial \mathbf{y}} = \varepsilon$ . Les dérivées s’expriment alors par :

$$\frac{d\Phi(\mathbf{x}, \mathbf{y})}{d\mathbf{y}} = \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{y}} + \varepsilon \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{x}}$$

Si l’on considère le point de vue macroscopique :

$$\frac{d\Phi(\mathbf{x}, \mathbf{y})}{d\mathbf{x}} = \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{x}} + \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{y}} \frac{\partial \mathbf{y}}{\partial \mathbf{x}}$$

Compte tenu de  $\frac{\partial \mathbf{y}}{\partial \mathbf{x}} = \varepsilon^{-1}$ , la dérivation composée s’écrit :

$$\frac{d\Phi(\mathbf{x}, \mathbf{y})}{d\mathbf{x}} = \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{x}} + \varepsilon^{-1} \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{y}}$$

$$\frac{d}{dx} = \frac{\partial}{\partial x} + \varepsilon^{-1} \frac{\partial}{\partial y} \quad (6.28)$$

L'étape suivante du procédé consiste à adimensionnaliser les équations qui régissent la physique du problème à l'échelle locale. Les nombres adimensionnels évalués en prenant en compte la physique du problème, sont exprimés en fonction des puissances de  $\varepsilon$ . Les champs de grandeurs physiques inconnues sont ensuite recherchés sous la forme de développements asymptotiques de la forme :

$$\Phi = \Phi(\mathbf{x}, \mathbf{y}) = \Phi^{(0)}(\mathbf{x}, \mathbf{y}) + \varepsilon^1 \Phi^{(1)}(\mathbf{x}, \mathbf{y}) + \varepsilon^2 \Phi^{(2)}(\mathbf{x}, \mathbf{y}) + \dots \quad (6.29)$$

Ils sont introduits dans la description locale adimensionnalisée. L'identification des termes de même puissance de  $\varepsilon$  fait apparaître différents problèmes à résoudre. Une homogénéisation parfaite est obtenue quand  $\varepsilon \rightarrow 0$ . En pratique,  $\varepsilon$  prend une valeur finie faible, la description macroscopique équivalente qui est donnée au premier ordre par  $\Phi^{(0)}$ , représente une approximation du comportement réel avec une précision de l'ordre de  $\varepsilon$ . Pour clarifier la méthode et préciser son intérêt ainsi que ces éventuels apports dans le cadre de la modélisation du comportement des pâtes de ferrites, nous allons développer plusieurs exemples concrets. Nous avons retenu le cas des milieux poreux déformables, celui du comportement mécanique des alliages semi-solide et l'étude des suspensions de particules solides soumises à des forces magnétiques.

#### 6.4.2 La méthode à travers quelques exemples

L'étude par homogénéisation du comportement d'un milieu poreux saturé déformable a été menée par AURIAULT et SANCHEZ-PALENCIA [1977]. Le milieu, supposé périodique, est constitué de deux matériaux (Figure 6.4) :

- une matrice poreuse  $\Omega^S$ ,
- un fluide interstitiel  $\Omega^F$ .

A l'échelle microscopique, les auteurs supposent que le milieu solide est régi par un **comportement de type élastique linéaire**. La rhéologie du fluide interstitiel est décrite au travers d'un modèle de type **fluide visqueux newtonien**. Les auteurs négligent les forces de masse et les accélérations et considèrent que **le fluide est incompressible**. Les conditions aux limites du problème sont telles que sur l'interface, le déplacement et la contrainte normale sont continus. En admettant que les contraintes à l'échelle macroscopique et les déplacements dans le solide et

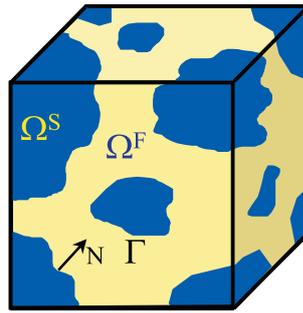


FIG. 6.4 – Représentation schématique du milieu poreux d'un point de vue microscopique.

le fluide sont respectivement du même ordre de grandeur, le système d'équations du problème adimensionné fait intervenir un nombre sans dimension noté  $Q$ . Ce terme qui représente le rapport entre les termes de pression et de viscosité de l'équation de Stokes s'écrit :

$$Q = \frac{|\mathbf{grad} p|}{|\mu \Delta \vec{v}|} \quad (6.30)$$

En utilisant la longueur  $L$  comme longueur de référence, le nombre adimensionnel  $Q_L$  est tel que :

$$Q_L = O\left(\frac{p L^2}{L \mu v}\right) \quad (6.31)$$

Ainsi suivant les ordres de grandeurs de  $Q_L$  relativement à  $\varepsilon$  différents cas sont homogénéisables. La Figure 6.5 présente les différentes situations ainsi que les diverses descriptions auxquelles elles conduisent.

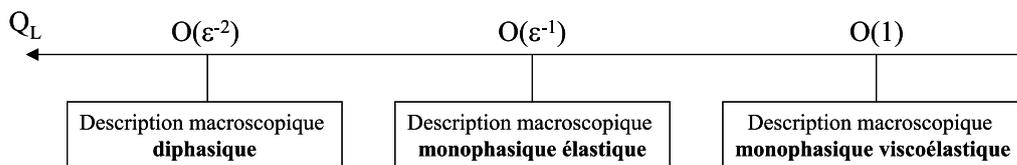


FIG. 6.5 – Bilan à l'échelle macroscopique des situations homogénéisables et des descriptions correspondantes en fonction de l'ordre de  $Q_L$ .

Ainsi lorsque  $Q_L = O(\varepsilon^{-2})$ , la description macroscopique correspondante est **diphasique** similaire à celle décrite par BIOT [1955]. Le comportement de la phase solide est un comportement élastique. La vitesse relative de la phase fluide est régie par la loi de Darcy. Dans le cas où

$Q_L = O(\varepsilon^{-1})$ , le comportement macroscopique équivalent est décrit par un comportement **monophasique élastique**. Le fluide ne se déplace pas par rapport à la matrice solide et interagit uniquement par l'intermédiaire de sa pression. Enfin, si  $Q_L = O(1)$ , le milieu macroscopiquement équivalent est décrit par un comportement **monophasique viscoélastique**.

La méthode a également été utilisée pour décrire le comportement des alliages semi-solides [GEINDREAU and AURIAULT, 1999]. Ce dernier est parti d'une description microscopique diphasique, le comportement de la phase solide étant régi par une loi viscoplastique de type Odqvist, celui de la phase liquide par un fluide newtonien incompressible. L'étude que les auteurs ont menée a montré que suivant l'ordre de grandeur d'un nombre adimensionnel défini comme le rapport du terme de pression sur le terme visqueux de la phase fluide, les descriptions macroscopiques correspondantes étaient différentes. En particulier, pour des vitesses de déformation faibles, le comportement macroscopique du semi-solide peut être décrit par un modèle diphasique. Lorsque les vitesses de déformation sont élevées, le milieu équivalent est un milieu monophasique incompressible. Pour les vitesses intermédiaires, le comportement du milieu équivalent peut être décrit par une loi viscoplastique où le fluide n'interagit que par sa pression.

Les études menées par LEVY [1984], [1985], [1988] sont également intéressantes si l'on envisage d'étudier le comportement des ferrites au cours de leur mise en forme parce qu'elles concernent le problème de suspension de particules solides soumises à des forces magnétiques. LEVY considère un mélange constitué de particules solides en suspension dans un fluide visqueux incompressible, soumis à une densité volumique de forces  $\vec{j} \wedge \vec{B}$ , où  $\vec{j}$  est le vecteur densité de courant et  $\vec{B}$  est l'induction magnétique. A partir d'une méthode d'homogénéisation, elle montre que cette densité volumique de forces extérieures modifie la microstructure en particulier en influençant la rotation des particules élémentaires. Le comportement macroscopique de la suspension prend alors un caractère non-newtonien. Les forces extérieures agissent directement sur la forme du tenseur des contraintes au point de le rendre non-symétrique.

De ces différentes études, on constate que la méthode d'homogénéisation présentée ici constitue un outil puissant pour décrire le comportement de structure périodique. Elle permet en effet de définir la description à adopter en fonction de l'amplitude des grandeurs caractéristiques mises en jeu et une **meilleure compréhension de la physique des phénomènes**. De ce point de vue, en l'appliquant au cas des ferrites, elle permettrait d'affirmer ou d'infirmer les observa-

tions expérimentales que nous allons présenter au chapitre 7. De telles approches ambitieuses sont indispensables à long terme, car elles devraient fournir des modèles de comportement plus réalistes.

## 6.5 Magnétohydrodynamique

Pour pouvoir prendre en compte le champ magnétique dans la modélisation de la mise en forme des ferrites, il est nécessaire d'introduire les équations de l'électromagnétisme. Ces lois sont [MOREAU, 1990] :

### 1. la loi d'Ohm

$$\vec{j} = \sigma(\vec{E} + \vec{v} \wedge \vec{B}) \quad (6.32)$$

où  $\vec{j}$  est le vecteur densité de courant,  $\sigma$  la conductivité électrique du milieu,  $\vec{E}$  le champ électrique et  $\vec{v}$  le vecteur vitesse,

### 2. les équations de Maxwell

$$\mathbf{rot} \vec{B} = \mu_0 \vec{j} \quad (6.33)$$

$$\mathbf{div} \vec{B} = 0 \quad (6.34)$$

$$\mathbf{rot} E = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \quad (6.35)$$

avec  $\vec{B}$  induction magnétique,  $\vec{H}$  champ magnétique ou excitation magnétique.

En présence du champ magnétique, il apparaît une densité volumique de forces  $\vec{j} \wedge \vec{B}$  appelées **forces de Laplace**. Dans le cas de la mise en forme des ferrites, et comme l'a montré LEVY, cette force agit comme un couple qui tend à faire pivoter les particules afin de constituer une direction d'aimantation privilégiée. Si l'on adopte une modélisation du comportement des ferrites à partir de l'approche diphasique présentée au paragraphe 6.3, cette force doit être prise en compte au niveau du terme  $\vec{b}^{(\alpha)}$  qui représente la résultante des forces volumiques extérieures. La force de Laplace va donc agir tant sur la phase solide ( $\alpha = s$ ) que sur la phase liquide

( $\alpha = l$ ). Un des avantages du formalisme diphasique est qu'il permet de dissocier cette action. Récemment, GEINDREAU [2001a], [2001b] a étudié l'écoulement d'un fluide conducteur dans un milieu poreux en présence d'un champ magnétique. Cette étude qui concerne de nombreuses applications et en particulier celle de la mise en forme des ferrites a été menée par homogénéisation. GEINDREAU considère l'écoulement d'un fluide conducteur newtonien incompressible dans un milieu poreux rigide en présence d'un champ magnétique. A l'échelle des pores, l'écoulement du fluide est gouverné par le système d'Equations 6.36 à 6.41 :

$$-\mathbf{grad} p + \mu \Delta \vec{v} + \vec{j} \wedge \vec{B} = 0 \quad \text{dans} \quad \Omega_f \quad (6.36)$$

$$\mathbf{div} \vec{v} = 0 \quad \text{dans} \quad \Omega_f \quad (6.37)$$

où  $\Omega_f$  désigne le domaine du VER occupé par le fluide,  $\vec{v}$  le vecteur vitesse,  $p$  la pression,  $\mu$  la viscosité du fluide et le  $\vec{B}$  l'induction magnétique. Le vecteur densité de courant  $\vec{j}$  est relié au vecteur vitesse et au champ électrique  $\vec{E}$  par la loi d'Ohm :

$$\vec{j} = \sigma_f (\vec{E} + \vec{v} \wedge \vec{B}) \quad \text{dans} \quad \Omega_f \quad (6.38)$$

Dans le domaine solide, la loi d'Ohm se réduit à :

$$\vec{j} = \sigma_s \vec{E} \quad \text{dans} \quad \Omega_s \quad (6.39)$$

Les équations de Maxwell dans le tout le domaine  $\Omega$  sont également valides :

$$\mathbf{div} \vec{B} = 0 \quad \text{et} \quad \vec{B} = \mu^* \vec{H} \quad \text{dans} \quad \Omega \quad (6.40)$$

avec  $\mu^*$  est la perméabilité magnétique supposée isotrope et

$$\mathbf{rot} E = 0 \quad \text{dans} \quad \Omega \quad (6.41)$$

Ces équations sont complétées de conditions aux limites à l'interface. La mise sous forme adimensionnelle du système d'Equations 6.36 à 6.41 permet de définir différents nombres sans dimensions dont le nombre de Hartman  $Ha$  caractérisant le rapport des forces électromagnétiques sur les forces visqueuses :

$$Ha = \left( \frac{|\sigma_f \vec{v} \wedge \vec{B}|}{|\mu \Delta \vec{v}|} \right)^{\frac{1}{2}} = B_c l \left( \frac{\sigma_f}{\mu} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (6.42)$$

Ce nombre de Hartman est bien connu en magnétohydrodynamique parce qu'il contrôle en partie les écoulements des métaux en canalisation fermée et en présence de champ. GEINDREAU montre que si ce nombre de Hartman est fini, i.e.  $\varepsilon \ll Ha \ll \varepsilon^{-1}$  avec  $\varepsilon = l/L$ , où  $l$  représente la taille caractéristique des pores du milieu poreux et  $L$  la taille caractéristique de l'échantillon, la loi de filtration obtenue possède une structure semblable à la loi de Darcy, mais avec un terme supplémentaire proportionnel au champ électrique macroscopique. Dans la littérature, cette influence du champ magnétique sur la loi de filtration a été démontrée expérimentalement par McWHIRTER [1998] et WALLACE [1969] mais aussi à partir d'une démarche phénoménologique par RUDRAIAH [1975]. Ce dernier propose d'introduire directement dans la loi de Darcy un terme magnétique proportionnel à la force de Lorentz tel que :

$$\vec{q} = \frac{k}{\mu} (-\mathbf{grad} p + \vec{j} \wedge \vec{B}) \quad (6.43)$$

où  $\vec{q}$  est le vecteur taux d'écoulement,  $k$  la perméabilité,  $\mathbf{grad} p$  le gradient de pression du fluide,  $\vec{j}$ , le vecteur densité de courant et  $\vec{B}$  l'induction magnétique. RUDRAIAH [1975] montre que le vecteur taux d'écoulement décroît considérablement quand l'intensité du champ magnétique est accrue.

Dans le cas de la mise en forme des ferrites, cette loi de Darcy modifiée doit être prise en compte dans l'approche diphasique.

## 6.6 Conclusion

L'étude bibliographique que nous venons de développer montre la diversité des outils mathématiques actuellement utilisés pour décrire le comportement des matériaux et en particulier les pâtes, les suspensions, les milieux poreux...

Dans les approches existantes, le comportement des matériaux comme les semi-solides ou les polymères chargés de poudres métalliques est modélisé au cours du remplissage en utilisant des schémas basés sur un formalisme monophasique. Ces approches sont inaptes à rendre compte des phénomènes de ségrégations de phases en particulier parce que le mélange est décrit par

un champ de vitesse unique. Pour prendre en compte l'éventuelle différence entre les vitesses des différentes phases, le mélange est alors considéré comme un milieu continu superposable et un formalisme diphasique est utilisé (théorie des mélanges). Les équations de conservation de la masse, de la quantité de mouvement de chacun des constituants sont écrites comme pour un milieu continu classique. Cependant, des termes supplémentaires sont introduits afin de rendre compte des interactions entre les constituants du mélange.

Les approches micro-macro et en particulier la méthode d'homogénéisation basée sur les développements asymptotiques à échelles multiples constituent également un outil mathématique puissant pour décrire le comportement macroscopique à partir de la connaissance du comportement microscopique de milieux à structure périodique (milieux poreux, suspensions...) Ces approches ambitieuses semblent être indispensables à long terme, car elles assurent une meilleure compréhension des phénomènes physiques du problème étudié et fournissent des formes réalistes de loi de comportement.

Enfin, en présence d'un champ magnétique dans un milieu fluide en général, il apparaît une densité volumique de force appelé force de Laplace. Si cette dernière modifie l'orientation de particules solides en suspensions dans un fluide, elle modifie également la loi de filtration d'un fluide au travers d'un milieu poreux.

De ces différents points de vue, il est alors possible de tirer quelques conclusions quant à la modélisation des pâtes de ferrites au cours de leur mise en forme par compression-filtration sous champ magnétique. En raison du caractère diphasique des pâtes d'hexaferrite de strontium, il semble nécessaire d'utiliser un formalisme diphasique si l'on souhaite rendre compte de l'ensemble des phénomènes mis en jeu au cours de la mise en forme et prédire la répartition de la phase solide dans le gâteau, la teneur en eau finale, les éventuelles ségrégations de phases... Le champ magnétique utilisé industriellement pour orienter les grains de poudre et constituer une direction d'aimantation privilégiée influe également sur la filtration de l'eau pendant l'opération de mise en forme. Il doit donc être pris en compte dans la modélisation.



# Chapitre 7

## Caractérisation expérimentale du matériau

### Sommaire

---

<b>7.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>140</b>
<b>7.2</b>	<b>Essai de compression en matrice</b>	<b>140</b>
7.2.1	Dispositif expérimental	140
7.2.2	Résultats expérimentaux	143
7.2.3	Mesure des paramètres élastiques	153
<b>7.3</b>	<b>Essai de dilatométrie</b>	<b>156</b>
7.3.1	Dispositif expérimental et principe des essais	156
7.3.2	Résultats expérimentaux	156
<b>7.4</b>	<b>Conclusion</b>	<b>164</b>

---

## 7.1 Introduction

La première partie de ce chapitre est consacrée à l'étude du comportement mécanique du matériau au cours de sa mise en forme par compression-filtration sous champ magnétique. La caractérisation expérimentale doit atteindre plusieurs objectifs. Le premier est d'identifier la relation entre la réponse du matériau lorsque celui-ci est soumis à une sollicitation mécanique. En d'autre terme, on cherche dans notre cas à définir la relation entre les champs de contraintes  $\sigma(\underline{x})$  et de déformations  $\varepsilon(\underline{x})$ . Le second est d'acquérir une meilleure compréhension des mécanismes régissant le comportement du matériau afin éventuellement de pouvoir relier l'approche macroscopique à une approche plus physique. Dans ce but, nous avons réalisé des essais de compression en matrice drainée sur les pâtes d'hexaferrite Grade A et Grade B présentées au paragraphe 5.4. Une étude détaillée de l'influence de certains paramètres comme la température ou la vitesse de compression a été menée afin de mettre en évidence un éventuel comportement viscoplastique. Ultérieurement, les données expérimentales permettront d'identifier les paramètres du modèle retenu pour la simulation numérique de la mise en forme.

Dans la seconde partie, le comportement du matériau comprimé est étudié sous une variété de sollicitations thermomécaniques utilisant le dispositif de dilatométrie présenté au paragraphe 4.3.1. L'un des objectifs essentiels de cette étude est d'apporter une meilleure compréhension des mécanismes mis en jeu au cours du frittage par l'observation du comportement macroscopique du matériau. En particulier, l'anisotropie induite au cours de la mise en forme par compression-filtration sous champ magnétique est étudiée à partir d'échantillons parallélépipédiques testés axialement et transversalement à l'axe de facile aimantation. D'autre part, les résultats des divers essais réalisés doivent constituer une base de données afin de fournir la possibilité d'ajuster les paramètres du modèle retenu pour simuler les changements dimensionnels au cours du frittage.

## 7.2 Essai de compression en matrice

### 7.2.1 Dispositif expérimental

Afin de caractériser le comportement mécanique du matériau au cours du procédé de mise en forme par compression-filtration sous champ magnétique, nous avons conçu, développé et mis au point un dispositif permettant de réaliser des essais de compression en matrice drainée. Ce

dispositif, présenté sur la Figure 7.1, repose sur l'architecture du dispositif utilisé pour caractériser les poudres de fer et de carbure de tungstène de la première partie. Il se compose d'une matrice de 50 mm de diamètre, d'un poinçon supérieur et d'un poinçon inférieur présentant des orifices de 1.5 mm de diamètre permettant l'évacuation de l'eau pendant la compression.

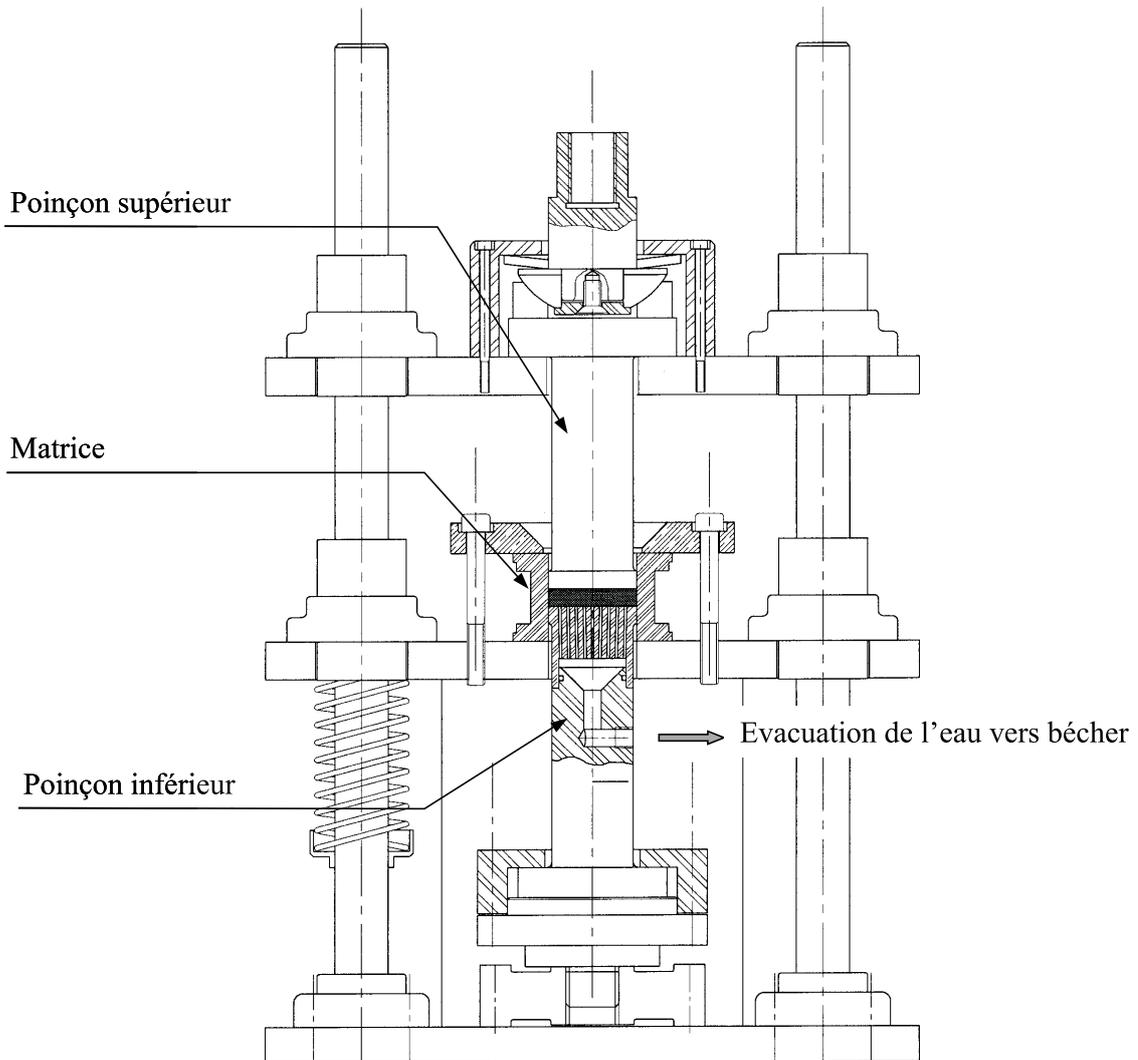


FIG. 7.1 – Dispositif expérimental d'essai de compression en matrice drainée.

Des jauges de déformation collées sur la paroi externe de la matrice permettent, grâce à un étalonnage préalable, de déterminer la contrainte radiale exercée sur l'échantillon. Les capteurs de force supérieur et inférieur et le capteur de déplacement complètent cette information, en

mesurant l'état de contrainte du matériau tout au long de la compression. La quantité d'eau évacuée est mesurée afin de vérifier le bilan de masse. Les essais sont réalisés dans des conditions expérimentales voisines de celles utilisées industriellement, sauf pour les conditions magnétiques, en raison de l'incompatibilité des mesures électroniques avec l'application du champ environnant : **les essais sont donc réalisés sans champ magnétique**. Comme nous l'avons montré dans la première partie de ce mémoire, le frottement du matériau sur les parois de la matrice rend l'essai non-homogène. Pour pallier cet inconvénient, nous avons recours à une modélisation mathématique de l'essai présentée au paragraphe 2.2.3 et qui est reprise ici. Le coefficient de transmission des contraintes  $\alpha$  est défini selon :

$$\alpha = \sigma_{rm} \frac{\ln\left(\frac{\sigma_{zs}}{\sigma_{zi}}\right)}{\sigma_{zs} - \sigma_{zi}} \quad (7.1)$$

où  $\sigma_{zs}$ ,  $\sigma_{zi}$  et  $\sigma_{rm}$  sont respectivement les contraintes axiales supérieure, inférieure et radiale moyenne mesurées expérimentalement. Le coefficient de frottement est obtenu à partir de l'expression suivante :

$$\mu = \frac{S}{PH} \frac{\sigma_{zs} - \sigma_{zi}}{\sigma_{rm}} \quad (7.2)$$

où P est le périmètre de l'échantillon, H sa hauteur et S sa section.

La procédure expérimentale que nous avons adoptée pour l'ensemble de la campagne de mesure réalisée est la suivante :

- lubrification de la matrice à partir du lubrifiant industriel et obturation des orifices d'évacuation de l'eau du poinçon inférieur à l'aide d'un papier filtrant,
- insertion d'une quantité de pâte ( $\simeq 100$  g) à partir d'une seringue de dosage dans la matrice,
- réalisation de l'essai à vitesse de traverse constante,
- mesure de la quantité d'eau évacuée et de la densité de l'échantillon comprimé,
- séchage de l'échantillon et mesure de la densité du comprimé à vert.

L'une des difficultés techniques majeures de ces essais concerne l'opération d'injection de la pâte dans la matrice, opération au cours de laquelle il faut éviter d'emprisonner de l'air. Afin de le vérifier, nous avons mesuré la quantité d'eau évacuée au cours de la compression à divers intervalles de temps  $t$ . Sans présence d'air au sein de la pâte, cette quantité d'eau doit être proportionnelle au déplacement du piston. La Figure 7.2 présente l'évolution expérimentale

et théorique de la masse d'eau évacuée en fonction du déplacement du piston. L'évacuation de l'air au sein du matériau semble se faire aux premiers instants de la compression (non linéarité de la quantité d'eau évacuée vis à vis du déplacement du piston). Par la suite, les mesures expérimentales sont relativement bien ajustées par une droite de même pente que celle de la courbe attendue. Malheureusement ce phénomène, également présent industriellement, n'est pas facilement contrôlable. Nous avons décidé de le négliger notamment lors du calcul de la densité initiale de la pâte au début de l'essai de compression.

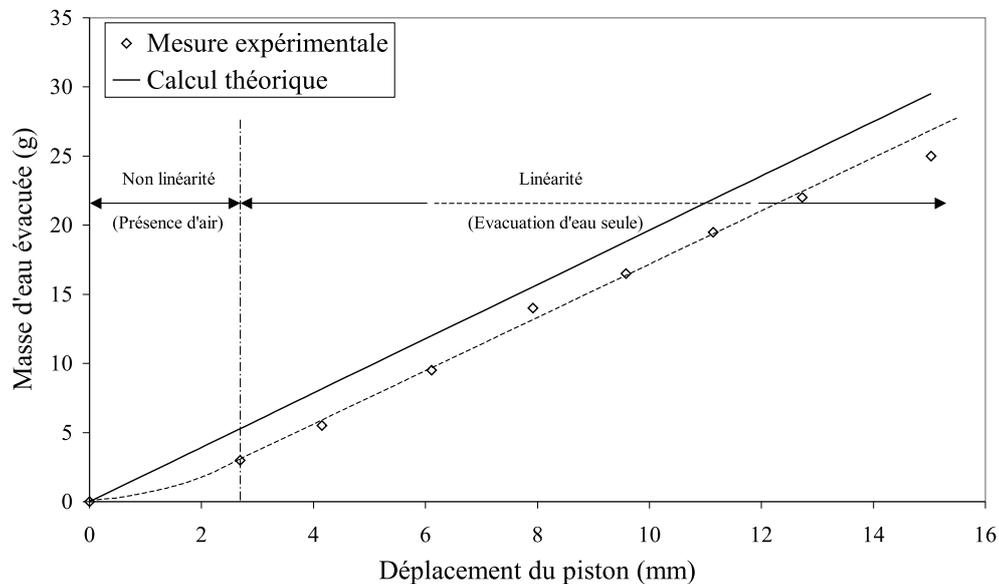


FIG. 7.2 – Comparaison entre les mesures expérimentales et le calcul théorique de l'évolution de la quantité d'eau évacuée en fonction du déplacement du piston.

### 7.2.2 Résultats expérimentaux

Nous avons étudié le comportement mécanique du matériau en compression en matrice en faisant varier certains paramètres tels que la vitesse de compression, la température de la pâte mais également sa granulométrie. Les résultats obtenus sont présentés au travers de courbes donnant la contrainte en fonction de la déformation ou densité relative. Nous ferons également intervenir le coefficient de transmission des contraintes et de frottement défini au paragraphe précédent. Avant de présenter les résultats, il est nécessaire de définir clairement la densité relative dans la mesure où celle-ci peut revêtir deux désignations foncièrement différentes.

**Densité relative humide  $d_h$**  : La densité relative humide notée  $d_h$  est définie comme étant le rapport de la densité de la phase solide et de la phase liquide divisée par la densité théorique du matériau fritté (100% dense).

$$d_h = \frac{\rho_{solide+liquide}}{\rho_{th}} \quad (7.3)$$

Pour l'ensemble des calculs, la densité théorique du matériau fritté (100% dense) a été considérée égale à  $5.12 \text{ g/cm}^3$ . Cette densité cristallographique suppose 100% de phase M.

**Densité relative sèche  $d_s$**  : La densité relative sèche notée  $d_s$  représente le rapport entre la densité de la phase solide et la densité théorique du matériau fritté (100% dense).

$$d_s = \frac{\rho_{solide}}{\rho_{th}} \quad (7.4)$$

### 7.2.2.1 Analyse des résultats d'un essai de référence

L'essai de référence est un essai pour lequel nous avons utilisé des conditions expérimentales voisines de celles employées industriellement pour la compression des segments de ferrite.

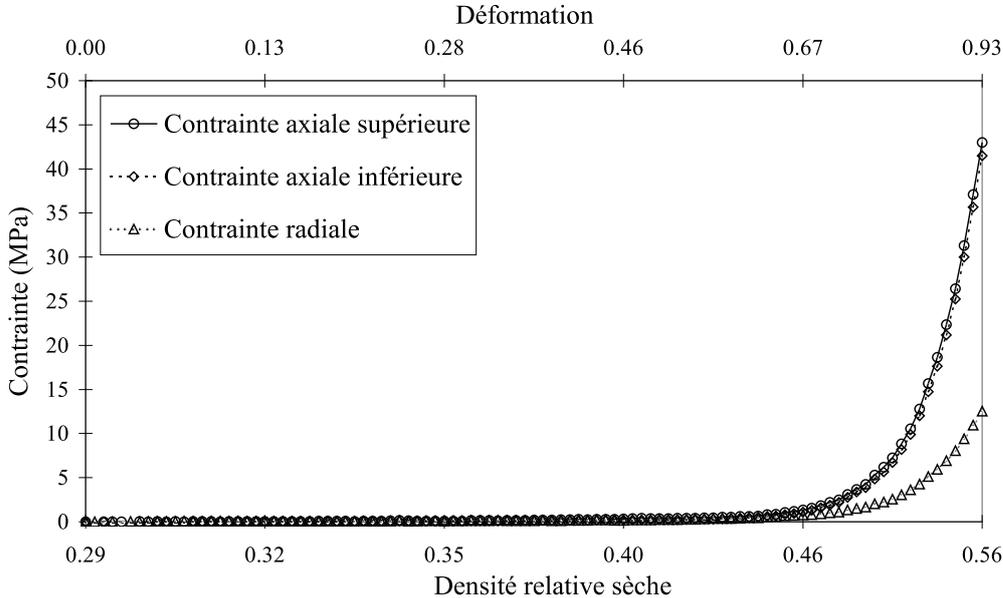


FIG. 7.3 – Evolution des contraintes axiales supérieure, inférieure et radiale moyenne lors de la compression en matrice drainée de la pâte Grade A.

La Figure 7.3 présente l'évolution des contraintes axiales supérieure, inférieure et radiale

moyenne lors de la compression en matrice drainée à vitesse de traverse constante  $V = 0.1$  mm/s de la pâte Grade A à température ambiante. L'effort maximum imposé sur l'échantillon à partir du poinçon supérieur a été fixé à 45 MPa. Les incertitudes expérimentales sont estimées à  $\pm 1$  MPa pour les contraintes et  $\pm 0.005$  mm pour les déplacements.

Au début de la compression, les contraintes nécessaires à la déformation et densification du matériau sont très faibles puisqu'inférieures à 1 MPa jusqu'à une densité relative sèche de 0.45. Cette zone correspond à la filtration du fluide à travers les particules de poudre. Le nombre de Reynolds  $Re$  local caractéristique de l'écoulement est défini par :

$$Re = \frac{\rho V l}{\mu} \quad (7.5)$$

où  $\rho$  et  $\mu$  sont respectivement la masse volumique et la viscosité du fluide et  $V$  et  $l$ , une vitesse et une longueur caractéristique de l'écoulement. Dans le cas où l'on considère que l'écoulement du fluide (i.e. l'eau :  $\rho = 1000$  kg/m<sup>3</sup>,  $\mu = 10^{-3}$  Pl) dans le milieu de longueur caractéristique la taille des particules ( $l = 10^{-6}$  m) s'effectue à la vitesse caractéristique  $V = 0.1 \cdot 10^{-3}$  m/s que nous avons assimilé à celle de la compression, le nombre Reynolds  $Re$  est égal à  $10^{-4}$ . L'écoulement est laminaire puisque  $Re \ll 1$  et régi par la loi de Darcy. Les efforts ne sont fonction que de la perméabilité du milieu et de la vitesse de l'écoulement du fluide.

Au delà de cette zone, les particules se sont agglomérées entre elles pour constituer ce que l'on appelle couramment le gâteau, les efforts exercés sur les poinçons en contact avec ce dernier deviennent de plus en plus importants pour croître finalement de manière exponentielle. L'écart entre les contraintes supérieure et inférieure est relativement faible puisqu'il n'excède pas 2 MPa. Il ne justifie pas un faible coefficient de frottement dans la mesure où ce dernier est défini par l'Equation 7.2, et dépend de la géométrie de l'échantillon au travers de son diamètre et de sa hauteur. Son évolution est donnée sur la Figure 7.4.

Malgré une dispersion importante des résultats aux faibles densités, on voit aisément que le coefficient de frottement croît au fur et à mesure que le matériau se densifie. Cette dispersion des résultats est inhérente au dispositif expérimental et plus particulièrement aux faibles déformations mesurées par les jauges collées sur les parois de la matrice et permettant de déterminer la contrainte radiale. L'écart entre les valeurs mesurées au début de la compression où  $\mu \simeq 0.07$  et celles obtenues à la fin de l'essai ( $\mu \simeq 0.18$ ) est très important et est fortement influencé par la teneur en eau. Le coefficient de frottement sera d'un intérêt tout à fait particulier lorsque nous

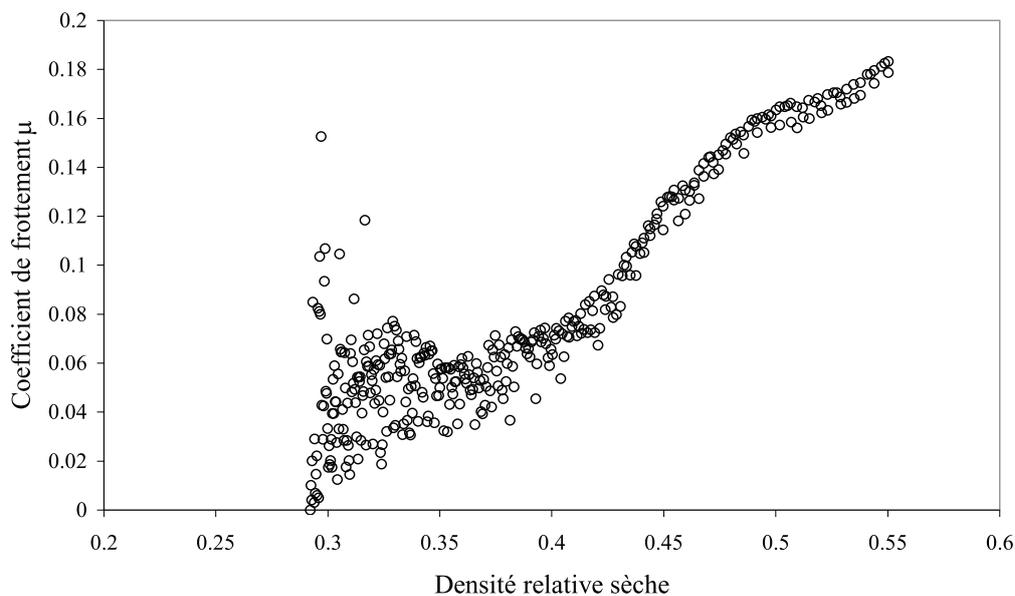


FIG. 7.4 – Evolution du coefficient de frottement  $\mu$  au cours de la compression de la pâte d'hexaferrite de strontium Grade A.

aborderons la simulation numérique de la compression notamment pour définir les interactions entre le matériau et l'outillage. Les valeurs obtenues sont en adéquation avec celles que l'on mesureraient industriellement, les poinçons et la matrice du dispositif expérimental étant réalisés à partir des mêmes matériaux que ceux utilisés in situ. La dernière information que l'essai de compression en matrice permet de mettre en exergue est celle de l'évolution du coefficient de transmission des contraintes  $\alpha$  en fonction de la densité relative sèche de l'échantillon présentée sur la Figure 7.5.

Sur ce graphique, on constate tout d'abord que la dispersion des résultats est très importante tant que la densité relative est inférieure à 0.40. Malgré l'incertitude de ces résultats, nous avons néanmoins calculé la valeur moyenne des mesures, égale à 0.93. Le comportement de la pâte est donc relativement proche, aux premiers stades de la compression, de celui d'un fluide visqueux pour lequel le coefficient de transmission des contraintes  $\alpha$  est égal à l'unité. Au delà de cette valeur de 0.4, les mesures, plus précises rejoignent celles obtenues sur les poudres sèches.

Le Tableau 7.1 recense les principales caractéristiques de l'échantillon pour lequel nous avons recalculé le pourcentage d'eau contenu initialement dans la pâte afin de vérifier la cohérence avec les valeurs industrielles. Il est déduit des mesures de la masse initiale de pâte et de la masse de

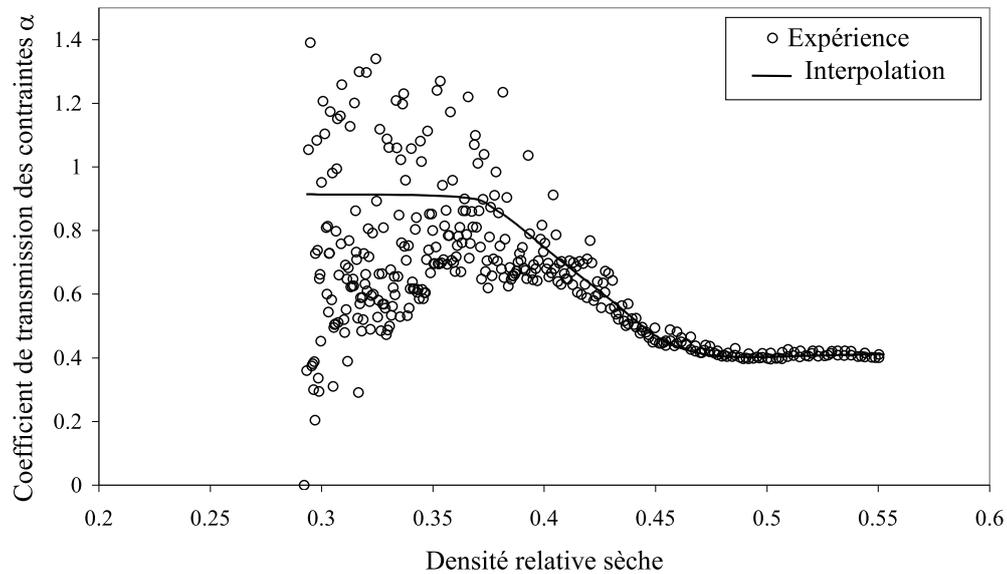


FIG. 7.5 – Evolution du coefficient de transmission des contraintes  $\alpha$  au cours de la compression de la pâte Grade A.

l'échantillon sec selon la formule :

$$\% \text{ d'eau initial} = \frac{\text{masse initiale pâte} - \text{masse échantillon sec}}{\text{masse initiale pâte}} \times 100 \quad (7.6)$$

Pour l'ensemble des essais réalisés, la teneur moyenne en eau mesurée est de 41.5% alors que la valeur industrielle de référence est égale à 39%. Cette différence provient probablement du prélèvement de la pâte avec la seringue de dosage pendant lequel nous tendons à aspirer davantage d'eau que de poudre.

Densité de l'échantillon humide (g/cm <sup>3</sup> )	Densité de l'échantillon sec (g/cm <sup>3</sup> )	Pourcentage pondéral d'eau initiale (%)	Pourcentage pondéral d'eau évacuée (%)
3.25	2.84	41.5	31.8

TAB. 7.1 – Résultats "caractéristiques" d'un essai de compression en matrice instrumentée.

### 7.2.2.2 Discussion des résultats

L'étude de la compression-filtration d'une poudre d'hexaferrite de strontium a été discutée par quelques auteurs [STRIJBOS, 1974], [KOOLS, 1977]. Lorsque les essais sont réalisés sous champ magnétique, appliqué parallèlement ou perpendiculairement à la direction de pressage, ils proposent de distinguer différents stades essentiels lors du cycle de compression.

- La première étape du procédé correspond à la filtration de l'eau au travers du milieu. Les grains de poudre restent en suspension par l'intermédiaire des forces de frottement visqueuses.
- Les efforts croissants de compression engendrés par le déplacement du poinçon et la diminution progressive de la teneur en eau, conduisent à la formation d'un gâteau à la surface du filtre. Ce procédé de filtration sur support avec formation de gâteau est décrit par LECLERC [1988] et repose sur les hypothèses selon lesquelles le gâteau est homogène incompressible et le régime d'écoulement à travers le milieu est laminaire.
- Le dernier stade est atteint lorsque la surface du poinçon en mouvement atteint celle du gâteau. Le contact ainsi établi entre le lit de particules et les poinçons entraîne la transmission des efforts correspondants dont l'évolution croît généralement de manière exponentielle avec le temps.

Les résultats exposés au paragraphe précédent sur la pâte d'hexaferrite de strontium corroborent qualitativement les déclarations de ces deux auteurs bien que les essais aient été réalisés sans champ magnétique. Il semble donc nécessaire de diriger les futures recherches vers un dispositif de caractérisation expérimentale sous champ magnétique afin de pouvoir quantifier clairement l'influence du champ magnétique tant sur le comportement et la structure du squelette solide que sur l'écoulement du fluide au sein du milieu poreux. Néanmoins la description macroscopique du matériau tend à s'éclaircir. Le comportement visqueux au début de la compression en raison de l'importante teneur en eau (75% en volume) tendrait vers celui d'un matériau davantage élastoplastique à la fin de la compression. Nous allons étayer maintenant notre propos en étudiant successivement l'influence des deux paramètres que sont la vitesse de compression et la température de la pâte.

### 7.2.2.3 Sensibilité des résultats à la vitesse de compression

Des essais de compression en matrice sur la pâte Grade A ont été réalisés à diverses vitesses de compression : 0.05 mm/s, 0.1 mm/s, 0.15 mm/s et 0.2 mm/s. La Figure 7.6 montre l'évolution de la contrainte axiale en fonction de la densité relative humide pour les différents essais.

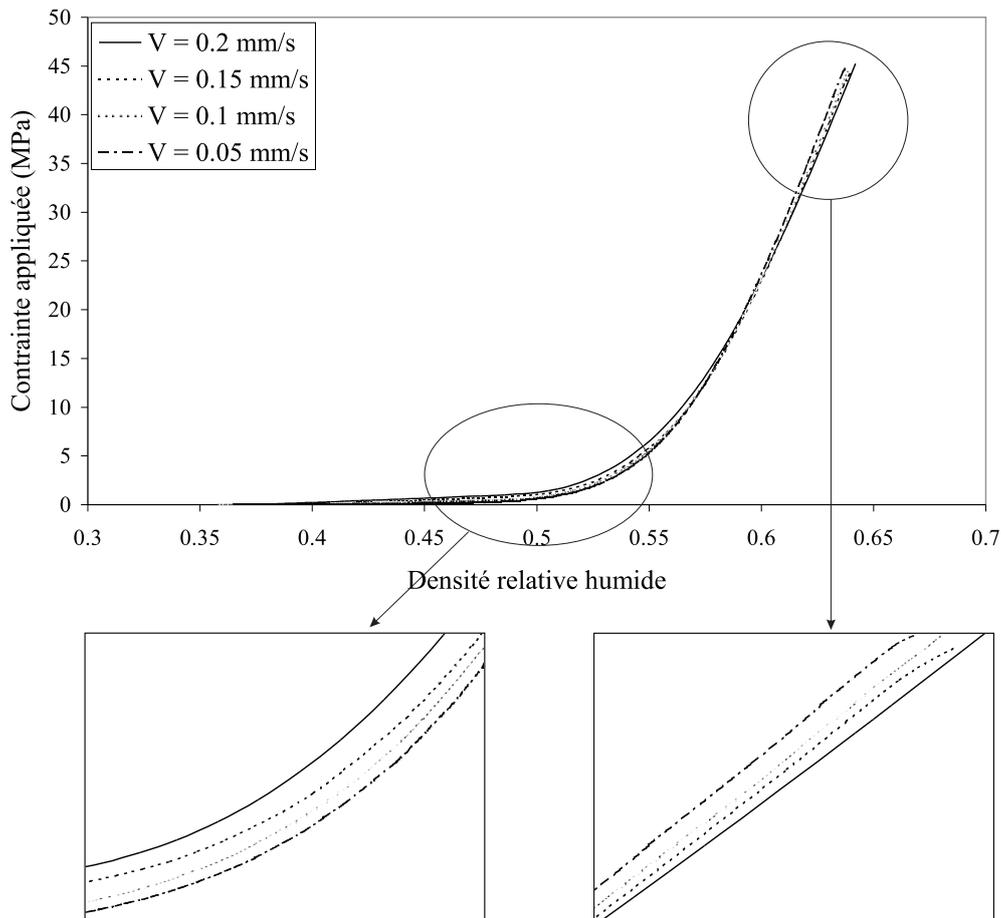


FIG. 7.6 – Evolution de la contrainte axiale appliquée en fonction de la densité relative humide de la pâte Grade A pour différentes vitesses de compression.

On constate tout d'abord que les courbes sont dépendantes de la vitesse de compression. Cette dépendance, certes faible, n'est pas conservée de manière identique tout au long de la compression. Une analyse plus fine des courbes fait apparaître deux comportements distincts suivant que nous nous plaçons au-dessous ou au-dessus d'une densité relative humide égale à 0.55 (0.46 en densité relative sèche).

- Lorsque nous nous plaçons en-dessous de cette valeur, la contrainte axiale est d'autant

plus importante que la vitesse de compression est élevée. La pâte se comporte comme un matériau visqueux [GEINDREAU, 1996].

- Au delà, l'ordre des courbes est inversé. La fraction de solide est dominante, le comportement visqueux de la suspension disparaît au profit de celui du gâteau.

Ce dernier point semble très controversé dans la littérature si l'on compare les résultats obtenus par ES-SAHAB [1992] avec ceux de ROURE [1999] sur des poudres sèches. L'étude menée par le premier de ces auteurs, a permis de mettre en évidence une diminution de la compressibilité du matériau avec la vitesse de compactage. Hors l'étude menée par ROURE tend à prouver le contraire et serait conforme avec les résultats que nous avons obtenus en ce sens où plus la vitesse de compression est élevée, plus le matériau est dense. L'explication de cet effet repose sur les mécanismes mis en jeu au cours de la compression du matériau. En effet dans le cas de poudres dures, la densification du matériau n'a lieu que par réarrangement des grains sans déformation plastique. Hors, le frottement intergranulaire est fortement influencé par la vitesse de déplacement [ROURE, 1996]. En particulier, il est d'autant plus faible que la vitesse est élevée. Dans tous les cas, il semble nécessaire pour confirmer cette argumentation de réaliser des essais complémentaires afin de couvrir une gamme de vitesse de déformation plus importante.

#### 7.2.2.4 Influence de la température de la pâte

L'influence de la température de la pâte sur les résultats des essais de compression en matrice a été étudiée à partir de divers essais sur une plage de température variant de l'ambiante à 80°C. L'obtention d'une pâte à une température donnée a constitué la difficulté majeure de réalisation de ces essais. La démarche initiale, qui fut de porter à température la pâte contenue dans un bécher à partir d'une plaque chauffante, a échoué car nous ne maintenions pas la teneur initiale en eau constante en raison de son évaporation. La démarche adoptée a été d'amener à la température désirée une quantité de poudre sèche et un volume d'eau  $V$  puis de réaliser le mélange à une teneur en eau de 39%.

La Figure 7.7 présente l'évolution de la contrainte axiale en fonction de la densité relative de la pâte pour les différentes températures de 23°C, 38.2°C, 58.5°C et 74°C.

Si l'allure des courbes semble être identique pour chaque température, on constate que la densité atteinte pour une contrainte donnée est différente. Pour une contrainte axiale donnée, la densité de l'échantillon est d'autant plus faible que la température est basse. La viscosité de la

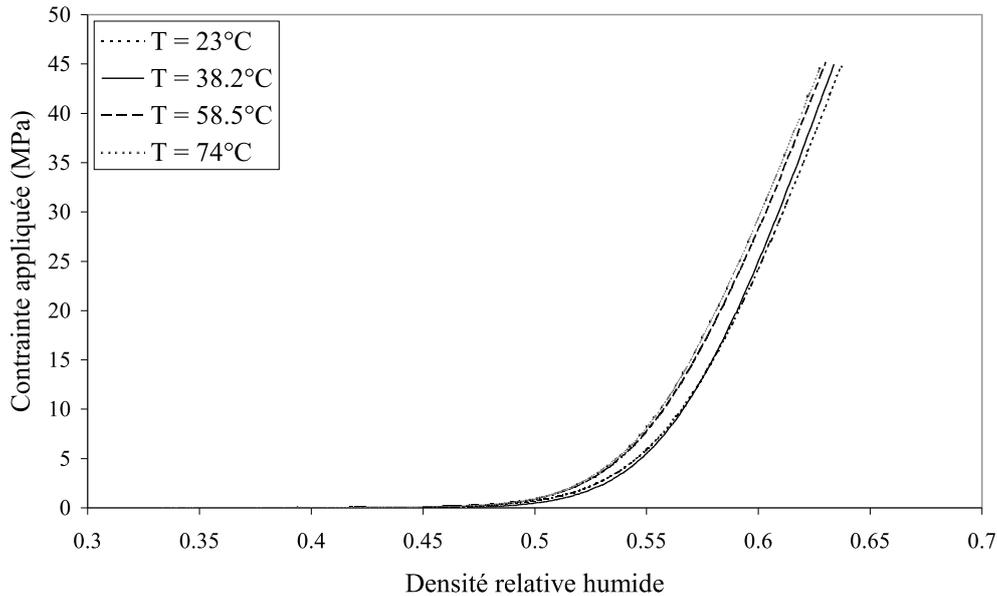


FIG. 7.7 – Evolution de la contrainte axiale appliquée en fonction de la densité relative de la pâte Grade A pour différentes températures.

pâte peut expliquer ce constat dans la mesure où elle diminue avec la température. La filtration de l'eau au travers du gâteau est donc d'autant plus facile que la température est élevée.

### 7.2.2.5 Influence de la granulométrie

L'influence de la granulométrie des poudres a été étudiée à partir de deux essais réalisés dans les mêmes conditions expérimentales sur les pâtes Grade A et Grade B dont la taille moyenne des particules est respectivement comprise entre  $0.9 - 1 \mu\text{m}$  et  $0.75 - 0.85 \mu\text{m}$ . L'allure des courbes de compressibilité des deux matériaux est identique, néanmoins les densités finales atteintes sont différentes. La densité de l'échantillon humide Grade B est supérieure d'environ 2% de celle du Grade A. Ce ratio passe à 3.5% lorsque l'on compare les densités des échantillons séchés. Cela signifie que la teneur en eau dans le gâteau issue de la compression de la pâte Grade B est supérieure au Grade A. La filtration de l'eau est d'autant plus difficile que les grains de la poudre sont fins.

### 7.2.2.6 Compactage en matrice de la poudre d'hexaferrite sèche

Afin d'analyser et d'étudier l'influence de la teneur en eau sur les résultats d'un essai de compression en matrice, nous avons réalisé un essai sur la poudre d'hexaferrite obtenue à partir du séchage de la pâte. La Figure 7.8 présente l'évolution du coefficient de transmission des contraintes  $\alpha$  pour la poudre (sèche) d'hexaferrite de strontium Grade A au cours de l'essai.

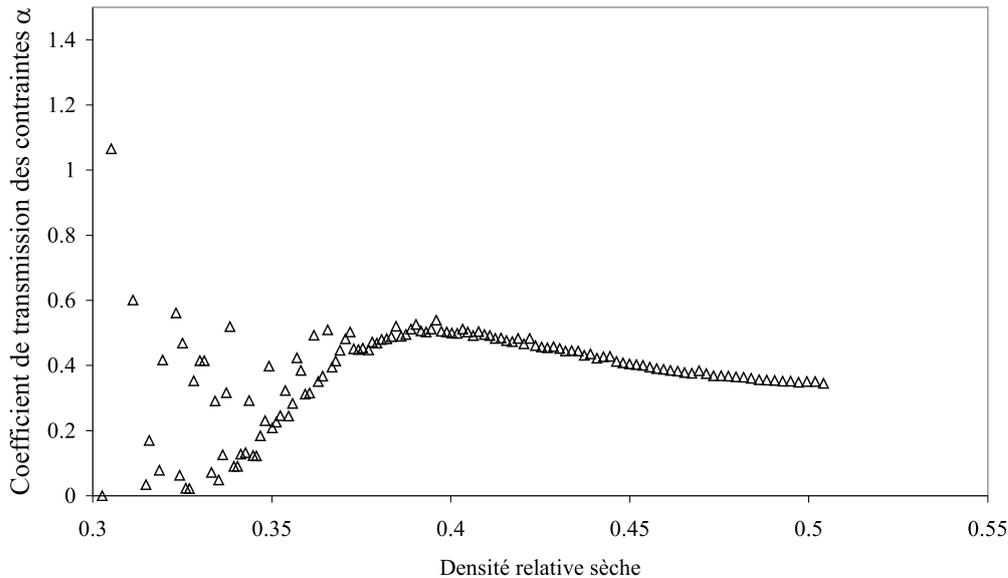


FIG. 7.8 – Evolution du coefficient de transmission des contraintes  $\alpha$  au cours de la compression pour la poudre d'hexaferrite de strontium Grade A.

Après une zone relativement bruitée, l'évolution du rapport des contraintes  $\sigma_r / \sigma_z$  décroît au cours de la densification de la poudre. La valeur de  $\alpha$  est comprise entre 0.50 et 0.35. La comparaison de ces résultats avec ceux obtenus sur la pâte montre clairement l'influence de l'eau sur la compressibilité du matériau. L'évolution du rapport que nous avons décrit comme partant d'une valeur proche de l'unité et tendant vers une valeur de 0.4 à la fin de la compression rejoint bien notre analyse. En effet, dans le cas de la compression de la pâte, la teneur en eau à la fin de l'essai n'est plus que d'environ 10%. Le comportement de l'échantillon très peu humide converge vers celui de l'échantillon sec. La Figure 7.9 présente l'évolution du coefficient de frottement du matériau sur les parois de la matrice pendant l'essai. On remarque sur ce graphique que le coefficient de frottement croît pendant la compression de la poudre pour atteindre une valeur relative élevée à la fin de l'essai  $\mu = 0.26$ . En comparaison avec la valeur obtenue sur la pâte

( $\mu = 0.16$  à la même densité), le comportement frottant est donc fortement influencé par la présence ou l'absence de l'eau.

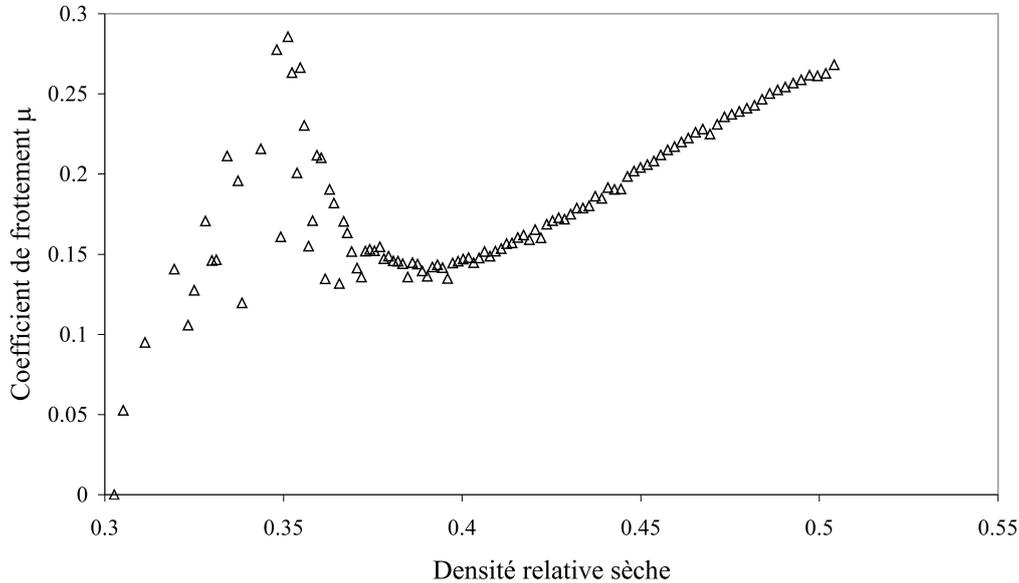


FIG. 7.9 – Evolution du coefficient de frottement  $\mu$  au cours de la compression pour la poudre d'hexaferrite de strontium Grade A.

### 7.2.3 Mesure des paramètres élastiques

Le module d'Young  $E$  et le coefficient de Poisson  $\nu$  du matériau ont été obtenus en utilisant le système de mesure *GrindoSonic* basé sur l'analyse du comportement vibratoire suite à une excitation par choc, présenté dans la première partie de ce mémoire au paragraphe 2.6. Les essais ont été réalisés sur des échantillons cylindriques de 50 mm de diamètre et 8 mm d'épaisseur obtenus par compression sous champ magnétique mais également sans champ magnétique de la pâte Grade A. Une partie de ces échantillons a été frittée. La plage de densité testée pour les échantillons à vert est très restreinte ( $2.76 \text{ g/cm}^3 - 2.92 \text{ g/cm}^3$ ). En effet, en-dessous d'une certaine densité, la fréquence de réponse du matériau n'est plus détectée par l'appareil et les mesures sont impossibles. La Figure 7.10 rassemble les résultats obtenus tant sur les spécimens à vert (sec) que sur ceux frittés. Ces résultats montrent clairement deux ordres de grandeurs totalement différentes des valeurs de module d'Young suivant que les échantillons sont frittés ou non.

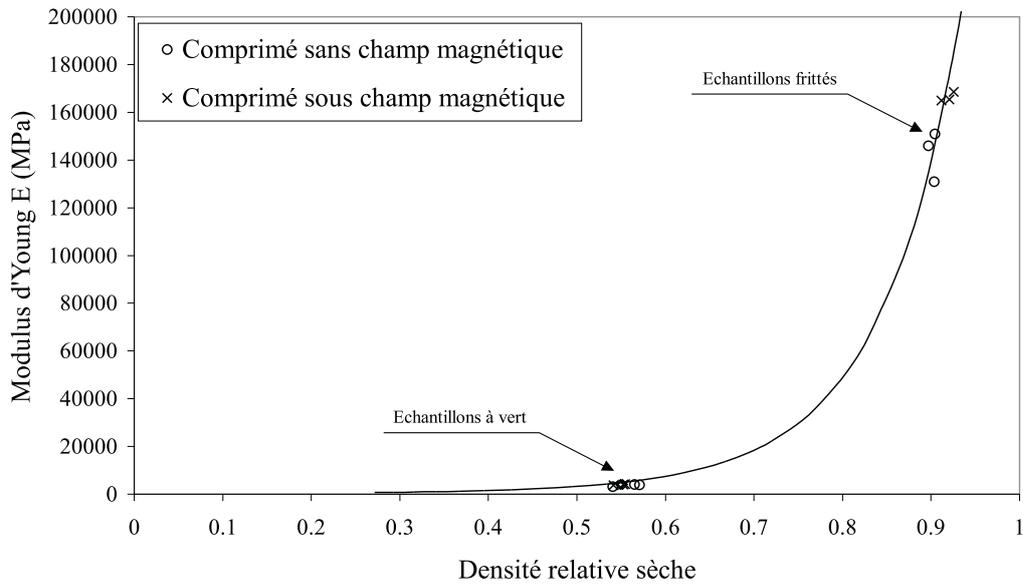


FIG. 7.10 – Evolution du module d'Young  $E$  en fonction de la densité relative sèche des échantillons d'hexaferrite de strontium Grade A.

Les résultats expérimentaux, dont l'évolution est généralement décrite au moyen d'une fonction exponentielle [PAVIER and DOREMUS, 1996], [ALVAIN, 2001], ont été ajustés au moyen de l'équation suivante :

$$E = E_0 \exp\left(\left(\frac{\rho}{\rho_0}\right)^n\right) \quad (7.7)$$

avec  $E_0 = 253.65$  MPa,  $\rho_0 = 1.39$  g/cm<sup>3</sup> et  $n = 1.53$ . Pour pouvoir comparer les résultats entre eux, nous avons rassemblé dans le Tableau 7.2 les mesures obtenues en valeurs algébriques moyennes.

#### Comparaison entre échantillons comprimés avec ou sans champ magnétique :

L'écart sur les modules d'Young des spécimens à vert est de 7% et passe à 15% sur les pièces frittées. Cette différence est également observée sur les coefficients de Poisson puisque l'écart est dans les deux cas voisin de 10%. Le champ magnétique qui oriente les particules pendant la compression, joue donc un rôle important sur les propriétés élastiques des pièces.

#### Comparaison entre état à vert et état fritté :

On constate que globalement la réponse élastique du matériau est fortement dépendante de l'état de l'échantillon. Le rapport  $E_{fritté}/E_{à\ vert}$  est en effet compris entre 35 et 45

Comprimé sous champ magnétique			Comprimé sans champ magnétique		
Densité (g/cm <sup>3</sup> )	E (MPA)	$\nu$	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	E (MPA)	$\nu$
2.77 à 2.84 ( <i>à vert</i> )	4030	0.18	2.76 à 2.92 ( <i>à vert</i> )	3740	0.20
4.59 à 4.63 ( <i>fritté</i> )	142 700	0.30	4.66 à 4.73 ( <i>fritté</i> )	166 300	0.34

TAB. 7.2 – Module d’Young  $E$  et coefficient de Poisson  $\nu$  d’échantillon à cru et fritté d’hexaferrite de strontium (Valeurs moyennes).

suivant que l’échantillon a été comprimé sous champ magnétique ou non. L’influence sur les valeurs des coefficients de Poisson est également notable. Ce dernier voisin de 0.18-0.20 à vert tend vers une valeur comprise entre 0.30 et 0.34 à l’état fritté.

#### Comparaison des résultats avec des données issues de la littérature :

Seuls les résultats obtenus sur les échantillons frittés sont comparables à ceux cités dans la littérature ; il n’existe à notre connaissance aucune valeur sur les pièces à vert. Ainsi deux valeurs de module d’Young fonction de l’axe d’anisotropie (axe  $c$ ) sont couramment données :

- la valeur  $E_{\parallel}$  parallèle à l’axe  $c$  vaut 120 000 MPa,
- la valeur  $E_{\perp}$  perpendiculaire à l’axe  $c$  est égale à 180 000. MPa.

Les mesures que nous avons réalisées avec l’appareil *GrindoSonic* ne nous permettent pas de dissocier ces deux valeurs dans la mesure où le matériau est considéré comme isotrope. Néanmoins, les résultats sus-cités encadrent tout particulièrement bien les valeurs que nous pu mesurer avec notre appareil.

Avant de clore ce paragraphe, plusieurs remarques sont à faire. Des essais de charge et décharge sous chargement triaxial [PAVIER, 1998] ont montré clairement que le module d’Young était dépendant de la pression isotrope. La détermination expérimentale des paramètres élastiques réalisée à partir de l’appareil *GrindoSonic* ne tient pas compte de cette influence dans la mesure où l’échantillon doit pouvoir vibrer librement sous l’effet de l’impulsion mécanique qu’il a subi. D’autre part, le comportement élastique anisotrope du matériau que la littérature reporte mais que nous n’avons pas pu clairement étudier, ne sera pas pris en compte dans la suite de ce travail. En particulier, il semble être nécessaire de le prendre en compte si l’on souhaite simuler correctement les opérations de compression et d’éjection des pièces. Des travaux similaires à ceux

développés par RIERA [2000] sur des échantillons de poudre de fer pourraient être entrepris sur les ferrites. Sur un plan théorique, l'écriture d'une loi élastique anisotrope est actuellement en cours au sein de notre équipe [FRACHON, 2002].

## 7.3 Essai de dilatométrie

### 7.3.1 Dispositif expérimental et principe des essais

Le dispositif expérimental utilisé pour caractériser le comportement mécanique du matériau au cours de l'étape de frittage est un dilatomètre, modèle SETARAM TMA92, déjà présenté au paragraphe 4.3.1, permettant de mesurer au cours d'un cycle thermique donné la déformation axiale de l'échantillon. Dans le cas des ferrites, le comportement anisotrope du matériau nous a conduit à mettre en place une procédure expérimentale différente de celle utilisée lors de l'étude des carbures. Les échantillons soumis aux essais sont des échantillons de forme parallélépipédique d'environ 8 mm de hauteur et de section 6 mm × 6 mm obtenus par découpage à l'aide d'une scie à fil dans des plaques issues des pâtes Grade A et Grade B comprimées sous champ magnétique et séchées. Les retraits sont mesurés au travers de deux essais distincts :

- le premier que nous qualifierons par la suite d'essai ou de retrait **axial** correspond aux mesures de la déformation réalisées **parallèlement à l'axe c de facile aimantation**,
- l'essai que nous noterons essai ou retrait **transverse** correspond aux mesures réalisées dans le sens **perpendiculaire à l'axe c**.

Les échantillons sont frittés sous atmosphère oxydante comme les pièces industrielles. Les résultats, présentés dans les paragraphes qui suivent, portent uniquement sur les échantillons issus de la compression de la pâte Grade A. Les résultats concernant le Grade B sont fournis en Annexe D.

### 7.3.2 Résultats expérimentaux

#### 7.3.2.1 Essai de référence

L'essai de référence consiste à mesurer le retrait axial ou radial d'un échantillon au cours d'un cycle de température défini à partir des conditions de frittage réelles des pièces industrielles. Le cycle établi conjointement avec l'industrie UGIMAG se différencie du cycle industriel par une simplification du profil de montée en température et du temps de maintien à la température

maximale. Il est présenté sur la Figure 7.11.

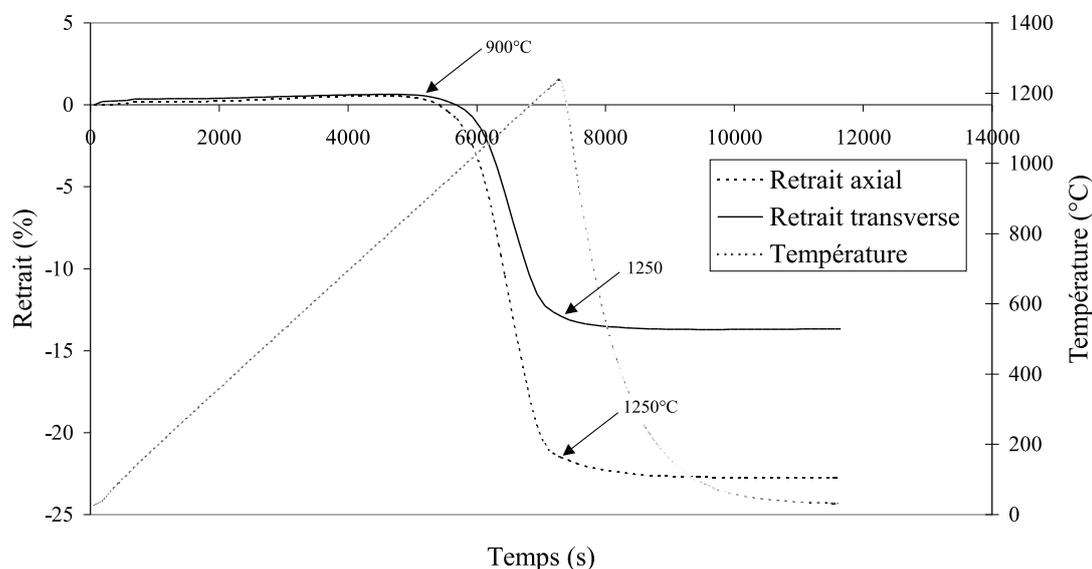


FIG. 7.11 – Evolution du retrait axial et radial au cours du temps du ferrite Grade A suivant le cycle de référence.

Il comporte une montée en température de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  jusqu'à  $1250^{\circ}\text{C}$  puis un refroidissement de  $100^{\circ}\text{C}/\text{min}$  jusqu'à retour à l'ambiante. Sur ce même graphique sont représentées les courbes de retrait axial et radial réalisées sur deux échantillons différents. On constate que le retrait de l'échantillon débute à la température de  $900^{\circ}\text{C}$  dans les deux directions et que la densification est quasiment achevée à  $1250^{\circ}\text{C}$ . Entre chacune de ces deux températures, l'écart entre les courbes de retrait axial et transversal ne cesse de croître régulièrement jusqu'à  $1250^{\circ}\text{C}$ . Les mesures de retrait réalisées à la fin des essais conduisent à un **retrait axial de 22.7%** pour un **retrait transverse de 13.0%** soit un retrait axial mesuré selon l'axe c de facile aimantation quasiment deux fois supérieur au retrait transverse. Le retrait moyen estimé à partir d'une analyse statistique des cotes de pièces industrielles produites à partir de la même nuance de pâte donne un retrait axial de 23.9% et un retrait transverse de 13%. L'erreur relative sur la mesure du retrait axial calculé selon :

$$\frac{\varepsilon_{ll}^{indus.} - \varepsilon_{ll}^{exp.}}{\varepsilon_{ll}^{indus.}} \quad (7.8)$$

est égal à 5%.

### 7.3.2.2 Essai de charge-décharge intermittente

L'objectif de ces essais est de mettre en évidence le comportement visqueux du matériau pendant le cycle de frittage. Une des méthodes généralement employées consiste à soumettre l'échantillon à une sollicitation de compression axiale pendant le cycle de température et d'en déduire la viscosité à partir de l'analyse de la réponse du matériau. L'application de la charge peut se faire de manière intermittente ou de manière continue tout au long de l'essai. Les résultats de cette deuxième approche seront présentés au paragraphe suivant. Afin de découpler les effets de la température avec ceux du chargement mécanique, nous avons défini un cycle thermomécanique particulier présenté sur la Figure 7.12.

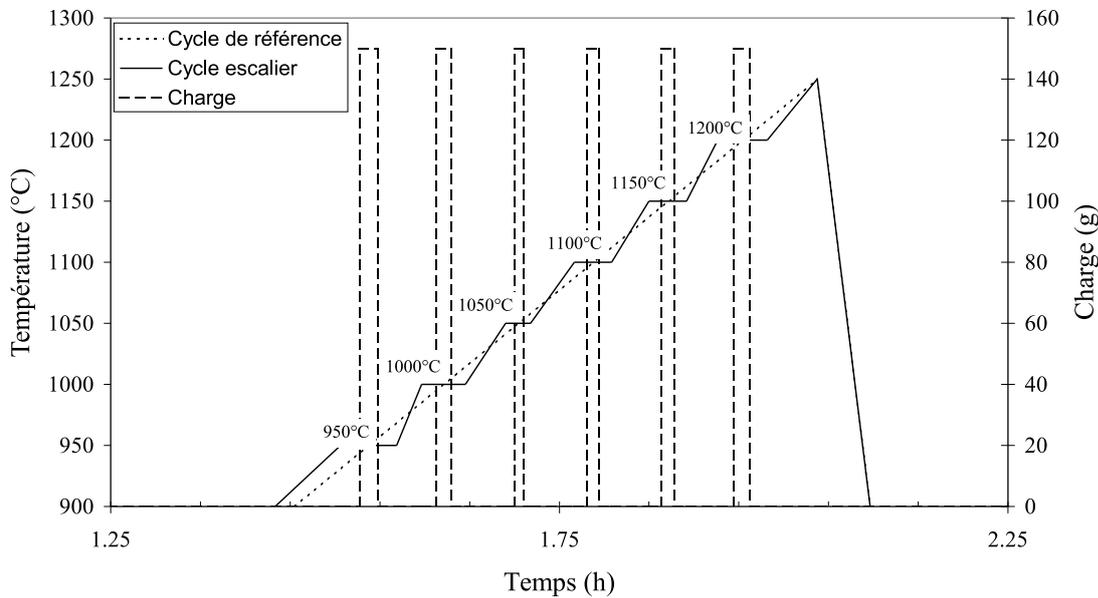


FIG. 7.12 – Cycle escalier défini selon le cycle de référence.

Pendant chaque palier en température, une charge de 150 g est appliquée sur l'échantillon pendant une durée égale au tiers de celle de l'isotherme et centré sur celui-ci. On observe sur la Figure 7.13 l'influence de l'application d'un échelon de contrainte sur la vitesse de déformation dans le cas d'un échantillon sollicité suivant l'axe c. Lorsque la charge est appliquée, la vitesse de déformation croît brusquement pour atteindre une certaine valeur à partir de laquelle la vitesse diminue lentement jusqu'au retrait de la charge. Lors du passage de l'état contraint à l'état non contraint, la vitesse de déformation subit un saut important que nous allons exploiter afin de déterminer la viscosité.

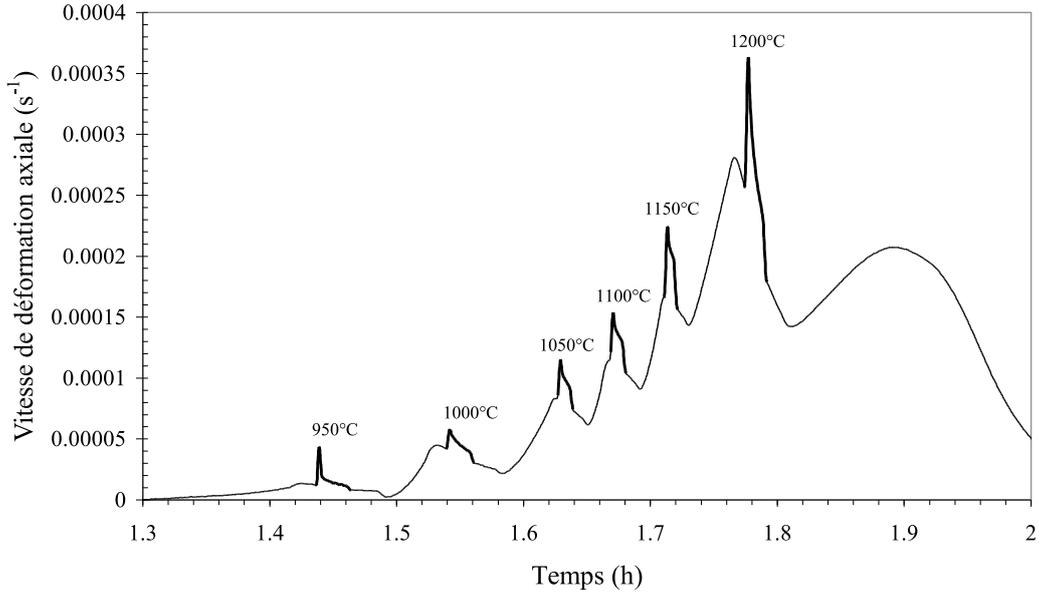


FIG. 7.13 – Evolution de la vitesse de déformation en fonction du temps pour différentes charges sur un échantillon de ferrite.

Pour atteindre cet objectif, on compare l'état de déformation du matériau pendant l'application de la charge et sans. Ainsi si l'on considère que la déformation totale de l'échantillon est la somme d'une contribution élasto-visco-plastique  $\varepsilon^{vp}$  et d'une contribution frittante  $\varepsilon^{fr}$  traduite en terme de vitesse de déformation par la relation :

$$\dot{\varepsilon} = \underbrace{\dot{\varepsilon}^e}_{\text{négligé}} + \dot{\varepsilon}^{vp} + \dot{\varepsilon}^{fr} + \underbrace{\dot{\varepsilon}^{th}}_{=0} \quad (7.9)$$

la contribution élastique  $\varepsilon^e$  étant a priori négligeable et le terme  $\varepsilon^{th}$ , de déformation thermique, étant nul puisque nous sommes sur une isotherme ( $\Delta T = 0$ ) alors :

**Pendant l'application de la charge** : la vitesse de déformation de l'échantillon sous charge  $\varepsilon^{sc}$  est la somme d'une contribution viscoplastique et d'une contribution frittante qui se traduit par :

$$\dot{\varepsilon}^{sc} = \dot{\varepsilon}^{vp} + \dot{\varepsilon}^{fr} \quad (7.10)$$

**Sans application de la charge** : seul le frittage naturel gouverne la vitesse de déformation libre  $\varepsilon^{libre}$  soit :

$$\dot{\varepsilon}^{libre} = \dot{\varepsilon}^{fr} \quad (7.11)$$

La différenciation de ces deux états, nous amène à :

$$\dot{\varepsilon}^{sc} - \dot{\varepsilon}^{libre} = \dot{\varepsilon}^{vp} = \frac{\sigma_z}{\eta_z} \quad (7.12)$$

où  $\sigma_z$  est la contrainte appliquée et  $\eta_z$  est la viscosité suivant la direction de la sollicitation.

La Figure 7.14 illustre notre propos.

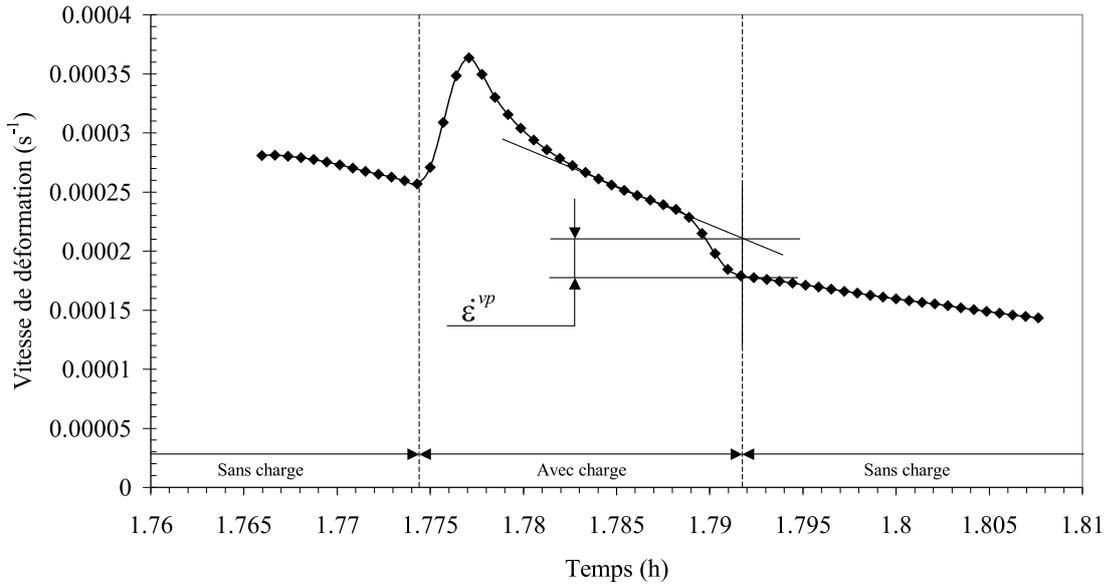


FIG. 7.14 – Exploitation du saut de vitesse de déformation induit par l’application d’une charge dans la détermination des viscosités

Les viscosités sont déterminées ainsi pour chaque palier en température sur la phase de décharge, des phénomènes transitoires lors de l’application du chargement mécanique rendent en effet l’exploitation des résultats plus délicate lors de l’application du chargement. L’anisotropie du matériau mis en évidence au paragraphe 7.3.2.1, nous a conduit à réaliser deux essais différents comme le montre la Figure 7.15.

Le premier essai correspond au cas où l’échantillon est soumis à une charge parallèle à son axe de facile aimantation, la déformation axiale  $\varepsilon_{ll}$  correspondante est mesurée en continu par le palpeur du dilatomètre. Le second essai correspond au cas où la charge appliquée est perpendiculaire à l’axe  $c$ , la mesure de la déformation  $\varepsilon_{tt}$  étant réalisée parallèlement à la direction de la charge. La Figure 7.16 présente les résultats expérimentaux obtenus pour les deux échantillons sollicités axialement et transversalement à leur axe de facile aimantation.

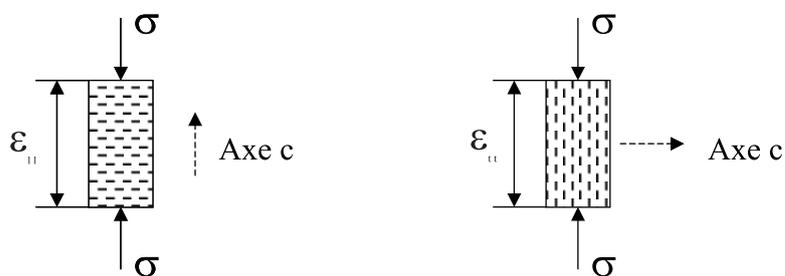


FIG. 7.15 – Correspondance entre mesure des retraits et direction de facile aimantation lors de l'application d'une charge.

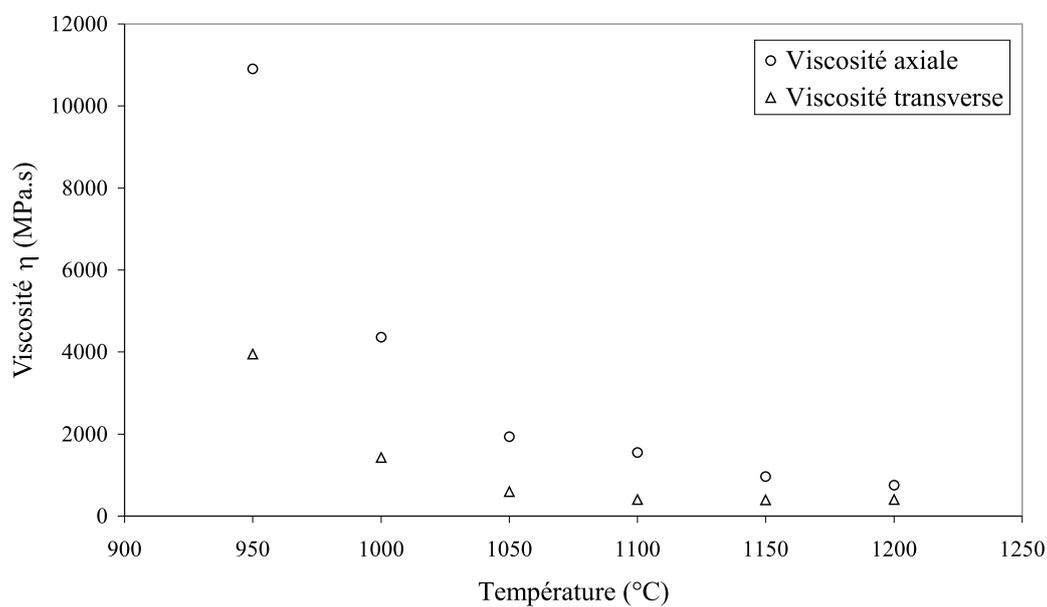


FIG. 7.16 – Evolution de la viscosité axiale et transversale en fonction de la température.

L'évolution de la viscosité axiale et radiale en fonction de la température est donnée pour une densité relative d'échantillon variant de 0.54 à 0.68. Les courbes sont toutes deux décroissantes tout au long du cycle de frittage. La température tend à diminuer la viscosité de l'échantillon et le processus de densification n'arrive pas ici à contrebalancer cet effet. L'écart entre les mesures axiales et radiales n'est pas constant. La viscosité axiale est en effet trois fois plus importante que la viscosité transversale à la température de 950°C et ce ratio vaut moins de 2 à la température de 1200°C. L'inconvénient majeur de ces essais réside dans le fait que nous ne dissociions pas l'influence de la température de celle de la densification de l'échantillon. Pour pallier cet inconvénient, il faudrait réaliser des essais avec application de plusieurs échelons de contrainte à température constante.

### 7.3.2.3 Essai sous charge constante

La réponse du matériau, soumis à une charge constante appliquée tout au long du cycle thermique, est généralement étudiée afin de pouvoir prendre en compte l'influence du poids propre pendant le frittage des pièces industrielles. Dans ce but, nous avons réalisé quelques essais sur des échantillons pour lequel la mesure de la déformation en continu et l'application de la charge ont été conduits comme précédemment c'est à dire successivement dans la direction axiale de facile aimantation puis dans la direction transversale (Figure 7.15). La Figure 7.17 présente et compare l'évolution des retraits axial et transversal obtenus avec les mesures réalisées en frittage naturel.

L'évolution des retraits au cours du cycle de frittage est identique à celle décrite au paragraphe 7.3.2.1 à partir des résultats de l'essai de référence. On constate que les retraits observés tant axialement que transversalement à la direction de facile aimantation sont supérieurs dans le cas où la charge de 150 g est appliquée. D'autre part, l'influence de la charge n'est pas identique dans les deux directions. Les valeurs indiquées dans le Tableau 7.3 le prouvent.

L'écart entre le retrait sous charge et sans charge est 5 fois plus important dans la direction transversale que dans la direction axiale. Les résultats obtenus ne sont toutefois pas facilement exploitables si l'on souhaite déterminer l'évolution de la viscosité au cours du cycle de frittage, pour plusieurs raisons :

- L'effet de la charge sur la vitesse de déformation n'engendre pas des déformations viscoplastiques suffisamment significatives pour déterminer avec précision les viscosités,
- L'application d'une charge constante modifie considérablement l'histoire mécanique du

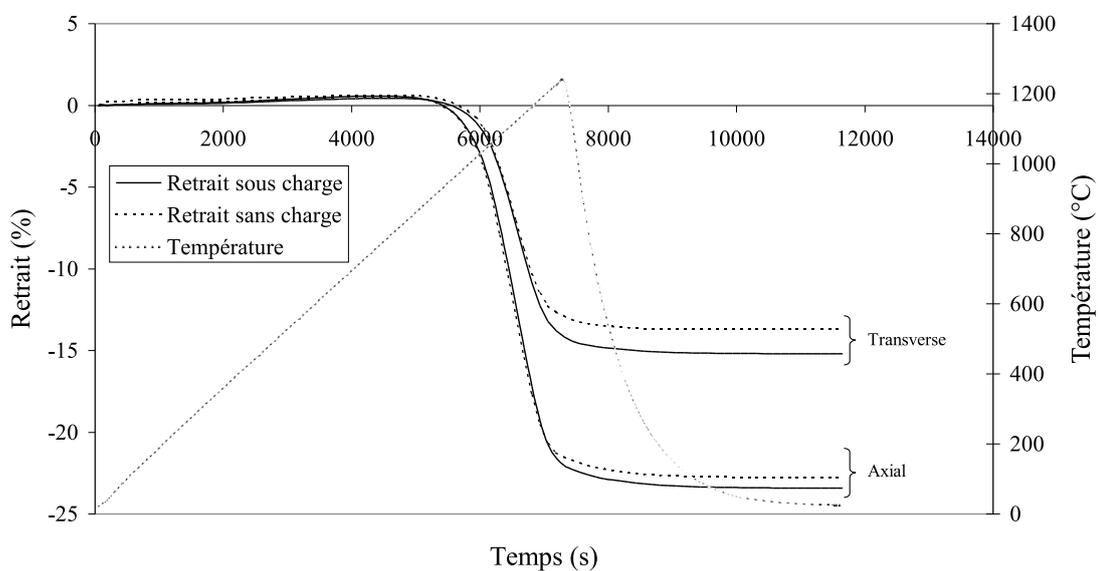


FIG. 7.17 – Retraits axial et transverse mesurés lors de l'application d'une charge constante. Comparaison avec les résultats de frittage naturel.

	Déformation longitudinale $\varepsilon_{ll}$	Déformation transverse $\varepsilon_{tt}$
Essai sans charge	0.227	0.130
Essai sous charge (150 g)	0.230	0.145
Différence	$\Delta\varepsilon_{ll} = 3 \times 10^{-3}$	$\Delta\varepsilon_{tt} = 1.5 \times 10^{-2}$

TAB. 7.3 – Comparaison des déformations longitudinales et transversales avec et sans charge.

matériau,

- La vitesse de déformation induite par l'application de la charge s'ajoute à celle de frittage naturel et tend à accélérer la vitesse de densification dans la direction de la charge.

Nous utiliserons néanmoins ces résultats pour déterminer une viscosité effective dans la mesure où nous simulerons le frittage en considérant uniquement l'état initial et final de déformation de l'échantillon.

## 7.4 Conclusion

Nous venons de présenter dans ce chapitre les essais que nous avons conduits afin de caractériser le comportement mécanique du matériau au cours de la mise en forme par compression-filtration et frittage.

La caractérisation expérimentale de la pâte a été réalisée à partir de l'essai de compression en matrice drainée sans application de champ magnétique. Les résultats obtenus montrent que le comportement de la pâte est faiblement influencé par la vitesse de compression, la température et la granulométrie. Ce comportement est relativement complexe puisqu'il se situe à l'interface d'un fluide plus ou moins visqueux et d'une poudre compressible. Des essais ont été réalisés sur la poudre sèche. La comparaison de ces résultats avec ceux obtenus sur la pâte montre clairement l'importance de la phase liquide sur le comportement du matériau. L'évolution du coefficient de frottement au cours de la compression est également très différente dans les deux cas. Les paramètres élastiques ont été obtenus à partir de mesures dynamiques pour une faible plage de densité.

La caractérisation expérimentale du frittage a été réalisée à partir de l'essai de dilatométrie sur des échantillons comprimés sous champ magnétique fournis par l'industriel. Elle a permis de mettre en évidence le comportement frittant anisotrope du matériau observé industriellement. Le comportement visqueux du matériau a été également mis en évidence. La prise en compte de l'ensemble de ces aspects suggère une loi relativement complexe.

## Chapitre 8

# Simulation numérique de la compression et du frittage d'un segment ferrite

### Sommaire

---

<b>8.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>166</b>
<b>8.2</b>	<b>Simulation numérique de la compression d'un segment ferrite</b>	<b>166</b>
8.2.1	Loi de comportement	166
8.2.2	Identification des paramètres du modèle	168
8.2.3	Résultats, analyse et discussion	172
<b>8.3</b>	<b>Simulation numérique du frittage d'un segment ferrite</b>	<b>177</b>
8.3.1	Equations constitutives	177
8.3.2	Identifications des paramètres de la loi	179
8.3.3	Résultats, analyse et discussion	182
<b>8.4</b>	<b>Conclusion</b>	<b>192</b>

---

## 8.1 Introduction

La caractérisation expérimentale que nous venons de développer a permis d'établir un ensemble important de données et d'informations sur le comportement mécanique de la pâte d'hexaferrite de strontium. L'étude bibliographique présentée au chapitre 6 a montré qu'il était souhaitable d'utiliser un formalisme diphasique si l'on voulait reproduire raisonnablement le comportement des pâtes de ferrite au cours de l'opération de compression-filtration sous champ magnétique. Dans le contexte du programme MC<sup>2</sup>, la mise en place d'une telle modélisation n'a pas été envisagée en raison des importants développements numériques à effectuer (mise en place du formalisme dans le code de calcul, intégration des lois de comportement et d'interaction...) Le choix du consortium s'est donc dirigé, dans une première approche, vers une modélisation monophasique. Le comportement de la pâte au cours de la compression-filtration est vu comme un comportement élastoplastique décrit par le modèle de Cam-Clay. Ce modèle initialement utilisé pour reproduire le comportement des sols et notamment des sols argileux est présent dans quelques codes de calcul par éléments finis, notamment le code de calcul PreCAD que nous allons utiliser. Les paramètres du modèle sont identifiés à partir des résultats de la caractérisation expérimentale.

L'étude expérimentale du comportement des échantillons à vert à partir des essais de dilatométrie a permis de mettre en évidence d'importants retraits anisotropes au cours du frittage, également observés industriellement. Dans une première approche, le comportement du matériau au cours du cycle thermique de frittage est décrit à partir d'une loi thermoélastique orthotrope. Une analogie est opérée entre ce comportement et celui d'un matériau viscoplastique frittant.

## 8.2 Simulation numérique de la compression d'un segment ferrite

### 8.2.1 Loi de comportement

La théorie sur laquelle reposent les modèles de Cam-Clay a été initialement proposée par Schofield et Wroth dans les années 1960 afin d'étudier le comportement des sols et notamment des argiles à partir d'essais de compression triaxiale [ROSCOE *et al.*, 1958], [1963], [1968]. Le modèle initial a fait l'objet de nombreuses modifications. Néanmoins, les hypothèses à partir desquelles ces modèles ont été construits, sont similaires et reposent sur le concept d'état critique

que nous allons rappeler maintenant <sup>11</sup>.

1. Le **Concept d'état critique**, développé par Casagrande et Taylor, établit que si un élément de sol est soumis à une déformation déviatorique croissante, il tend vers l'état critique, caractérisé par une variation de volume  $d\varepsilon_v$  nulle et un rapport contrainte déviatorique  $q$  / contrainte moyenne  $p$  constant :

$$d\varepsilon_q \gg 0, \quad d\varepsilon_v = 0, \quad q = Mp, \quad V = \Gamma - \lambda \ln \left( \frac{p}{p_a} \right) \quad (8.1)$$

avec  $M$ ,  $\Gamma$ ,  $\lambda$  constantes matérielles indépendantes du volume initial  $V_0$  et du volume  $V$  de l'échantillon,  $p_a$  contrainte de référence. L'état du matériau est donc déterminé par le triplet  $(p, q, V)$ .

2. En compression hydrostatique on admet que l'on a :

$$V + \kappa \ln \left( \frac{p}{p_a} \right) = V_\kappa \quad \text{si } \dot{p} < 0 \quad \text{soit } \dot{\varepsilon}_v^e = \dot{\varepsilon}_v = \frac{\dot{V}}{V_0} = \frac{\dot{\kappa}}{V_0} \frac{\dot{p}}{p} \quad (8.2)$$

$$V + \lambda \ln \left( \frac{p}{p_a} \right) = V_\lambda \quad \text{si } \dot{p} > 0 \quad \text{soit } \dot{\varepsilon}_v^p = \dot{\varepsilon}_v - \dot{\varepsilon}_v^e = \frac{\lambda - \kappa}{V_0} \frac{\dot{p}}{p}, \quad p_p = \sup\{p\} \quad (8.3)$$

3. Le travail effectué par un incrément de déformation plastique  $(d\varepsilon_v^p, d\varepsilon_v^q)$  dans un état de contrainte  $(p, q)$  est égal au travail effectué par l'incrément  $(0, d\varepsilon_v^q)$  à l'état critique correspondant  $(p, q = Mp)$  soit :

$$dW^p = \boldsymbol{\sigma} : d\boldsymbol{\varepsilon}^p = pd\varepsilon_v^p + qd\varepsilon_v^q = Mp d\varepsilon_q^p \quad (8.4)$$

Cette hypothèse a été réécrite dans le modèle de Cam-Clay modifié suivant :

$$dW^p = \boldsymbol{\sigma} : d\boldsymbol{\varepsilon}^p = pd\varepsilon_v^p + qd\varepsilon_v^q = p \left[ (d\varepsilon_q^p)^2 + (Md\varepsilon_q^p)^2 \right]^{1/2} \quad (8.5)$$

afin d'obtenir de meilleures prédictions pour les faibles valeurs du rapport  $q/p$ . Il est alors possible d'exprimer le potentiel plastique défini par  $d\varepsilon^p = \lambda \frac{\partial g}{\partial \boldsymbol{\sigma}}$  et l'on montre que dans le cas du modèle de Cam-Clay modifié que :

$$g(p, q) = \frac{q^2}{M^2 p} + p \quad (8.6)$$

<sup>11</sup>Pour plus de détails, le lecteur pourra consulter [DARVE, 1987], [SALENCON, 1987].

4. On admet que la taille de la surface de charge est contrôlée par le paramètre d'écouissage  $\varepsilon_v^p$ , déformation volumique plastique menant à l'équation de la surface de charge suivante dont la Figure 8.1 donne la représentation graphique :

$$f(p, q, \varepsilon_v^p) = \frac{q^2}{M^2 p} + p - p_p \quad (8.7)$$

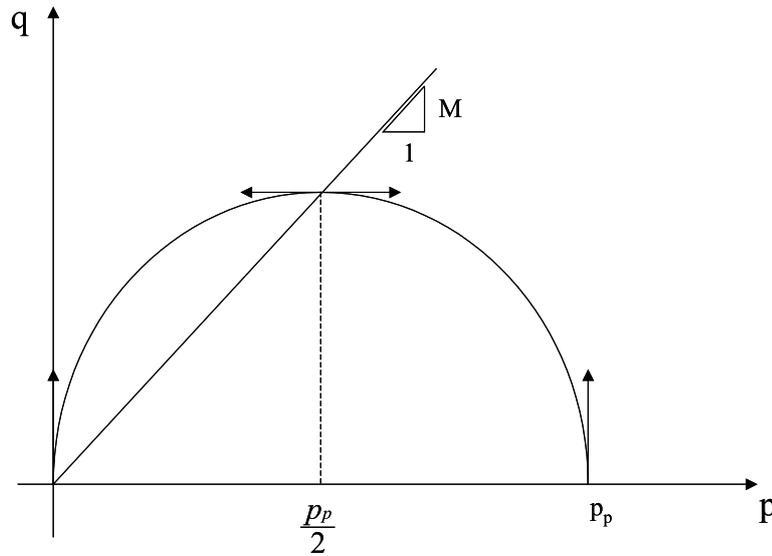


FIG. 8.1 – Surface de charge du modèle de Cam-Clay modifié.

Les deux modèles de comportement élastoplastique que nous venons de présenter, supposent que le matériau est isotrope écouissable et que la règle d'écoulement est de type standard, c'est à dire qu'elle suit la règle de normalité (voir paragraphe 1.3 du chapitre 1). Ils tiennent tous les deux compte de la notion d'état critique et ne diffèrent que par la forme de la fonction de charge.

### 8.2.2 Identification des paramètres du modèle

Nous nous proposons d'identifier désormais les paramètres du modèle de Cam-Clay implanté dans le code de calcul par éléments finis PreCAD avec lequel nous avons réalisé la simulation numérique de la compression du segment ferrite. L'équation de la surface de charge est différente de celle présentée au travers de l'équation 8.7 car elle présente un paramètre supplémentaire permettant de décaler l'ellipse vers l'axe des  $p$  négatifs selon :

$$f(p, q, \rho) = q^2 + M^2(p - p_1)(p - p_2) \quad (8.8)$$

où  $\rho$  est le paramètre d'écouissage. Avec les résultats expérimentaux obtenus, nous ne sommes pas capable de définir complètement la position de l'ellipse. Pour ce faire, il faudrait envisager des essais supplémentaires tels que des essais de compression triaxiale par exemple, qui n'ont pas été envisagés au sein du programme MC<sup>2</sup>. Nous avons donc délibérément choisi de prendre  $p_2$  nul ce qui devra être vérifié. Pour identifier les deux paramètres  $M$  et  $p_1$  à partir des résultats de l'essai de compression en matrice instrumentée, nous supposons sous les mêmes hypothèses que celles présentées au paragraphe 3.2.2 du chapitre 3 que :

- à une densité donnée, l'état de contrainte de l'échantillon caractérisé par le point  $M_0(p_0, q_0)$  vérifie l'équation de l'ellipse,
- la pente de la tangente à l'ellipse au point  $M_0(p_0, q_0)$  est égale à  $-\frac{3}{2}$ .

Ce qui se traduit par :

$$q_0^2 + M^2 p_0 (p_0 - p_1) = 0 \quad (8.9)$$

$$M^2 = \frac{3q_0}{2p_0 - p_1} \quad (8.10)$$

Le système de deux équations à deux inconnues  $M$  et  $p_1$  se résout aisément et conduit aux solutions suivantes :

$$p_1 = \frac{3p_0^2 + 2p_0q_0}{3p_0 - q_0} \quad (8.11)$$

$$M^2 = \frac{(3p_0 + q_0)q_0}{p_0^2} \quad (8.12)$$

A partir des résultats de la caractérisation expérimentale menée à la fois sur la pâte (Figure 8.2 a) mais aussi sur la poudre (pâte séchée) (Figure 8.2 b), il nous est alors possible d'identifier, à partir des Equations 8.11 et 8.12, deux jeux de paramètres différents (notés **Simulation n°1** dans le cas de la pâte et **Simulation n°2** dans le cas de la poudre). Pour pouvoir gérer le problème de non conservation de la masse en raison de la filtration de l'eau pendant la compression du matériau, le paramètre d'écouissage est ramené dans les deux cas à la densité relative sèche du matériau.

Les Figures 8.3 et 8.4 présentent respectivement l'évolution des paramètres  $M$  et  $p_1$  en fonction de la densité relative sèche obtenue avec la pâte et la poudre d'hexaferrite de strontium Grade A.

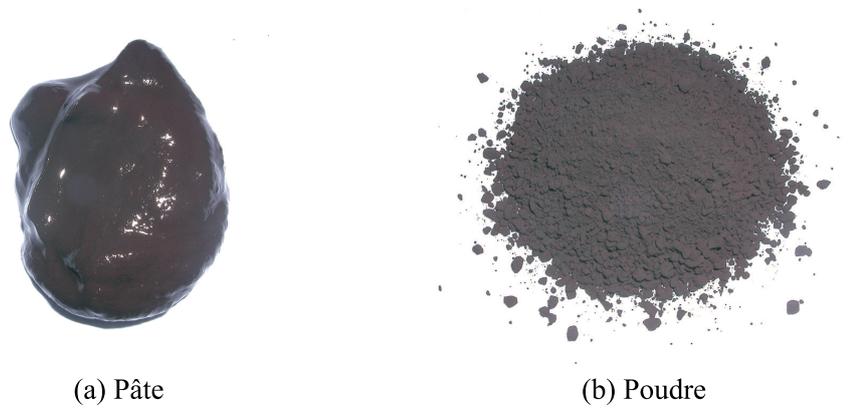


FIG. 8.2 – Photographies de la pâte (a) et de la poudre (b).

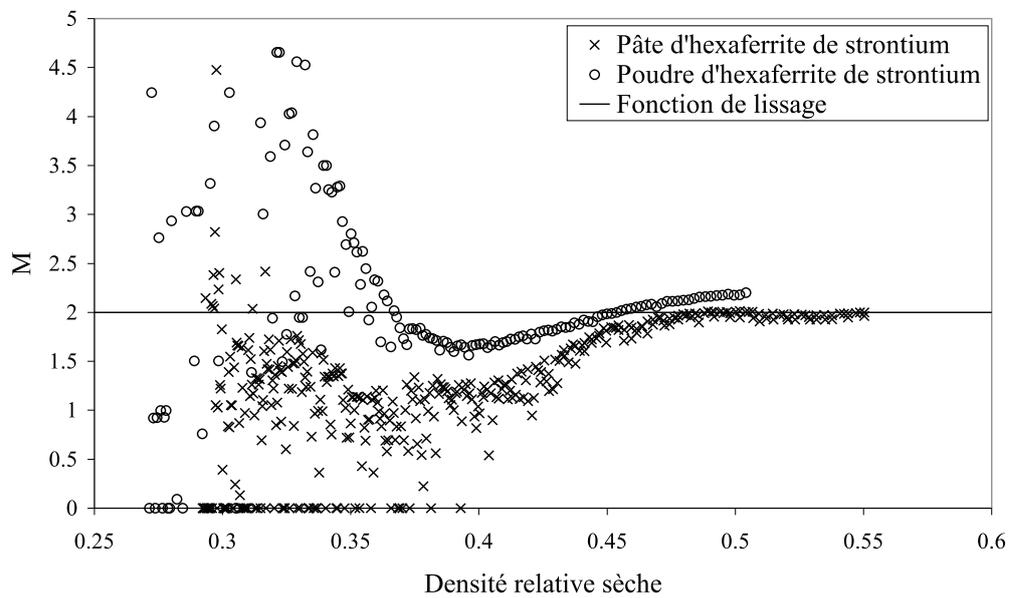


FIG. 8.3 – Evolution du paramètre  $M$  en fonction de la densité relative sèche de la pâte et de la poudre d'hexaferrite de strontium.

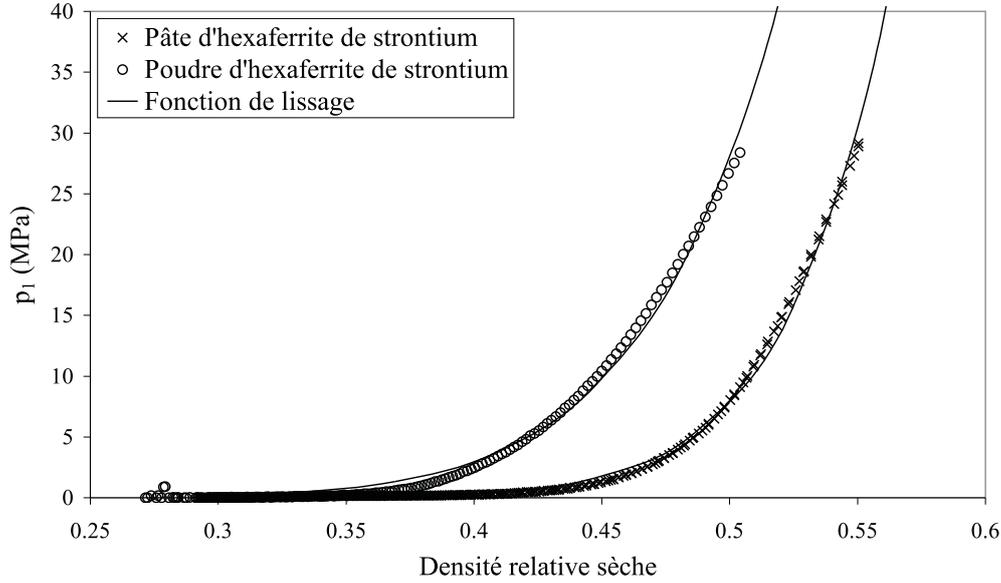


FIG. 8.4 – Evolution du paramètre  $p_1$  en fonction de la densité relative sèche de la pâte et de la poudre d'hexaferrite de strontium.

En raison de l'incertitude relativement importante en dessous d'une densité relative sèche inférieure à 0.4, la pente  $M$  de la droite d'état critique est considérée constante et égale à 2 pour chacune des deux simulations. L'évolution de  $p_1$  a été ajustée dans les deux cas à partir d'une loi puissance selon :

$$p_1 = p_a \left( \frac{\rho}{\rho_0} \right)^k \quad (8.13)$$

où  $p_a$  et  $k$  sont obtenus par une méthode des moindres carrés tandis que  $\rho_0$  est la densité relative initiale sèche du matériau. Le Tableau 8.1 rassemble les valeurs des paramètres  $p_a$  et  $k$  issus respectivement de la caractérisation expérimentale de la pâte (**Simulation n°1**) et de la poudre (**Simulation n°2**).

Pâte (Simulation n°1)			Poudre (Simulation n°2)		
$p_a$ (MPa)	$k$	$\rho_0$	$p_a$ (MPa)	$k$	$\rho_0$
$3.64 \cdot 10^{-3}$	14.19	0.29	$6.12 \cdot 10^{-2}$	10.03	0.27

TAB. 8.1 – Paramètres matériaux utilisés pour la simulation de la compression.

On notera l'existence d'une légère différence sur la valeur de la densité relative initiale sèche. En effet, si la mesure de la masse initiale, tant de pâte que de poudre, introduit dans la matrice peut être réalisée avec précision, le volume initial est beaucoup plus délicat à déterminer. On estime que l'erreur commise sur le calcul de la densité initiale à partir du rapport de la masse sur le volume est égale à 5%. Les paramètres élastiques, module d'Young  $E$  et coefficient de Poisson  $\nu$ , sont ajustés à partir des résultats expérimentaux obtenus au paragraphe 7.2.3. Leur valeur est identique pour chacune des deux approches. L'évolution du module d'élasticité  $E$  est décrite par l'équation :

$$E = E_0 \exp\left(\frac{\rho}{\rho_0}\right)^n \quad (8.14)$$

avec  $E_0 = 253.65$  MPa,  $n = 1.53$  et  $\rho_0 = 0.27$ . L'incertitude importante sur la détermination du coefficient de Poisson  $\nu$  nous a conduit à le considérer constant et égal à 0.3.

### 8.2.3 Résultats, analyse et discussion

Nous nous proposons de simuler la compression d'une pièce industrielle à partir de ces deux jeux de paramètres. Les objectifs de ces simulations sont les suivants :

- donner la répartition des densités à cru au sein de la pièce, pour mettre en évidence des gradients de densité trop importants susceptibles d'induire des fissures pré ou post-frittage,
- quantifier les efforts mis en jeu notamment sur l'outillage afin de pouvoir optimiser leur forme et le choix des matériaux.

Pour mettre en évidence les qualités et les défauts de l'approche, les résultats numériques sont comparés avec des mesures réalisées sur un lot de pièces industrielles. La pièce étudiée est un segment de ferrite (Référence n°8665) présenté sur la Figure 8.5, fabriquée par la société UGIMAG à l'aide du dispositif filtre-presse introduit au paragraphe 5.3.1.



FIG. 8.5 – Segment de ferrite.

La géométrie et la cinématique de l'outillage présentées sur la Figure 8.6 sont issues des données industrielles.

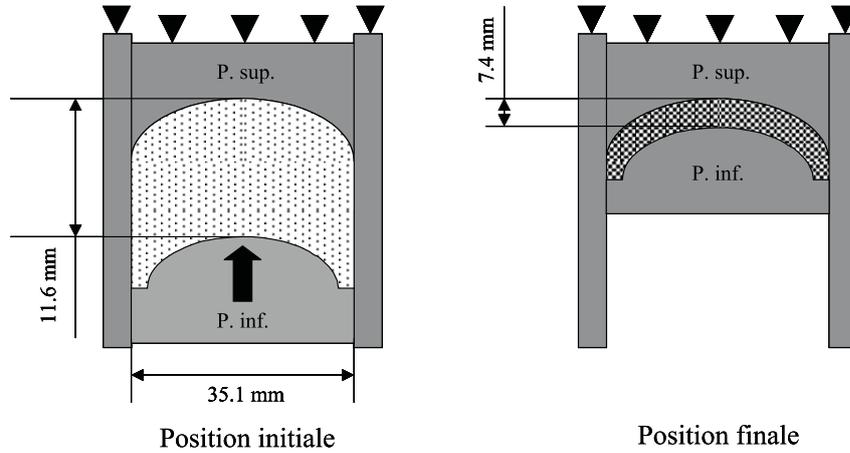


FIG. 8.6 – Modélisation de la compression d'un segment ferrite.

La hauteur initiale de pâte est de 11.6 mm. Le cycle de compression est de type "simple effet", ce qui signifie que seul le poinçon inférieur est en mouvement. Son amplitude de déplacement est de 4.2 mm, ce qui conduit à une hauteur de segment sous charge, égale à 7.4 mm. La durée de la compression est de 16 secondes. L'outillage est réalisé dans un acier dont le comportement est décrit par la loi de Hooke avec un coefficient de Poisson  $\nu$  égal à 0.3 et de module d'Young  $E = 210$  GPa excepté pour la matrice où  $E = 190$  GPa. Le coefficient de frottement  $\mu$  entre l'outillage et le matériau est obtenu à partir des résultats des essais de compression en matrice du chapitre 7. Une valeur constante moyenne a été considérée pour chacune des deux simulations ( $\mu = 0.13$  pour la **Simulation n°1**, et  $\mu = 0.17$  pour la **Simulation n°2**). Pour des raisons de symétrie seulement une moitié de la pièce est simulée. Nous supposons que la déformation dans le sens perpendiculaire au plan de la feuille est négligeable et menons le calcul en déformation plane. Le maillage de l'ensemble est réalisé à partir d'éléments triangulaires à trois nœuds (TRI3). La Figure 8.7 présente les répartitions de densité au sein du segment de ferrite obtenues en fin de compression, pour chacun des deux jeux de paramètres définis précédemment dans le Tableau 8.1.

On constate tout d'abord que, quel que soit le jeu de paramètre utilisé, les répartitions de densité au sein du segment sont globalement identiques. Comme conséquence directe de la géométrie irrégulière du poinçon inférieur, le corps et les pieds du segment présentent en fin de compression des densités différentes. En particulier, le corps du segment est plus dense que les

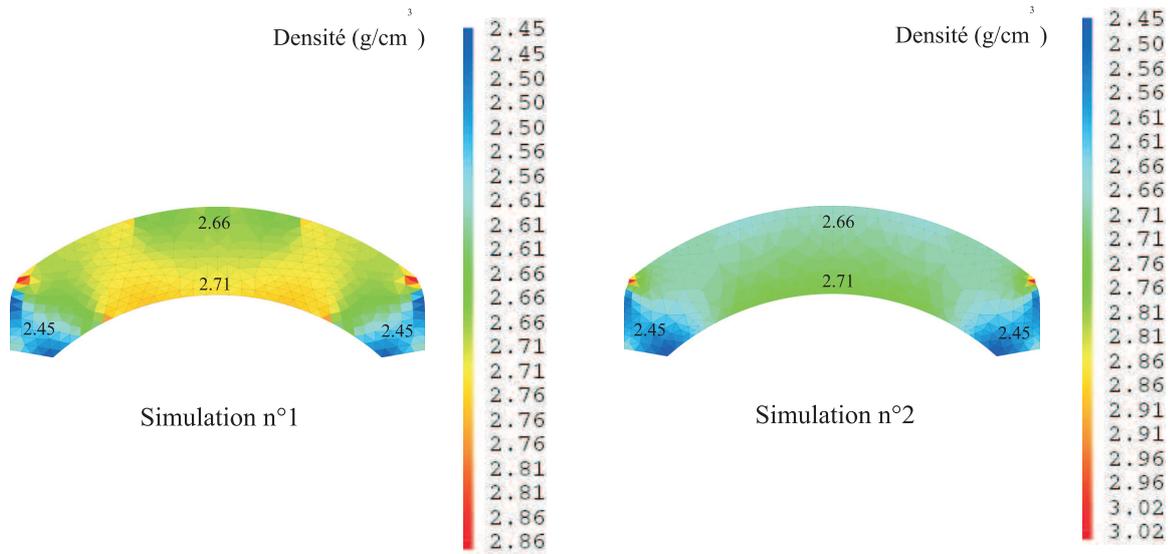


FIG. 8.7 – Répartition des densités au sein du segment ferrite (Simulation n°1 et Simulation n°2).

pieds. On observe d'autre part un gradient de densité croissant de bas en haut au sein du corps du segment. Afin d'évaluer et de discuter, la qualité de la simulation, des mesures <sup>12</sup> locales de densité ont été réalisées sur des pièces fabriquées en milieu industriel issues de la même nuance de poudre. Chaque segment a donc été découpé initialement en 24 fragments (8 mesures sur le profil et 3 sur la longueur). Dans la mesure où les résultats de la simulation ne permettent de comparer que des densités situées dans le plan du segment (simulation 2D), les mesures réalisées suivant la longueur ont été moyennées et les résultats ne sont comparés que sur les 8 fragments référencés  $R_i$  avec  $i = 1$  à 8 comme indiqué sur la Figure 8.8.

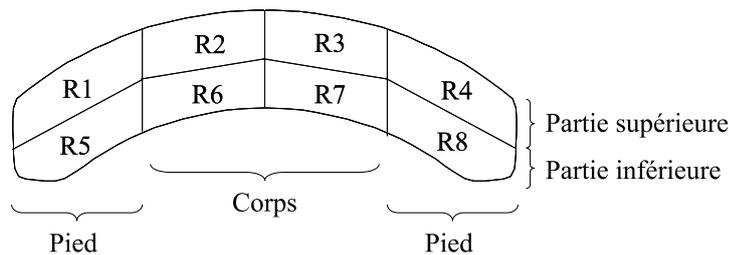


FIG. 8.8 – Régions  $R_i$  ( $i = 1$  à 8) des mesures expérimentales des densités.

Les densités ont été calculées à partir de la masse de chaque fragment mesurée par pesée et du volume mesuré par pycnométrie à mercure. En raison de la faible épaisseur du segment,

<sup>12</sup>Ces mesures de densités ont été réalisées au sein de la société UGIMAG sous la direction de E. Di Marcello.

les mesures de densité dans l'épaisseur ont été réalisées après avoir poncé chaque morceau, la densité de la couche inférieure étant déduite par différence entre la mesure réalisée sur le fragment entier et le fragment supérieur. La Figure 8.9 compare les résultats des simulations numériques avec ces mesures pour lesquelles l'incertitude expérimentale est estimée à 1%. Avant d'analyser en détail ces résultats, nous tenons à signaler que les densités numériques sont obtenues en fin de compression, l'éjection n'ayant pu être menée de façon satisfaisante. Dans la mesure où la densification du segment est relativement faible à la compression (environ 50% en densité relative), nous avons négligé le rebond élastique et considéré que le volume du segment sous charge était identifiable au volume après décharge.

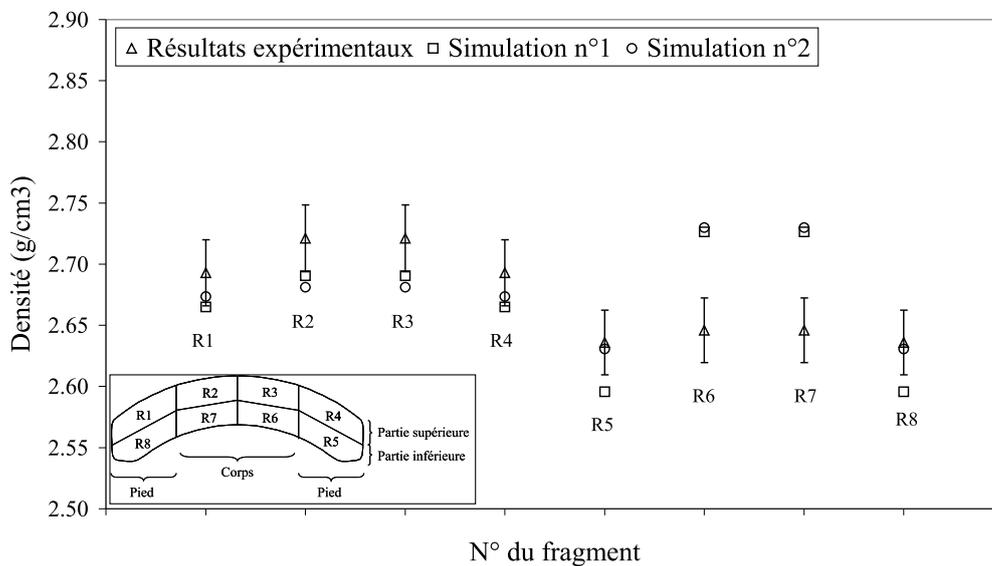


FIG. 8.9 – Comparaison entre les densités mesurées expérimentalement et celles obtenues par simulation numérique.

La Figure 8.9 montre que les résultats des simulations numériques sont quasi identiques que l'on considère la simulation n°1 réalisée à partir du jeu de paramètres caractérisant la pâte ou la simulation n°2 issue du jeu de paramètres caractérisant la poudre. On constate que les densités issues des simulations numériques sont globalement fidèles aux observations expérimentales pour la partie supérieure du segment (fragments R1 à R4). Par contre, les résultats numériques diffèrent des mesures expérimentales pour les fragments R5 à R8. En particulier, les résultats des simulations prévoient des densités plus importantes dans la partie supérieure du segment que

celles obtenues expérimentalement. L'erreur maximale commise, égale à 3%, se situe au milieu de la pièce pour les fragments *R6* et *R7*. Le modèle ne semble donc pas prendre en compte tous les phénomènes mis en jeu au cours du procédé industriel et notamment celui de la filtration de l'eau au travers du gâteau. En effet, l'eau évacuée industriellement par le bloc poinçon supérieur, entraîne des particules de poudre. Ce mouvement de matière résulte en une densification plus importante de la partie supérieure de la pièce. Ainsi, comme nous l'avons vu au chapitre 6, un formalisme diphasique s'impose si l'on souhaite décrire avec plus de précision la répartition de densité au sein de la pièce.

La Figure 8.10 représente les efforts sur les poinçons simulés par les deux approches. On remarque d'emblée que les résultats sont différents suivant les deux jeux de paramètres considérés.

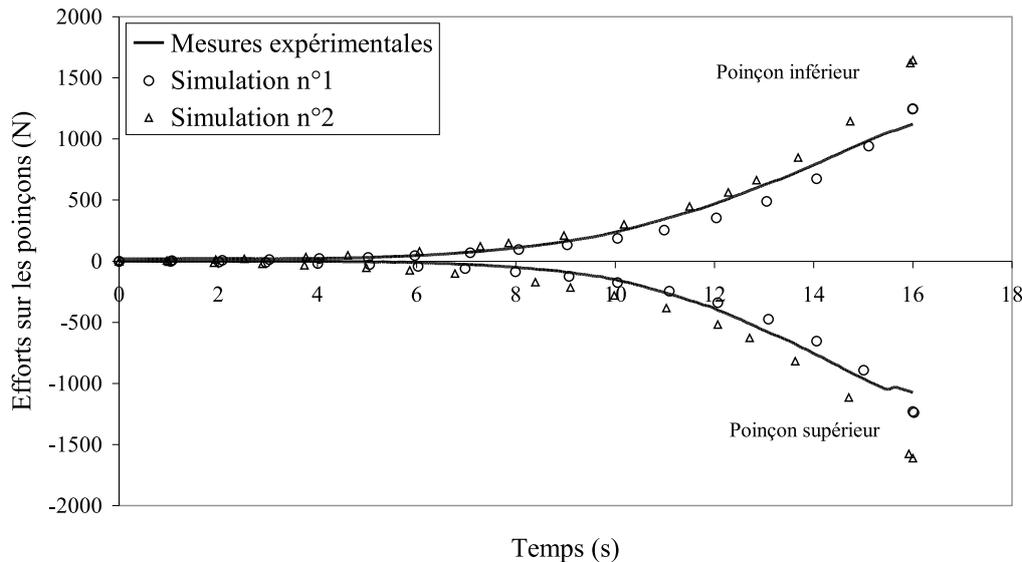


FIG. 8.10 – Evolution des efforts sur les poinçons au cours de la compression du segment ferrite.

En particulier, les efforts sont surestimés de plus de 15% avec le jeu de paramètres caractérisant la poudre (simulation n°2) et d'environ 10% avec le jeu de paramètres issu de la pâte (simulation n°1). Ces écarts relativement conséquents peuvent être expliqués par le choix des valeurs de coefficient de frottement retenues au paragraphe précédent. D'autre part, nous comparons une courbe d'efforts exercées sur les poinçons inférieur et supérieur lors de la compression de la pâte sous champ magnétique en milieu industriel, avec les efforts numériques. Ces derniers

dépendent des paramètres du modèle qui ont été identifiés à partir de l'essai de compression en matrice instrumentée sans application de champ magnétique. Il n'est donc pas anormal de trouver une telle différence si l'on conçoit que le champ magnétique modifie la structure du matériau (orientation des particules) et par conséquent son comportement macroscopique.

### 8.3 Simulation numérique du frittage d'un segment ferrite

L'étude expérimentale du frittage du matériau a mis en évidence une forte anisotropie de retrait (retrait axial d'environ 23%, pour un retrait transverse de 13%). Pour prendre en compte ce phénomène, nous avons la possibilité de modifier la loi de comportement initialement mise en place au sein du laboratoire GPM2 par GILLIA [2000] afin de décrire le comportement viscoplastique des alliages WC-Co pour l'adapter au cas des ferrites en tenant compte notamment de l'anisotropie du matériau. La complexité probable de tel développements nous a conduit à adopter une démarche plus originale. Celle-ci consiste à utiliser une loi thermoélastique anisotrope et à effectuer un rapprochement entre ce comportement et le comportement viscoplastique généralement utilisé pour décrire le frittage des matériaux. Les paramètres de la loi sont identifiés à partir des résultats de la caractérisation expérimentale du Chapitre 7 en ne considérant que les états initial et final correspondant aux dimensions avant frittage et après frittage de l'échantillon. Les avantages de l'approche résident dans des temps de calcul réduits puisque la loi est linéaire, contrairement aux lois de frittage conventionnelles qui conduisent généralement à des calculs non linéaires incrémentaux et à des temps CPU beaucoup plus longs. La simulation numérique est réalisée avec le code de calcul CASTEM2000 et porte sur un segment de ferrite fabriqué industriellement par la société UGIMAG. La confrontation entre les résultats numériques et les mesures réalisées sur les pièces industrielles doit valider l'approche.

#### 8.3.1 Equations constitutives

La loi de thermoélasticité linéaire classique <sup>13</sup> s'écrit dans le cas d'un matériau homogène et isotrope :

<sup>13</sup>Cette loi s'obtient en choisissant pour potentiel thermodynamique une forme quadratique définie positive des variables d'état déformation  $\varepsilon$  et température  $T$ . L'hypothèse d'isotropie et de linéarité des phénomènes de déformation et de dilatation, en respectant les écritures classiques, imposent la forme suivante du potentiel  $\psi$  :

$$\psi = \frac{1}{\rho} \left[ \frac{1}{2} (\lambda \varepsilon_I^2 + 4\mu \varepsilon_{II}) - (3\lambda + 2\mu) \alpha \Delta T \varepsilon_I \right] - \frac{C_\varepsilon}{2T} \Delta T^2 \quad (8.15)$$

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \frac{1+\nu}{E}\boldsymbol{\sigma} - \frac{\nu}{E}\text{Tr}(\boldsymbol{\sigma})\mathbf{I} + \alpha\Delta T\boldsymbol{\theta}\mathbf{I} \quad (8.19)$$

où  $\boldsymbol{\sigma}$ ,  $\boldsymbol{\varepsilon}$ ,  $E$ ,  $\nu$ ,  $\alpha$  et  $\Delta T = T - T_0$  sont respectivement le tenseur des contraintes de Cauchy, le tenseur des déformations, le module d'Young, le coefficient de Poisson, le coefficient de dilatation isotrope et la variation de température. Dans le cas d'un matériau isotrope transverse, dit également orthotrope, c'est à dire un matériau linéairement élastique, homogène, pour lequel tout plan passant par un axe privilégié est un plan de symétrie (Figure 8.11), la loi s'écrit sous forme matricielle ou en notation technique de la façon suivante :

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{ll} \\ \varepsilon_{tt} \\ \varepsilon_{t't'} \\ \gamma_{tt'} \\ \gamma_{lt'} \\ \gamma_{lt} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_l} & \frac{-\nu_{tl}}{E_t} & \frac{-\nu_{tl}}{E_t} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu_{lt}}{E_l} & \frac{1}{E_t} & \frac{-\nu_t}{E_t} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu_{lt}}{E_l} & \frac{-\nu_t}{E_t} & \frac{1}{E_t} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{2(1+\nu_t)}{E_t} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{lt}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{lt}} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{ll} \\ \sigma_{tt} \\ \sigma_{t't'} \\ \tau_{tt'} \\ \tau_{lt'} \\ \tau_{lt} \end{pmatrix} + \Delta T \begin{pmatrix} \alpha_l \\ \alpha_t \\ \alpha_t \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (8.20)$$

Cette loi comporte **cinq coefficients élastiques indépendants** :

- le module d'Young longitudinal :  $E_l$ ,
- le module d'Young transversal :  $E_t$ ,
- le module de glissement dans le plan  $l, t$  :  $G_{lt}$ ,
- les deux coefficients de Poisson :  $\nu_{lt}$  et  $\nu_t$ ,

auxquels il faut ajouter les **deux coefficients de dilatation** longitudinale et transversale  $\alpha_l$  et  $\alpha_t$ . D'autre part, la symétrie des coefficients élastiques entraîne l'égalité :

Les lois d'états dérivées conduisent par suite à :

$$\boldsymbol{\sigma} = \rho \frac{\psi}{\boldsymbol{\varepsilon}} = \lambda \text{Tr}(\boldsymbol{\varepsilon})\mathbf{I} + 2\mu\boldsymbol{\varepsilon} - (3\lambda + 2\mu)\alpha\Delta T\mathbf{I} \quad (8.16)$$

et

$$s = -\frac{\psi}{T} = -\frac{\psi}{\Delta T} = \frac{1}{\rho}(3\lambda + 2\mu)\alpha \text{Tr}(\boldsymbol{\varepsilon}) + \frac{C_\varepsilon}{T}\Delta T \quad (8.17)$$

A l'aide de cette dernière équation, la dérivée  $(\frac{\partial s}{\partial T})_{\boldsymbol{\varepsilon}=C_{te}}$  permet d'identifier le coefficient  $C_\varepsilon$  à la chaleur spécifique à déformation constante. Par inversion de la première loi d'état, on exprime les déformations en fonction des contraintes et de la température selon :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \frac{1+\nu}{E}\boldsymbol{\sigma} - \frac{\nu}{E}\text{Tr}(\boldsymbol{\sigma})\mathbf{I} + \alpha\theta\mathbf{I} \quad (8.18)$$

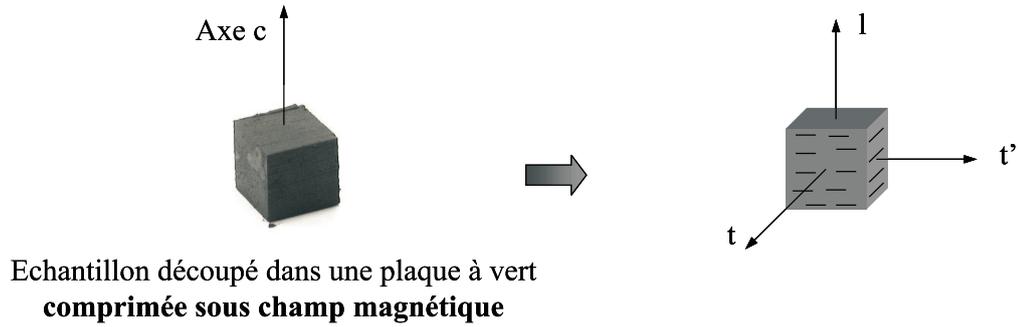


FIG. 8.11 – Définition du repère dans le cas d'un matériau orthotrope.

$$\frac{\nu_{lt}}{E_l} = \frac{\nu_{tl}}{E_t} \quad (8.21)$$

Dans le cas des ferrites, l'axe privilégié correspond à l'axe  $c$  de facile aimantation colinéaire aux lignes du champ magnétique extérieur appliqué au cours de la compression. Cet axe est perpendiculaire à la surface libre du segment de ferrite.

### 8.3.2 Identifications des paramètres de la loi

#### 8.3.2.1 Identification des coefficients de dilatation thermique

L'identification des coefficients de dilatation thermique axiale (indice  $i = l$ ) et transversale (indice  $i = t$ ) s'effectue à partir des résultats des essais suivant le cycle thermique de référence, de telle sorte que :

$$\alpha_i = \frac{\frac{L_{fi} - L_{0i}}{L_{0i}}}{T_f - T_0} \quad (8.22)$$

où  $L_0$  et  $L_f$  sont respectivement les longueurs initiale et finale des échantillons mesurées à l'aide d'une vis micrométrique.  $T_0$  et  $T_f$  sont respectivement les températures initiale et finale, la température initiale étant celle de l'atmosphère ambiante lors de la réalisation de l'essai tandis que la température finale est celle de frittage, c'est à dire  $1250^\circ\text{C}$ . On obtient les deux valeurs suivantes :

$$\alpha_l = -1.85 \times 10^{-4} \text{C}^{-1} \quad ; \quad \alpha_t = -1.06 \times 10^{-4} \text{C}^{-1} \quad (8.23)$$

### 8.3.2.2 Identification des modules d'élasticités

Les modules d'élasticité longitudinal et transversal sont obtenus à partir des essais sous chargement constant (Figure 8.12).

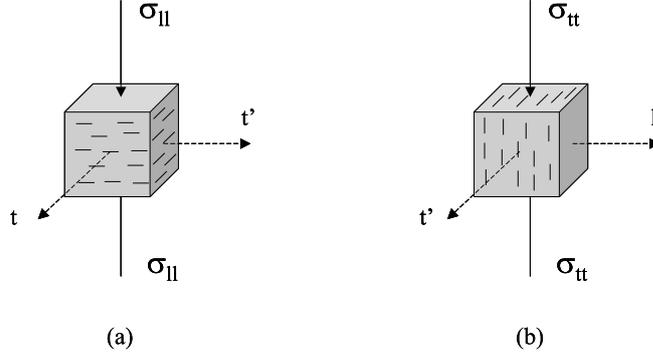


FIG. 8.12 – Schéma de sollicitation des échantillons anisotropes : (a) sollicitation axiale, (b) sollicitation transversale.

Lorsque l'échantillon est sollicité par une contrainte  $\sigma_{ll}$  dans la direction longitudinale  $l$  parallèle à son axe de facile aimantation (axe  $c$ ), on écrit à partir de l'Equation 8.20 les trois relations suivantes :

$$\varepsilon_{ll} = \frac{1}{E_l} \sigma_{ll} + \alpha_l \Delta T = \frac{1}{E_l} \sigma_{ll} + \varepsilon_{ll}^{th} \quad (8.24)$$

$$\varepsilon_{tt} = -\frac{\nu_{lt}}{E_l} \sigma_{ll} + \alpha_t \Delta T = -\nu_{lt} \varepsilon_{ll}^e + \alpha_t \Delta T \quad (8.25)$$

$$\varepsilon_{t't'} = -\frac{\nu_{lt}}{E_l} \sigma_{ll} + \alpha_t \Delta T = -\nu_{lt} \varepsilon_{ll}^e + \alpha_t \Delta T \quad (8.26)$$

Lorsque l'échantillon est sollicité par une contrainte  $\sigma_{tt}$  dans une direction perpendiculaire à l'axe de facile aimantation, il résulte de l'écriture matricielle trois équations analogues. Pour calculer les modules, nous comparons les retraits finaux mesurés pendant l'essai de frittage naturel (cycle de référence) avec les mesures obtenues sous chargement constant. Le module  $E_l$  est déduit de l'Equation 8.24 que l'on peut aussi écrire sous la forme :

$$E_l = \frac{\sigma_{ll}}{\varepsilon_{ll} - \varepsilon_{ll}^{th}} \quad (8.27)$$

De manière analogue  $E_t$  est calculé en utilisant :

$$E_t = \frac{\sigma_{tt}}{\varepsilon_{tt} - \varepsilon_{tt}^{th}} \quad (8.28)$$

où  $\sigma_{ll}$  et  $\sigma_{tt}$  sont respectivement les chargements appliqués lors de l'essai dans le sens axial et transversal à l'axe de facile aimantation.  $\varepsilon_{ll}$  et  $\varepsilon_{tt}$  sont les déformations mesurées en fin d'essai engendrées par le chargement,  $\varepsilon_{ll}^{th}$  et  $\varepsilon_{tt}^{th}$ , les déformations mesurées en frittage naturel lors des essais de références. Les valeurs numériques obtenues sont :

$$E_l = 7.83 \text{ MPa} \quad ; \quad E_t = 1.89 \text{ MPa} \quad (8.29)$$

### 8.3.2.3 Identification des coefficients de Poisson

La détermination des coefficients de Poisson est également réalisée à partir des essais sous charge constante, en utilisant les Equations 8.25 et 8.26. Les termes élastiques transversaux sont déduits des déformations totales mesurées à la fin de l'essai auxquelles on soustrait la contribution frittante rattachée au terme de dilatation thermique ( $\varepsilon_{tt}^e = \varepsilon_{tt} - \alpha_t \Delta T$ ). Le coefficient de Poisson  $\nu_{lt}$  est par suite obtenu :

$$\nu_{lt} = -\frac{\varepsilon_{tt}^e}{\varepsilon_{ll}^e} \quad (8.30)$$

De la même manière, en sollicitant l'échantillon suivant la direction transversale, l'écriture des diverses relations issues de l'écriture matricielle permet de déterminer les deux coefficients restants :

$$\nu_{tl} = -\frac{\varepsilon_{ll}^e}{\varepsilon_{tt}^e} \quad \text{et} \quad \nu_t = -\frac{\varepsilon_{t't'}^e}{\varepsilon_{tt}^e} \quad (8.31)$$

Les valeurs <sup>14</sup> expérimentales obtenues sont les suivantes :

$$\nu_{ll} = 0.34 \quad ; \quad \nu_{lt} = 0.09 \quad ; \quad \nu_t = 0.30 \quad (8.32)$$

Le module de glissement  $G_{lt}$  reste indéterminé dans la mesure où nous n'avons pas réalisé d'essai de cisaillement. Pour pouvoir introduire une valeur qui ne soit pas entièrement arbitraire

<sup>14</sup>Ces valeurs ne vérifient pas la relation 8.21. La précision des mesures transversales, malgré l'importance des retraits, peut être mise en cause. D'autre part, les coefficients identifiés ne sont pas réellement des coefficients de Poisson élastique mais des coefficients de Poisson visqueux.

dans le code de calcul, nous avons estimé le module à partir de la formule :

$$G_{lt} = \frac{E_{lt}}{2(1 + \nu_{lt})} \quad (8.33)$$

La valeur moyenne de  $G_{lt}$  que nous avons utilisé est égale à 2.92 MPa. Nous ne manquerons pas d'étudier par la suite son influence sur les résultats numériques.

### 8.3.3 Résultats, analyse et discussion

Le calcul numérique est mené sur un segment de ferrite UGIMAG (Référence n°8665). La géométrie de la pièce à vert a été mesurée au CEA de Grenoble à l'aide d'une machine tridimensionnelle. La procédure de maillage de la pièce, généralement fastidieuse sous CASTEM2000, a été effectuée à l'aide du logiciel CATIA. Le fichier obtenu est ensuite simplement lu au début du fichier de calcul du code par éléments finis. Le maillage, présenté sur la Figure 8.13, comporte 300 éléments triangulaires à trois nœuds (TRI3) répartis sur la demi-section de la pièce. Celle-ci est soumise à un champ de température uniforme  $T$  de 1250°C et à son poids propre. Le calcul est mené en contrainte plane.

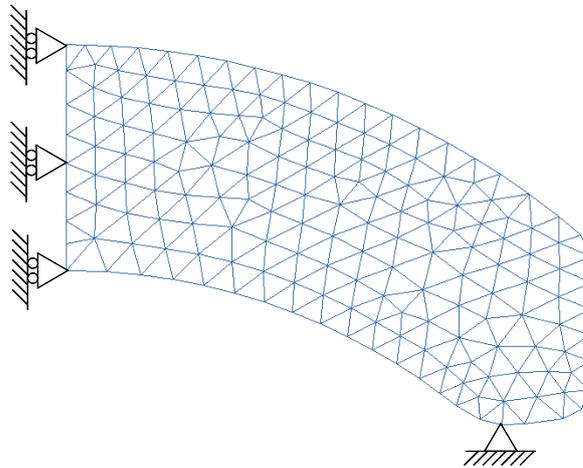


FIG. 8.13 – .

#### 8.3.3.1 Définition du repère d'anisotropie

La géométrie en forme d'arc des segments de ferrite constitue un obstacle supplémentaire au développement du calcul numérique des retraits anisotropes au cours du frittage. En particulier, l'orientation des particules induite par l'application du champ magnétique pendant l'opération de

compression-filtration est telle que le retrait radial suit le rayon de courbure du segment. Avant de procéder à ce calcul, il nous a semblé intéressant de savoir ce que l'on obtiendrait en considérant un axe d'anisotropie fixe. Dans ce but, nous avons étudié l'influence du positionnement du repère en comparant le cas où le repère suit le rayon de courbure de la pièce (Figure 8.14, Ref. 1) et le cas où il est fixe (Figure 8.14, Ref. 2).

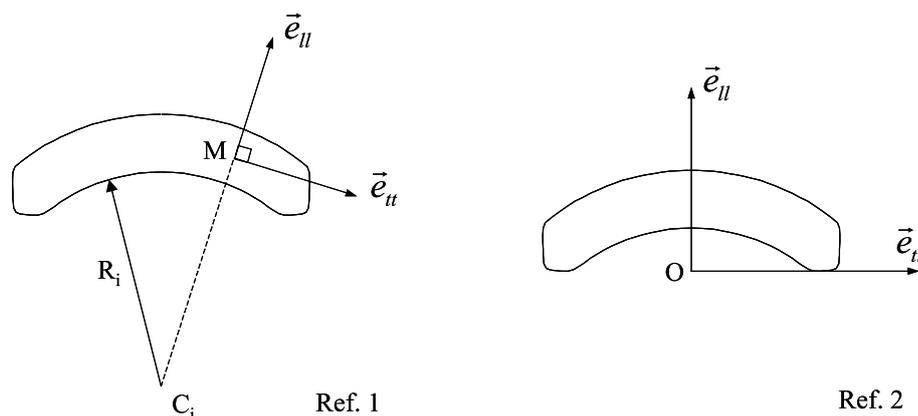


FIG. 8.14 – Définition des repères d'anisotropie étudiés (Ref. 1 : le repère suit le rayon de courbure du segment, Ref. 2 : le repère est fixe).

Cette comparaison est réalisée sur la Figure 8.15, sur laquelle nous avons également reporté le profil du segment à vert. On s'aperçoit sur cette figure que la simulation Ref. 1 est la plus fidèle dans la description du profil expérimental du segment fritté.

Pour quantifier ces écarts, les résultats numériques sont comparés aux principales cotes contrôlées expérimentalement en fin de frittage sur les pièces industrielles (Figure 8.16). La flèche  $f$  du segment est calculée à partir de la mesure de la hauteur  $H$  selon  $f = H - e$ . Les résultats sont reportés dans le Tableau 8.2. Les mesures expérimentales sont issues du contrôle d'un lot de 35 pièces frittées dans le four industriel du site UGIMAG de Saint Pierre d'Allevard. Les valeurs mentionnées sont les moyennes de l'ensemble des mesures.

On constate que les simulations (Ref. 1 et Ref. 2) diffèrent par la précision atteinte sur la flèche et la largeur du segment.

La comparaison des résultats numériques avec les mesures expérimentales, reportés dans ce tableau, confirme la nécessité d'utiliser un repère d'anisotropie qui suit le rayon de courbure de la pièce. On peut noter que dans ce cas la précision des résultats numériques est correcte (erreur inférieure à 1% sur l'épaisseur  $e$  et la largeur  $l$ ) excepté peut-être pour la valeur obtenue sur

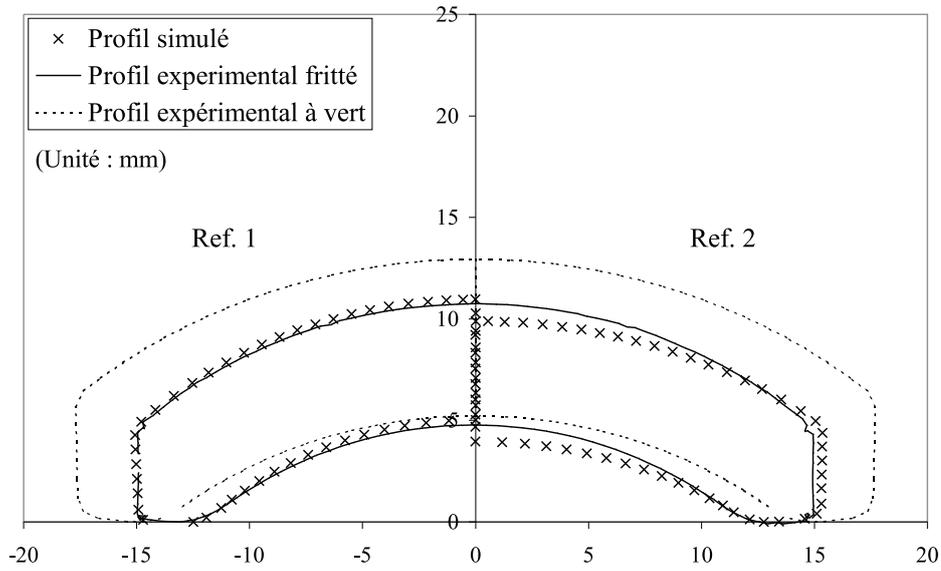


FIG. 8.15 – Comparaison entre résultats numériques et profils expérimentaux du segment à vert et fritté.

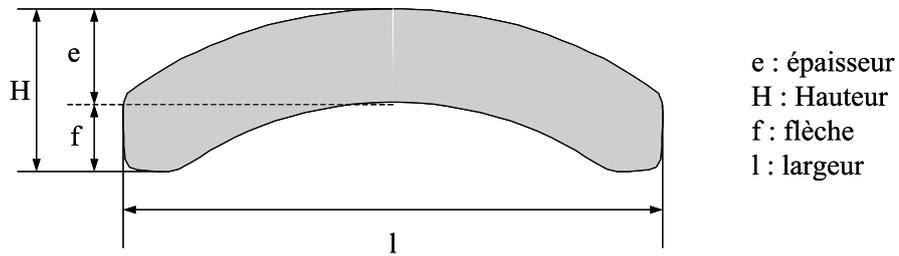


FIG. 8.16 – Principales cotes contrôlées en fin de frittage.

	Mesure pièce à vert (mm)	Mesure pièce frittée (mm) (Retrait %)	Simulé Ref. 1 (mm) (Retrait %)	Erreur (%)	Simulé Ref. 2 (mm) (Retrait %)	Erreur (%)
Épaisseur $e$	7.71	5.97 (22.57)	5.93 (23.08)	0.67	5.93 (23.08)	1.16
Flèche $f$	5.22	4.81 (7.85)	5.03 (3.63)	4.57	3.97 (23.94)	18.48
Largeur	35.34	29.88 (15.45)	30.09 (14.85)	0.70	30.69 (13.15)	2.06

TAB. 8.2 – Comparaisons entre dimensions simulées (Ref. 1 et Ref. 2) et expérimentales.

la flèche (erreur supérieure à 4.5%). De cette étude nous pouvons conclure que si l'on souhaite à l'avenir calculer ces retraits au frittage à partir d'une loi plus complexe, le repère d'anisotropie devra être réactualisé à chaque pas de calcul. La Figure 8.17 présente la répartition de la contrainte  $\sigma_{tt}$  au sein du segment dans le cas Ref. 1.

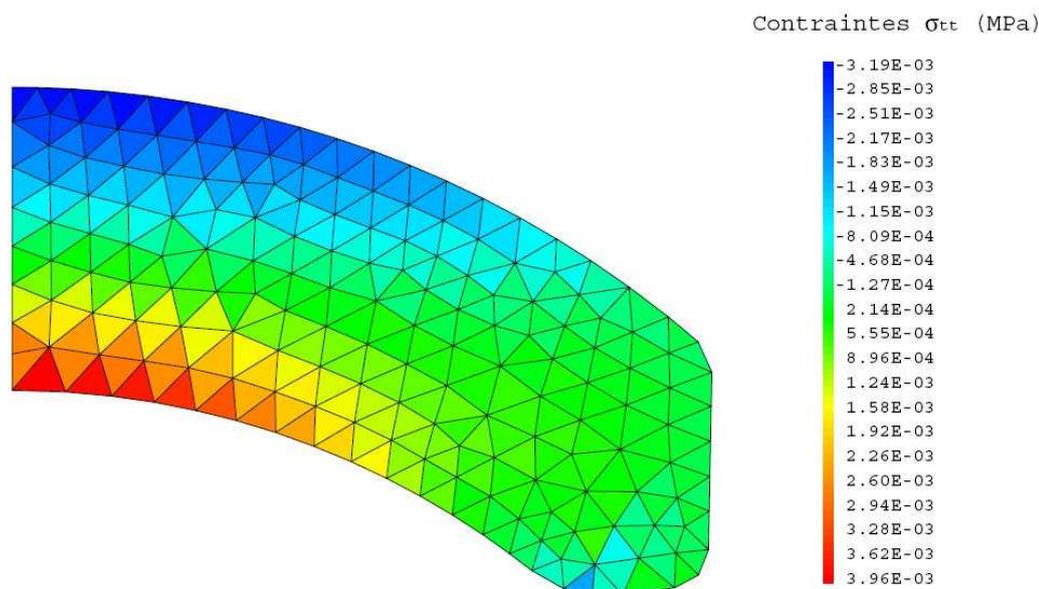


FIG. 8.17 – Répartition des contraintes  $\sigma_{tt}$  au sein du segment.

On constate que sous l'effet de la gravité, le segment est comprimé au dessus de sa ligne moyenne et tendu en dessous. Les résultats de la simulation numérique montrent que la contrainte  $\sigma_{tt}$  maximale est environ 5 fois plus importante que la contrainte maximale  $\sigma_{ll}$ . D'autre part si l'on compare l'intensité de la contrainte en compression  $\sigma_{tt}$  simulée avec celle appliquée au cours de l'essai sous chargement constant (charge de 150 g), on s'aperçoit que la contrainte expérimentale est dix fois plus importante que celle obtenue avec la simulation. En effet, l'intensité de la contrainte en compression  $\sigma_{tt}$  simulée est inférieure à environ  $3 \cdot 10^{-3}$  MPa, tandis que la charge de 150 g conduit à une contrainte expérimentale égale à environ  $3 \cdot 10^{-2}$  MPa.

### 8.3.3.2 Influence du poids propre

Les calculs que nous avons développés au paragraphe précédent nous ont permis de mettre en évidence l'importance du repère d'anisotropie sur le calcul des retraits au cours du frittage. Il semble intéressant d'étudier également l'influence du poids propre sur les déformations des segments. La Figure 8.18, qui présente la déformée du segment lorsque celui-ci est soumis uni-

quement au chargement mécanique, montre que le segment fléchit sous l'effet de la gravité.

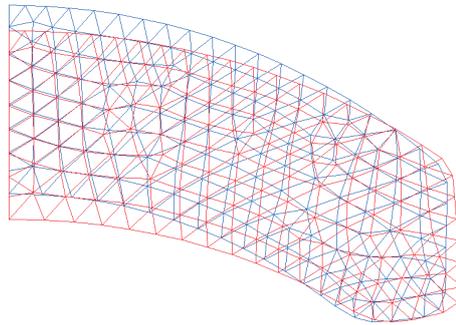


FIG. 8.18 – Influence du poids propre sur la déformée du segment de ferrite (déplacements amplifiés 20 fois).

Pour quantifier l'importance de ce fléchissement sur la déformation totale du segment, nous avons effectué deux calculs différents avec le repère d'anisotropie suivant la courbure :

- un calcul thermomécanique complet (i.e. chargement thermique + poids propre),
- un calcul thermique seul (poids propre négligé).

Pour valider les calculs et comparer les résultats numériques avec des mesures expérimentales, les segments ont été frittés en milieu industriel suivant deux positions différentes, une position dite "à plat" (Figure 8.19 a) et une position dite "sur champ" (Figure 8.19 b). On comprend que dans la position sur champ, la gravité agit essentiellement sur la longueur du segment tandis que dans la position à plat le segment tend à fléchir sous l'effet de son poids. Ces mesures expérimentales vont donc nous servir à comparer (Tableau 8.3) :

- les résultats numériques du calcul thermomécanique complet avec les mesures obtenues sur un segment fritté à plat,
- les résultats numériques du calcul thermique seul (poids propre négligé) avec les mesures issues d'un segment fritté sur champ.

Les résultats expérimentaux montrent que le positionnement de la pièce modifie l'amplitude de ses déformations. En particulier si l'on compare les cotes des pièces frittées sur champ ou à plat, on constate des écarts relativement conséquents sur la flèche ( $\Delta f = 0.20$  mm), sur la largeur ( $\Delta l = 0.23$  mm) et sur l'épaisseur ( $\Delta e = 0.12$  mm). Les résultats numériques montrent que dans le cas du calcul thermique (segment sur champ), la flèche est assez bien calculée ( $\Delta f = 0.08$  mm, erreur de 1.59 %). Dans le cas du calcul thermomécanique (segment à plat), la simulation



FIG. 8.19 – Segments ferrites présentés dans deux positions différentes de frittage : (a) segment "à plat", (b) segment "sur champ".

	Mesures segment à plat (mm)	Calcul thermomécanique (mm) (Erreur %)	Mesures segment sur champ (mm)	Calcul thermique seul (mm) (Erreur %)
Epaisseur e	5.97	5.93 (0.67)	6.09	5.93 (2.63)
Flèche f	4.81	5.03 (4.57)	5.01	5.09 (1.59)
Largeur l	29.88	30.09 (0.70)	29.65	30.06 (1.38)

TAB. 8.3 – Influence du poids propre sur les dimensions d'un segment : comparaison entre dimensions simulées et expérimentales.

prévoit une flèche bien plus importante que celle observée expérimentalement ( $\Delta f = 0.22$  mm, erreur de 4.57 %). De ce fait, la contribution élastique du modèle sous-estime les déformations engendrées par le poids propre de la pièce. Les modules élastiques, et en particulier le module  $E_t$  puisque nous sommes sous une sollicitation de flexion, sont a priori trop forts.

### 8.3.3.3 Etude de sensibilité des paramètres

Les résultats des différentes simulations ont montré que si nous étions capable de prédire la largeur et l'épaisseur du segment avec une précision inférieure à 1%, la flèche était beaucoup moins bien approchée. Nous avons également montré que cette dernière grandeur dépendait du poids propre et par conséquent des paramètres élastiques du matériau, en particulier les modules d'Young  $E_l$  et  $E_t$ . Par ailleurs, le manque de résultats expérimentaux sur le comportement en cisaillement du matériau ne nous ont pas permis d'identifier correctement le module de cisaillement  $G_{lt}$ . Nous avons donc souhaité étudier l'influence de ces différents paramètres sur les résultats de la simulation numérique, pour pouvoir à l'avenir diriger les actions de recherches. Pour atteindre ce but, nous avons regardé quelles dimensions prenaient les segments lorsque la valeur de ces paramètres était multipliée successivement par  $\pm 50$ ,  $\pm 10$  et  $\pm 5$ , par rapport à leur valeur de référence. Les résultats sont présentés en normalisant chacun des paramètres  $E_l$ ,  $E_t$  et  $G_{lt}$  à partir des valeurs utilisées au cours des simulations précédentes (i.e.  $E_l = 7.83$  MPa,  $E_t = 1.89$  MPa et  $G_{lt} = 2.92$  MPa). Les Figures 8.20, 8.21 et 8.22 présentent respectivement l'évolution de l'épaisseur  $e$ , de la flèche  $f$  et de la largeur  $l$  du segment en fonction des paramètres  $E_l$ ,  $E_t$  et  $G_{lt}$  normalisés (l'axe des abscisses est en échelle logarithmique).

On constate tout d'abord que sur la plage de valeur étudiée, les paramètres  $E_l$ ,  $E_t$  et  $G_{lt}$  n'ont aucune influence sur l'épaisseur  $e$  de la pièce. Il semble donc que les changements dimensionnels de cette grandeur soit principalement gouvernés par la contribution thermique. On s'aperçoit d'autre part que si l'influence de  $E_t$  est la plus grande, en l'occurrence sur la valeur de la flèche, celle des paramètres  $E_l$  et  $G_{lt}$  est sensiblement du même ordre de grandeur.

### 8.3.3.4 Simulation d'un segment "grand angle"

Nous avons souhaité valider l'ensemble de notre démarche sur un segment dont le rayon de courbure diffère de celui de la pièce n°8665. Ce nouveau segment fabriqué au sein de la société UGIMAG est référencé sous le n°8511. Nous avons donc repris le jeu de paramètres que nous avons déterminé précédemment au paragraphe 8.3.2.3 et effectué le calcul thermomécanique des retraits

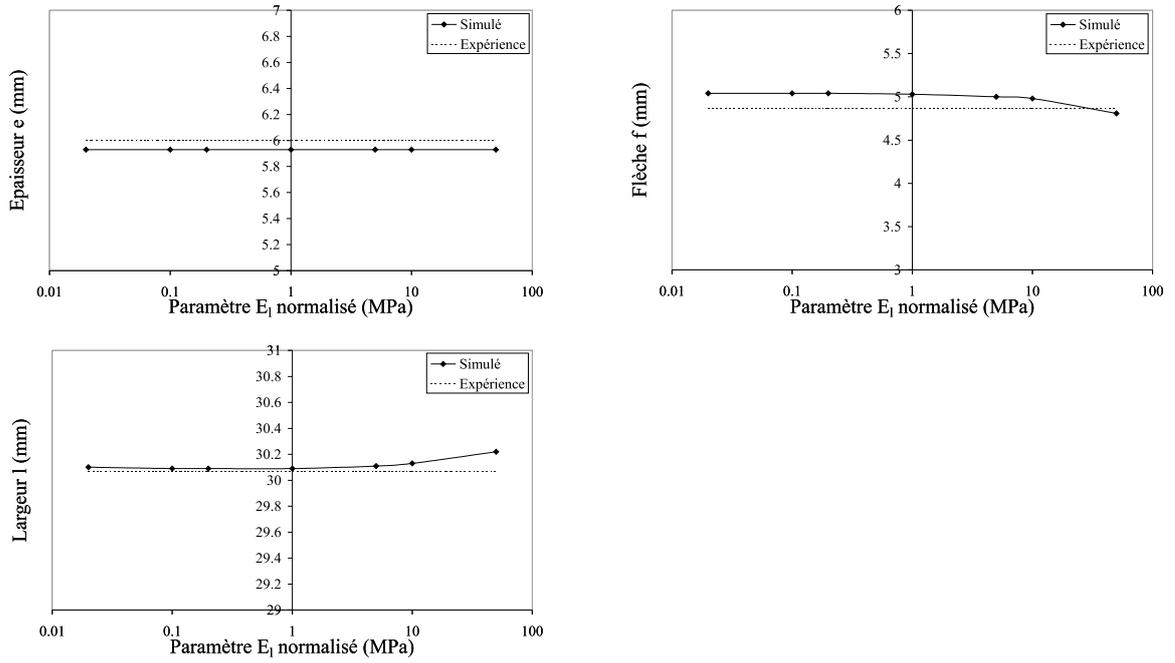


FIG. 8.20 – Sensibilité des résultats numériques au paramètre  $E_l$ .

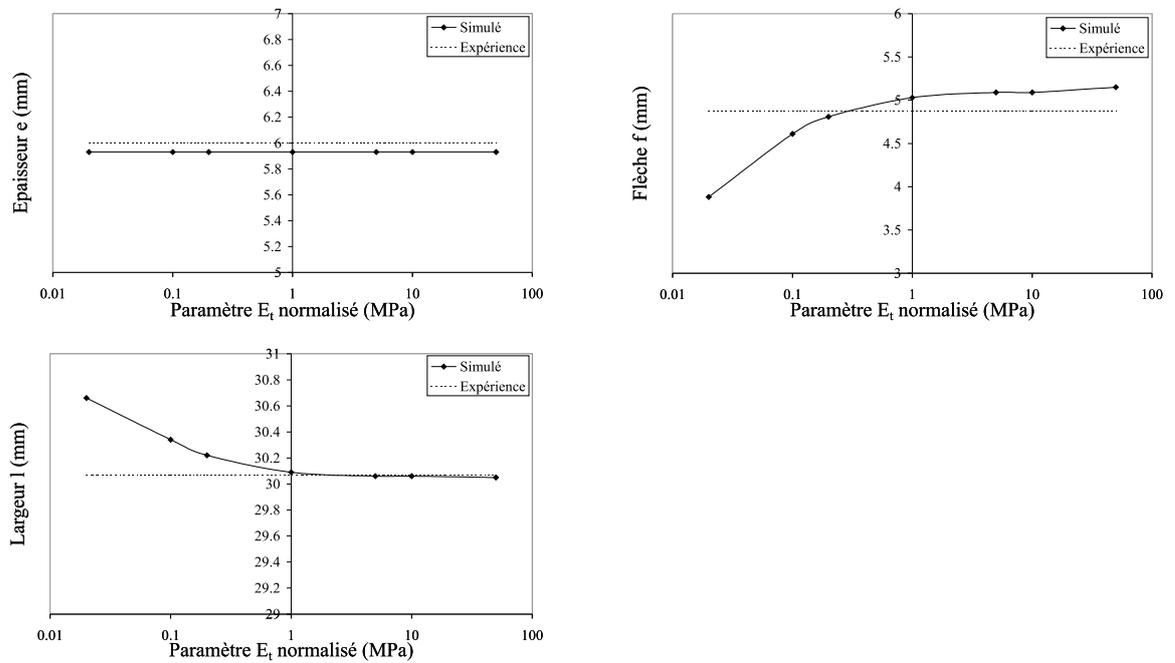


FIG. 8.21 – Sensibilité des résultats numériques au paramètre  $E_t$ .

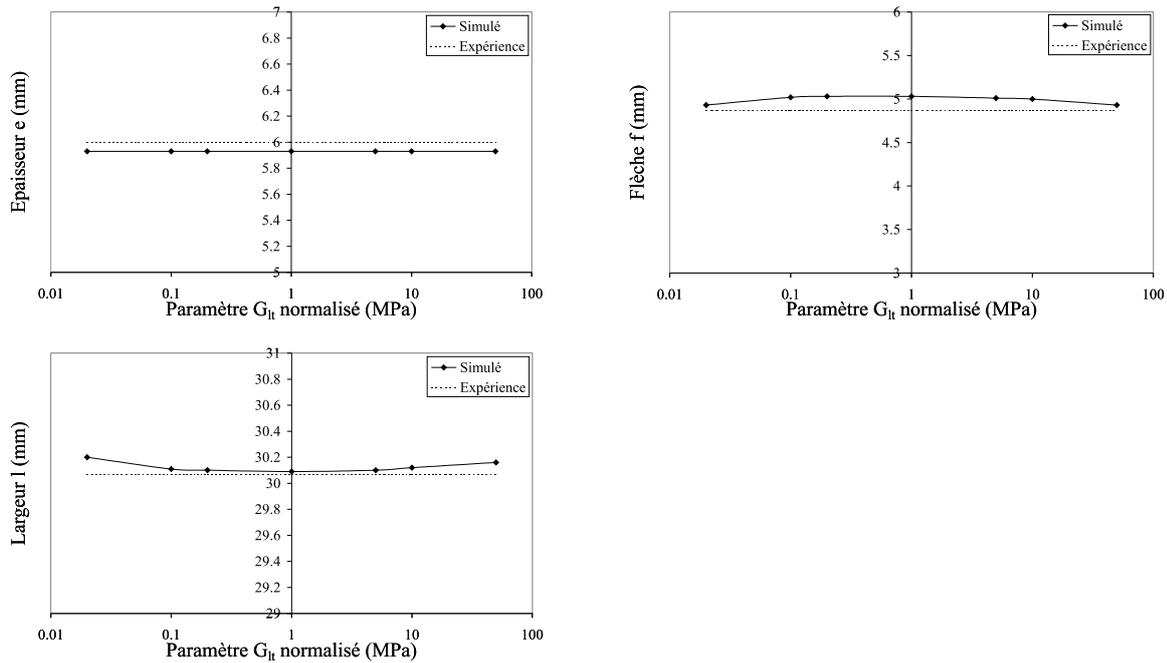


FIG. 8.22 – Sensibilité des résultats numériques au paramètre  $G_{It}$ .

au cours du frittage à partir du code de calcul CASTEM2000. Le repère d'anisotropie a été défini de telle sorte que l'axe  $l$  suit le rayon de courbure de la pièce, comme nous l'avons spécifié au paragraphe 8.3.3.1. La Figure 8.23 présente les profils simulés et expérimentaux obtenus.

On constate que le profil obtenu à partir de la simulation numérique est très proche de celui mesuré sur la pièce fabriquée en milieu industriel <sup>15</sup>. Pour quantifier les écarts entre les mesures simulées et expérimentales, nous avons reporté dans le Tableau 8.4 les différentes grandeurs caractéristiques de la pièce, à savoir son épaisseur  $e$ , sa flèche  $f$  déduite de la différence entre la hauteur  $H$  et l'épaisseur  $e$  suivant  $f = H - e$ , ainsi que sa largeur.

On s'aperçoit tout d'abord que si la largeur du segment est relativement bien calculée, les erreurs commises sur l'épaisseur et la flèche du segment sont plus importantes puisque supérieures à 2%. Si l'on étudie chacune de ces deux dernières grandeurs, on constate que l'épaisseur est sous-estimée de 0.17 mm tandis que la flèche est sur-estimée d'environ 0.3 mm. Au regard de ces résultats, il semble nécessaire d'utiliser un modèle plus adapté et dont les paramètres ont un réel sens physique. Cependant, d'un point de vue pratique, l'industrie attend un modèle simple lui permettant de calculer des segments de géométries variées. Dans ce cas, l'approche utilisée

<sup>15</sup>Le profil du segment n°8511 a été mesuré, comme celui du segment n°8665, au CEA de Grenoble à partir d'une machine tridimensionnelle.

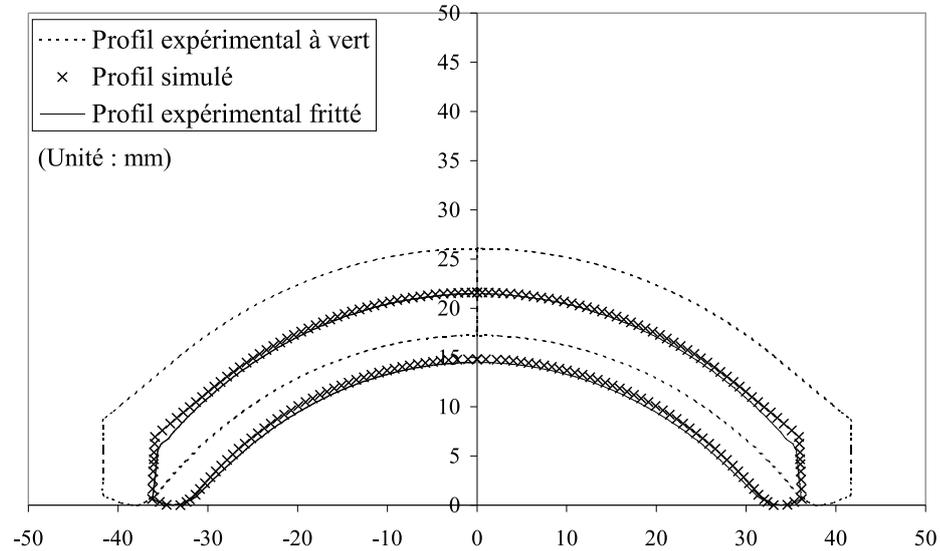


FIG. 8.23 – Comparaison des profils numériques et expérimentaux du segment à vert (n°8511).

	Mesure pièce à vert (mm)	Mesure pièce frittée (mm) (Retrait %)	Simulation (mm) (Retrait %)	Erreur (%)
Épaisseur e	8.80	6.97 (20.79)	6.80 (22.73)	2.44
Flèche f	17.30	14.51 (16.13)	14.80 (14.45)	2.00
Largeur	83.40	71.69 (14.04)	71.50 (14.27)	0.26

TAB. 8.4 – Comparaisons entre dimensions simulées et expérimentales pour le segment n°8511.

est peut-être suffisante mais nécessite un réajustement des divers coefficients, au moyen d'une méthode inverse par exemple.

## 8.4 Conclusion

Le travail que nous venons de présenter dans ce chapitre, qui concerne la simulation numérique de la compression et du frittage d'un segment ferrite, permet de tirer un certain nombre de conclusions.

Le comportement au cours de la compression-filtration de la pâte d'hexaferrite de strontium, décrit à partir d'une loi élastoplastique monophasique, ne permet pas de rendre compte de tous les phénomènes mis en jeu au cours de l'opération. En particulier, les résultats numériques ne prédisent pas le gradient de densité vertical observé sur les pièces fabriquées en milieu industriel. La filtration de l'eau au travers de la phase solide constituée des grains de poudres et leur interaction semblent en effet jouer des rôles très importants sur les répartitions de densités au sein des pièces. Si l'on souhaite améliorer les résultats numériques, il semble donc nécessaire de se diriger vers un code de calcul basé sur un formalisme diphasique. Mais cette approche, que l'on peut espérer plus prédictive, requiert non seulement une bonne connaissance du comportement de chacun des constituants mais également une description de leur interaction. D'autre part, le champ magnétique, dont les effets ont été omis tant expérimentalement que théoriquement, doit faire l'objet d'une étude attentive. De ce point de vue, il semble indispensable d'envisager des expériences sous champ magnétique. Sur un plan plus théorique, au regard des travaux reportés au chapitre 6, il nous apparaît nécessaire de le prendre en compte dans la modélisation.

Le calcul des retraits anisotropes à partir d'une loi thermoélastique présente, en tant que première approche, des résultats quantitativement satisfaisants. L'étude de l'influence des paramètres sur les résultats numériques a montré que c'est le paramètre  $E_t$  le plus important sur la prévision du fléchissement de la pièce. Les valeurs des coefficients de dilatation thermique  $\alpha_l$  et  $\alpha_t$  sont quant à eux directement liés aux retraits anisotropes, anisotropie induite par le champ magnétique. D'autre part, l'étude a permis de mettre en évidence l'importance de la définition du repère d'anisotropie pour lequel l'axe longitudinal  $l$  doit suivre la courbure du segment ferrite. La démarche présente cependant des manques puisqu'elle ne donne que l'état final de déformation du segment et ne permet pas d'optimiser complètement l'opération de frittage. Pour combler

ces lacunes, il est nécessaire de se diriger vers une loi de comportement plus réaliste mais en contrepartie plus délicate à mettre en œuvre.



# Conclusion générale et perspectives

## Conclusion

Le travail que nous venons de présenter répond à un besoin exprimé par un consortium d'industriels du secteur de la métallurgie des poudres de disposer d'un outil de calcul permettant de prédire le comportement des matériaux au cours de leur mise en forme par compression et frittage. Pour atteindre cet objectif, nous avons utilisé :

- une approche expérimentale permettant de caractériser le comportement du matériau en compression et au frittage,
- une démarche numérique menée avec des codes de calcul par éléments finis à partir de modèles phénoménologiques relativement simples.

Lorsque ce travail a débuté, la caractérisation expérimentale des poudres était essentiellement opérée à partir d'essais de compression triaxiale nécessitant un coût relativement important en terme de temps d'opération. Les codes présentaient également des temps de calcul conséquents et les grandes déformations générées pendant la simulation de la compression d'une pièce nécessitaient l'utilisation d'une procédure de remaillage inexistante. D'autre part, la confrontation entre les résultats numériques et les mesures expérimentales ne pouvait avoir lieu que sur quelques rares pièces industrielles. La mise en commun des compétences et du travail de l'ensemble des partenaires du programme de recherche MC<sup>2</sup>, incluant le travail présenté dans ce manuscrit, a comblé quelques-uns de ces manques et permet à ce jour de mener une simulation numérique de chacun des procédés de mise en forme (compression et frittage) en un temps beaucoup plus réduit et surtout de comparer les résultats numériques avec une base de données expérimentale conséquente.

La démarche proposée dans ce mémoire comporte trois étapes : développement d'essais expérimentaux afin de constituer une base de donnée matériaux, identification des paramètres du

modèle, confrontation entre données expérimentales et numériques afin de valider la procédure. Dans la mesure où la nature des matériaux sélectionnés par les partenaires industriels était fondamentalement différente, nous avons néanmoins dissocié le rapport en deux parties : la première a présenté la démarche appliquée sur les poudres conventionnelles "sèche", la seconde est propre aux pâtes d'hexaferrite de strontium, matériau diphasique constitué d'une poudre de ferrite et d'eau.

Dans la première partie, différents moyens expérimentaux et numériques pour réaliser le travail ont été mis en œuvre. L'étude expérimentale développée au chapitre 2 a permis en particulier d'établir les conditions expérimentales à adopter pour pouvoir approcher le comportement intrinsèque du matériau. Les résultats des essais de compression en matrice instrumentée, compression simple et diamétrale ont ensuite été utilisés pour identifier les paramètres du modèle retenu pour simuler la compression d'une pièce fabriquée en milieu industriel. Des essais complémentaires ont également été entrepris afin d'étudier notamment le frottement poudre/outils. Le code de calcul par éléments finis ABAQUS a été utilisé pour simuler la compression de la pièce de référence '*Sloping Upper Punch*' fabriquée par la société FEDERAL MOGUL. La confrontation entre les données expérimentales et numériques, présentée au chapitre 3, a mis en évidence l'importance des écoulements de poudres sur la répartition des densités dans le cas d'une pièce complexe telle que celle étudiée. Le travail développé par le Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik (Allemagne), partenaire de ce programme MC<sup>2</sup>, qui consiste à modifier le modèle afin de forcer les écoulements en fin de compression, permet d'améliorer les résultats numériques et répond en partie au besoin exprimé par les industriels. Néanmoins, d'un point de vue plus scientifique, il semble nécessaire d'étudier le comportement en compression de la poudre de sa densité initiale à une densité voisine de 5 g/cm<sup>3</sup>. Enfin, les résultats des essais de dilatométrie (cf. chapitre 4) sur le mélange WC-Co de la société CERAMETAL ont permis de constituer une base de données matériaux conséquente dont l'utilité est essentielle pour identifier les paramètres de la loi de comportement et pouvoir à l'avenir simuler les retraits des pièces au cours du frittage.

Dans la seconde partie de ce travail, propre aux pâtes d'hexaferrite de strontium de la société UGIMAG, l'étude expérimentale a reposé sur des essais de compression en matrice drainée et de dilatométrie. Les résultats du calcul monophasique mis en œuvre au sein du chapitre 8 pour simuler l'opération de compression de la pâte, ont mis en évidence les limites de l'approche dans la mesure où les gradients de densités observés expérimentalement sur un segment fabri-

---

qué industriellement ne sont pas reproduits. Il semble donc nécessaire d'utiliser un formalisme diphasique (cf. chapitre 6) si l'on souhaite rendre compte de l'ensemble des phénomènes mis en jeu au cours du procédé et en particulier celui de la filtration de l'eau au travers du gâteau. S'agissant des retraits dimensionnels anisotropes au cours du frittage, issus de l'orientation des particules induit par le champ magnétique appliqué à la compression, une démarche originale a été utilisée. Elle résulte de l'impossibilité dans le contexte du programme MC<sup>2</sup> de mettre en œuvre une modélisation complexe du frittage. Cette démarche consiste à calculer les retraits à partir d'une loi thermoélastique. Le travail mené à partir du code de calcul par éléments finis CASTEM2000 donne des résultats corrects. Basée sur une caractérisation expérimentale limitée nécessitant uniquement un dilatomètre, elle permet à ce jour de calculer les retraits anisotropes des segments ferrites avec des temps de calcul extrêmement réduits. Elle répond en ce sens aux besoins exprimés par les industriels. Nous avons notamment montré par cette étude l'importance primordiale de la bonne définition du repère d'anisotropie.

A la lumière de ces résultats, si les objectifs fixés au début de ce travail sont atteints, les résultats obtenus ne sont pas tous complètement satisfaisants et la démarche que nous avons adoptée demande à être améliorée.

## Perspectives

De nombreuses perspectives sont donc envisageables à la suite de ce travail. Elles sont liées aux problèmes soulevés au cours de notre étude et sont d'ordres théoriques et expérimentales.

L'un des premiers points important à améliorer, concerne la précision et la fiabilité de nos mesures expérimentales aux plages de faible densité. La Figure ?? qui présente l'évolution du rapport des contraintes radiales et axiales à mi-hauteur de l'échantillon obtenues lors d'un essai de compression en matrice instrumentée met en évidence une plage de densité variant de la densité apparente à 62% (soit 4.60 g/cm<sup>3</sup>) sur laquelle les mesures sont très dispersées.

Or, le comportement du matériau à ces très faibles densités est très important car il conditionne en grande partie les résultats des simulations numériques. Pour pouvoir l'étudier, il pourrait être envisagé de développer un dispositif expérimental spécialement adapté aux faibles densités à partir d'une matrice instrumentée présentant une épaisseur de paroi extrêmement faible. Une autre voie expérimentale pourrait consister à étudier les écoulements de poudres au sein d'une matrice transparente à partir d'un caméra. Ce dernier moyen pourrait également être

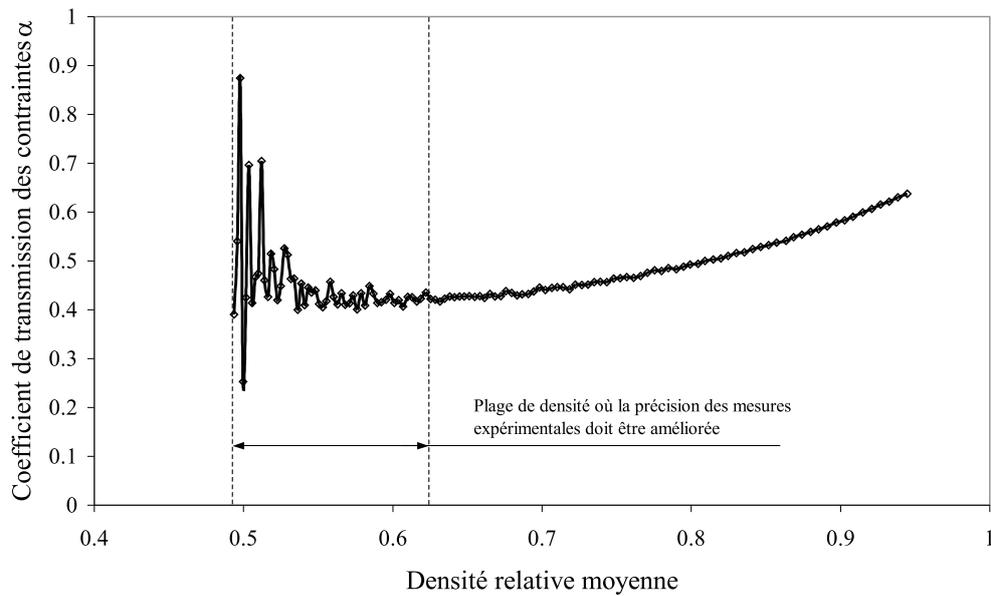


FIG. 24 – Evolution du coefficient de transmission des contraintes en fonction de la densité relative moyenne pour la poudre de fer Distaloy AE.

utilisé pour étudier notamment la phase de remplissage qui conditionne en grande partie les résultats finaux en terme de répartition des densités.

D'un point de vue numérique, si les moyens expérimentaux dont nous disposons pour étudier le frottement nous permettent actuellement d'en donner une évolution très précise tout au long de la compression (cf. chapitre 2), les simulations menées jusqu'alors ne tiennent compte que d'une valeur constante. Dans ce contexte, il semble nécessaire d'intégrer dans un code numérique comme ABAQUS, une loi prenant en compte l'évolution du coefficient de frottement en fonction des différents paramètres qui le gouvernent.

Dans le contexte particulier des pâtes d'hexaferrite de strontium, si l'étude expérimentale menée dans ce travail a été conduite sans champ magnétique dans un premier temps, il semble nécessaire d'étudier son influence sur le comportement du matériau au cours de sa mise en forme par compression-filtration.

D'autre part, l'approche monophasique utilisée pour simuler la compression d'un segment de ferrite a montré ces limites. Il faudra donc se diriger vers un formalisme diphasique dans

---

lequel le matériau est vu comme un milieu constitué de deux phases, l'eau chargée des particules solides constituées des grains de poudre. Cette approche, certainement plus prédictive puisqu'elle permettra probablement de prévoir la formation des ségrégations au cours de la mise en forme, exige toutefois une mise en œuvre beaucoup plus délicate que la démarche monophasique. Elle requiert non seulement une bonne connaissance de chacun des constituants, mais aussi une bonne description de leur interaction.

L'un des derniers points important à renforcer, est celui du calcul des changements dimensionnels au cours du frittage des segments ferrites. Le calcul thermoélastique linéaire mené dans une première approche au chapitre 8 apporte des résultats corrects avec des temps de calcul extrêmement réduits et répond en ce sens aux exigences de la société UGIMAG. Cependant d'un point de vue scientifique, la modélisation est discutable. Il pourrait donc être intéressant par exemple de reprendre la loi de comportement des poudres de carbure en cours de frittage et de la modifier afin d'y intégrer la notion d'anisotropie propre aux ferrites.



## Annexe A

# Caractérisation expérimentale de la poudre WC-Co

Cette annexe rassemble l'ensemble des résultats issus de la caractérisation expérimentale de la poudre WC-Co. Ces derniers proviennent des essais de :

- **compression en matrice instrumentée**, (Conditions d'essai : contrainte maximale appliquée de 400 MPa, vitesse de compression 10 mm/min),
- **compression simple**, (Caractéristiques des échantillons : hauteur  $H = 18 \pm 0.5$  mm, diamètre  $D = 12$  mm, densité  $7.10 \text{ g/cm}^3 \leq \rho \leq 8.53 \text{ g/cm}^3$ , lubrification entre l'échantillon et les mors de la presse assurée par papier graphite,)
- **compression diamétrale**, (Caractéristiques des échantillons : épaisseur  $e = 3$  mm, diamètre  $D = 16$  mm, densité  $7.80 \text{ g/cm}^3 \leq \rho \leq 8.85 \text{ g/cm}^3$ ),
- **frottement**, (Conditions d'essai : contrainte appliquée  $50 \text{ MPa} \leq \sigma_e \leq 400 \text{ MPa}$ , densité d'échantillon  $8.12 \text{ g/cm}^3 \leq \rho \leq 8.81 \text{ g/cm}^3$ , vitesse de déplacement de la règle  $0.1 \text{ cm/s} \leq V \leq 10 \text{ cm/s}$ ).

Pour les essais de frottement, la règle utilisée est en carbure de tungstène (91.5% WC et 8.5% Co) ayant une dureté  $HV_1 = 1520$  et une rugosité  $Ra = 0.1 \mu\text{m}$  parallèlement au sens de déplacement. Les résultats présentent l'évolution de la valeur minimale  $\mu_0$  issue de chacune des courbes, coefficient de frottement  $\mu$  en fonction du déplacement de la règle.

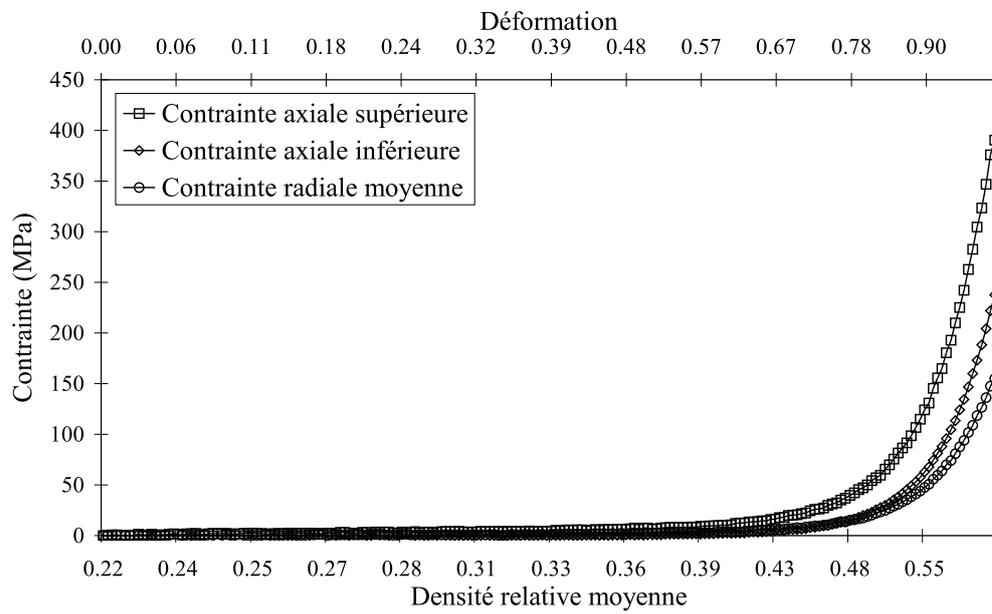


FIG. A.1 – Evolution des contraintes au cours du compactage en matrice.

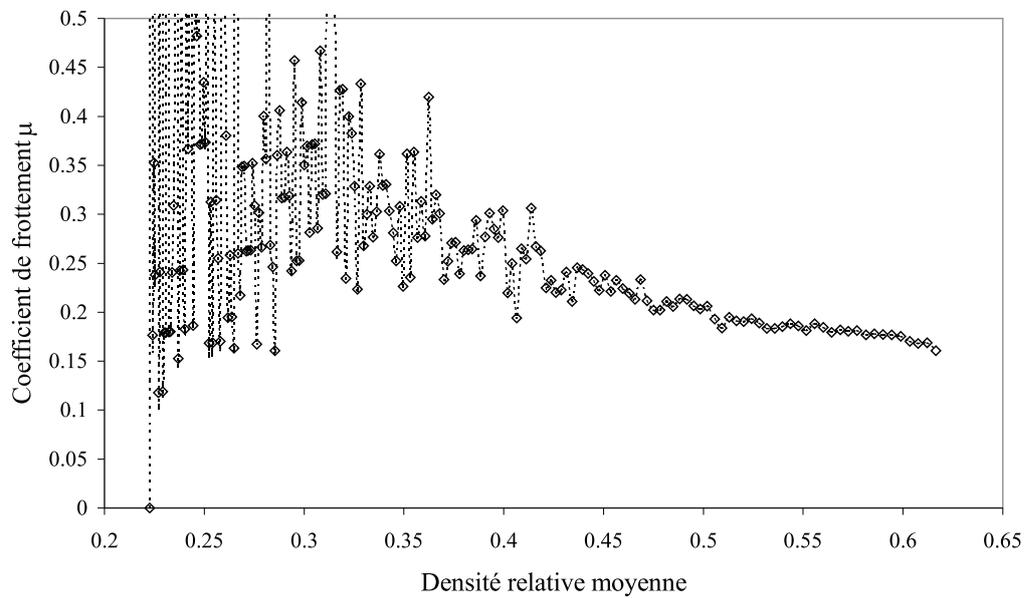


FIG. A.2 – Evolution du coefficient de frottement au cours de la densification en matrice.

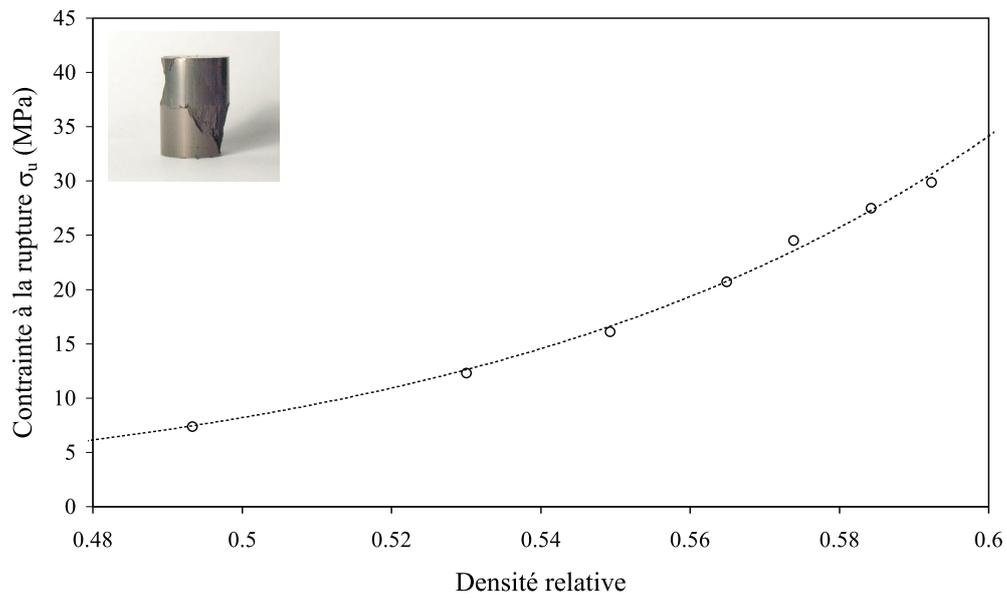


FIG. A.3 – Evolution de la contrainte à la rupture en fonction de la densité relative au cours d'un essai de compression simple.

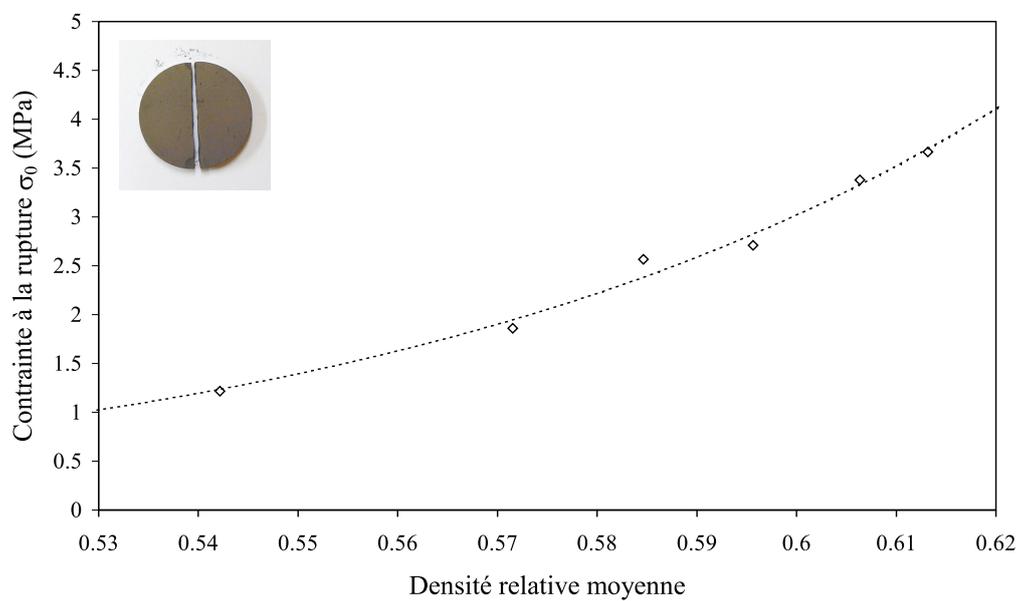


FIG. A.4 – Evolution de la contrainte à la rupture en fonction de la densité relative au cours d'un essai de compression diamétrale.

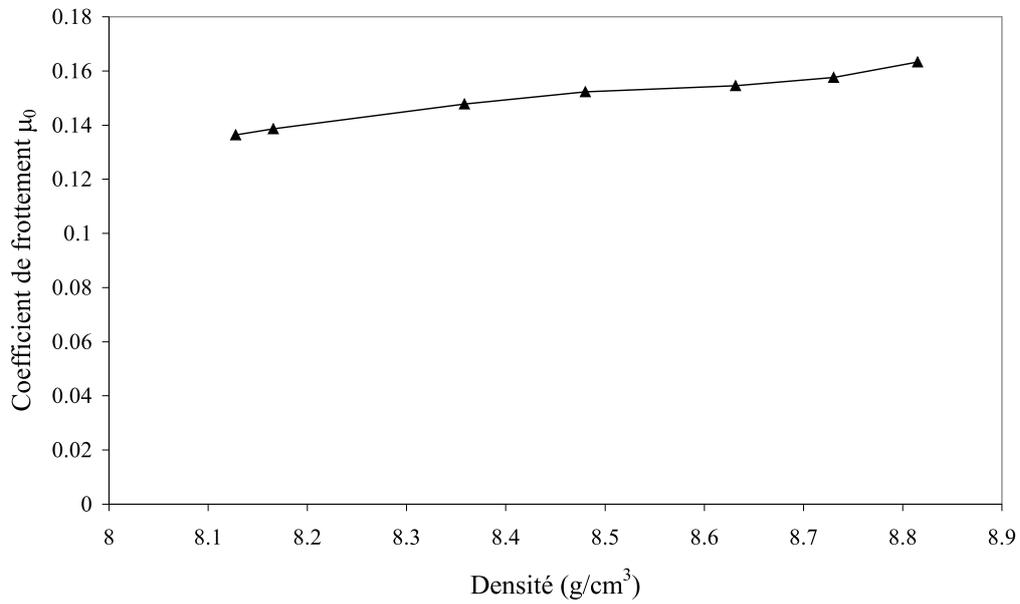


FIG. A.5 – Evolution du coefficient de frottement en fonction de la densité.

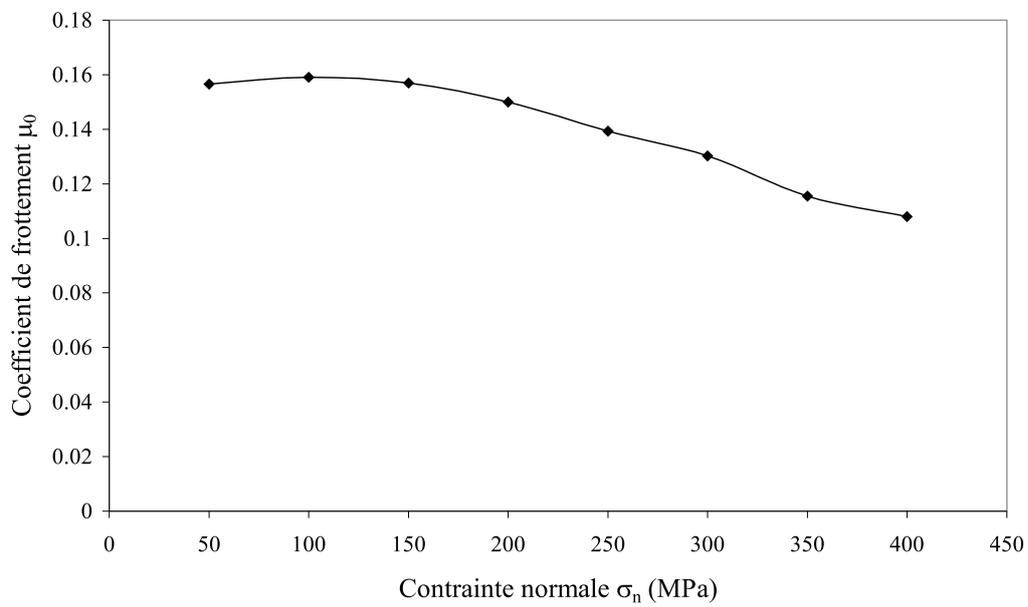


FIG. A.6 – Evolution du coefficient de frottement en fonction de la contrainte normale appliquée.

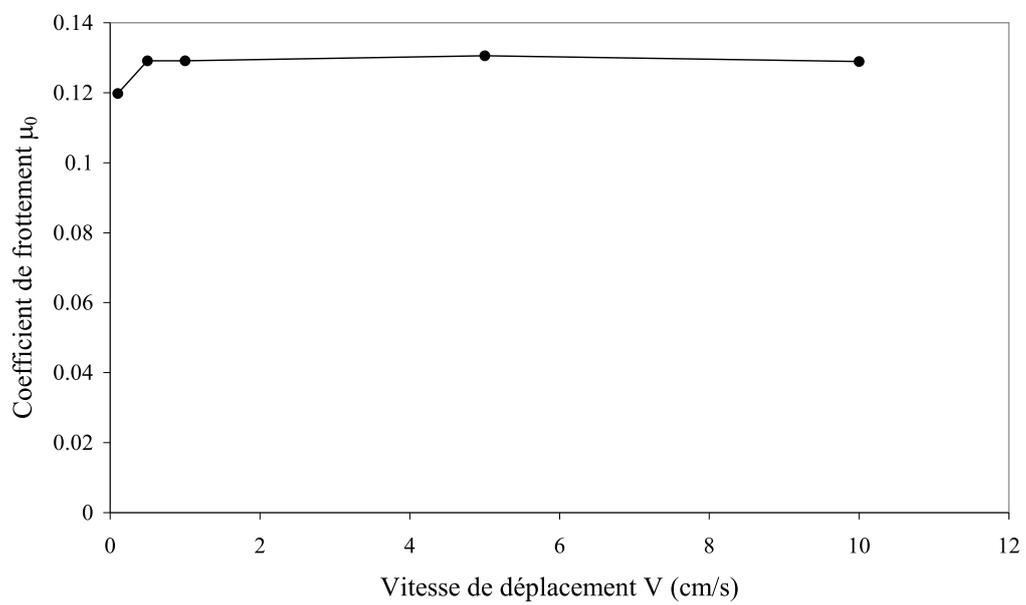


FIG. A.7 – Evolution du coefficient de frottement en fonction de la vitesse de déplacement de la règle.



## Annexe B

# Caractérisation expérimentale de la poudre WC-TiCN

Dans cette annexe sont rassemblés les résultats des essais de :

- **compression en matrice instrumentée**, (Conditions d'essai : contrainte maximale appliquée de 400 MPa, vitesse de compression 10 mm/min),
- **compression simple**, (Caractéristiques des échantillons : hauteur  $H = 20 \pm 2$  mm, diamètre  $D = 12$  mm, densité  $2.64 \text{ g/cm}^3 \leq \rho \leq 3.82 \text{ g/cm}^3$ , lubrification entre l'échantillon et les mors de la presse assurée par papier graphite,)
- **compression diamétrale**, (Caractéristiques des échantillons : épaisseur  $e = 3$  mm, diamètre  $D = 16$  mm, densité  $3.45 \text{ g/cm}^3 \leq \rho \leq 3.89 \text{ g/cm}^3$ ),
- **frottement**, (Conditions d'essai : contrainte appliquée  $50 \text{ MPa} \leq \sigma_e \leq 400 \text{ MPa}$ , densité d'échantillon  $3.56 \text{ g/cm}^3 \leq \rho \leq 3.97 \text{ g/cm}^3$ , vitesse de déplacement de la règle  $0.1 \text{ cm/s} \leq V \leq 10 \text{ cm/s}$ ),

Pour les essais de frottement, la règle utilisée présente les mêmes caractéristiques que celles décrites dans l'Annexe A. Les résultats des essais de dilatométrie sont reportés en Annexe C.

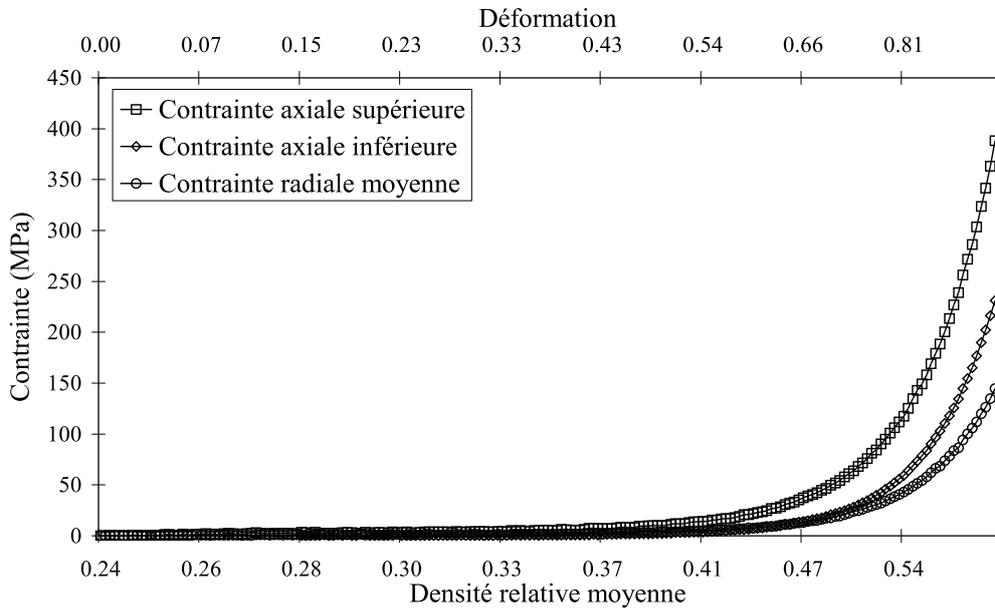


FIG. B.1 – Evolution des contraintes au cours du compactage en matrice.

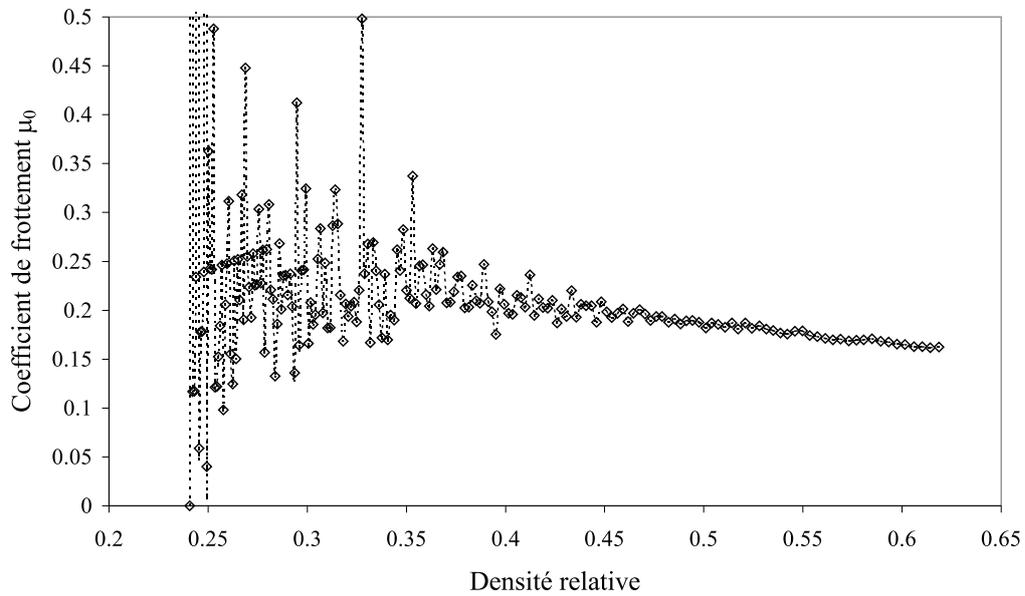


FIG. B.2 – Evolution du coefficient de frottement au cours de la densification en matrice.

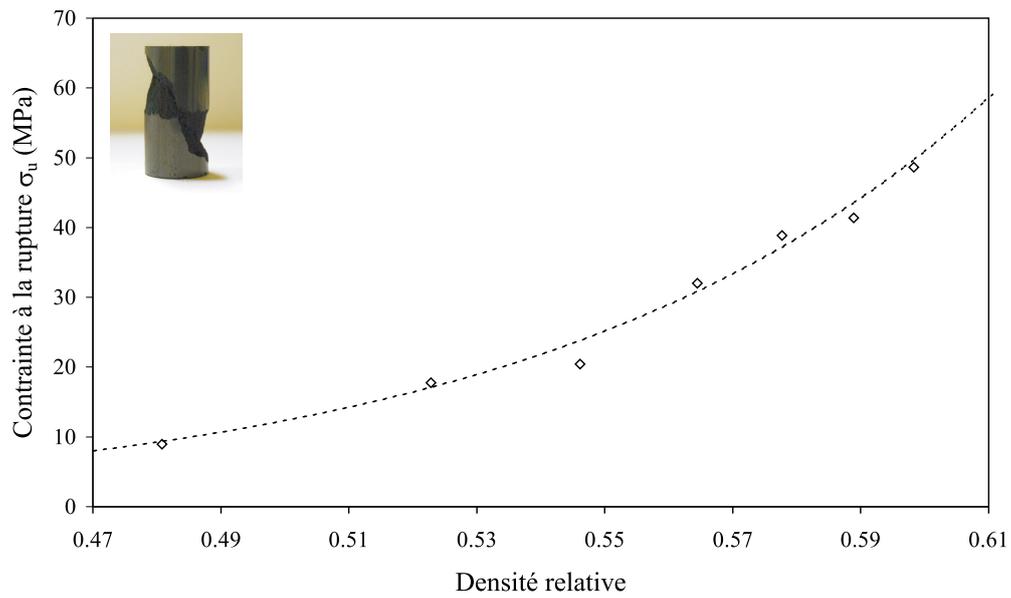


FIG. B.3 – Evolution de la contrainte à la rupture en fonction de la densité relative au cours d'un essai de compression simple.

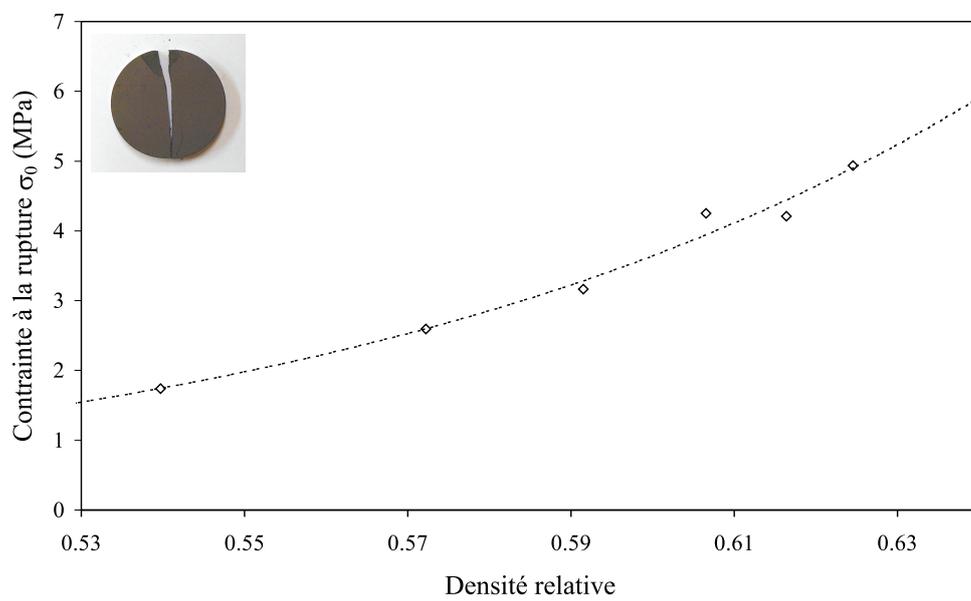


FIG. B.4 – Evolution de la contrainte à la rupture en fonction de la densité relative au cours d'un essai de compression diamétrale.

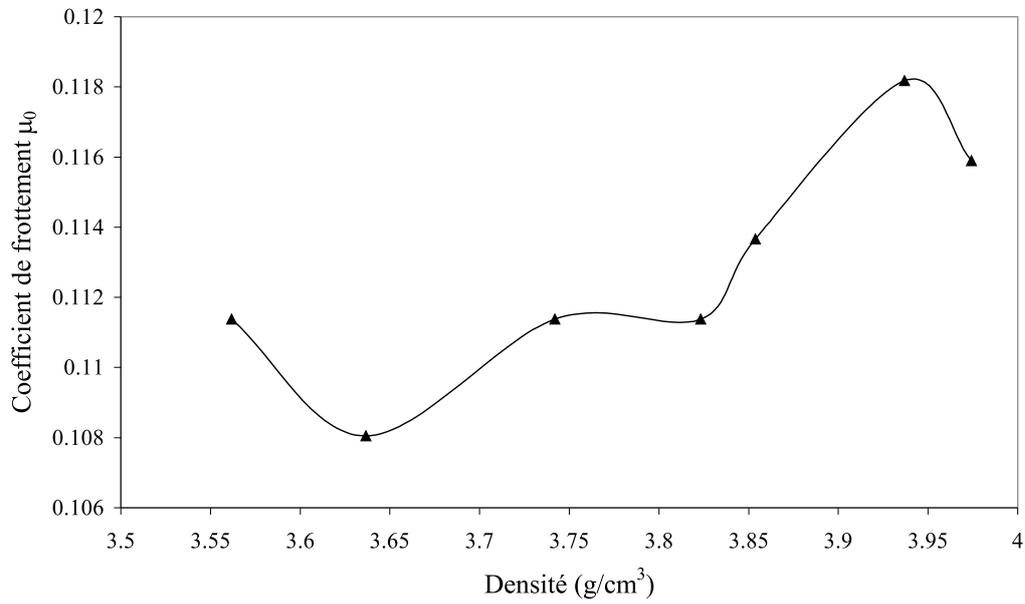


FIG. B.5 – Evolution du coefficient de frottement en fonction de la densité.

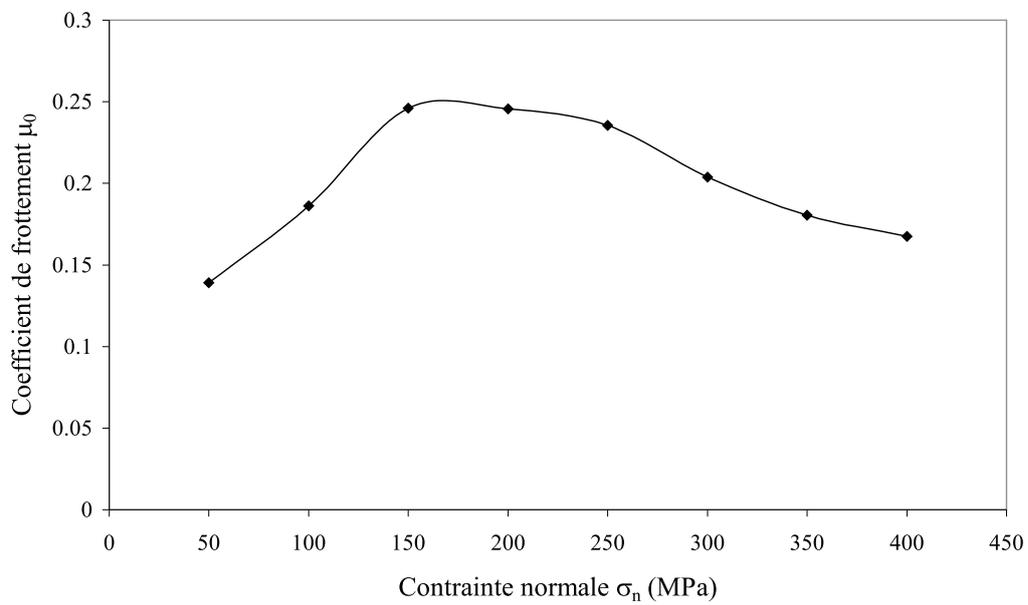


FIG. B.6 – Evolution du coefficient de frottement en fonction de la contrainte normale appliquée.

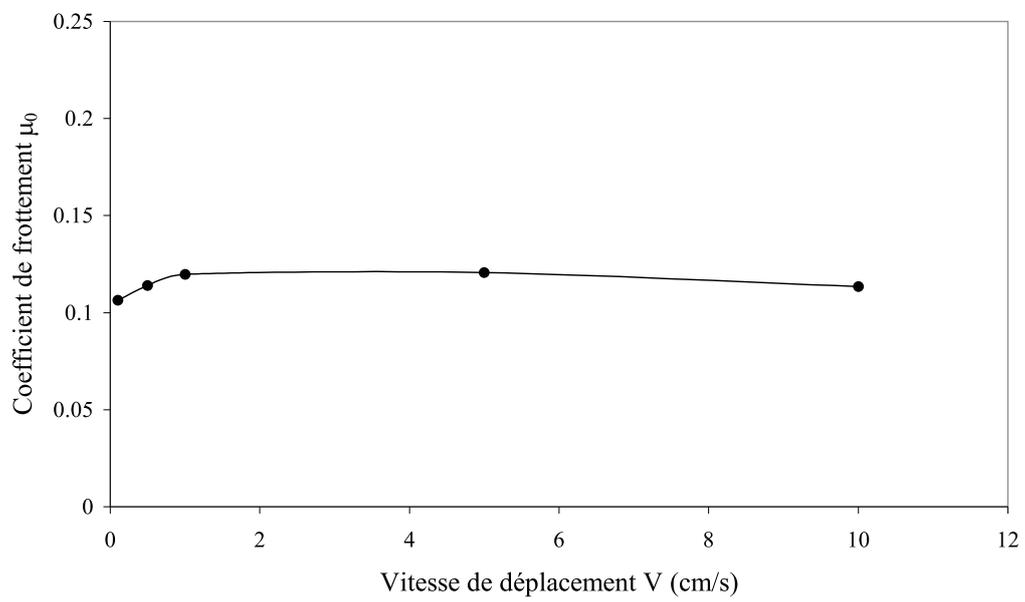


FIG. B.7 – Evolution du coefficient de frottement en fonction de la vitesse de déplacement de la règle.



## Annexe C

# Etude expérimentale du comportement du mélange WC-TiCN au cours du frittage

Cette annexe rassemble les résultats de l'étude expérimentale du comportement du mélange WC-TiCN au cours du frittage. Les essais qui ont été réalisés sont analogues à ceux présentés au paragraphe 4 sur le mélange WC-Co. Ainsi les résultats donnés proviennent de différents cycles thermomécaniques :

- un cycle de référence,
- un cycle de type "escalier",
- un cycle thermique avec chargement constant (charge de 150 g).

La complexité du comportement du matériau ne nous permet pas actuellement d'entreprendre une démarche de modélisation similaire à celle développée sur l'alliage WC-Co. Une étude plus conséquente est nécessaire.

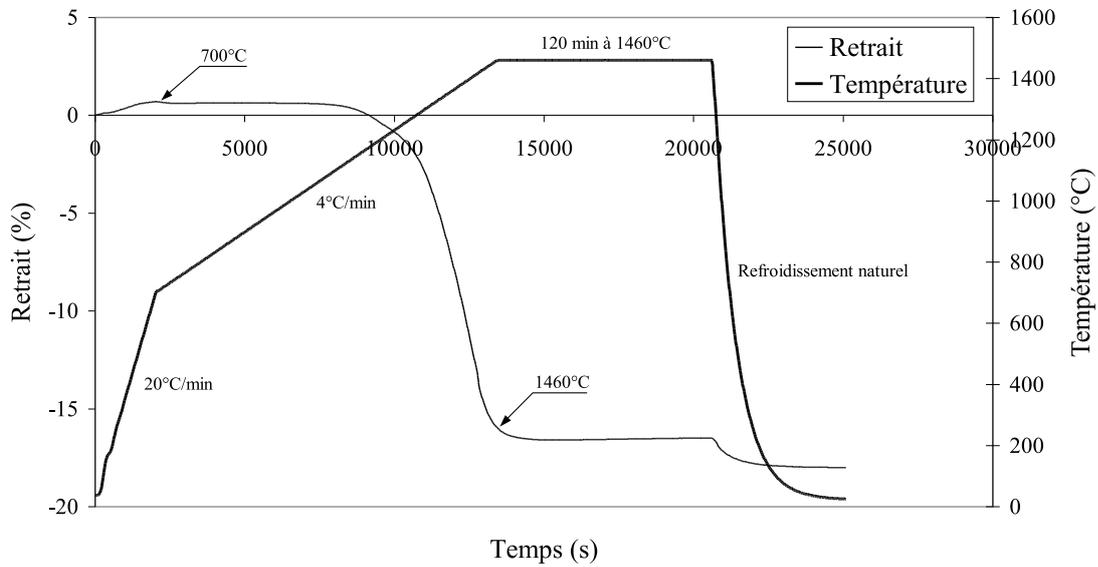


FIG. C.1 – Evolution du retrait d'un échantillon WC-TiCN pendant un cycle thermique de référence.

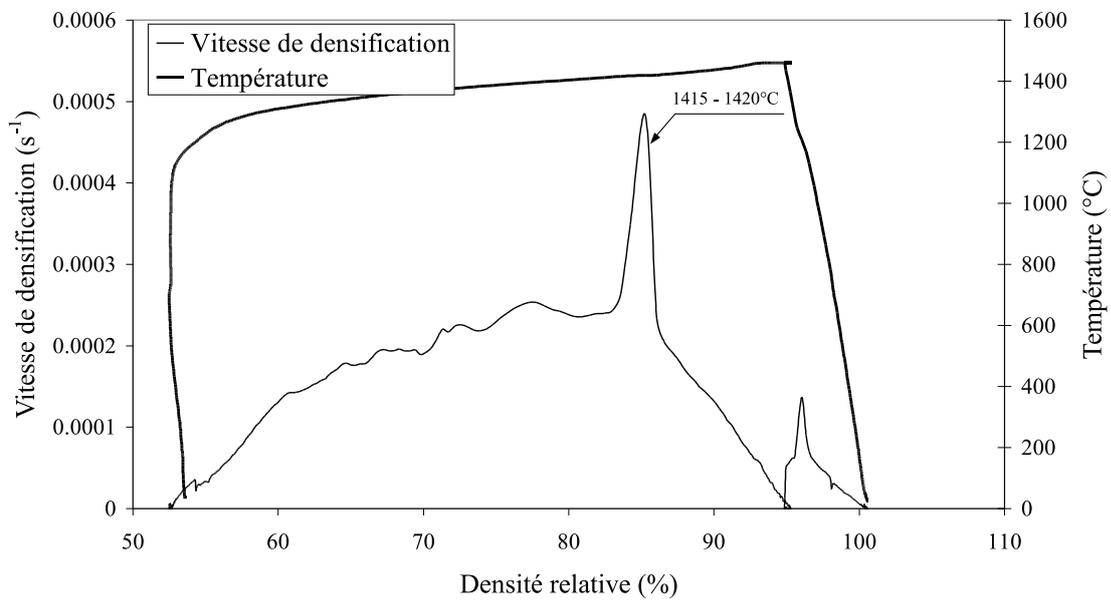


FIG. C.2 – Evolution de la vitesse de densification d'un échantillon WC-TiCN au cours du cycle thermique de référence.

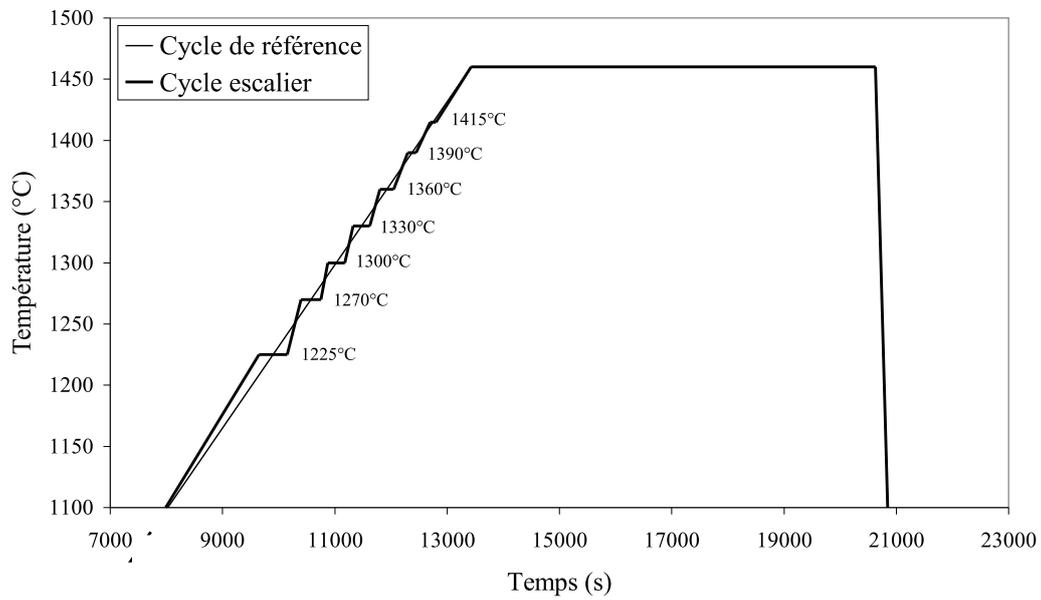


FIG. C.3 – Cycle thermique de type escalier utilisé lors de l'étude du mélange WC-TiCN.

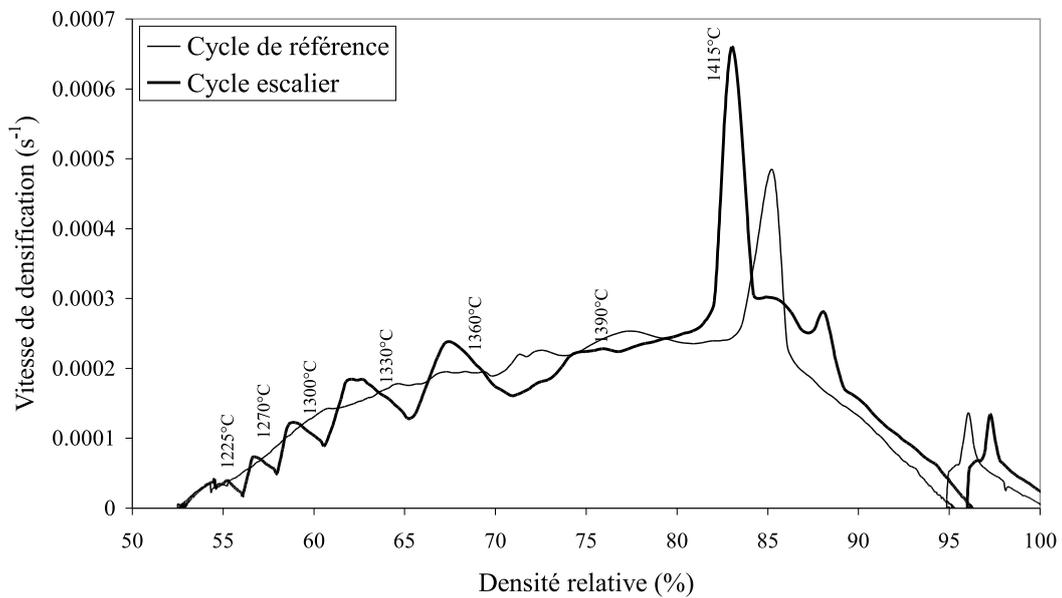


FIG. C.4 – Evolution de la vitesse de densification au cours du cycle en escalier pour un échantillon Wc-TiCN.

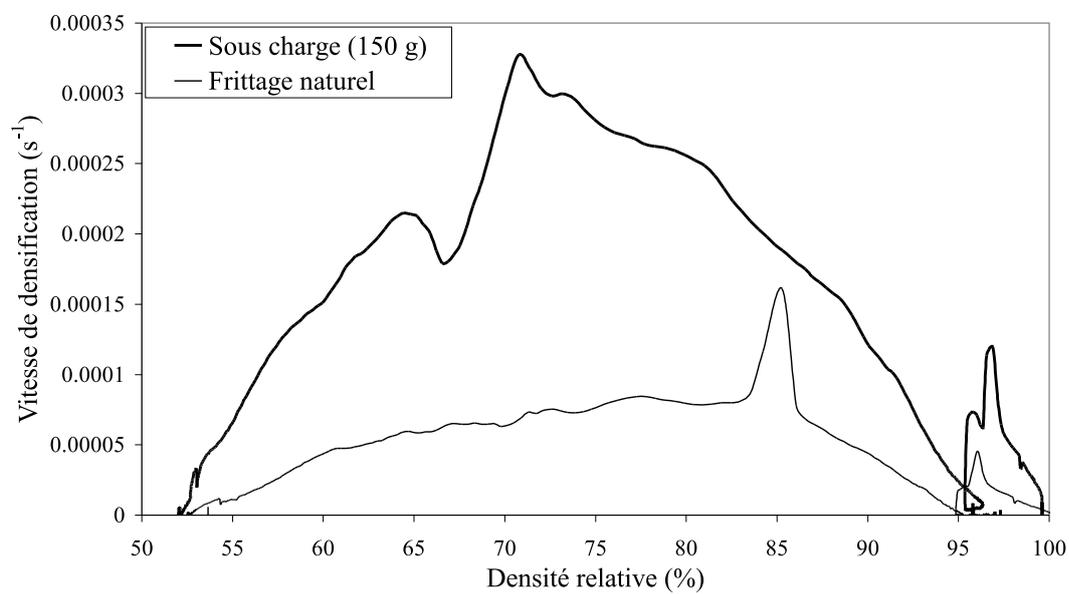


FIG. C.5 – Comparaison des vitesses de densification en frittage naturel et sous charge obtenues au cours du cycle thermique de référence sur un échantillon WC-TiCN.

## Annexe D

# Etude expérimentale du comportement de la pâte d'hexaferrite de strontium Grade B au cours du frittage

Cette annexe rassemble les résultats des essais de dilatométrie réalisés sur les échantillons de pâtes d'hexaferrite de strontium Grade B. Le comportement au cours du frittage de cette nuance est identique de celui du Grade A étudié dans le corps du manuscrit excepté pour les retraits mesurés. Ces derniers sont en particulier plus importants dans le cas présent. Les résultats reportés ici proviennent de différents cycles thermomécaniques :

- un cycle de référence,
- un cycle de type "escalier" avec chargement intermittent,
- un cycle thermique avec chargement constant.

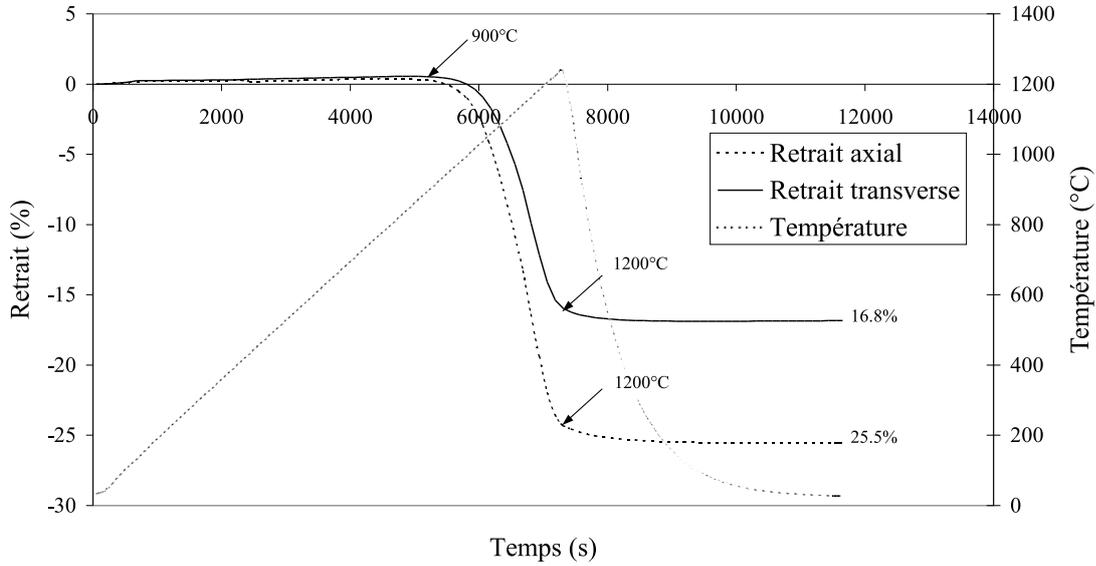


FIG. D.1 – Evolution du retrait d'un échantillon ferrite Grade B pendant un cycle thermique de référence.

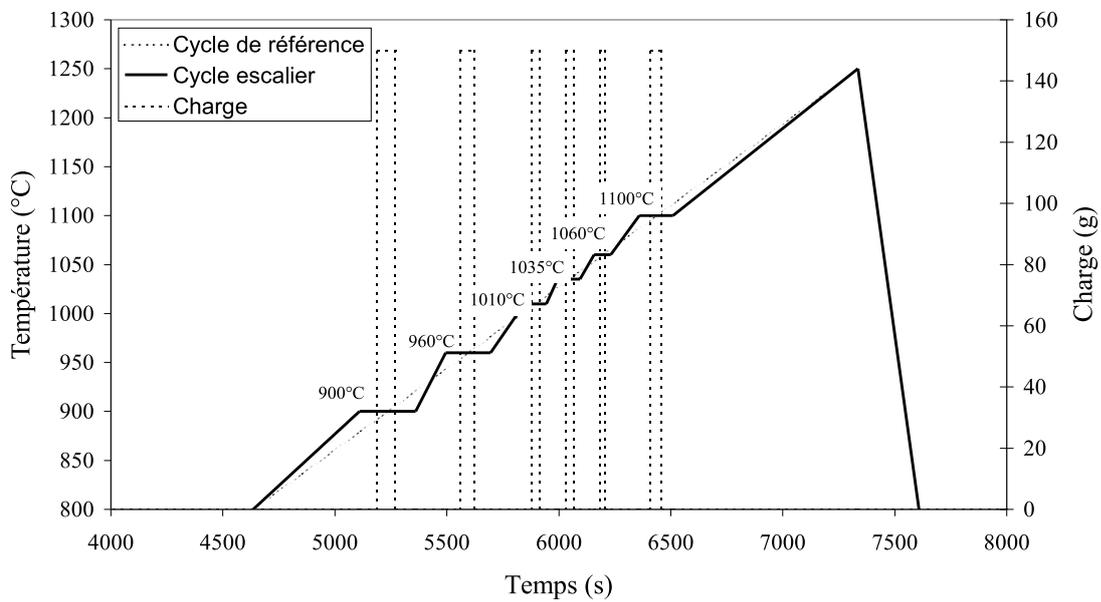


FIG. D.2 – Comparaison entre le cycle thermomécanique de type escalier avec chargement intermittent et le cycle de référence.

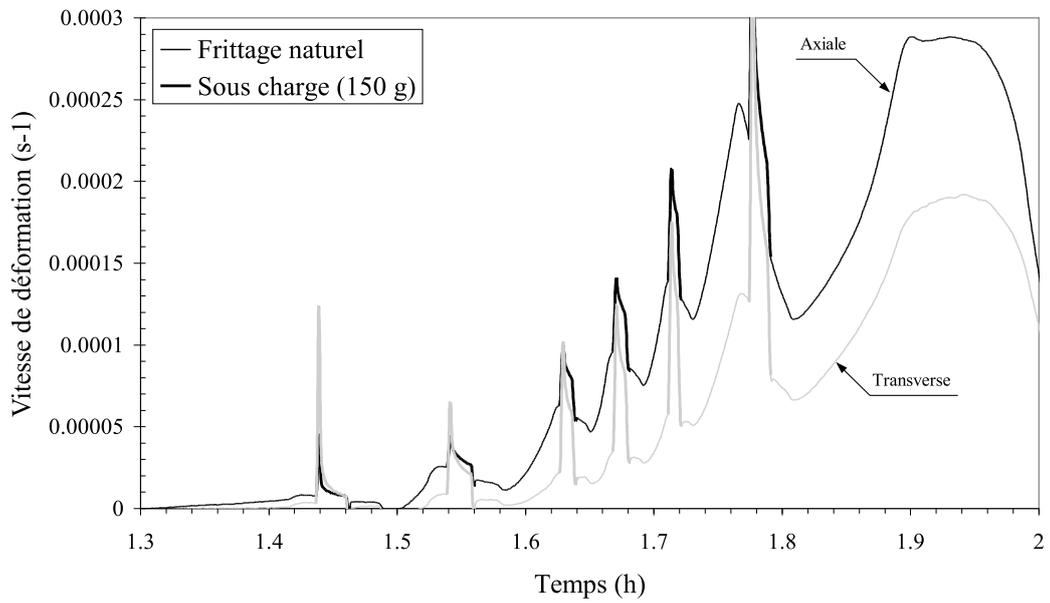


FIG. D.3 – Evolution des vitesses de déformation axiale et radiale au cours du cycle escalier avec chargement mécanique intermittent (charge de 150 g).

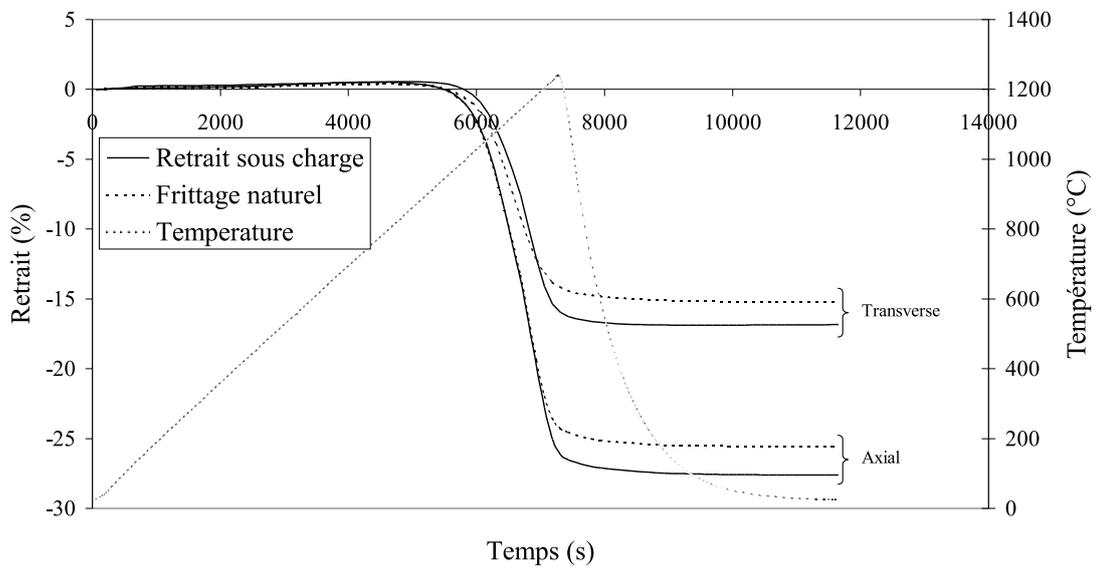


FIG. D.4 – Comparaison des retraites axiaux et radiaux mesurés en frittage naturel et sous une charge constante de 150 g.



## Annexe E

# Procédure de pilotage de la presse 10 tonnes du laboratoire 3S

Cette annexe présente les principales étapes préalable à la réalisation d'un essai avec la presse 10 tonnes du laboratoire. La première étape consiste à **initialiser et charger les programmes de gestion de la carte MOOG**.

- Allumer la carte MOOG et le bloc des tiroirs, puis le PC. Basculer les commutateurs des tiroirs de manière à ce qu'ils soient allumés tous les deux.
- Après le chargement de Windows 98, redémarrer en mode DOS.
- Initialiser le logiciel de pilotage de la carte : taper `cd . .` pour revenir à la racine, `cd euiconf` pour aller sur le répertoire "euiconf", lancer le programme "eui" en tapant `eui`, initialiser ensuite le logiciel de chargement de la carte en tapant sur la touche F2 : file name : **CONF** (**la prise COM1 doit être branchée sur la carte 10 tonnes**), quitter le programme en tapant sur la touche `q`.
- Charger le programme de pilotage de la carte en revenant à la racine `cd . .` puis taper `cd eui42` pour aller sur le répertoire "eui42", `eui` pour lancer le programme "eui" et par l'intermédiaire de la touche F2 lancer le programme "CPF" : file name : **CPF**.
- Passer la prise COM1 sur la prise de la carte 50 tonnes et taper `shutdn = 0`.
- Remettre la prise COM1 sur la carte 10 tonnes et quitter le programme en tapant `q`.

Il s'agit maintenant de charger le programme de gestion de l'essai.

- Démarrer le logiciel Lab Windows en tapant successivement `cd . .` pour revenir à la racine,

`cd lw` pour aller sur le répertoire "lw" puis `lw` pour charger Lab Windows.

- A l'aide de la souris aller sur `file/load/Martin` puis sélectionner le programme CPF. Dans le menu déroulant, lancer la commande `RUN`.

Les essais sont réalisés généralement en **Mode Automatique** (menu déroulant), donnant par la suite accès à la fenêtre de pilotage du logiciel. Avant d'entrer les consignes d'essai, **positionner la presse manuellement**.

- Sélectionner "`Cons.essai`" et remplir les différents champs correspondant aux paramètres de l'essai. Le programme de compression consiste tout d'abord à piloter la presse en déplacement (vitesse constante) jusqu'à obtenir la force de commutation définie. Une fois cette force atteinte, la presse passe en pilotage en force, celle-ci augmentant à vitesse de chargement constant, jusqu'à la force maximum demandée. A tout moment, si le déplacement maximum entré par l'utilisateur est atteint, la montée en force s'arrête. La force est ensuite stabilisée durant un temps donné par le palier. Puis, la remontée de la presse s'opère à vitesse de décharge constante jusqu'à la force de commutation de décharge, suivie alors d'une remontée à vitesse constante. L'essai est alors terminé.
- Les différents champs étant remplis, cliquer sur `OK` puis sur `VISU`, la courbe théorique de l'essai s'affiche. Cliquer ensuite sur `ACQUISITION` : entrer le nom du fichier. Lancer l'essai en cliquant sur `START` puis `YES`, l'essai se déroule alors comme défini. Il peut être arrêté à tout moment par `STOP` (repassé en pilotage manuel). En fin d'essai, cliquer sur `QUIT`.

L'exploitation du fichier résultat est généralement réalisée sous EXCEL. Après avoir quitté Lab Windows, taper `exit` pour revenir à l'environnement Windows 98. Le fichier récupéré est au format `*.ttt`. Afin d'affecter correctement chacune des données enregistrées à une unique colonne du tableur, spécifié comme délimiteur l'espace.

# Bibliographie

- [ABOUAF and CHENOT, 1986] M. ABOUAF and J.L. CHENOT. Modélisation numérique de la déformation à chaud de poudres métalliques. *Journal de Mécanique Théorique et Appliquée*, 5(1) :121–140, 1986.
- [ALVAIN, 2001] O. ALVAIN. *Caractérisation, modélisation et simulation numérique de la mise en forme de pièces par compression et frittage de poudres dures*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2001.
- [ARYANPOUR, 1999] G. ARYANPOUR. *Modélisation du comportement thermomécanique des poudres métalliques pendant les cycles de fabrication de pièces par compaction à haute température*. PhD thesis, Université Joseph Fourier, 1999.
- [AURIAULT and SANCHEZ-PALENCIA, 1977] J.L. AURIAULT and E. SANCHEZ-PALENCIA. Etude du comportement macroscopique d'un milieu poreux saturé déformable. *Journal de Mécanique*, 16(4) :575–603, 1977.
- [AURIAULT, 1991] J.L. AURIAULT. Heterogeneous medium. is an equivalent description possible? *Int. J. Eng. Sci.*, 29(7) :785–795, 1991.
- [AUTISSIER, 1989] D. AUTISSIER. *Amélioration des propriétés des hexaferrites comme absorbants micro-onde par perfectionnement de la microstructure*. PhD thesis, Université de Strasbourg, 1989.
- [BARRIERE, 2000] T. BARRIERE. *Expérimentations, modélisations et simulation numérique du Moulage par Injection de Poudres Métalliques*. PhD thesis, Université de Franche-Comte, 2000.
- [BATCHELOR and GREEN, 1972] G.K. BATCHELOR and J.T. GREEN. The determination of the bulk stress in a suspension of spherical particles to order  $c_2$ . *Journal of Fluid Mech.*, 53(3) :401–427, 1972.

- [BENSOUSSAN *et al.*, 1978] A. BENSOUSSAN, J.L. LIONS, and G. PAPANICOLAOU. *Asymptotic analysis for periodic structures*. North-Holland Publishing Company, Amsterdam, 1978.
- [BERNACHE-ASSOLANT *et al.*, 1993] D. BERNACHE-ASSOLANT, M. SOUSTELLE, C. MONTY, H. PASTOR, and J.M. CHAIX. *Chimie physique du frittage*. Collection Forceram, hermes edition, 1993.
- [BIOT, 1955] M.A. BIOT. Theory of elasticity and consolidation for a porous anisotropic solid. *Journal of Applied Physics*, 26(2) :182–185, 1955.
- [BONNEFOY, 2001] V. BONNEFOY. *Modélisation du comportement de poudres métalliques et céramiques en compression*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2001.
- [BORTZMEYER, 1990] D. BORTZMEYER. *Compaction des poudres céramiques*. PhD thesis, Ecole Nationale des Mines de Paris, 1990.
- [BOWEN *et al.*, 1976] R.M. BOWEN, R.A. GROT, and G.A. MAUGIN. *Continuum Physics*, volume III : Mixtures and EM Field Theories. Academic Press, New York, San Francisco, London, 1976.
- [BRANDO, 1995] E. BRANDO. *Synthèse et étude cristallographique, magnétique et électromagnétique de nouveaux hexaferrites substitués de type  $M BaFe_{12-2x}A_xMe_xO_{19}$  ( $A = Ru, Ir, Me = Co, Zn$ ) destinés à l'absorption des ondes radar*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1995.
- [BRANDT, 1998] J. BRANDT. *On constitutive modelling of the compaction and sintering of cemented carbides*. PhD thesis, Linköping, 1998.
- [BRAUN, 1957] P.B. BRAUN. Crystal structures of a new group of hexagonal ferromagnetic compounds. *Philips Res. Rep.*, 12(6) :491–548, 1957.
- [CAI *et al.*, 1997] P.Z. CAI, G.L. MESSING, and D.J. GREEN. Determination of the mechanical response of sintering compacts by cyclic loading dilatometry. *Jour. of Am. Ceram. Soc.*, 80 :445–452, 1997.
- [CASELLA, 1997] A. CASELLA. *Etude du comportement d'un milieu pâteux - Approche bi-phasique et identification*. PhD thesis, Ecole Normale Supérieure de Cachan, 1997.
- [CLAUSSEN and JAHN, 1970] N. CLAUSSEN and J. JAHN. Green strength of metal and ceramic compacts as determined by the indirect tensile test. *Powder Metallurgy International*, 2(3) :87–90, 1970.

- 
- [COCCOZ, 1995] G. COCCOZ. *Compactage à froid des poudres métalliques : Approche expérimentale et simulation numérique*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1995.
- [COUBE and RIEDEL, 2000] O. COUBE and H. RIEDEL. Numerical simulation of metal powder die compaction with special consideration of cracking. *Powder Metallurgy*, 43(2) :123–131, 2000.
- [COUBE, 1998] O. COUBE. *Modelling and numerical simulation of powder die compaction with consideration of cracking*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie, Paris VI, 1998.
- [COUSSY, 1991] O. COUSSY. *Mécanique des milieux poreux*. Paris, technip edition, 1991.
- [DARVE, 1987] F. DARVE. *Manuel de Rhéologie des Géomatériaux*. Presses de l'école nationale des ponts et chaussées, 1987.
- [DECNEUT, 1970] A. DECNEUT. New formulas improve e-modulus calculations. Technical report, CRIF MC37, November 1970.
- [DI MARCELLO, 1990] E. DI MARCELLO. *Synthèse dans les flux de sels de grains fins d'hexa-ferrite de baryum pour l'enregistrement magnétique*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1990.
- [DOREMUS *et al.*, 2001] P. DOREMUS, F. TOUSSAINT, and E. PAVIER. Investigation of iron powder friction on a tungsten carbide tool wall. *International Journal of Powder Metallurgy*, 44(3) :243–247, 2001.
- [DUTILLY, 1998] M. DUTILLY. *Modélisation du moulage par injection des poudres métalliques*. PhD thesis, Université de Franche Comté, 1998.
- [EINSTEIN, 1906] A. EINSTEIN. Eine neue bestimmung des moleküldimensionen. *Ann. der Phys.*, 19 :289–306, 1906.
- [ERNST *et al.*, 1991] E. ERNST, F. THUMMLER, P. BEISS, R. WAHLING, and V. ARNHOLD. Friction measurements during powder compaction. *Powder Metallurgy International*, 23(2) :77–84, 1991.
- [ES-SAHEB, 1992] M.H. ES-SAHEB. *J. Mat. Sci.*, 27 :4151, 1992.
- [EUDIER, 1993] M. EUDIER. *Métallurgie des poudres : "Généralités" et "Fabrication des produits frittés"*, volume M 860 et M 864. Techniques de l'Ingénieur, 1993.
- [FAHAD, 1996] M.K. FAHAD. Stresses and failure in the diametral compression test. *Journal of Materials Science*, 31 :3723–3729, 1996.

- [FARRIS, 1968] R.J. FARRIS. Prediction of the viscosity of multimodal suspensions from unimodal viscosity. *Transaction of the society of Rheology*, 12(2) :281–301, 1968.
- [FELL and NEWTON, 1970] J.T. FELL and J.M. NEWTON. Determination of tablet strength by the diametral-compression test. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 59(5) :688–691, 1970.
- [FRACHON, 1998] A. FRACHON. Simulation numérique de la compression à froid de poudres métalliques en matrice sur les codes de calculs castem2000 et abaqus. *Rapport de stage de DEA*, 1998. Université Joseph Fourier, Laboratoire Sols, Solides, Structures.
- [FRACHON, 2002] A. FRACHON. *Thèse à paraître*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2002.
- [FROCHT, 1947] M.M. FROCHT. *Photoelasticity*. John Wiley & Sons, New York, 1947.
- [GEBELIN, 2000] J.C. GEBELIN. *Etude expérimentale et simulation numérique du comportement de l'alliage de magnésium AZ91 à l'état semi-solide*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2000.
- [GEINDREAU and AURIAULT, 1999] C. GEINDREAU and J.L. AURIAULT. Investigation of the viscoplastic behaviour of alloys in the semi-solid state by homogenization. *Mechanics of Materials*, 31 :535–551, 1999.
- [GEINDREAU and AURIAULT, 2001a] C. GEINDREAU and J.L. AURIAULT. Magnetohydrodynamic flow through porous media. *C. R. Acad. Sci. Paris*, II b(329) :1–6, 2001.
- [GEINDREAU and AURIAULT, 2001b] C. GEINDREAU and J.L. AURIAULT. Mhd laws for conductive fluids in porous media. *J. Fluid Mech.*, page soumis le 22 mai 2001, 2001.
- [GEINDREAU, 1996] Ch. GEINDREAU. *Modélisation du comportement viscoplastique des poudres métalliques. Simulation à l'aide d'un matériau analogique*. PhD thesis, Université Joseph Fourier - Grenoble I, 1996.
- [GERMAN, 1996] R.M. GERMAN. *Sintering theory and practice*. Wiley Interscience, 1996.
- [GILLIA and BOUVARD, 1996] O. GILLIA and D. BOUVARD. Finite element simulation of the sintering of cemented carbide compacts. *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials*, 7, 1996. MPIF, Princeton.
- [GILLIA and BOUVARD, 2000] O. GILLIA and D. BOUVARD. Phenomenological analysis of densification kinetics during sintering : application to wc-co mixture. *Materials Science and Engineering A*, 279 :185–191, 2000.

- 
- [GILLIA *et al.*, 2001] O. GILLIA, C. JOSSEROND, and D. BOUVARD. Viscosity of wc-co compacts during sintering. *Acta Materialia*, 49 :1413–1420, 2001.
- [GILLIA, 2000] O. GILLIA. *Modélisation phénoménologique du comportement des matériaux frittants et simulation numérique du frittage industriel de carbure cimenté et d'alumine*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2000.
- [GLANDUS, 1981] J.C. GLANDUS. *Rupture fragile et résistance aux chocs thermiques de céramiques à usage mécaniques*. PhD thesis, Université de Limoges, 1981.
- [GORDON *et al.*, 1962] I. GORDON, R.L. HARVEY, and R.A. BRADEN. Preparation and magnetic properties of some hexagonal magnetic oxides. *Journal of the American Ceramic Society*, 45(6) :297–301, 1962.
- [GORTER, 1957] E.W. GORTER. *Proc. I.E.E.E.*, 104B :255, 1957.
- [GREEN, 1972] R.G. GREEN. A plastic theory for porous solids. *International Journal of Mechanical Science*, 14 :215–334, 1972.
- [JOLY and MEHRABIAN, 1976] P.A. JOLY and R. MEHRABIAN. The rheology of a partially solid alloy. *J. of Materials Science*, 11 :1393–1418, 1976.
- [KOOLS, 1977] F. KOOLS. Pressure filtration for forming advanced ceramics. *Philips Research Labs*, pages 3916–3920, 1977. Eindhoven, The Netherlands.
- [KOOLS, 1985] F. KOOLS. The action of silica additive during sintering of strontium hexaferrite. *Science of sintering*, pages 63–80, Janvier 1985.
- [KUHN and LEE, 1971] H.A. KUHN and P.W. LEE. Strain instability and fracture at the surface of upset cylinders. *Metallurgical transactions*, 2 :3197–3202, 1971.
- [LAME, 2002] O. LAME. *à paraître*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2002.
- [LANTERI *et al.*, 1996] B. LANTERI, H. BURLET, A. POITOU, and N. BURKARTH. Powder injection molding, an original simulation of paste flow. *Eur. J. of Mech., A/Solids*, 15(3) :465–485, 1996.
- [LECLERC, 1988] D. LECLERC. *Vingt-cinq ans de contribution à l'étude de la filtration*. PhD thesis, Université de Nancy I, 1988.
- [LECORRE, 2001] S. LECORRE. *Etude de la mise en forme par compression des sheet molding compounds (SMC)*. PhD thesis, Université Joseph Fourier, 2001.

- [LEMAITRE and CHABOCHE, 1996] J. LEMAITRE and J.L. CHABOCHE. *Mécanique des matériaux solides*. Dunod, 1996.
- [LEVY and HSIEH, 1988] T. LEVY and R.K. T. HSIEH. Homogenization mechanics of a non-dilute suspension of magnetic particles. *Int. J. Engng. Sci.*, 26(10) :1087–1097, 1988.
- [LEVY, 1984] T. LEVY. Application de l’homogénéisation à l’étude d’une suspension de particules soumises à des couples. *C. R. Acad. Sc. Paris*, II(10) :597–600, 1984.
- [LEVY, 1985] T. LEVY. Suspension de particules soumises à des couples. *Journal de Mécanique Théorique et Appliquée*, (spécial) :53–71, 1985.
- [LOUE, 1992] W.R. LOUE. *Evolution microstructurale et comportement rhéologique d’alliages Al-Si à l’état semi-solide*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1992.
- [LOUGE, 1996a] A. LOUGE. *Etude théorique et expérimentale du comportement et de la ségrégation des milieux pâteux lors de l’extrusion*. PhD thesis, Université de Méditerranée, 1996.
- [LOUGE, 1996b] A. LOUGE. A two-phase model for paste flow including filtration and segregation effects. *C. R. Acad. Sci. Paris*, 322(II b) :785–791, 1996.
- [MARTIN *et al.*, 95] C.L. MARTIN, S.B. BROWN, D. FAVIER, and M. SUERY. Shear deformation of high solide fraction ( $> 0.60$ ) semi-solide sn-pb under various structures. *Materials Science and Engineering*, A202 :112–122, 95.
- [McWHIRTER *et al.*, 1998] J.D. McWHIRTER, M.E. CRAWFORD, and D.E. KLEIN. Magneto-hydrodynamic flows in porous media ii : Experimental results. *Fusion Technology*, 34 :187–197, 1998.
- [MEYER, 1980] R. MEYER. *Métallurgie des poudres : "Poudres métalliques"*, volume M 862. Techniques de l’Ingénieur, 1980.
- [MODIGELL *et al.*, 1998] M. MODIGELL, J. JOKE, and J. PETERA. Two-phase model for metal alloys in the semi-solid state. *Proc. of the 5<sup>th</sup> Int. Conf. on the Processing Semi-Solid Alloys and Composites*, pages 317–326, 1998. Golden, Colorado, USA.
- [MOLERA *et al.*, 1998] P. MOLERA, J.A. BAS, M.A. BOLARIN, and F. SANCHEZ. Determination of mechanical properties of green compacts depending on the mix chemical composition. *1998 PM World Congress Powder Compaction*, pages 187–192, 1998.
- [MOONEY, 1951] M. MOONEY. The viscosity of a concentrated suspension of spherical particles. *Journal of Colloid Science*, 6 :162–170, 1951.

- 
- [MOREAU, 1990] R. MOREAU. *Magnetohydrodynamics*, volume 3. Kluwer Academic Publishers, 1990.
- [MOSBAH, 1995] P. MOSBAH. *Etude expérimentale et modélisation du comportement de poudres métalliques au cours du compactage en matrice fermée*. PhD thesis, Université Joseph Fourier, Grenoble I, 1995.
- [NGUYEN *et al.*, 1994] T.G. NGUYEN, D. FAVIER, and M. SUERY. Theoretical and experimental study of the isothermal mechanical behaviour of alloys in the semi-solid state. *International Journal of Plasticity*, 10(6) :663–693, 1994.
- [PAVIER and DOREMUS, 1996] E. PAVIER and P. DOREMUS. Mechanical behavior of a lubricated iron powder. *PM96 Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, 2 :27–40, 1996.
- [PAVIER, 1998] E. PAVIER. *Caractérisation du comportement d'une poudre de fer pour le procédé de compression en matrice*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1998.
- [PM Modnet Methods and Measurements Group, 2000] PM Modnet Methods and Measurements Group. Measurement of friction for powder compaction modelling - comparison between laboratories. *Powder Metallurgy*, 43(4) :364–374, 2000.
- [RACINEUX, 1999] G. RACINEUX. *Rhéologie des pâtes minérales : Cas du mélange  $TiO_2-HNO_3$  destiné à l'extrusion de supports de catalyseur*. PhD thesis, Ecole Normale Supérieure de Cachan, 1999.
- [RIERA *et al.*, 2000] M.D. RIERA, J.M. PRADO, A. FRACHON, D. IMBAULT, and P. DOREMUS. Modelling of green compact elasticity. *2000 Powder Metallurgy World Congress*, 2000.
- [ROSCOE and BURLAND, 1968] K.H. ROSCOE and J.B. BURLAND. *On the generalized stress-strain behaviour of 'wet' clay*. Engineering Plasticity. Cambridge, heyman-leckie edition, 1968.
- [ROSCOE and POOROOSHASB, 1963] K.H. ROSCOE and H.B. POOROOSHASB. A theoretical and experimental study of strains in triaxial compression tests on normally consolidated clays. *Géotechnique*, 13(1) :12–38, 1963.
- [ROSCOE *et al.*, 1958] K.H. ROSCOE, A.N. SCHOFIELD, and C.P. WROTH. On the yielding of soils. *Géotechnique*, 8(1) :22–53, 1958.

- [ROSCOE, 1952] R. ROSCOE. The viscosity of suspensions of rigid spheres. *British J. Chem. Phys.*, 3 :267–269, 1952.
- [ROURE *et al.*, 1999] S. ROURE, D. BOUVARD, P. DOREMUS, and E. PAVIER. Analysis of die compaction of tungsten carbide and cobalt powder mixtures. *Powder Metallurgy*, 42(2) :164–170, 1999.
- [ROURE, 1996] S. ROURE. *Densification des mélanges de poudre WC-Co de la compression au frittage*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1996.
- [RUDRAIAH *et al.*, 1975] B.K. RUDRAIAH, B.K. RAMAIAH, and B.M. RAJASEKHAR. Hartman flow over a permeable bed. *Int. J. Engng. Sci.*, 13 :1–24, 1975.
- [SALAK, 1995] A. SALAK. *Ferrous Powder Metallurgy*. Cambridge International Science Publishing, 1995.
- [SALENCON, 1987] J. SALENCON. *Elasto-Plasticité*. Presses de l'école nationale des ponts et chaussées, 1987.
- [SAMUELSON and BOLIN, 1983] P. SAMUELSON and B. BOLIN. Experimental studies on frictional behaviour of hard metal powders sliding on wc-co walls. *Scandinavia Journal of Metallurgy*, 12 :315–322, 1983.
- [SANCHEZ-PALENCIA, 1980] E. SANCHEZ-PALENCIA. Non-homogeneous media and vibration theory. *Lecture Notes in Physics*, 127, 1980. Springer-Verlag Berlin.
- [SANCHEZ, 1999] L. SANCHEZ. *Modélisation numérique de la mise en forme de poudres métalliques par compaction isostatique à chaud (C.I.C.)*. PhD thesis, Université Joseph Fourier, 1999.
- [SHIMA and OYANE, 1976] S. SHIMA and M. OYANE. Plasticity theory for porous metals. *International Journal of Mechanical Science*, 18 :285–291, 1976.
- [SPINNER and TEFFT, 1961] S. SPINNER and W.E. TEFFT. A method for determining mechanical resonance frequencies and for calculating elastic moduli from these frequencies. *Proc. ASTM*, 61 :1221–1238, 1961. Presented at the Sixty-fourth Annual Meeting of the Society, June 25-30, 1961.
- [STRIJBOS, 1974] S. STRIJBOS. Pressure filtration of permanent magnetic powders. *Proc. Conf. Hard Magnetic Materials*, pages 102–105, 1974. Bond voor Materialenkennis, Den Haag, Zijlstra H (ed.).

- 
- [STRIJBOS, 1977] S. STRIJBOS. Friction between a powder compact and a metal wall. *Powder Metallurgy*, pages 415–427, 1977.
- [STUIJTS and WIJN, 1958] A.L. STUIJTS and H.P.J. WIJN. Crystal-oriented ferroxplana. *Philips Technical Review*, 19(7-8) :209–244, 1958.
- [STUIJTS *et al.*, 1954] A.L. STUIJTS, G.W. RATHENAU, and G.H. WEBER. Ferroxdure ii and iii, anisotropic permanent magnet materials. *Philips Technical Review*, 16(5-6) :141–180, 1954.
- [TENAUD, 1988] Ph. TENAUD. *Analyse expérimentale des mécanismes de coercitivité dans les aimants Nd-Fe-B frittés*. PhD thesis, Université Joseph Fourier - Grenoble I, 1988.
- [THUMMLER and OBERACKER, 1993] F. THUMMLER and R. OBERACKER. *Introduction to powder metallurgy*. The Institutes of Materials Science, 1993. series editor : I. Jenkins, J.V. Wood.
- [TIMOSHENKO and GOODIER, 1970] S.P. TIMOSHENKO and J.N. GOODIER. *Theory of Elasticity*. McGraw-Hill, New York, 3rd edition, 1970.
- [TRUESDELL and TOUPIN, 1960] C. TRUESDELL and R. TOUPIN. *The Classical Field Theories*, volume III of 3. Handbuch der Physik (S. Flügge, ed.), Berlin, springer-verlag edition, 1960.
- [TURN and WANG, 1991] L.S. TURN and K.K. WANG. Rheological behaviour and modelling of semi-solid sn-15%pb alloy. *Journal of Materials Science*, 26 :2173–2183, 1991.
- [VAN DEN BROEK and STUIJTS, 1977] C.A.M. VAN DEN BROEK and A.L. STUIJTS. Ferroxdure. *Philips Technical Review*, 37(7) :157–175, 1977.
- [WALLACE *et al.*, 1969] W.E. WALLACE, C.I. PIERCE, and W.K. SWAYER. TN23 U7 7259, Bureau of Mines, U.S., 1969.
- [WIKMAN *et al.*, 1997] B. WIKMAN, H.A. HAGGBLAD, and M. OLDENBURG. Modelling of powder-wall friction for simulation of iron powder pressing. *International Workshop on Modelling of Metal Powder Forming Processes*, 43(2) :149–157, July 1997.
- [WIKMAN *et al.*, 2000] B. WIKMAN, N. SOLIMANNEZGHAD, R. LARSSON, M. OLDENBURG, and H.A. HAGGBLAD. Wall friction coefficient estimation through modelling of powder die pressing experiment. *Powder Metallurgy International*, 43(2) :132–138, 2000.
- [WOLF, 1996] M. WOLF. *Rôle et nature de la phase secondaire du matériau SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> fritté dans le système CaO-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-SrO*. PhD thesis, Université de Limoges, 1996.

[ZENGER and CAI, 1997] D.C. ZENGER and H. CAI. The common cracks in green p/m compacts. *WPI-MPIF*, 1997.

## Résumé

L'objectif de ce travail est d'obtenir un outil numérique permettant de simuler et d'optimiser le procédé de mise en forme par compression et frittage de poudres métalliques. La démarche proposée repose sur une étude expérimentale du comportement des matériaux, une modélisation phénoménologique et l'utilisation du modèle dans un code éléments finis. Une étape de validation des calculs à partir de pièces fabriquées en milieu industriel complète la démarche.

La première partie de ce manuscrit est consacrée à l'étude de poudres métalliques (mélanges fer-graphite et carbure de tungstène-cobalt). Une vaste étude expérimentale a plus particulièrement été entreprise sur le mélange fer-graphite. Les conditions expérimentales à adopter pour obtenir le comportement intrinsèque du matériau ont été étudiées. Une loi élastoplastique isotrope à une variable d'écrouissage a été ensuite retenue pour simuler la compression d'une pièce de référence complexe. La confrontation entre résultats numériques et expérimentaux montre quelques écarts qui sont discutés. Les déformations au cours du frittage sont étudiées sur les mélanges de poudres de carbure de tungstène et de cobalt à partir d'essais de dilatométrie. Les résultats expérimentaux ont permis d'identifier les paramètres d'une loi phénoménologique simple.

La seconde partie de ce travail est consacrée à l'étude de pâtes d'hexaferrite de strontium destinées à la fabrication d'aimants permanents. Le comportement du matériau a été étudié sous diverses sollicitations mécaniques et thermiques. Nous avons montré que la simulation de la compression d'un segment ferrite à partir d'une approche monophasique était mal adaptée parce qu'elle n'était pas suffisamment représentative des phénomènes observés. Enfin les retraits anisotropes au cours du frittage ont été calculés à partir d'un modèle thermoélastique. L'agrément obtenu entre les résultats numériques et expérimentaux valide les calculs proposés.

**Mots-clés:** Essais mécaniques, compression, frittage, mise en forme, modélisation, élastoplasticité, viscoplasticité, thermoélasticité, simulation numérique, poudres, pâtes, fer, acier, carbure de tungstène, ferrites.

## Abstract

The objective of this work is to obtain a numerical tool for the simulation and optimization of the shaping process of metal powders by compaction and sintering. The proposed method is based on an experimental study of the behaviour of the materials, a phenomenological modelling and the use of the model in a finite element code. The validation of the calculations from parts manufactured in industrial environment completes the method.

The first part of this manuscript is dedicated to the study of metal powders (iron-graphite and tungsten carbide-cobalt mixtures). A wide experimental study has been more particularly performed on iron-graphite powder. The experimental conditions to be adopted to obtain the intrinsic behaviour of the material have been studied. An isotropic elastoplastic law with a single hardening parameter has been then used to simulate the compaction of a complex reference part. The confrontation between numerical and experimental results shows some differences which are discussed. The deformations during sintering are studied on tungsten carbide-cobalt powder mixtures from dilatometric measurements. The experimental results allowed identifying the parameters of a simple law.

The second part of this work is dedicated to the study of strontium hexaferrite slurries used in the permanent magnet manufacturing process. The behaviour of the material has been studied under various mechanical loading and thermal conditions. We showed that the simulation of the compaction of a ferrite segment from a monophasic approach was poorly adapted because it is not representative enough of the observed phenomena. Finally anisotropic shrinkages during the sintering have been calculated with a thermoelastic model. The agreement between numerical and experimental results validates the proposed approach.

**Keywords:** Experimental characterisation, compaction, sintering, forming, modelling, elastic-plasticity, thermoviscoplasticity, FEM simulation, powders, slurry, iron, steel, tungsten carbide, ferrites.