Compaction dynamique des poudres céramiques

David Souriou, Patrice Goeuriot, Olivier Bonnefoy, Gérard Thomas, Florence Doré

▶ **To cite this version:**

David Souriou, Patrice Goeuriot, Olivier Bonnefoy, Gérard Thomas, Florence Doré. Compaction dynamique des poudres céramiques. Matériaux 2006, Nov 2006, Dijon, France. hal-00129175

HAL Id: hal-00129175
https://hal.science/hal-00129175

Submitted on 6 Feb 2007

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.

Compaction dynamique des poudres céramiques

D. Souriou[1,a] , P.Goeuriot[1,b], O. Bonnefoy[1,c], G. Thomas[1,d], F. Doré[2,e]

[1]: Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, UMR CNRS 5146 and 5148, 158 Cours Fauriel, 42023 Saint-Etienne Cedex 2 France.
[2]: CETIM, 7 Rue de la Presse, BP802, 42952 Saint Etienne Cedex 09 France.
[a]souriou@emse.fr ; [b]pgoeurio@emse.fr ; [c]obonnefoy@emse.fr ; [d]gthomas@emse.fr ; [e]florence.dore@cetim.fr

RESUME:

Les comprimés céramiques sont conventionnellement mis en forme par pressage uniaxial (pressage conventionnel) dans des matrices acier ou carbure. Les pressions de mise en forme sont toutefois limitées et il peut y avoir des gradients de densité dans certains cas. Récemment, une technique employée dans la métallurgie des poudres, la Compaction Grande Vitesse (CGV), a été utilisée pour la mise en forme d'objets céramiques. De fortes pressions (supérieures à 1 GPa) sont facilement atteintes pour des diamètres de matrice élevés (50mm) sans provoquer l'endommagement de l'équipement. Différentes poudres d'alumine (de différentes tailles de grain) sont formulées avec diverses phases organiques servant de liant et de plastifiant (PVA et PEG1500). Des essais conventionnels effectués avec ces poudres servent de référence à l'optimisation des paramètres clefs de la presse grande vitesse.

MOTS-CLES : alumine ; compression ; densité.

Introduction

Le pressage uniaxial est une méthode de mise en forme classique dans le domaine des céramiques. Le but est l'obtention d'un comprimé cohésif et le plus dense possible. La cohésion est rarement assurée par les seules forces de surfaces entre les grains céramiques, c'est pourquoi des molécules organiques faisant office de « colle » entre les grains sont ajoutés. La densité comprimé est assurée par la pression de mise en forme, mais en production industrielle cette pression reste limité et des gradients de densités peuvent être obtenus, ce qui peut se traduire par une déformation de la pièce céramique lors de la cuisson.

Une technique de mise en forme pour les poudres métalliques, la Compression Grande Vitesse (CGV), a été utilisée pour la mise en forme d'objets céramiques. L'appareil CGV est une presse HYDROPULSOR. Cette technique est similaire au pressage uniaxial (ou conventionnel) mais consiste à accélérer un bélier qui va frapper le poinçon supérieur de la matrice et provoquer une augmentation spontanée de la pression (temps inférieur à la milli-seconde). Les premières études ont montré que des pressions élevées (supérieures à 1 GPa) peuvent être atteintes et que les pièces obtenues sont plus homogènes. Toutefois, les conditions de mise en forme optimales peuvent changer d'une poudre à l'autre, l'objet de cette étude est de montrer quels sont les paramètres clefs de la CGV pour l'élaboration d'objets céramiques.

Matériel

Différentes poudres ont été élaborées par la société BAIKOWSKI afin de tester l'influence de la taille des cristallites et des formulations organiques sur les propriétés des comprimés. Deux types d'alumines sont utilisées : l'alumine SM8 de taille de grain de 0.4µm et l'alumine B15 de taille de grain de 0.15µm. L'alumine est choisie car c'est le matériau de base des sciences céramiques mais aussi en raison de son caractère dur, cassant et du fait qu'elle n'ait aucune déformation visqueuse à température ambiante. Des études menées dans le laboratoire montrent que les meilleurs densités sont obtenues avec le PEG4000 et le PVA plastifié par du PEG1500 en tant qu'ajout organique. 10 poudres industrielles formulées avec ces différentes phases organiques ont été fournies dans le cadre de cette étude. Ces poudres vont faire l'objet d'expérimentations et d'analyses dont la finalité sera la comparaison entre le pressage conventionnel et la CGV :

- 2 poudres d'alumine SM8 ayant 2% et 4% en masse de PEG4000 (**lot 14942** et **15139** respectivement).

- 2 poudres d'alumine SM8 ayant 2% et 4% en masse d'un mélange 2/3PVA+1/3PEG1500 (**lot 14943** et **15140** respectivement). La formulation pourra être appelée « PVA plastifié ».
- 2 poudres d'alumine SM8 ayant 2% et 4% en masse d'un mélange 1/3PVA+2/3PEG1500 (**lot 14944** et **15141** respectivement). La formulation pourra être appelée « PVA très plastifié ».
- 2 poudres d'alumine B15 ayant 2% et 4% en masse de PEG4000 (**lot 14945** et **15142** respectivement).
- 2 poudres d'alumine B15 ayant 2% et 4% en masse d'un mélange 2/3PVA+1/3PEG1500 (**lot 14946** et **15142** respectivement).

Des essais de compression conventionnel et CGV sont effectués avec ces poudres. Des comprimés sont obtenus et comparés en terme de propriétés macroscopiques (densité avant et après frittage, résistance mécanique) et microscopiques (porosimétrie mercure, analyses BET/BJH, analyses dilatométrique, étude microstructurale).

Les essais de compression conventionnel sont effectués dans une matrice carbure cylindrique de diamètre 20mm. Les poudres sont pressées à 400MPa avec une presse automatisée INSTRON.
Les essais CGV sont effectués dans une matrice carbure cylindrique de diamètre 50mm. La presse HYDROPULSOR est schématisée dans la figure ci-dessous :

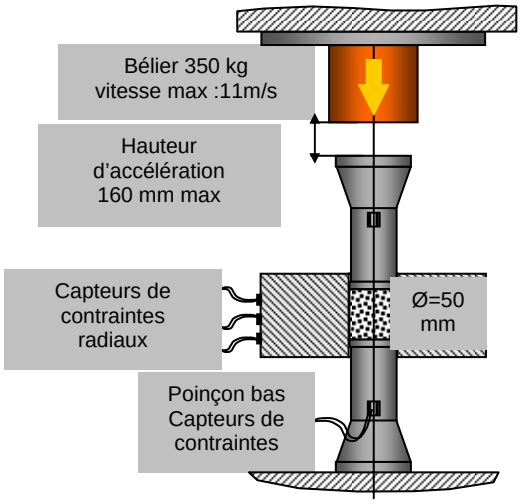

Figure 1 : schéma de la presse HYDROPULSOR.

Le principe de cet appareil est de faire chuter un bélier d'une hauteur pouvant aller jusqu'à 160mm ; sa vitesse de chute peut alors atteindre 11 $m.s^{-1}$ et développer une énergie de compactage allant jusqu'à 20000 Joules. Le bélier va alors frapper le poinçon haut dont la vitesse pourra alors aller jusqu'à 16 $m.s^{-1}$ grâce à l'énergie d'impact et comprimer un tas de poudre contenu dans une matrice de mise en forme. Le temps de compression est de l'ordre de 0.3ms. De plus, elle est capable de frapper 3 à 5 coups par seconde tout en contrôlant l'énergie délivrée à chaque frappe. Chaque essai CGV a été effectué à une énergie d'impact de 1200 joules (soit une hauteur de chute de 6.3mm) sur 25 grammes de poudre. Des pressions de mise en forme proches de 400MPa ont pu être atteintes.

Expérimentations et résultats

Propriété des comprimés à vert

Elaboration des comprimés et résistance mécanique

Toutes les poudres ont été comprimées conventionnellement à 400MPa. Dans tous les cas, des comprimés sains ont été obtenus et des tests de résistance à la rupture diamétrale ont pu être réalisés. La résistance à la rupture, donnée en MPa, est ensuite divisée par la densité volumique des comprimés afin d'obtenir la résistance spécifique des comprimés. Les résultats obtenus avec les différentes poudres sont regroupés dans la Figure 2.

La résistance spécifique augmente avec la quantité d'ajouts organiques. Les résistances les plus médiocres sont obtenues avec les poudres ayant du PEG4000 en tant qu'ajout. La résistance des comprimés est augmentée si du PVA est présent, mais elle chute avec la diminution du ratio PVA/PEG1500. L'alumine B15 permet l'obtention de comprimés plus résistants par rapport à ceux obtenus avec d'alumine

SM8 formulée à l'identique. Ces résultats sont importants dans la mesure où on peut avoir besoin de faire un usinage sur une pièce pour lui donner une forme complexe. Ainsi, le PEG4000 est un mauvais ajout organique si on désire usiner une pièce.

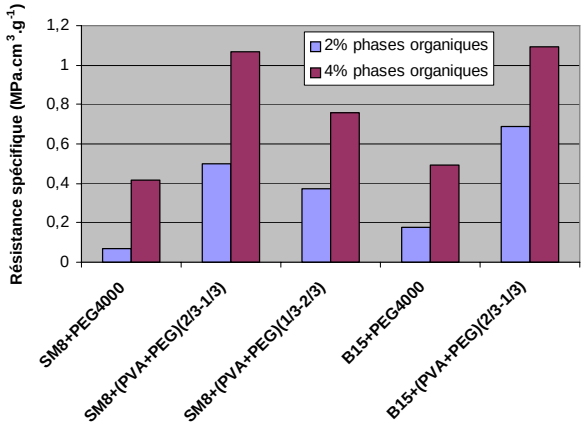

Figure 2 : Résistance spécifique des comprimés élaborés conventionnellement.

Certaines poudres n'ont pas permis l'obtention de comprimés sains lors d'une mise en forme par CGV, ces comprimés étant délaminés ou brisés après l'éjection. Des comprimés sans défauts ont été obtenus à partir des poudres 14944, 15140, 15141 et 15143, avec des pics de pression de 459, 413, 423 et 403 MPa respectivement obtenus. Le diamètre élevé de ces comprimés n'a pas permis la réalisation de test de résistance à la rupture.

Déliantage et densité des comprimés

L'élimination des phases organiques dans les comprimés est effectuée par un traitement thermique à 600°C durant 1 heure. Après ce déliantage, la densité des comprimés élaborés conventionnellement à 400MPa est représentée sur la Figure 3 ci-après et celle des comprimés CGV est représentée dans le Tableau 1 :

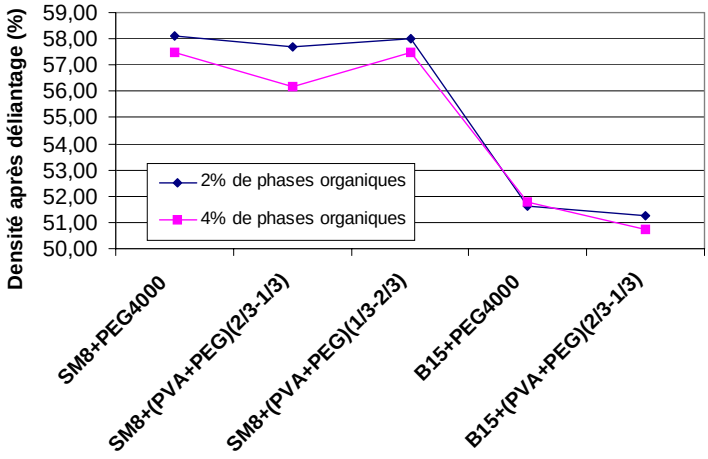

Figure 3 : Densité après déliantage des comprimés élaborés conventionnellement en fonction de la nature et de la quantité des ajouts organiques.

Poudre	Pression de mise en forme (MPa)	Densité après déliantage (%)
SM8 + 2% « PVA très plastifié »	459	60.7
SM8 + 4% « PVA plastifié »	413	57.8
SM8 + 4% « PVA très plastifié »	423	59.7
B15 + 4% « PVA plastifié »	403	52.9

Tableau 1 : Densité et rappel des pressions de mise en forme des comprimés CGV.

Le fait de passer de 2% à 4% en masse d'ajouts organiques provoque une diminution de la densité géométrique du comprimé. Plus les ajouts organiques sont déformables (plastification du PVA), meilleure est la densité. Le PEG4000 étant une molécule facilement déformable, les meilleures densités à vert sont obtenues. Enfin les comprimés à base de poudres de B15, plus fines que les poudres SM8, ont des densités plus basses à pression de mise en forme identique, en raison des forces de surface plus importantes. Les écarts de densités entre les comprimés ayant 2% et 4% de la même formulation organique sont plus importants si la phase organique est peu plastifiée.

En ce qui concerne les comprimés CGV mis en forme à pressions proches de 400MPa, les densités obtenues sont supérieures de 2% à celles des comprimés élaborés conventionnellement. La CGV permet un meilleur réarrangement des grains issus des différentes poudres de cette étude.

Porosimétrie mercure

Les comprimés issus des différentes poudres sont analysés par porosimétrie mercure après leur déliantage. Les comparaisons se sont portées sur l'influence des phases organiques et le type d'alumine sur la répartition de la population des pores. Les figures ci-dessous illustrent les résultats obtenus.

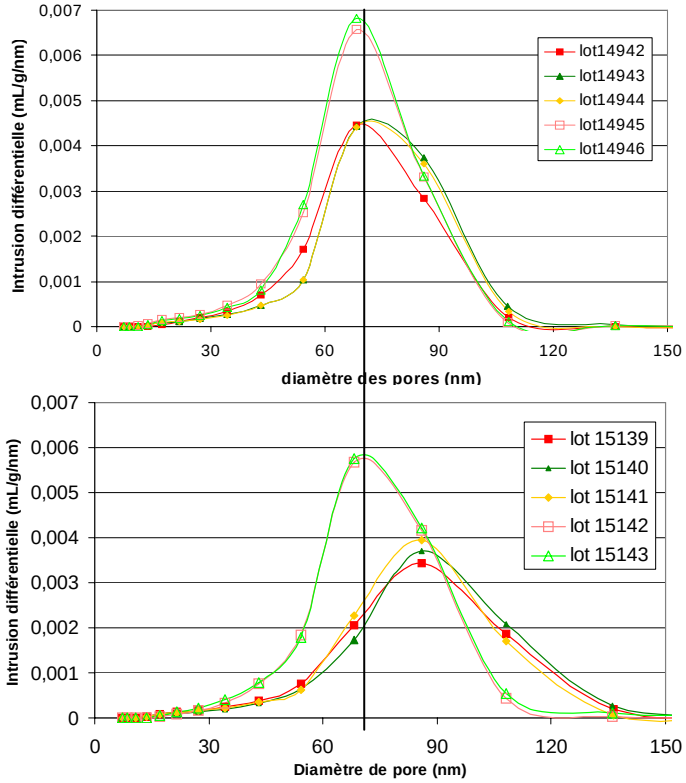

Figure 4 : Répartition de la taille de pores dans des comprimés issus de différents lots élaborés conventionnellement à 400MPa.

Pour un pressage conventionnel de 400MPa, les poudres à base d'alumine B15 donnent des comprimés dont la taille de pore est inférieure à celle obtenue avec l'alumine SM8. Les comprimés à base d'alumine B15 ont une densité à vert moins élevée, ce qui se traduit par une intrusion de mercure plus importante. La nature des ajouts organique n'a pas d'incidence sur la répartition de la taille des pores pour l'alumine B15.

La comparaison de la répartition de taille de pore entre les différents comprimés issus d'alumine SM8 montre que le fait d'accroître la quantité d'ajouts organiques s'accompagne d'une augmentation et d'un élargissement de la taille des pores. Pour 2% de phase organique, la population des pores est la plus importante pour un diamètre de 70nm ; la poudre ayant 2% de PEG4000 présente une population plus fine que celle des deux autres. Le passage de 2 à 4% de phases organiques déplace le maximum de population de pore vers 90nm de diamètre, et il existe des pores de diamètre supérieur à 100nm qui étaient inexistant dans les poudres à 2% de phases organiques. Les ajouts organiques occupent un volume proportionnel à leur quantité après la mise en forme ; ce volume reste vacant après le déliantage et est d'autant plus important qu'il y avait de phases organiques.

La population de pore de la poudre ayant contenu 4% de PVA très plastifié est plus fine que celle de la poudre ayant eu du PVA plastifié, il y a eu moins de mercure introduit pour des pores de 90nm de diamètre pour le comprimé ayant contenu 4% de PEG4000. La malléabilité des ajouts organiques a donc une influence sur le réarrangement des grains d'alumine.

Après déliantage, une partie des comprimés CGV est prélevée par découpage et est analysée. Des comparaison peuvent être faites avec les comprimés conventionnels élaborés à partir des mêmes poudres. Les courbes comparatives sont montrées en Figure 5.

A l'exception de la poudre contenant 2% de « PVA très plastifié », la répartition de la taille des pores des comprimés CGV est plus fine que celle de leur homologue élaboré conventionnellement. Une taille de pore plus fine peut être mise en corrélation avec un volume poreux moins important et donc un comprimé macroscopiquement plus dense.

Bien qu'ayant une densité à vert plus grande que celle obtenue en pressage conventionnel, le comprimé CGV élaboré à partir de la poudre contenant 2% de « PVA très plastifié » semble ne pas avoir une population de pore plus fine que celle du comprimé élaboré conventionnellement à partir de la même

poudre. Il faut rappeler que la plupart des comprimés élaborés par CGV à partir des poudres ayant contenus 2% de phases organiques se sont brisés après leur éjection. Il y avait donc dans ces comprimés un défaut ayant mené à leur délamination : le manque de phase organique pour assurer la cohésion. La porométrie mercure permet de n'avoir qu'accès au diamètre d'entrée du mercure dans les pores. Des pores ou des fissures ne peuvent être accessibles au mercure qu'après être passé par des pores de petite taille. Ainsi, l'analyse semble révéler une certaine inhomogénéité dans ce comprimé CGV.

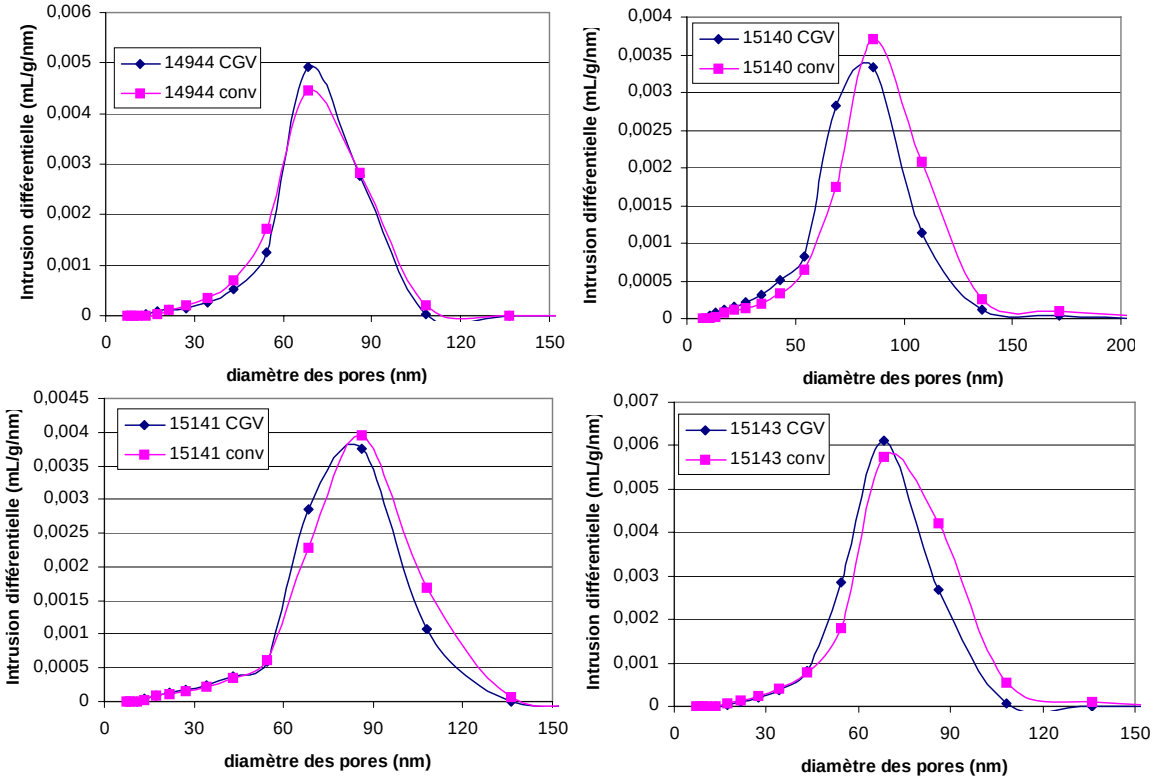

Figure 5 : Comparaison de la répartition de la taille des pores entre comprimés conventionnels et CGV. Le nombre à 5 chiffres fait référence au lot d'alumine utilisé, « CGV » fait référence à la mise en forme CGV et « conv » fait référence à la mise en forme conventionnelle.

Frittage des comprimés.

Courbes dilatométriques.

Le frittage des comprimés est effectué au cours d'analyses dilatométriques. Dans chaque cas, deux morceaux d'échantillon sont découpés et introduits dans le dilatomètre, un morceau pour une analyse dilatométrique axiale (suivant l'axe de compression) et l'autre pour une analyse radiale. Le cycle de frittage au cours de ces analyses consiste à augmenter la température à raison d'une vitesse de montée de 5°C.min^{-1} pour porter les échantillons à la température de 1550°C et de baisser aussitôt la température à raison de 20°C.min^{-1}. L'étude des courbes dilatométriques a porté sur la nature des ajouts organiques, et le type d'alumine constituant les comprimés. Les courbes dilatométriques, représentées en Figure 6, montrent la vitesse de densification (retrait relatif du comprimé au cours du temps) en fonction de la température pour les comprimés élaborés conventionnellement. Seules les courbes de dilatométrie axiale seront montrées.

Pour les poudre d'alumine SM8, l'aspect des courbes dilatométriques est inchangé quelle que soit la nature des ajouts organiques. La vitesse de densification maximale (située vers 1310°C) et la vitesse de densification finale (à 1550°C) sont du même ordre de grandeur. En revanche, une plus grande quantité d'ajouts organiques décale le maximum de la vitesse de densification vers une température légèrement plus élevée. A 1550°C, la vitesse de densification finale est plus élevée pour les comprimés ayant eu une quantité d'ajouts importante : le maximum de densification est plus vite atteint pour les poudres à faible quantité d'ajouts. Ceci peut être corrélé au fait que les comprimés élaborés avec 4% d'ajouts organiques ont une densité à vert légèrement inférieure à celle des comprimés issus des poudres avec une faible quantité d'ajouts. Ceci voudrait dire que le comportement au frittage d'un comprimé est directement lié à la microstructure initiale. Le fait de partir d'une microstructure plus poreuse nécessite plus d'énergie pour arriver au résultat obtenu avec un comprimé ayant une microstructure moins poreuse.

Les comprimés à base d'alumine B15 ont une vitesse maximale de densification plus élevée que celle des comprimés à base d'alumine SM8 ; mais cette vitesse se situe à la même température que celle

des comprimés à base de SM8. Il faut quand même tenir compte du fait que les comprimés à base de B15 ont une densité inférieure à celle des comprimés à base de SM8, la température de vitesse de densification maximale est donc plus importante. De plus la vitesse de densification finale est plus proche de 0 à 1550°C, ce qui signifie que la frittabilité de l'alumine B15 est meilleure.

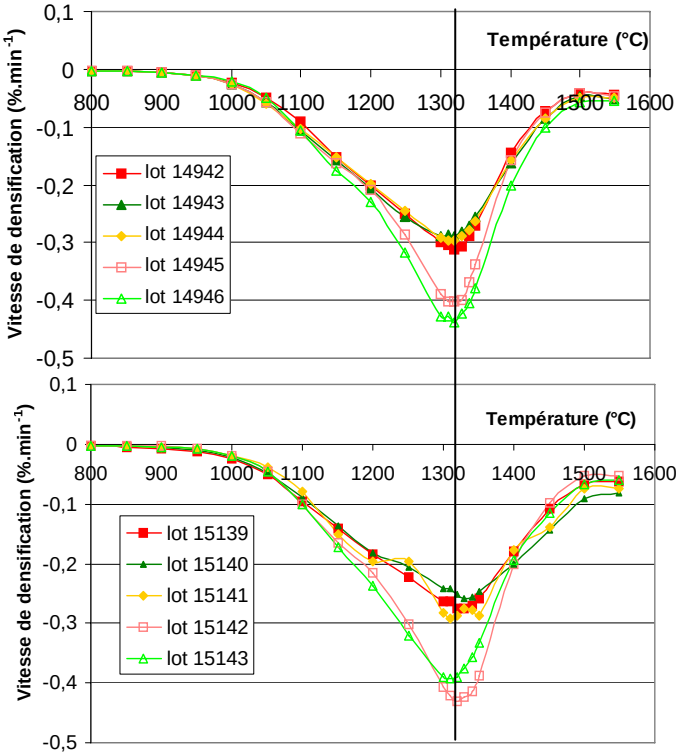

Figure 6 : Influence de la nature des ajouts organiques et du type d'alumine sur l'aspect des courbes dilatométriques.

Les comprimés CGV ont également été analysés. Leur comportement dilatométrique peut être comparé à celui des comprimés élaborés conventionnellement. Les courbes dilatométrique comparatives sont montrées en Figure 7 :

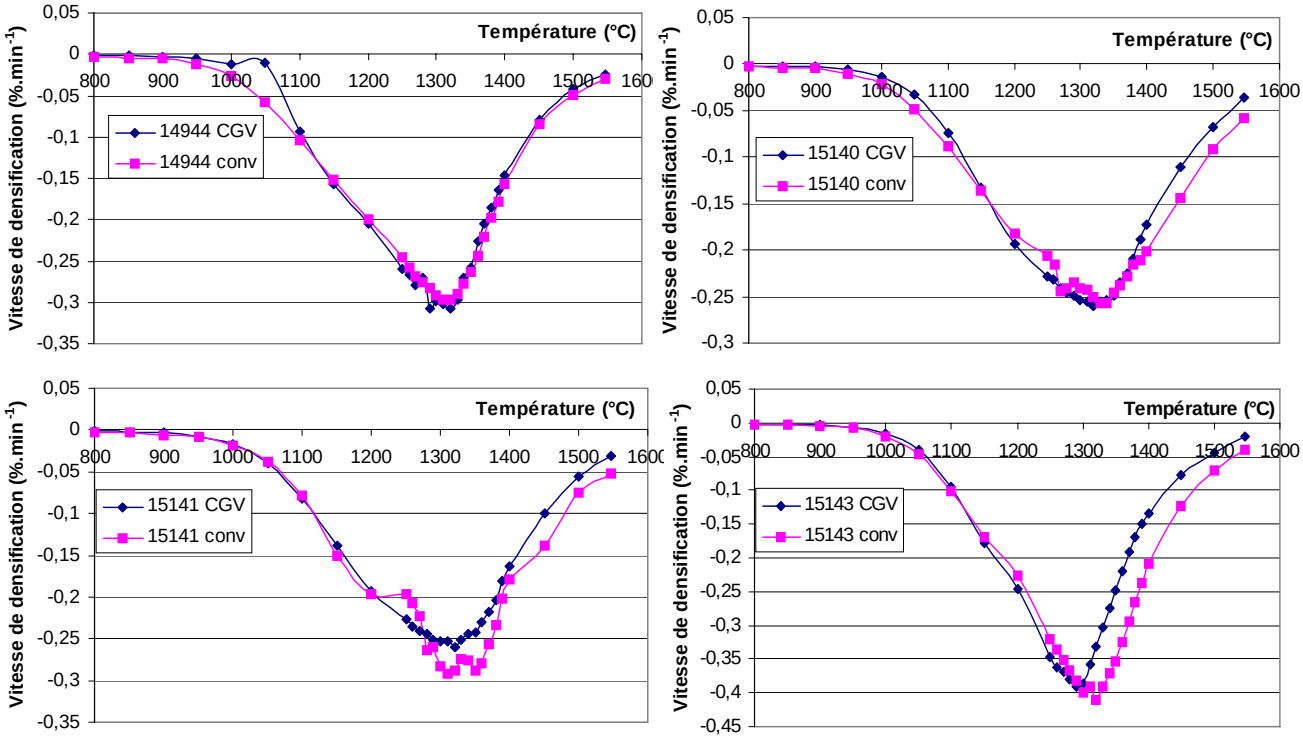

Figure 7 : Comparaison des courbes dilatométriques entre comprimés conventionnels et CGV.

Globalement, les courbes montrent les comprimés CGV frittent mieux que les comprimés conventionnels : la température de vitesse de densification maximale est plus basse et la vitesse de

densification finale est plus proche de 0. Ceci va dans le sens de ce qui a été observé avec les comprimés conventionnels, à savoir qu'une microstructure initiale plus dense favorise le frittage. Le comprimé CGV élaboré à partir de la poudre ayant contenu 2% de « PVA très plastifié » montre un comportement quasi identique à celui du comprimé conventionnel ; ceci montre que ce comprimé CGV a bien un défaut qui a défavorisé son frittage.

Densification des comprimés

La densité finale des morceaux d'échantillon est déterminée par poussée d'archimède. La densité finale des comprimés conventionnels est représenté dans la Figure 8 et celle des comprimés CGV dans le Tableau 2 :

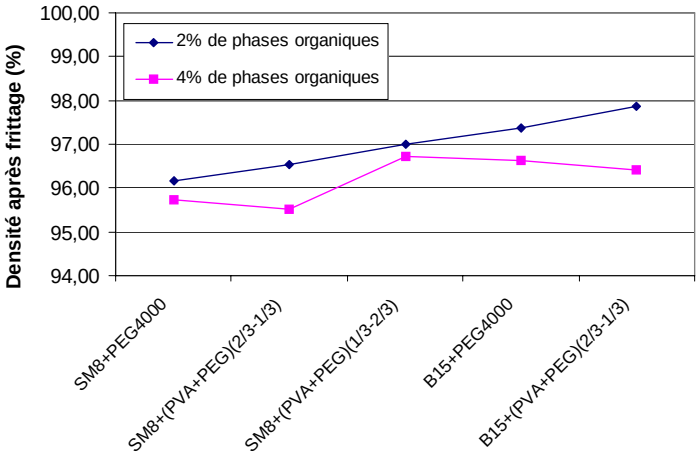

Figure 8 : Comparaison des densités après frittage des comprimés élaborés conventionnellement en fonction de la nature et de la quantité des ajouts organiques.

Poudre	Pression de mise en forme (MPa)	Densité après fritttage (%)
SM8 + 2% « PVA très plastifié »	459	98.3
SM8 + 4% « PVA plastifié »	413	97.6
SM8 + 4% « PVA très plastifié »	423	98.4
B15 + 4% « PVA plastifié »	403	98.8

Tableau 2 : Densité après frittage des comprimés élaborés par CGV.

Bien que les comprimés à base d'alumine B15 aient une densités à vert moins élevée que celle des comprimés à base d'alumine SM8, leur densité finale est au final la plus importante. Les comprimés ayant eu 2% de PVA plastifié comme phase organique ont une densité meilleure que celle obtenue avec les comprimés ayant eu du PEG4000 en tant qu'ajout. Cette tendance semble s'inverse lorsque le taux de phases organiques passe à 4%, tendance se retrouvant dans le cas de l'alumine SM8 comme l'alumine B15. Le PVA plastifié est une formulation rigide en comparaison du PEG4000. Le fait de mettre plus de PVA plastifié est moins favorable au réarrangement des grains (quantité de pores de 90nm de diamètre plus importantes pour 4% de phases organiques) mais favorise leur cohésion dans tous les cas. Le PEG4000 favorise le réarrangement granulaire lors de la mise en forme, mais cet ajout organique est inadapté au maintient de la cohésion des grains et de légers défauts peuvent être créés s'il n'est pas présent en quantité suffisante.

La formulation « PVA très plastifié » est la plus favorable à la densification ; et à taux différents, les densités finales obtenues sont proches. Cette formulation offre un compromis entre la tenue mécanique et la facilité de réarrangement des grains.

Les comprimés CGV ont une densité finale largement supérieure à celle des comprimés conventionnels, leur densité de départ étant plus élevée. La densité du comprimé ayant eu 4% de « PVA très plastifié » est légèrement supérieure à celle du comprimé en ayant eu 2% ; ce résultat est une conséquence de la présence d'un défaut de microstructure.

Coefficient d'anisotropie

Le coefficient d'anisotropie est le rapport fait entre le retrait relatif axial et le retrait relatif radial lors du frittage d'un comprimé. Ces valeurs de retraits ont pu être connues par l'intermédiaire des deux analyses dilatométriques effectuées sur chaque échantillon. Le coefficient d'anisotropie doit, dans l'idéal, être égal à 1 ; cette valeur signifiant que le comprimé fritte sans la moindre déformation. La Figure 9 représente les valeurs des coefficients d'anisotropie obtenus avec chacun des comprimés mis en forme conventionnellement et le Tableau 3 regroupe les coefficients obtenus avec les comprimés CGV.

Le coefficient d'anisotropie des comprimés ayant eu 2% de phases organiques est supérieur à celui des comprimés en ayant eu 4%. Ce résultat signifie que les comprimés ayant eu 2% de phases organiques, bien que plus denses que eux en ayant eu 4%, ont une microstructure moins homogène, ou que des gradients de densité s'y développent plus facilement lors de la mise en forme, les contraintes étant moins

bien réparties en raison du manque de phases organiques. Les poudres d'alumine B15 sont moins homogènes que les poudres d'alumine SM8. Les courbes montrent que le PEG4000 en tant qu'ajout organique permet une meilleure homogénéisation des grains en comparaison avec du PVA plastifié.

Les comprimés CGV ont un coefficient d'anisotropie inférieur à celui des comprimés CGV élaborés à partir des mêmes poudres. Ce qui signifie que la CGV, en plus de mieux compacter un tas de poudre que le pressage conventionnel à pression équivalente, permet un réarrangement granulaire plus homogène. Le comprimé ayant eu 2% de « PVA très plastifié » a un coefficient d'anisotropie très haut en comparaison des autres comprimés CGV. Il y avait bien un défaut de microstructure dans cet échantillon.

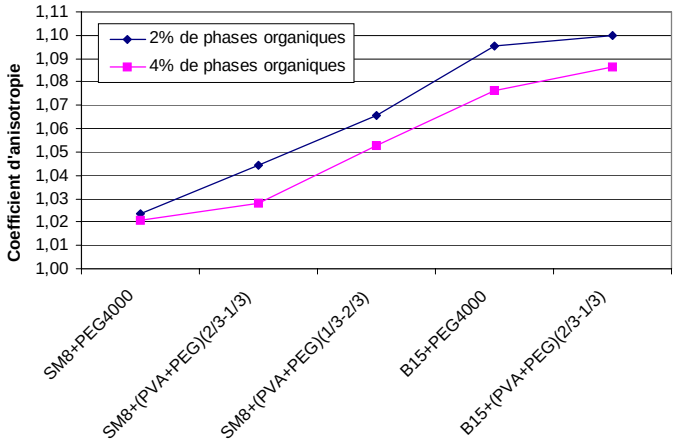

Figure 9 : coefficient d'anisotropie des comprimés élaborés conventionnellement en fonction de la nature et de la quantité des ajouts organiques.

Poudre	Coefficient d'anisotropie
SM8 + 2% « PVA très plastifié »	1.06
SM8 + 4% « PVA plastifié »	0.98
SM8 + 4% « PVA très plastifié »	1.01
B15 + 4% « PVA plastifié »	1.03

Tableau 3 : Coefficient d'anisotropie des comprimés élaborés par CGV.

Répartition de la taille des grains

Les échantillons frittés sont polis et observés au MEB afin d'analyser la répartition de la taille des grains via le logiciel ANALYSIS. L'étude a porté sur l'évolution de la répartition de la taille moyenne des grains en fonction de la nature des ajouts organiques et du type d'alumine utilisée. Les Tableau 4, 5 et 6 donnent les tailles moyennes des grains de l'ensemble des échantillons frittés (conventionnels et CGV) :

Poudre utilisée pour l'élaboration du comprimé	Taille moyenne (µm)	Ecart-type	Poudre utilisée pour l'élaboration du comprimé	Taille moyenne (µm)	Ecart-type
SM8 + 2% PEG4000	1.24	0.54	SM8 + 4% PEG4000	1.41	0.52
SM8 + 2% « PVA plastifié »	1.28	0.52	SM8 + 4% « PVA plastifié »	1.30	0.52
SM8 + 2% « PVA très plastifié »	1.35	0.51	SM8 + 4% « PVA très plastifié »	1.54	0.58
B15 + 2% PEG4000	1.48	0.49	B15 + 4% PEG4000	1.47	0.52
B15 + 2% « PVA plastifié »	1.39	0.49	B15 + 4% « PVA plastifié »	1.62	0.57

Tableau 4 et Tableau 5 : Evolution de la taille moyenne de grains dans les comprimés conventionnels frittés en fonction du type d'alumine, de la quantité et du type d'ajouts organiques.

Poudre utilisée pour l'élaboration du comprimé	Taille moyenne (µm)	Ecart-type
SM8 + 2% « PVA très plastifié »	1.62	0.65
SM8 + 4% « PVA plastifié »	1.57	0.57
SM8 + 4% « PVA très plastifié »	1.54	0.56
B15 + 4% « PVA plastifié »	1.40	0.51

Tableau 6 : Taille moyenne des grains dans les comprimés CGV frittés.

Globalement, dans le cas des comprimés conventionnels, le fait de faire passer le taux de matière organique de 2% à 4% provoque un accroissement du diamètre des grains. Les comprimés à base d'alumine B15 ont une microstructure finale plus grossière que celle des comprimés à base d'alumine SM8. Ceci est corréler avec les coefficients d'anisotropie élevés des alumine B15 en comparaison de celui des alumines SM8.

Dans le cas des comprimés CGV le comprimé élaboré à partir de la poudre SM8 + 2% « PVA très plastifié » a une taille moyenne de grain la plus importante. Ce résultat peut être mis en relation avec le coefficient d'anisotropie élevé, les défauts dans ce comprimé ont pu favoriser le grossissement des grains.

Le comprimé d'alumine B15 élaboré en CGV a une taille de grain plus petite que celle des comprimés élaborés par pressage conventionnel ; mais également plus petite que celle des comprimés à base d'alumine SM8 élaborés par CGV. La mise en forme par CGV a favorisé l'homogénéisation de l'alumine B15.

La Figure 10 ci dessous représente l'évolution du diamètre moyen des grains des comprimés conventionnels et CGV en fonction de la densité finale, du taux de matière organique, et du type d'alumine. Les points pleins sont les données tirées des alumines SM8, les points vides sont tirés des alumines B15.

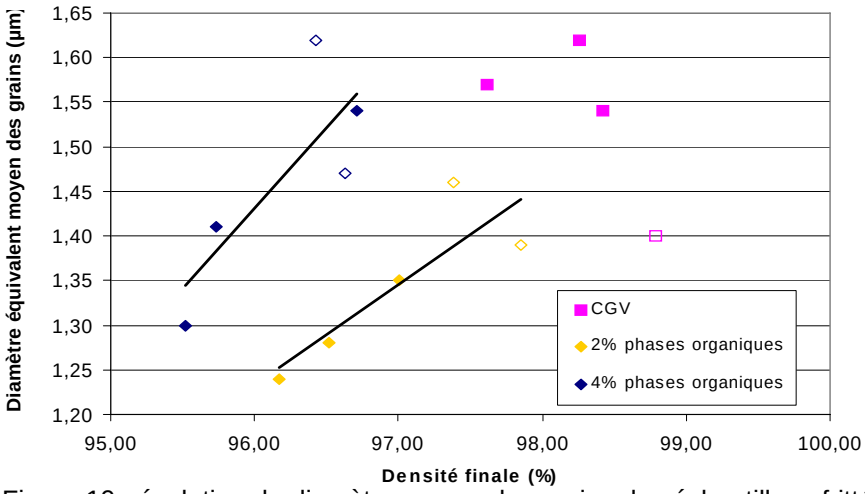

Figure 10 : évolution du diamètre moyen des grains des échantillons frittés en fonction de la densité finale et du taux de matière organique.

Les comprimés ayant eu une forte quantité d'ajouts organiques ont tendance à avoir une microstructure plus grossière que celle des comprimés ayant eu une faible quantité d'ajouts à densité finale équivalente. Dans ces comprimés, les pores étaient de taille importantes, les grains ont dû grossir lors du frittage pour combler au maximum le vide entre chaque grains. Une taille de pore limitée, comme observée dans les comprimés ayant eu une faible quantité d'ajouts organiques, limite l'expansion des grains dans un premier temps, le grossissement ayant lieu au stade final du frittage.

Les comprimés CGV sont globalement plus denses pour des diamètres de grains équivalents à ceux obtenus avec les comprimés conventionnels. La répartition de la taille des pores étant plus resserrée dans les comprimés CGV, l'expansion des grains lors du frittage est atténuée. La courbe de tendance (non tracée en raison du manque de points) se situerait entre les deux autres. La microstructure, à densité finale équivalente, d'un comprimé CGV est plus fine que celle des comprimés élaborés à partir de poudres contenant 4% de phases organiques.

Conclusions et perspectives

L'étude du pressage conventionnel à la pression fixe de 400MPa des poudres industrielles fournies pour cette étude a permis de déterminer que :

- Une quantité importante d'ajouts organiques accroît la résistance mécanique spécifique du comprimé, favorisant d'autant plus un éventuel usinage.
- Une quantité importante d'ajouts organiques entraîne une densité à vert moins élevée par rapport à celle obtenue avec des poudres ayant moins d'ajouts organiques, les pores étant plus larges.
- Le frittage des comprimés ayant contenu une faible quantité d'ajouts organiques donne des pièces plus denses que celles obtenues avec des poudres à taux de matières organiques important ; mais leur coefficient d'anisotropie est plus élevé en raison d'un réarrangement granulaire moins homogène.
- La nature des ajouts organiques peut avoir une influence sur le comportement au frittage des comprimés ; la densité à vert et la nature des pores, liées à ces formulations, sont les paramètres influant directement sur le frittage du comprimé.
- L'alumine B15 donne des comprimés plus résistants dont la densité à vert est moins importante que ceux obtenus avec l'alumine SM8, mais les tailles de pores sont plus fines et les densités finales

légèrement meilleures. Un pressage conventionnel de ces poudres semble donner des comprimés dont les grains sont arrangés de façon inhomogène.

L'étude de la mise en forme des poudres par CGV a montré que :

- Une quantité de phases organiques suffisante est nécessaire à l'obtention de comprimés. Des ajouts liants comme le PVA sont indispensables à la cohésion des grains.
- A pression de mise en forme équivalente à celle du pressage conventionnel, les comprimés obtenus par CGV sont plus denses en raison d'une porosité plus fine.
- Les comprimés CGV frittent mieux que les comprimés conventionnels en raison de leur microstructure initiale favorable.
- Le coefficient d'anisotropie proche de 1 des comprimés CGV révèle que la microstructure initiale est plus homogène que celle obtenue avec les comprimés conventionnels

La CGV est donc une méthode de mise en forme qui permet d'obtenir rapidement de grande pièce plus denses et de meilleure qualité que celles obtenues par pressage conventionnel. Mais si la plupart des mécanismes entrant en jeu pour la mise en forme conventionnel sont bien connus, ce n'est pas le cas pour la CGV ; des investigations doivent être poursuivies afin de comprendre la meilleure homogénéité des pièce. Un système de mesure du déplacement au cours d'essais CGV devrait permettre de comparer des courbes de contrainte en fonction du déplacement à celles obtenues en pressage conventionnel. Il serait possible, via des modèles mathématiques, d'identifier les phénomènes mis en jeu et de mieux contrôler les propriétés des comprimés obtenus.

References:

Énumérez ici les références dans l'ordre d'apparition dans le texte.
Celles-ci devront être identifiées par un numéro entre accolade (ex : [1]).
Le format des références sera : Nom des auteurs, titre de la référence, nom de journal ou de livre, volume, nombre, pages, éditeur et ville de publication (pour des livres), année.