

Elaboration et caractérisation de mousses métalliques à base d'étain-plomb

Abd-Elmouneïm BELHADJ ^(a) Djaffar DAHMOUN ^(a) Mohamed AZZAZ ^(a)
Jean Dominique BARTOUT ^(b) Yves BIENVENU ^(b)

(a) : Laboratoire des Sciences et Génie des Matériaux Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene Bab-Ezzouar Alger ALGERIE.

Email: belhadj_1@yahoo.fr

(b) : E.N.S.M.P. Centre des Matériaux Pierre-Marie Fourt U.M.R. C.N.R.S. 7633, B.P. 87, 91003 Évry Cedex

Email : yves.bienvendu@mat.ensmp.fr

RESUME:

Cette étude est consacrée à l'élaboration par le procédé d'infiltration de l'alliage liquide et à la caractérisation (comportement mécanique et microstructure) de mousses métalliques à base d'Étain-Plomb de différentes densités relatives et taille de pores. Des essais de compression uniaxiale à l'ambiante ont été réalisés afin d'étudier l'influence de la taille de cellule et de la densité relative sur le comportement en compression et de situer ces relations dans le cadre des théories. Une caractérisation à l'échelle microscopique (métallographie et dureté) a été réalisée afin de relier les caractéristiques morphologiques et mécaniques des phases présentes dans les brins, les paramètres du procédé d'élaboration et le comportement mécanique macroscopique.

MOTS-CLES :

Elaboration Matériaux cellulaires, Propriétés mécaniques, Mousses métalliques, Densité relative.

ABSTRACT:

This study is devoted to metal foams based on Sn-Pb produced by the liquid metal infiltration process and to its characterization (mechanical behaviour and microstructure). The metallic foams varied in relative density and in pore size. Room temperature uniaxial compression tests were performed and the compression curves of foams with different densities and cell size were analysed in the light of the theories for the metallic foams mechanical behaviour. The microstructure and the microhardness of the struts was studied in order to compare with the macroscopic behaviour.

Keywords:

Elaboration materials cells, Mechanical properties, Metallic foams, Relative density.

Introduction :

Les matériaux cellulaires naturels ou artificiels font partie de notre quotidien, ils se déclinent sous diverses formes et le matériau de base est propre à l'application visée. Leur développement se justifie par de bonnes propriétés mécaniques rapportées à une faible densité relative, mais aussi par une bonne possibilité d'absorption d'énergie mécanique (choc) ou d'isolation.

Il existe des théories reliant d'une façon simple comportement mécanique des mousses et densité relative mais les propriétés mécaniques finales dépendent en grande partie du procédé d'élaboration à travers la microstructure du métal [1]. De ce fait, il est important d'étudier les relations entre microstructure et propriétés du matériau des brins.

Il existe plusieurs méthodes d'élaboration des mousses métalliques. Parmi celles qui ont déjà atteint le stade commercial, citons le procédé Alporas® mettant en œuvre un précurseur métallurgie des poudres et un agent moussant tel que TiH₂ [2] qui est libéré dès que le précurseur est réchauffé à l'état semi liquide ou liquide. D'autres procédés [3,4] tels celui utilisé par Cymat [3] utilisent la coulée continue d'un alliage rendu suffisamment visqueux par l'adjonction de particules céramiques.

Pour mieux connaître ce type de matériaux poreux nous avons décidé d'élaborer une mousse métallique à base d'Étain-Plomb par le procédé d'infiltration du métal liquide dans un réseau poreux et d'étudier le comportement mécanique des mousses obtenus. Cette méthode d'infiltration est similaire à celle mise en œuvre par Polinski [5] pour obtenir une mousse métallique de magnésium. Des essais de compression sur plusieurs échantillons de différentes tailles de pores, nous ont permis de comparer les courbes contraintes/déformation pour différentes densités. Ceci nous a amenés à interpréter les courbes des essais de compressions qui présentent trois domaines dont un « plateau » avec une contrainte caractéristique σ_p . Gibson et Ashby [6] analysent la relation entre la contrainte plateau et la densité relative.

$$\sigma_p / \sigma_0 = C (\rho / \rho_0)^{3/2}$$

Où C est une constante qui a une valeur de 0.3 [7, 8 et 9]

Pour compléter la caractérisation macroscopique, une caractérisation microscopique des mousses Sn-Pb a été réalisée avec des observations en microscopie optique et des mesures de microdureté des phases et des brins.

Techniques expérimentales :

Les mousses ont été préparées à partir d'un alliage Sn-Pb dont la teneur massique en étain est de 50%, afin de bénéficier de la fluidité associée à l'eutectique binaire à 38% de Pb et à 180°C environ [10]. Notre méthode consiste à fabriquer plusieurs préformes en sel de taille de grain différente. Il s'agit ensuite d'infiltrer le métal liquide dans notre préforme en sel, puis après solidification du métal, on dissout le sel dans l'eau. Il en résulte une mousse métallique à porosité ouverte dont la structure est le négatif de la préforme de sel utilisée.

Nous avons utilisé une machine de compression instrumentée (extensomètre et cellule de charge) sur laquelle ont été montés deux plateaux parallèles rigidement liés aux traverses fixe et mobile.

Les échantillons sont enrobés dans de la résine, puis polis par voie mécanique en terminant à l'OPS (silice colloïdale). L'échantillon peut alors être observé à l'aide d'un microscope optique, pour contrôler l'état de surface, observer les inclusions non métalliques et les fissures éventuelles sans attaque chimique. Nous avons réalisé des prises de vue des microstructures à différents grossissements.

Quelques échantillons ayant servi aux observations optiques sont également caractérisés par la mesure de la microdureté Vickers sous différentes charges afin de distinguer la dureté des phases qui constituent les brins.

Résultats et discussions :

I- Présentations des échantillons:

Les mousses métalliques obtenues sont d'abord observées macroscopiquement (figure 1).

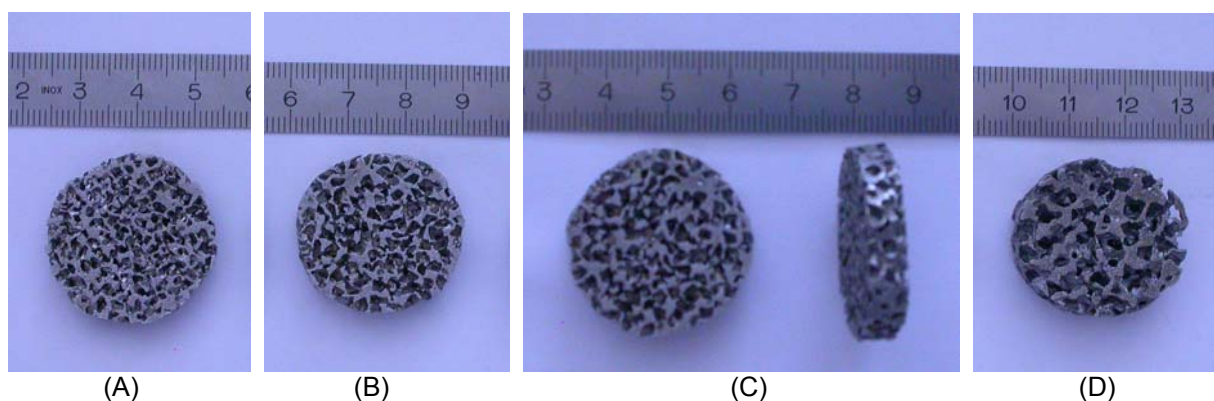


Figure (1): Photos des échantillons obtenus de différentes granulométries.

(A) échantillon de granulométrie 1,6 mm ; (B) échantillon de granulométrie 2 mm ; (C) échantillon de granulométrie 2,5 mm ; (D) échantillon de granulométrie 3,15 mm.

II- Essais mécaniques de compression :

Les essais mécaniques ont été réalisés à vitesse de déformation constante, jusqu'à ce que l'échantillon atteigne la phase de densification. La figure (2) illustre l'allure de l'essai de compression de l'échantillon (D). Cette figure met en évidence trois domaines dont le premier correspond au domaine élastique qui est contrôlé par la compression des arêtes et des parois. Le domaine linéaire, caractérisé par un module d'Young apparent E^* , est parfois difficile à mettre en évidence sur ce type de courbe, en raison notamment d'un régime de réarrangement au début de l'essai de compression. Le deuxième domaine, le plateau de compression correspond à l'effondrement progressif des cellules. Le troisième domaine, lorsqu'il n'y a plus de place pour l'effondrement des cellules, des contacts entre les brins s'opèrent et on entre alors dans un régime de densification.

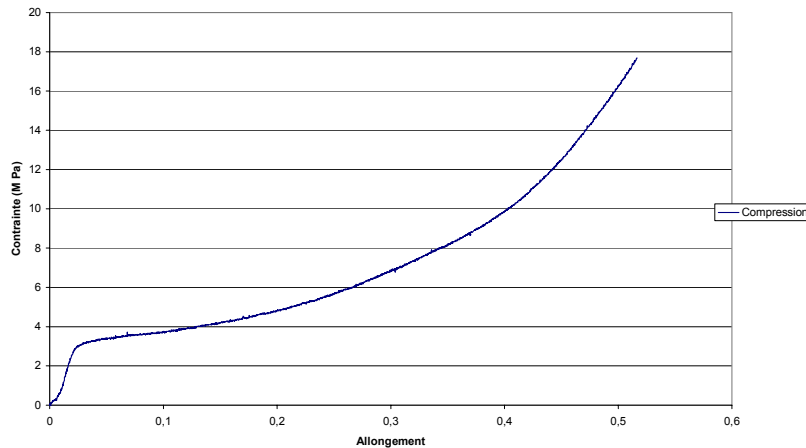


Figure (2): Courbe contrainte-déformation obtenues au cours de l'essai de compression uni axiale sur l'échantillon (D)

La méthode de détermination de la contrainte de début de plateau σ_p est la même pour chaque courbe. σ_p correspond à l'ordonnée du point d'intersection des tangentes tracées dans la partie linéaire initiale et sur le plateau.

La figure (3) présente la totalité des courbes contraintes-déformations de cinq échantillons de différentes tailles de pores et densité relative.

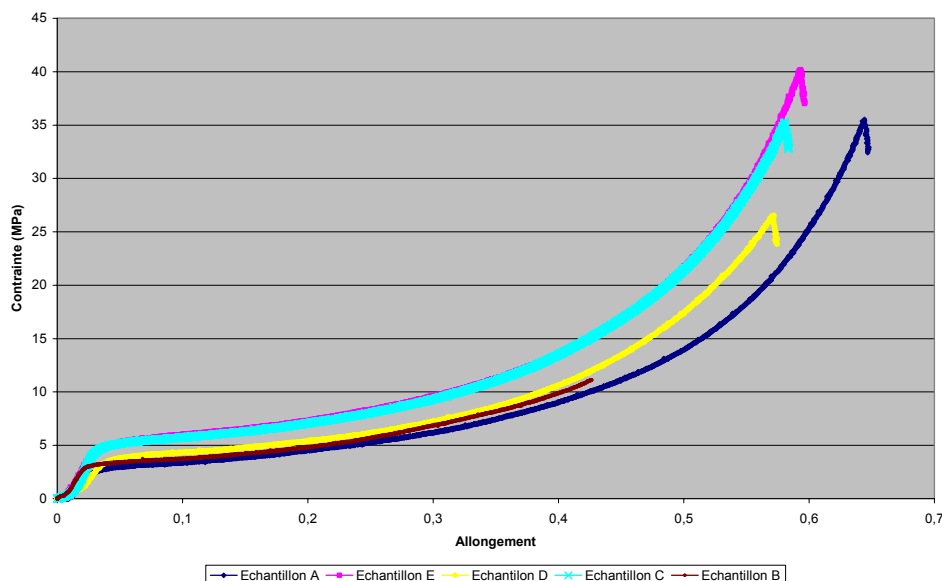


Figure (3): Courbes contrainte-déformation obtenues au cours des essais de compressions uni axiale sur cinq échantillons de mousse à base de Sn-Pb.

On remarque bien que toutes les courbes de compressions sont semblables, mais diffèrent en fonction de la densité relative de chaque échantillon. La taille de pore ne semble pas influencer sur le comportement autant que la densité relative (comme prévu par la théorie).

Nos résultats exprimés en contrainte plateau montrent qu'ils sont en bon accord avec une relation du type de celle proposée par Gibson et Ashby [6] mais avec un exposant n différent pour la densité relative.

Les valeurs des contraintes σ_P obtenues pour tous nos échantillons, ainsi que leurs densités relatives sont reportées dans le tableau (1). On remarque que la contrainte de plateau est d'autant plus grande que la densité relative est élevée. Ces valeurs sont reportées sur la figure (4) qui présente l'évolution des contraintes de plateau σ_P en fonction de la densité relative initiale de chaque échantillon.

Echantillons	Granulométrie moyennes des pores	Densité relative ρ/ρ_0	Contrainte de plateau σ_P (MPa)	$\ln(\sigma_P)$	$\ln(\rho/\rho_0)$
(A)	1.6 mm	0.3144	2.88	1,0578	-1,1571
(B)	2 mm	0.3685	3.84	1,3455	-0,9983
(C)	2.5mm	0.4189	5,00	1,6094	-0,8701
(D)	3.15mm	0.3349	3.16	1,1506	-1,0939
(E)	4 mm	0.3291	3.00	1,0986	-1,1114

Tableau (1): valeurs des contraintes de plateau σ_P correspondant à chaque échantillon et valeur de sa densité relative.

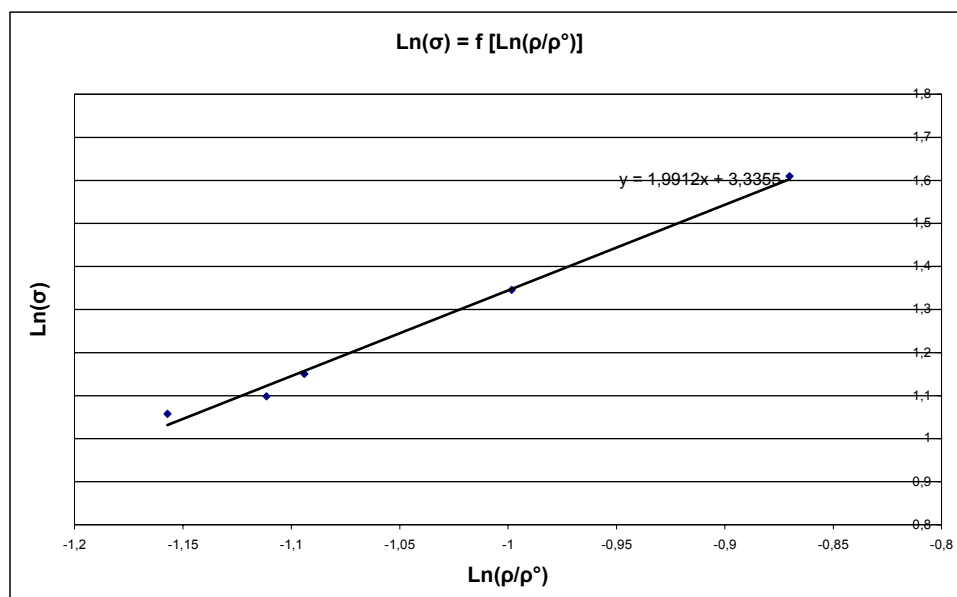


Figure (4): Représentation en coordonnées logarithmiques des contraintes de plateau σ_P en fonction de la densité relative initiale de chaque échantillon.

Les évolutions des grandeurs tracées en coordonnées logarithmiques présentent une relation linéaire de pente n égale à 1,9912, confirmant l'équation de L.J.Gibson and M.F.Ashby [6] qui auraient prévu 3/2 (équation page 1). Le produit $\sigma_0 \cdot C$ vaudrait 29 MPa, ce qui est compatible avec une valeur de σ_0 qui vaut 41 MPa (rupture en traction) pour cet alliage dans la littérature [11], et la constante C vaudrait de l'ordre 0.6 au lieu de 0.3 selon Ashby et col. Comme le suggère la théorie de ces auteurs, nous ne distinguons pas à travers l'étude du comportement en traction des échantillons un effet des tailles de cellule.

III- Etude microscopique et microduretés :

La plupart des métaux couramment utilisés pour leurs propriétés métalliques sont en fait des alliages. Cela conduit à des situations où le matériau est en général polyphasé. Les phases présentes à une température donnée, et leurs proportions respectives peuvent être déduites du diagramme de phase et des densités des phases.

L'alliage Sn50-Pb50 est biphasé avec une phase riche en plomb qui apparaît plus claire et présente des lamelles avec un espacement un peu inférieur à 10 μm .

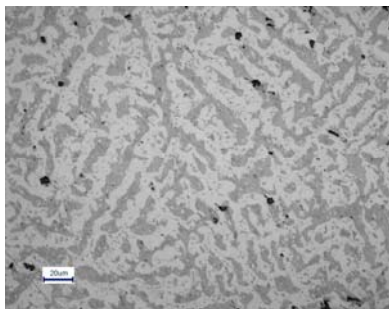


Figure (5) : Observation micrographique de l'échantillon A

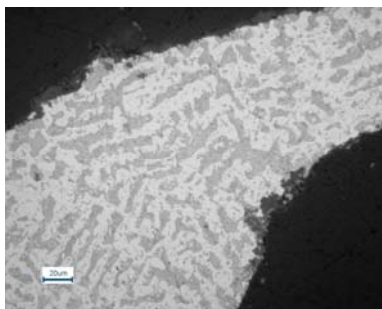


Figure (6) : Observation micrographique de l'échantillon B

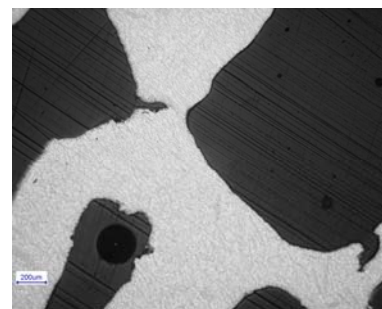


Figure (7) : Observation micrographique de l'échantillon D

Les microstructures présentent deux contrastes dénotant l'existence de phases différentes. La zone claire représente la phase riche en étain résultant de la réaction invariante eutectique $\text{Liq} \rightarrow (\beta\text{Sn}) + (\text{Pb})$ dont la teneur massique en étain est de 38,1%, à une température de 183 °C [12]. La zone grise représente le plomb produit de la réaction eutectique.

La microstructure pro eutectique du plomb est caractérisée par un espacement dendritique secondaire de près de 20 μm , ce qui devrait indiquer des vitesses de refroidissement de l'ordre de 1 K./s [13].

On constate que les espaces interdendritiques riches en étain sont plus durs que la phase dendritique riche en plomb.

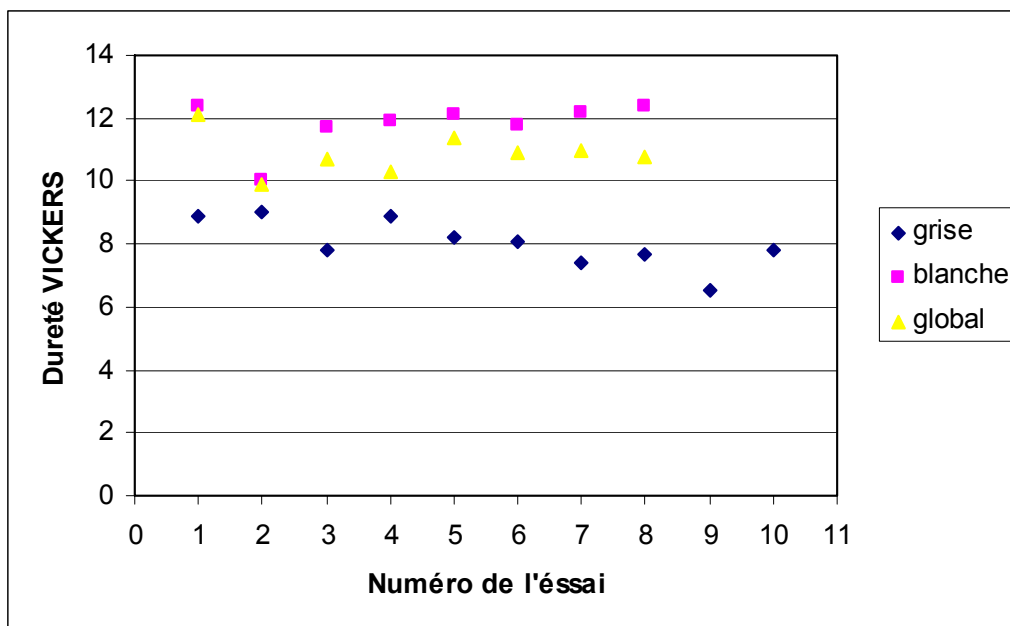


Figure (8): Dureté VICKERS de la phase « grise », de la phase « blanche » (charge 0,5 gramme) et dureté de l'ensemble (sous une charge de 10 grammes) en fonction du numéro, de l'essai.

D'après nos résultats, la phase claire présente une dureté supérieure à celle de la phase grise. Les empreintes sur les deux phases sont faites par l'influence d'une pyramide à base carrée diamantée. La charge prise pour mesurer la dureté de la phase blanche ainsi que celle de la phase grise est de 0,5 gramme. Ce choix a été fait, à cause de la taille de nos phases qui est de l'ordre de 10 μm . Pour la mesure de dureté globale (phase grise et phase claire), nous avons choisi une charge de 10 grammes qui correspond à une diagonale de l'empreinte laissé par la pyramide de l'indenteur Vickers entre 40 et 45 μm qui permet de solliciter un matériau représentatif du « composite naturel ». Les valeurs des duretés globales

sont intermédiaires entre les duretés des deux phases mais la dispersion est relativement élevée au sein de la phase grise et elle correspond probablement aux précipitations à l'état solide d'étain dans le plomb. La dureté de l'ensemble, de l'ordre de 10 HV correspondrait à une contrainte d'écoulement de l'ordre de 30 MPa environ, ce qui est très proche de la valeur σ_0 , contrainte d'écoulement du métal déduite des essais de compression sur mousse.

Conclusion :

Cette étude a été permise par la maîtrise de la méthode d'élaboration de la mousse métallique à cellules ouvertes pour l'alliage SnPb50 avec différentes tailles de pores et porosité relatives. Les mousses sont caractérisées mécaniquement en compression uni axiale afin de relier la contrainte plateau σ_p à la densité relative. Nos résultats de compression sont en bon accord avec une relation du type de celle proposée par Gibson et Ashby mais avec un exposant n plus proche de 2 que de 1,5. Une caractérisation plus fine de la microstructure et de la contrainte d'écoulement du matériau dense ainsi que la confirmation de l'indépendance des résultats par rapport à la taille des cellules constitue des perspectives pour la présente étude.

Références:

- [1]: **San Marchi C., Mortensen A.**, "Deformation of open-cell Aluminum Foam", Acta materialia, 49 (2001) 3959-3969.
- [2]: **Akiyama et al.** US Patent 4 713 277 (1987)
- [3]: **Jin, I. ; Kenny, L. D. ; Sang, H.** : US Patent 5 112 697 (1992)
- [4]: **Ruch, W. W. ; Kirkevag, B.** : Patent WO 9 101 387 (1991)
- [5]: **Polinski, L. ; Lipson, S. ; Markus, H.** ; Lightweight cellular metal ; Modern Casting, 1961, Vol. 39, pp. 57-71
- [6]: **L.J.Gibson and M.F.Ashby**, Cellular solids, Structure and properties – Second edition, Cambridge University Press, Cambridge, UK (1997)
- [7]: **A.E. Simone and L.J. Gibson**, Acta Mater., 46, 3109 (1998)
- [8]: **A.E. Simone and L.J. Gibson**, Acta Mater., 46, 2139 (1998)
- [9]: **A.E. Simone and L.J. Gibson**, Acta Mater., 46, 3929 (1998)
- [10]: Edition, G.V. Brook and E.A. Brandes ed., Butterworths, London
- [11]: P.T. Vianco in ASM ed., Materials park, Ohio
- [12]: **T. Massalski** (éditeur), Binary phase diagrams, ASM International, Materials Park, Ohio (1990) Ouvrage de référence pour les diagrammes de phase binaires.
- [13]: J.F. Secondé, Microstructure et Rhéologie des alliages Sn-Pb semi solides, these de docteur-ingénieur soutenue le 9 Octobre 1984, à l'INP Grenoble