

## FRANÇAIS

### Modélisation du frittage : récents progrès et perspectives ..... 1009 J.-M. Missiaen

Les principaux modèles du frittage sont examinés, en accordant une attention particulière aux développements survenus au cours des quinze dernières années. On distingue les modèles microscopiques qui décrivent les transformations du matériau au niveau d'un élément constitué d'une ou de quelques particules, les modèles à l'échelle du compactage des particules et les modèles macroscopiques qui décrivent les transformations à une échelle très grande par rapport à la taille des particules. Les perspectives pour le futur sont discutées brièvement.

### Étude des changements de forme en cours de frittage d'un acier obtenu par compactage de poudres ..... 1021 O. Lame, D. Bouvard, H. Wiedemann

L'obtention de pièces en acier fritté se fait en deux étapes. La poudre est d'abord comprimée dans une matrice rigide puis frittée sous atmosphère réductrice. Durant cette dernière étape, la pièce subit généralement des déformations non-homothétiques. Les causes possibles des changements de forme en cours de frittage ont été étudiées. Des éprouvettes ont été frittées soit sur un support plat, soit sur deux appuis. Les retraits mesurés dans le premier cas ont montré une anisotropie significative ; le retrait dans la direction de compression est supérieur au retrait dans les directions transverses. Cette anisotropie est plus prononcée pour des densités à vert plus élevées. Dans le second cas, les éprouvettes ont fléchi en raison des contraintes provoquées par la gravité. Grâce à un modèle analytique simple, la viscosité effective du matériau a été estimée à partir de la déformation mesurée. Cette viscosité est comparée aux valeurs obtenues par des mesures directes effectuées dans un dilatomètre permettant d'appliquer une charge axiale. Enfin, l'intérêt de ces résultats pour prévoir les changements de forme en cours de frittage des pièces industrielles est discuté.

### Frittage à pression atmosphérique des poudres d'acier inoxydable duplex préalliéées ..... 1027 G. Coccia, N. Lecis, G. Albricci, R. Dovera

La transposition de la méthode de frittage à pression atmosphérique, déjà utilisée pour les aciers à outils, est examinée pour les poudres d'aciers inoxydables pré-alliéées. Une large gamme de températures est étudiée et l'efficacité du bore en tant qu'activateur du procédé est examinée. Aucune formation de phase liquide n'a été observée dans l'ensemble des échantillons ; le procédé de frittage permet d'atteindre une densité maximale sans addition de bore et il est contrôlé par un mécanisme de diffusion à l'état solide, renforcé par la présence de deux phases, l'austénite et la ferrite. Ceci rend inutile l'addition de bore pour activer le procédé. Des valeurs de densité et de dureté comparables à celles de l'état brut de fonderie, une structure de phases isotropes et un rapport austénite/ferrite de l'ordre de 50/50 ont été obtenus pour la température de frittage optimale (1150°C).

### Transformations de phase dans des aciers rapides frittés par comparaison aux aciers classiques ..... 1033 S. Begin-Colin, G. Saint Ayes, G. Le Caër, A. Simon, A. Hazotte, E. Gautier, P. Matteazzi

Les poudres issues du broyage à haute énergie se consolident souvent mieux que des poudres polycristallines classiques. Dans ce travail, les transformations de phase après traitements thermiques dans des aciers rapides obtenus par consolidation de poudres nanostructurées issues de la mécanosynthèse et les microstructures qui en résultent ont été comparées à celles d'aciers classiques élaborés par fusion et solidification.

### Élaboration de composites modèles Al-ZrO<sub>2</sub> par métallurgie des poudres ..... 1043 E. Maire, J.-M. Chaix, N. Glandut, L. Salvo, L. Babout

Ce travail présente une méthode d'élaboration de composites modèles par métallurgie des poudres en vue de contrôler la répartition spatiale des renforts dans une matrice métallique. Les composites sont fabriqués par des étapes successives de tri des poudres, mélange au Turbula, granulation et extrusion directe du mélange de poudre. Ils sont caractérisés en 3D par tomographie aux rayons X.

### Matériaux et céramiques pour l'électronique et l'électrotechnique ..... 1051 J.-M. Haussonne

Les composants pour l'électronique ou l'électrotechnique sont traditionnellement classifiés en deux familles dont les parts de marché sont sensiblement égales : les composants « actifs » et les composants « passifs ». L'objet de cet article est de comprendre et illustrer l'existence de nombre de composants céramiques passifs. Après avoir évoqué les propriétés des matériaux et des objets que l'on peut maîtriser grâce à la technologie céramique, des exemples significatifs de réalisation de composants seront évoqués.

### Frittage d'alumines nanostructurées : rôle de différents paramètres ..... 1073 C. Legros, F. Herbst, S. Lartigue-Korinek, C. Carry, P. Bowen

Les poudres nanométriques d'oxydes se présentent en général sous une forme métastable et se transforment en une phase stable lors des traitements thermiques de consolidation-densification. Dans cet article sur le frittage de poudres nanométriques d'alumine, nous présentons certains phénomènes spécifiques et passons en revue un certain nombre de paramètres influençant les comportements macroscopique et microscopique de ces poudres lors de traitements de frittage.

### Commande anticipatrice multivariable pour procédés « batch ». Application au compactage isostatique à chaud de l'alumine ..... 1081 H.-F. Raynaud C. Rizkallah A. Vignes

Les procédés d'élaboration ou de transformation discontinus (« batch ») traitent des produits initiaux (matières premières, pièces) par lots. Les caractéristiques du produit initial varient d'un lot à l'autre, ce qui entraîne des variations de la cinétique du processus de transformation. Si ces variations sont suffisamment importantes et que l'on ne corrige pas le cycle opératoire, le traitement peut conduire à un produit final défectueux. On montre qu'une commande par

rétroaction est en règle générale insuffisante pour rétablir la qualité désirée du produit final. Si l'on dispose d'un modèle du procédé réidentifiable en cours d'opération, celui-ci peut être utilisé pour déterminer une correction des variables opératoires permettant d'amener les variables d'état du produit à une valeur finale satisfaisante. Cet article propose, pour calculer cette correction, une commande de type anticipatrice (« feedforward ») fondée sur une approximation linéaire du modèle du procédé, et de ce fait considérablement plus simple et moins gourmande en temps de calcul que les méthodes classiques d'optimisation non linéaire, en particulier dans le cas multivariable. À titre d'illustration, cette technique est appliquée, en simulation, à la conduite d'un procédé multivariable d'élaboration des matériaux, le compactage isostatique à chaud de la poudre d'alumine.

**Développement de structure en mise en forme des polymères. Textures morphologiques et cristallographiques dans les gaines de polyéthylène soufflées** ..... 1097  
J.-M. Haudin, J.-M. André, G. Bellet, B. Monasse, P. Navard

La texture cristallographique d'un grand nombre de films de polyéthylène réalisés par soufflage de gaine a été déterminée par diffraction des rayons X. Certains films présentent une texture classique (axe c selon la direction d'étréage longitudinal), qui peut être interprétée à l'aide des modèles morphologiques existants. D'autres exhibent une texture originale (axe c dans l'épaisseur du film), et aucun modèle morphologique satisfaisant n'a pu être proposé jusqu'à présent.

**Étude électrochimique de l'inhibition de la corrosion du fer dans une solution citrique-chlorure par la méthionine éthyle ester** ..... 1105  
M. Zerfaoui, H. Oudda, B. Hammouti, M. Benkaddour, S. Kertit, M. Zertoubi, M. Azzi, M. Taleb

L'effet de la méthionine éthyle ester ( $\text{MetOC}_2\text{H}_5$ ), comme composé non toxique, sur la corrosion du fer dans une solution citrique-chlorure à pH = 5 a été étudié par les méthodes gravimétrique et électrochimique. Les résultats obtenus montrent que  $\text{MetOC}_2\text{H}_5$  est un très bon inhibiteur. Les résultats potentiocinétiques montrent que ce produit est un inhibiteur mixte et qu'il agit dans le domaine cathodique sans qu'il change le mécanisme de réduction du proton. La variation des paramètres d'impédance ( $R_t$  et  $C_{dl}$ ) indique que le produit s'adsorbe sur la surface du métal. Le mode d'adsorption de ce produit obéit à l'isotherme de Temkin. L'effet de la température indique que l'efficacité inhibitrice change peu avec l'augmentation de température dans la gamme 30-60°C.

**Étude des microstructures à l'échelle atomique par sonde atomique 3D** ..... 1111  
D. Blavette, E. Cadel, S. Chambréland, B. Deconihout, A. Menard

La sonde atomique 3D est le seul microscope analytique capable de reconstruire en 3D la répartition des éléments à l'échelle atomique. Couplée avec un microscope à champ ionique, la sonde atomique 3D est particulièrement bien adaptée à l'étude, à une échelle très fine, des microstructures des alliages métalliques. La sonde atomique 3D permet la détermination quantitative de la composition dans une petite zone, choisie arbitrairement dans le volume reconstruit. De cette façon, la composition de fins précipités, celle de la solution solide de la matrice ou même celle d'une couche très mince aux interfaces peuvent être déterminées. Les possibilités offertes par cette nouvelle génération de microscopes analytiques sont illustrées par plusieurs exemples : ségrégation du bore sur des défauts plans dans des alliages Fe-Al et dans des superalliages, précipitation et déplacement ordonné.

**ENGLISH**

**Modelling of sintering : recent developments and perspectives** ..... 1009  
J.-M. Missiaen

The different models of sintering are reviewed, with a special attention to the developments in the last fifteen years. The models are classified between microscopic models, which describe the evolution of the material with a cell containing one or a few particles, models at the scale of the particle packing, and macroscopic models, which describe the evolution at a scale which is large compared to the particle size. Perspectives for the future are briefly discussed.

**Analysis of shape changes of steel powder compacts during sintering** ..... 1021  
O. Lame, D. Bouvard, H. Wiedemann

Parts are produced from steel powder in a two step process : the powder is first compressed in a hard matrix and then sintered under a reducing atmosphere. During the second step, the part may be submitted to non-isotropic strains. Based on different experimental set-ups, the effect of the applied strain on the part deformation anisotropy has been assessed. This anisotropy increases with the density of the raw compressed material. The actual viscosity of the material has been derived from the measured strains with the help of a simple analytical model. The possible application of these results, to predict the shape alterations of industrial parts during sintering, is then discussed.

**Sintering of prealloyed duplex stainless steel powders at atmospheric pressure** ..... 1027  
G. Coccia, N. Lecis, G. Albricci, R. Dovera

In this paper an extension of the sintering method at atmospheric pressure, already used for tool steels, is proposed for prealloyed duplex stainless steel powders. A wide temperature range is tested and the effectiveness of boron as activator of the process is investigated. In all the samples no evidence of liquid phase is observed ; the sintering process allows full density in case of no boron addition and it occurs by solid phase diffusion, enhanced by the presence of two phases, austenite and ferrite : this makes needless to add boron as activator. We obtain density and hardness values comparable with the "as-cast" ones, isotropic phases structure and  $\gamma/\delta$  ratio of about 50/50 for the best sintering temperature (1150°C).

**Phase transformations in sintered high speed steels. Comparison with conventional steels** ..... 1033  
S. Begin-Colin, G. Saint Ayes, G. Le Caër, A. Simon, A. Hazotte, E. Gautier, P. Matteazzi

Powders obtained by high energy crushing are often easier to compact than conventional polycrystalline powders. In the present work, phase transformations during thermal treatments in high speed steels, prepared by compaction of nanostructured powders obtained by mechanical synthesis, are studied. These transformations and the resulting microstructures are compared to those of conventional steels produced by melting and solidification.

**Al-ZrO<sub>2</sub> model composites elaboration by powder metallurgy** ..... 1043  
E. Maire, J.-M. Chaix, N. Glandut, L. Salvo, L. Babout

This paper describes a method for producing model composites by the powder metallurgy route in order to control the spatial distribution of the reinforcement in a metallic matrix. The materials are fabricated by successive steps including mixing and extrusion. They are then characterized in 3D by X-ray tomography.

**Materials and ceramics for electronics and electrotechnics** ..... 1051  
J.-M. Haussonne

The components for electronics and electrotechnics are usually classified in two families with similar market shares : the "active" components and the "passive" components. The aim of this paper is to analyze and to describe a range of ceramics passive components. The materials properties and the resulting service properties of ceramics parts are presented. This presentation is then illustrated with some significant examples of ceramics components.

**Sintering of nanostructured alumina : influence of various parameters** ..... 1073  
C. Legros, F. Herbst, S. Lartigue-Korinek, C. Carry, P. Bowen

Nanocrystalline oxide ceramic powders are usually metastable and tend to transform into a stable phase during sintering. In this paper dealing with the sintering behaviour of nanosized alumina powders, we present the effects of several parameters on the macroscopic and microscopic behaviours during the pressureless sintering.

**Multivariable feed-forward command for batch processes. Application to the hot isostatic sintering of alumina** ..... 1081  
H.-F. Raynaud C. Rizkallah A. Vignes

Discontinuous elaboration or transformation processes treat separate batches of raw materials. The properties of the raw materials may differ from one batch to the other, thus altering the kinetics of the transformation process. When these changes are significant and they are not taken into account by the transformation process, the final product may be unsatisfactory. It is shown that a feedback command is usually not able to restore the requested quality of the final product. A process model that can be re-identified during the operation makes it possible to define the adjustments to the process parameters that will yield a final product with satisfactory properties. In this paper, a feed-forward command based on a linear approximation of the process model is proposed in order to predict the necessary adjustments. This method is much simpler and requires less computing time than the usual non-linear optimization methods, in particular for multivariable processes. As an example, this technique is applied to control a multivariable elaboration process of materials : the hot isostatic sintering of alumina powder.

**Structure development during polymer processing. Morphological and crystallographic textures in polyethylene blown films** ..... 1097  
J.-M. Haudin, J.-M. André, G. Bellet, B. Monasse, P. Navard

The crystallographic texture of a great number of polyethylene films manufactured by the film blowing process has been investigated by X-ray diffraction. Some films present a classical texture (c-axis in the machine direction), which can be interpreted using existing morphological models. Other exhibit an original texture (c-axis in the film thickness) and no satisfactory morphological model has been proposed until now.

**Electrochemical studies of the corrosion inhibition of methionine ethyl ester on iron in citric-chloride solution** ..... 1105  
M. Zerfaoui, H. Oudda, B. Hammouti, M. Benkaddour, S. Kertit, M. Zertoubi, M. Azzi, M. Taleb

The effect of methionine ethyl ester (MetOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>), a non-toxic compound on the corrosion of iron in citric-chloride solution at pH = 5, has been investigated by various corrosion monitoring techniques. Results obtained reveal that this compound is a very good inhibitor. Potentiodynamic polarization studies show that MetOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub> is a mixed-type inhibitor and that it acts on the cathodic reaction without changing the mechanism of hydrogen evolution. Variation in impedance parameters (R<sub>t</sub> and C<sub>dl</sub>) are indicative of adsorption of MetOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub> on the metal surface. The adsorption of this product on the iron surface obeys a Temkin adsorption isotherm. The effect of temperature indicates that inhibition efficiency of MetOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub> slightly changes with increasing temperature in the range of 30-60°C.

**Atomic-scale investigation of microstructures by 3D atom-probe microscopy** ..... 1111  
D. Blavette, E. Cadel, S. Chambrelaud, B. Deconihout, A. Menand

The three-dimensional atom-probe is the only analytical microscope able to map out the 3D distribution of chemical species at the atomic scale. Combined with a Field Ion Microscope, 3D Atom Probe is particularly well adapted to the investigation of the fine-scale features of the microstructure of metallic alloys. 3D atom probe makes it possible to measure quantitatively the composition in a small region that can be selected arbitrarily in the reconstructed volume. This way, the composition of small precipitates or that of the surrounding solid solution or even that of a thin layer close to interfaces can be measured. The potential of this new generation of analytical microscope is illustrated through examples (segregation of boron to planar faults in FeAl and superalloys, precipitation and ordering...).

**ESPAÑOL**

**Modelización del aglomerado : progresos recientes y perspectivas** ..... 1009  
J.-M. Missiaen

Se examinan los principales modelos de aglomerado, acordando una particular atención a los desarrollos acaecidos durante los últimos 15 años. Se distingue los modelos microscópicos que describen las transformaciones del material al nivel de un elemento constituido de una o de algunas partículas, los modelos a la escala del compactado de las partículas y los modelos macroscópicos que describen las transformaciones a una escala muy grande con relación al tamaño de las partículas. Se discuten brevemente las perspectivas para el futuro.

**Estudio de los cambios de forma durante el aglomerado de un acero obtenido por compactado de polvos** ..... 1021  
O. Lame, D. Bouvard, H. Wiedemann

La obtención de piezas de acero aglomerado se hace en dos etapas. El polvo es primeramente comprimido en una matriz rígida después aglomerada bajo atmósfera reductora. Durante esta primera etapa, la pieza sufre generalmente deformaciones no-homotéticas. Se han estudiado las causas posibles de los cambios de forma en curso de aglomerado. Las probetas han sido

aglomeradas bien sobre un soporte plano, bien sobre dos apoyos. Las tensiones medidas en el primer caso han mostrado una anisotropía significativa ; la tensión en la dirección de compresión es superior a la tensión en las direcciones transversales. Esta anisotropía es más pronunciada para densidades más elevadas. En el segundo caso, las probetas han flexionado en razón de las tensiones provocadas por la gravedad. Gracias a un modelo analítico simple, la viscosidad efectiva del material ha sido estimada a partir de la deformación medida. Esta viscosidad se compara con los valores obtenidos con las medidas directas efectuadas en un dilatómetro permitiendo aplicar una carga axial. Finalmente, se discute el interés de estos resultados para preveer los cambios de forma durante el aglomerado de las piezas industriales.

**Aglomerado a la presión atmosférica de los polvos de acero inoxidable duplex prealeados** ..... 1027  
G. Coccia, N. Lecis, G. Albricci, R. Dovera

La transposición del método de aglomeración a presión atmosférica, ya utilizado para los aceros de herramientas, es examinada para los polvos de aceros inoxidables prealeados. Una amplia gama de temperaturas es estudiada y es examinada la eficacia del boro como activador del proceso. Ninguna formación de fase líquida ha sido observada en el conjunto de las probetas; el procedimiento de aglomeración permite alcanzar una densidad máxima sin adición de boro y es controlado por un mecanismo de difusión en el estado sólido, reforzado por la presencia de dos fases, la austenita y la ferrita. Esto hace inútil la adición de boro para activar el procedimiento. Los valores de densidad y dureza comparables a los del estado bruto de fundición, una estructura de fases isótropas y una relación austenita/ferrita del orden de 50/50 han sido obtenidas para la temperatura de aglomeración óptima (1 150°C).

**Transformaciones de fase en los aceros rápidos aglomerados por comparación con los aceros clásicos** ..... 1033  
S. Begin-Colin, G. Saint Ayes, G. Le Caër, A. Simon, A. Hazotte, E. Gautier, P. Matteazzi

Los polvos salidos del triturado a elevada energía se consolidan frecuentemente mejor que los polvos policristalinos clásicos. En este trabajo, la transformaciones de fase después de tratamientos térmicos en los aceros rápidos obtenidos por consolidación de polvos nanoestructurados salidos de la mecanosíntesis y las microestructuras que resultan han sido comparadas a las de aceros clásicos elaborados por fusión y solidificación.

**Elaboración de composites modelo Al-ZrO<sub>2</sub> por metalurgia de polvos** ..... 1043  
E. Maire, J.-M. Chaix, N. Glandut, L. Salvo, L. Babout

Este trabajo presenta un método de elaboración de composites modelo por metalurgia de polvos con vistas a controlar la repartición espacial de los refuerzos en una matriz metálica. Los composites son fabricados en etapas sucesivas de selección de polvos, mezcla en la turbula granulación y extrusión directa de la mezcla de polvo. Son caracterizados en 3D por tomografía de rayos X.

**Materiales y cerámicas para la electrónica y la electrotécnica** ..... 1051  
J.M. Haussonne

Los componentes para la electrónica o la electrotécnica son tradicionalmente clasificados en dos familias cuyas partes de mercado son sensiblemente iguales : los componentes « activos »

y los componentes « pasivos ». El objeto de este artículo es de comprender e ilustrar la existencia de un número de componentes cerámicos pasivos. Después de haber evocado las propiedades de los materiales y de los objetos que se han podido dominar gracias a la tecnología cerámica, los ejemplos significativos de realización de componentes serán evocados.

**Aglomerado de aluminas nanoestructuradas : papel de diferentes parámetros** ..... 1073  
C. Legros, F. Herbst, S. Lartigue-Korinek, C. Carry, P. Bowen

Los polvos nanométricos de óxidos se presentan en general bajo una forma metastable y se transforman en una fase estable a partir de los tratamientos térmicos de consolidación densificación. En este artículo sobre el aglomerado de polvos nanométricos de alúmina, presentamos ciertos fenómenos específicos y se pasa revista a un cierto número de parámetros que influyen los componentes macroscópico y microscópico de estos polvos a partir de los tratamientos de aglomerado.

**Pedido anticipado multivariable para procedimientos « batch ». Aplicación al compactado isostático en caliente de la alúmina** ..... 1081  
H.-F. Raynaud C. Rizkallah A. Vignes

Los procedimientos de elaboración o de transformación discontinua (« batch ») tratan los productos iniciales (materias primarias, piezas) por lotes. Las características del producto inicial varían de un lote al otro, lo que ocasiona variaciones de la cinética del proceso de transformación. Si las variaciones son suficientemente importantes y que no corrigen el ciclo operatorio, el tratamiento puede conducir a un producto final defectuoso. Se muestra que un pedido por retroacción es por regla general insuficiente para restablecer la calidad deseada del producto final. Si se dispone de un modelo del procedimiento reidentificable en curso de operación este puede ser utilizado para determinar una corrección de las variables operatorias permitiendo llevar las variables de estado del producto a un valor final satisfactorio. Este artículo propone, para calcular esta corrección, un pedido del tipo anticipativo (« feedforward ») fundado en una aproximación lineal del modelo del procedimiento y esto es considerablemente más simple para el tiempo de cálculo que los métodos clásicos de optimización no lineal, en particular en el caso multivariable. A título de ilustración, esta técnica es aplicada en simulación, en la conducción de un procedimiento multivariable de elaboración de los materiales, el compactado isostático en caliente de los polvos de alúmina.

**Desarrollo de estructura en la conformación de polimeros. texturas morfológicas y cristalográficas en las fundas de polietileno** ..... 1097  
J.M. Haudin, J.M. André, G. Bellet, B. Monasse, P. Navard

La textura cristalográfica de un gran número de películas de polietileno realizadas por soplado de fundas ha sido determinada por difracción de rayos X. Ciertas películas presentan una textura clásica (eje c según la dirección de estirado longitudinal), que puede ser interpretada con la ayuda de los modelos morfológicos existentes. Por otro lado muestran una textura original (eje c en el espesor de la película), y ningún modelo morfológico satisfactorio ha podido ser propuesto hasta el presente.



**Estudio electroquímico de la inhibición de la corrosión del hierro en una solución cítrica-clorurada por la metionina etil ester** ..... 1105

M. Zerfaoui, H. Oudda, B. Hammouti, M. Benkaddour, S. Kertit, M. Zertoubi, M. Azzi, M. Taleb

El efecto de la metionina etil ester ( $\text{MetOC}_2\text{H}_5$ ), como compuesto no tóxico, sobre la corrosión del hierro en una solución cítrica-clorurada a  $\text{pH} = 5$  ha sido estudiada por los métodos gravimétrico y electroquímico. Los resultados obtenidos muestran que el  $\text{MetOC}_2\text{H}_5$  es un inhibidor muy bueno. Los resultados potenciocinéticos muestran que este producto es un inhibidor mixto y que él actúa en el dominio catódico sin que él cambie el mecanismo de reducción del protón. La variación de los parámetros de impedancia ( $R_i$  y  $C_{dl}$ ) indica que el producto se adsorbe sobre la superficie del metal. El modo de adsorción de este producto obedece a la isoterma de Temkin. El efecto de la temperatura indica que la eficacia inhibidora cambia poco la elevación de la temperatura en la gama 30-60°C.

**Estudio de las microestructuras a la escala atómica con sonda atómica 3D** ..... 1111

D. Blavette, E. Cadel, S. Chambreland, B. Deconihout, A. Menand

La sonda atómica 3D es el sólo microscopio analítico capaz de reconstruir en 3D la repartición de los elementos en la escala atómica. Acoplado con un microscopio de campo iónico, la sonda atómica 3D está particularmente bien adaptada al estudio, en una escala muy fina, de las microestructuras de las aleaciones metálicas. La sonda atómica 3D permite la determinación cuantitativa de la composición en una pequeña zona, elegida arbitrariamente en el volumen reconstruido. De esta manera, la composición de finos precipitados, la de solución sólida de la matriz o mismo lade una capa muy delgada en las interfaces pueden ser determinadas. Las posibilidades ofrecidas por esta nueva generación de microscopios analíticos son ilustradas con varios ejemplos: segregación del boro sobre los defectos planos en las aleaciones Fe-Al y en las superaleaciones, precipitación y desplazamiento ordenado.

## DEUTSCH

**Modelle für das Sintern: neuere Fortschritte und Perspektiven** ..... 1009

J.-M. Missiaen

Die wichtigsten Modelle für das Sintern wurden unter besonderer Beachtung der im Verlauf der letzten fünfzehn Jahre eingetretenen Entwicklungen überprüft. Man unterscheidet die mikroskopischen Modelle die die Werkstoffumwandlungen im Bereich eines einzelnen oder einiger Teilchen beschreiben, die Modelle im Bereich der verdichteten Teilchen und die makroskopischen Modelle, die die Umwandlungen eines sehr grossen Bereichs, bezogen auf die Teilchengrösse, beschreiben. Die Perspektiven für die Zukunft werden kurz erörtert.

**Untersuchung der Formänderungen im Verlauf des Sinterns eines Stahls, der durch Pulververdichtung erhalten wurde** ..... 1021

O. Lame D. Bouvard, H. Wiedermann

Die Herstellung von Teilen aus gesintertem Stahl erfolgt in zwei Stufen. Das Pulver wird zuerst in einer steifen Matrize verdichtet und dann unter reduzierender Atmosphäre gesintert. Während dieser

letzten Etappe erleidet das Teil im Allgemeinen nicht-homothetische Verformungen. Die möglichen Ursachen dieser Formänderungen im Verlauf des Sinterns wurden untersucht. Es wurden Proben sowohl auf einer flachen Unterlage als auch auf einer Zweipunktauflage gesintert. Die im ersten Fall gemessenen Schwindungen zeigten eine ausgeprägte Anisotropie; das Schwinden in Druckrichtung ist grösser als das Schwinden in den transversalen Richtungen. Diese Anisotropie ist ausgeprägter bei sehr dichten Rohlingen. Im zweiten Fall bogen sich die Proben auf Grund der Beanspruchung durch die Schwerkraft. Dank eines einfachen analytischen Modells wurde die effektive Viskosität des Werkstoffs aus der gemessenen Verformung bestimmt. Diese Viskosität wurde mit Werten verglichen, die durch direkte Messungen mit einem Dilatometer erhalten wurden, das das Aufbringen einer axialen Last erlaubte. Zum Schluss wurde die Bedeutung dieser Ergebnisse für die Vorhersage von Formänderungen während des Sinterns industrieller Teile erörtert.

**Sintern vorlegierter Pulver aus nichtrostendem Duplex-Stahl bei atmosphärischem Druck** ..... 1027

G. Coccia, N. Lecis, G. Albricci, R. Dovera

Die Anpassung des Sinterverfahrens bei atmosphärischem Druck, das bereits bei Werkzeugstählen Anwendung findet, wurde für vorlegierte Pulver aus nichtrostenden Stählen untersucht. Ein breiter Temperaturbereich wurde untersucht und die Wirksamkeit von Bor als Aktivator des Prozesses überprüft. Es wurde keinerlei Bildung von flüssiger Phase in der Gesamtheit der Proben festgestellt. Der Sinterprozess ermöglicht eine maximale Dichte ohne Zusatz von Bor zu erreichen und wird durch einen Diffusionsvorgang im festen Zustand gesteuert, der durch die Anwesenheit von zwei Phasen, Austenit und Ferrit, verstärkt wird. Dies macht den Zusatz von Bor zur Aktivierung des Prozesses unnötig. Dichte- und Härtewerte, vergleichbar mit denen von gegossenem Stahl, ein Gefüge von isotropen Phasen und ein Austenit/Ferrit-Verhältnis in der Grössenordnung 50/50 wurden bei der optimalen Sintertemperatur (1150°C) erhalten.

**Phasenumwandlungen in gesinterten Schnellarbeitstählen im Vergleich mit den klassischen Stählen** ..... 1033

S. Begin-Colin, S. Saint Ayes, G. Le Caër, A. Simon, A. Hazotte, E. Gautier, P. Matteazzi

Die Pulver aus der Hochenergiezerkleinerung verfestigen sich oft besser als die polykristallinen klassischen Pulver. In diesem Bericht werden die Phasenumwandlungen nach der Wärmebehandlung von Schnellarbeitstählen, die aus der Verfestigung nanostrukturierter Pulver der Mecanosynthese hervorgehen mit denen klassisch hergestellter Stähle, hergestellt durch Schmelzen und Erstarren verglichen.

**Herstellung von Muster-Verbundwerkstoffe aus Al-ZrO<sub>2</sub> durch die Pulvermetallurgie** ..... 1043

E. Maire, J.-M. Chaix, N. Glandut, L. Salvo, L. About

Dieser Bericht stellt ein Verfahren zur Herstellung von Muster-Verbundwerkstoffe mittels der Pulvermetallurgie vor, um die räumliche Verteilung der Verstärkungsteilchen in einer metallischen Grundmasse zu beherrschen. Die Verbundwerkstoffe werden in aufeinanderfolgenden Stufen, Auswahl der Pulver, Mischen im Turbokörner und direktes Pressen der Pulvermischung, hergestellt. Sie werden mittels der Röntgenstrahl-Tomographie dreidimensional beschrieben.

**Werkstoffe und Keramiken für die Elektronik und Elektrotechnik** ..... 1051  
J.-M. Haussonne

Bestandteile für die Elektronik oder Elektrotechnik werden traditionellerweise in zwei Familien eingeteilt, deren Marktanteile ungefähr gleich sind : die « aktiven » und die « passiven » Bestandteile. Ziel dieses Berichtes ist es, die Existenz mancher passiven keramischen Bestandteile zu verstehen und zu illustrieren. Nachdem die Werkstoffeigenschaften und die Teile in Erinnerung gerufen wurden, die man mit der keramischen Technologie beherrschen kann, werden besondere Beispiele der Herstellung der Bestandteile erwähnt.

**Sintern von Aluminiumoxiden mit Nanostruktur : Bedeutung der verschiedenen Parameter** .....1073  
C. Legros, F. Herbst, S. Lartigue-Korinek, C. Carry, P. Bowen

Nanometrische Pulver aus Oxiden liegen im Allgemeinen in einer metastabilen Form vor und wandeln sich im Verlauf von Wärmebehandlungen bei Verfestigung-Verdichtung, in eine stabile Phase um. In diesem Bericht über das Sintern nanometrischer Pulver aus Aluminiumoxid werden gewisse spezifische Erscheinungen vorgestellt, und eine Anzahl Parameter, die das makroskopische und mikroskopische Verhalten dieser Pulver während den Sinterbehandlungen beeinflussen, einer genauen Durchsicht unterzogen.

**Multivariable Vorwärtsregelung für « batch » Prozesse. Anwendung bei der Isostatischen Warmverdichtung von Aluminiumoxiden** ..... 1081  
H.-F. Raynaud, C. Rizkallah, A. Vignes

Die diskontinuierlichen Herstellungs- oder Umwandlungsprozesse (« batch ») verarbeiten Ausgangsprodukte (Rohstoffe, Teile) als Lose. Die Eigenschaften des Ausgangsprodukts variieren von einem Los zum Anderen, was Schwankungen der Kinetik des Umwandlungsprozesses zur Folge hat. Wenn diese Schwankungen wesentlich sind und man sie nicht im Betriebsprozess korrigiert, kann die Behandlung zu einem fehlerhaften Endprodukt führen. Es wird gezeigt, dass eine rückwirkende Steuerung in der Regel ungenügend ist, um die gewünschte Qualität des Endproduktes wiederherzustellen. Wenn man über ein Prozessmodell mit wiederholten Kennwertermittlung während des Betriebsablaufs verfügt, kann dieses zur Bestimmung einer Korrektur der Betriebsvariablen verwendet werden, was dazu führt, dass die Variablen des Produktzustandes zu einem zufriedenstellenden Endwert führen. Vorliegender Bericht schlägt für die Berechnung dieser Korrektur eine vorwärtsregelung (Typ « feedforward ») vor, die auf einer linearen Näherung des Prozessmodells basiert und daher wesentlich einfacher und weniger anspruchsvoll in Bezug auf die Rechenzeit ist als die klassischen nichtlinearen Optimierungsmethoden, besonders im Fall mehrerer Variablen. Beispielsweise wird diese Technik bei der Simulation der Führung eines multivariablen Prozesses bei der Werkstoffherstellung, der isostatischen Warmverdichtung von Aluminiumoxidpulver, angewendet.

**Entwicklung der Struktur bei der Formgebung von Polymeren. Morphologische und kristallographische Texturen in geblasenen Polyäthylenhüllen** ..... 1097  
J.-M. Haudin, J.-M. André, G. Bellet, B. Monasse, P. Navard

Die kristallographische Textur einer grossen Anzahl durch Blasen einer Hülle hergestellte Polyäthylenfilme wurde durch Röntgenstrahlbeugung bestimmt. Bestimmte Filme weisen eine klassische Textur (c-Achse entlang der Ziehrichtung) auf, die mit Hilfe vorhandener morphologischer Modelle interpretiert werden

kann. Andere weisen eine eigene Textur (c-Achse in Dickenrichtung des Films) auf, und bis jetzt konnte kein zufriedenstellendes morphologisches Modell vorgeschlagen werden.

**Elektrochemische Untersuchung der Korrosionshemmung von Eisen in einer zitrone-sauren Chlorid-Lösung durch Methionin-Äthylester** ..... 1105  
M. Zerfaoui, H. Oudda, B. Hammouti, M. Benicaddour, S. Kertit, M. Zertoubi, M. Azzi, M. Taleb

Die Wirkung des Methionin-Äthylesters ( $\text{MetOC}_2\text{H}_5$ ), einer nicht giftigen Verbindung, auf die Korrosion von Eisen wurde in einer zitrone-sauren Chlorid-Lösung mit pH 5 gravimetrisch und elektrochemisch untersucht. Die erhaltenen Ergebnisse zeigen, dass  $\text{MetOC}_2\text{H}_5$  ein sehr guter Inhibitor ist. Die potentiokinetischen Ergebnisse zeigen, dass dieses Produkt ein Mischinhibitor ist und im kathodischen Bereich wirkt, ohne dass er den Reduktionsmechanismus des Protons ändert. Das Veränderungsverhalten der Impedanz-Parameter ( $R_t$  und  $C_{dl}$ ) weist darauf hin, dass das Produkt von der Oberfläche des Metalls adsorbiert wird. Die Adsorptionsweise dieses Produkts folgt der Isotherme von Temkin. Der Effekt der Temperatur zeigt an, dass die hemmende Wirkung sich wenig mit der Erhöhung der Temperatur im Bereich von 30-60°C ändert.

**Untersuchung von Mikrostrukturen im atomaren Bereich mit der 3D-Atomsonde** ..... 1111  
D. Blavette, E. Cadet, S. Chambrelaud, B. Deconihout, A. Menand

Die 3D-Atomsonde ist das einzige analytische Mikroskop, mit dem dreidimensional die Verteilung der Elemente im atomaren Maßstab rekonstruiert werden kann. In Verbindung mit einem Feldionen-Mikroskop ist die 3D-Atomsonde besonders gut für die Untersuchung der Mikrostruktur metallischer Legierungen in sehr kleinem Maßstab geeignet. Die 3D-Atomsonde ermöglicht die quantitative Bestimmung der Zusammensetzung in einer kleinen Zone, die willkürlich im rekonstruierten Volumen ausgewählt wurde. Auf diese Weise kann die Zusammensetzung sehr feiner Ausscheidungen, diejenige der festen Lösung der Grundmasse oder selbst die einer sehr dünnen Schicht auf Grenzflächen bestimmt werden. Die Möglichkeiten, die diese neue Generation von analytischen Mikroskopen bietet werden an einigen Beispielen veranschaulicht : Seigerung von Bor auf ebenen Fehlern in Fe-Al- und Superlegierungen, Ausscheidung und geordnete Umlagerung von Atomen.