

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Abderrahmane Mira de Bejaïa

Faculté de Technologie

Département de Génie des procédés

Mémoire de Fin de Cycle

En vue de l'obtention du diplôme de Master en génie des
procédés

Option : GENIE DES MATERIAUX

Thème

**ETUDE COMPARATIVE DES PROPRIETES DES
ALLIAGES WC-Co ELABORES PAR
COMPRESSION ISOSTATIQUE A CHAUD**

Présenté par :

MOKRANE Meriem

MEZIANI Amel

Devant le jury :

M^{er} KHELFAOUI Youcef

Prof., Université BEJAIA

Président

M^{me} RABOUHI Hassiba

M.C.A., Université BEJAIA

Promotrice

M^{er} FAID Ali

M.A.A., Université BEJAIA

Examineur

Année universitaire : 2018 / 2019

Introduction

La métallurgie des poudres (M.d.p) rassemble les procédés thermomécaniques d'élaboration et de mise en forme des matériaux métalliques ou céramiques à partir de poudres. Cette nouvelle technique de fabrication permet de réaliser des pièces couvrant une grande étendue de microstructures et de propriétés chimiques, physiques et mécaniques difficiles voire impossible à obtenir à partir de la métallurgie classique. L'intérêt de la M.d.p provient également du fait qu'elle permet la fabrication, à moindre coût, de pièces mécaniques, directement à leurs dimensions finales sans usinage qui entraînent d'énormes dépenses d'énergie et sans perte de matière. Elle est devenue ainsi un procédé compétitif vis-à-vis des procédés de moulage et d'usinage et ce, particulièrement, pour les pièces de forme relativement complexes et constituées d'alliages durs et à haute résistance. L'obtention d'un produit final à partir de la poudre de base nécessite la mise en œuvre d'opérations spécifiques à la M.d.p telles que l'encapsulation des poudres, le frittage et la compression isostatique à chaud.

L'une des applications originales de la M.d.p est l'élaboration de matériaux fortement réfractaires. Elle est pratiquement la seule voie d'obtention des cermets, notamment par frittage en présence de phase liquide. Ce type de matériaux s'avèrent incontournables pour de multitude applications industrielles en raison de leurs remarquables propriétés mécaniques. Le matériau de ce type le plus important et faisant l'objet de notre étude est le carbure cémenté WC-Co. La phase carbure confère au WC-Co dureté, caractère réfractaire et résistance à la corrosion, tandis que le cobalt, jouant le rôle de liant entre les grains de WC. Le frittage en phase liquide de cobalt est le procédé industriel le plus souvent utilisé pour l'obtention des carbures cémentés. Cependant, il conduit souvent à l'obtention de produits qui ne sont pas totalement denses et présentent deux types d'hétérogénéités, celles des porosités résiduelles et celles des constituants WC et Co. Des phénomènes de grossissement et de coalescence des grains et des pores sont également observés quand la température de traitement est relativement élevée. Cette opération s'avère insuffisante surtout dans le cas des carbures cémentés à faible teneur en cobalt.

Dans le cadre de ce travail nous avons utilisé la compression isostatique à chaud (C.I.C), pour densifier des mélanges des poudres WC-Co.

Au cours de ce travail, nous avons mis en œuvre les techniques de la M.d.P pour élaborer des carbures cémentés à partir de mélange de poudre de carbure de tungstène et de cobalt contenant 8, 11 et 20% en masse de cobalt. Les trois mélanges de poudres ont été densifiés par compression isostatique à chaud à des températures différentes 1450°C et 1250°C avec

Introduction

une pression de 1950 bar. Une étude comparative des propriétés des deux types de carbures cimentés a pu être ainsi réalisée.

Dans le premier chapitre on s'est consacré à des rappels bibliographiques. Nous citons les différentes techniques d'élaboration des poudres et les mécanismes de consolidation ainsi que la présentation des principes de base sur lesquels se fondent les mécanismes de densification par frittage avec phase liquide. Le procédé de la compression isostatique à chaud (CIC) sera exposé avec plus de détails vu qu'il fait l'objet de ce présent mémoire.

Le deuxième chapitre est réservé à la description des différentes techniques d'analyse des matériaux élaborés (microscopie électronique à balayage (MEB) et les essais mécanique (la dureté)).

Le troisième chapitre est dédié à la présentation et à la discussion des résultats obtenus, à la comparaison des propriétés des deux types de carbures cimentés élaborés. Les résultats de ce travail sont synthétisés dans la conclusion et quelques recommandations finales sont suggérées pour aboutir aux meilleures conditions conduisant à l'optimisation du processus d'élaboration des carbures cimentés par compression isostatique à chaud.

Dans ce chapitre, nous présentons les techniques de préparation des poudres de base de WC et de Co ainsi que les procédés de leur densification par frittage avec phase liquide en première partie. La deuxième partie est consacrée à la présentation de l'intérêt et des mécanismes de la compression isostatique à chaud.

I.1- Elaboration et densification des poudres de carbure de tungstène et de cobalt

Les carbures cémentés WC-Co sont des composites céramiques - métal, dont la phase dure est le carbure de tungstène (WC) et la phase liante le cobalt associée à de faibles quantités de nickel, de chrome et de cuivre. Ces matériaux ont des propriétés mécaniques remarquables, qui leur permettent d'allier résistance à l'usure et résistance en compression, à une excellente tenue au choc tant mécanique que thermique [1].

Les carbures cémentés binaires WC-Co ont été utilisés avec beaucoup de succès dans l'industrie des outils de coupe [2]. Les grains de carbure de tungstène (WC) possèdent une structure cristalline hexagonale compacte avec empilement de plans de W et de C alternativement (Figure I.1-a). Les paramètres de maille de cette structure sont de $a = 2,91 \text{ \AA}$ et $c = 2,84 \text{ \AA}$. Celle-ci donne aux monocristaux de WC leur forme caractéristique facettée (Figure I.1-b). La taille moyenne des grains facettés de WC se situe entre 0.3 et $20 \mu\text{m}$ [3].

Les carbures cémentés sont généralement élaborés par frittage avec phase liquide. Les poudres métalliques, mélangées à la poudre de carbure de tungstène doivent fondre à la température de traitement, permettant ainsi la présence d'une phase liquide qui assure la densification du matériau. Ce procédé ne conduit pas toujours à une densification maximale du produit final surtout quand la fraction massique du liant est faible. Dans ce cas, pour une densité maximale, on peut utiliser un procédé de frittage sous charge qui consiste à réaliser simultanément deux opérations la compression et le frittage en température.

La préparation des poudres est la première étape du processus d'élaboration de matériaux à partir des techniques de la métallurgie des poudres [4,5]. Les poudres préparées doivent satisfaire à des exigences techniques de fabrication dont les plus importantes sont la pureté, la granulométrie et la compressibilité. En effet, les propriétés des matériaux fabriqués sont conditionnées en grande partie par les caractéristiques physiques, chimiques et mécaniques des poudres de base utilisées.



Fig.I.1 : (a) Structure cristalline hexagonale du carbure de tungstène
(b) forme géométrique des monocristaux [6].

Dans le cadre de ce travail, les poudres de base utilisées dans l'élaboration des alliages WC-Co étudiés, sont celles de tungstène, du cobalt et de noire de carbone.

I.1.1- Elaboration de la poudre de carbure de tungstène

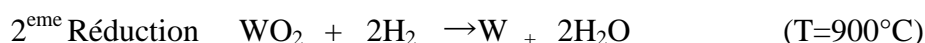
I.1.1.1- Elaboration de la poudre de tungstène

Le tungstène est un élément naturel qui, dans la plupart des milieux, est un solide. Dans la nature, il se produit dans la roche et le sol comme minéral. Les sels minéraux exploitables sont la scheelite CaWO_4 (tungstate de calcium) et le wolframite (Fe, Mn) WO_4 (tungstate de fer et de manganèse). Le tungstène peut être employé comme un métal pur ou mélangé à d'autres métaux pour faire des alliages [7].

L'obtention de la poudre de tungstène W nécessite la mise en œuvre de plusieurs opérations. Dans une première étape la wolframite est d'abord traitée sous pression avec du carbonate de sodium afin d'oxyder complètement le fer et le manganèse le tungstène est alors récupéré soit par recristallisation sous forme de tungstate ($\text{Na}_2 \text{WO}_4$) qui est ensuite convertie en scheelite artificielle (CaWO_4) soit par précipitation sous forme monohydrate $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. L'attaque de la scheelite par l'acide chlorhydrique concentré permet d'obtenir une solution d'isopolytungstate d'ammonium qui se transforme en paratungstate d'ammonium (APT) par cristallisation.

La calcination de l'APT à une température inférieure à 750°C permet de produire une poudre d'oxyde de bleu (mélange des sous-oxydes $\text{W}_{20}\text{O}_{58}$ et $\text{W}_{18}\text{O}_{49}$). Cette opération est réalisée dans un four rotatif légèrement incliné sur l'horizontale. Une deuxième calcination à l'air de la poudre d'oxyde bleu permet de la transformer en trioxyde de tungstène (WO_3).

La réduction de WO_3 par l'hydrogène est réalisée en deux étapes:



Les nacelles contenant la poudre de trioxyde de tungstène sont translattées mécaniquement ou manuellement et l'hydrogène introduit doit être parfaitement séché.

La granulométrie des poudres de tungstène obtenues dépend d'un grand nombre de facteurs dont les plus importants sont :

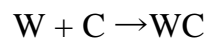
La granulométrie de l'oxyde de départ, La température de réduction et le débit d'hydrogène.

Comme la réduction s'effectue par absorption et diffusion des molécules d'hydrogène par les surfaces des grains de trioxyde de tungstène, la vitesse de réaction dépend alors de la vitesse de formation et d'évacuation de la vapeur d'eau. [8]

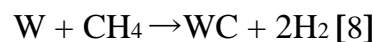
I.1.1.2- Elaboration de la poudre de carbure de tungstène

La carbonisation de la poudre de tungstène est la méthode utilisée pour l'obtention des poudres de carbure de tungstène. D'abord, la poudre de tungstène est mélangée avec du noir de carbone dans des proportions stœchiométriques (WC à 6,12 % de carbone combiné) soigneusement contrôlées. Le mélange est effectué par broyage à sec dans un broyeur à billes d'acier. Le mélange ainsi obtenu est disposé dans des nacelles de graphite, qui passent dans un four tubulaire en graphite sous courant d'hydrogène et où la température varie de 1300 °C à 1400°C [8].

La carbonisation du tungstène s'effectue par diffusion directe à l'état solide, selon la réaction :



Ou bien par l'intermédiaire d'une phase gazeuse (méthane CH₄) formée par réaction de l'hydrogène avec le carbone de la charge ou du four, selon la réaction :



Le carbure obtenu est par la suite désaggloméré par broyage.

Il est impératif de contrôler de manière très précise le contenu en carbone En tenant compte du taux d'oxygène existant dans le tungstène et de la pureté du noir de carbone.

La figure I.2 résume les voies classiques de production de la poudre de carbure de tungstène.

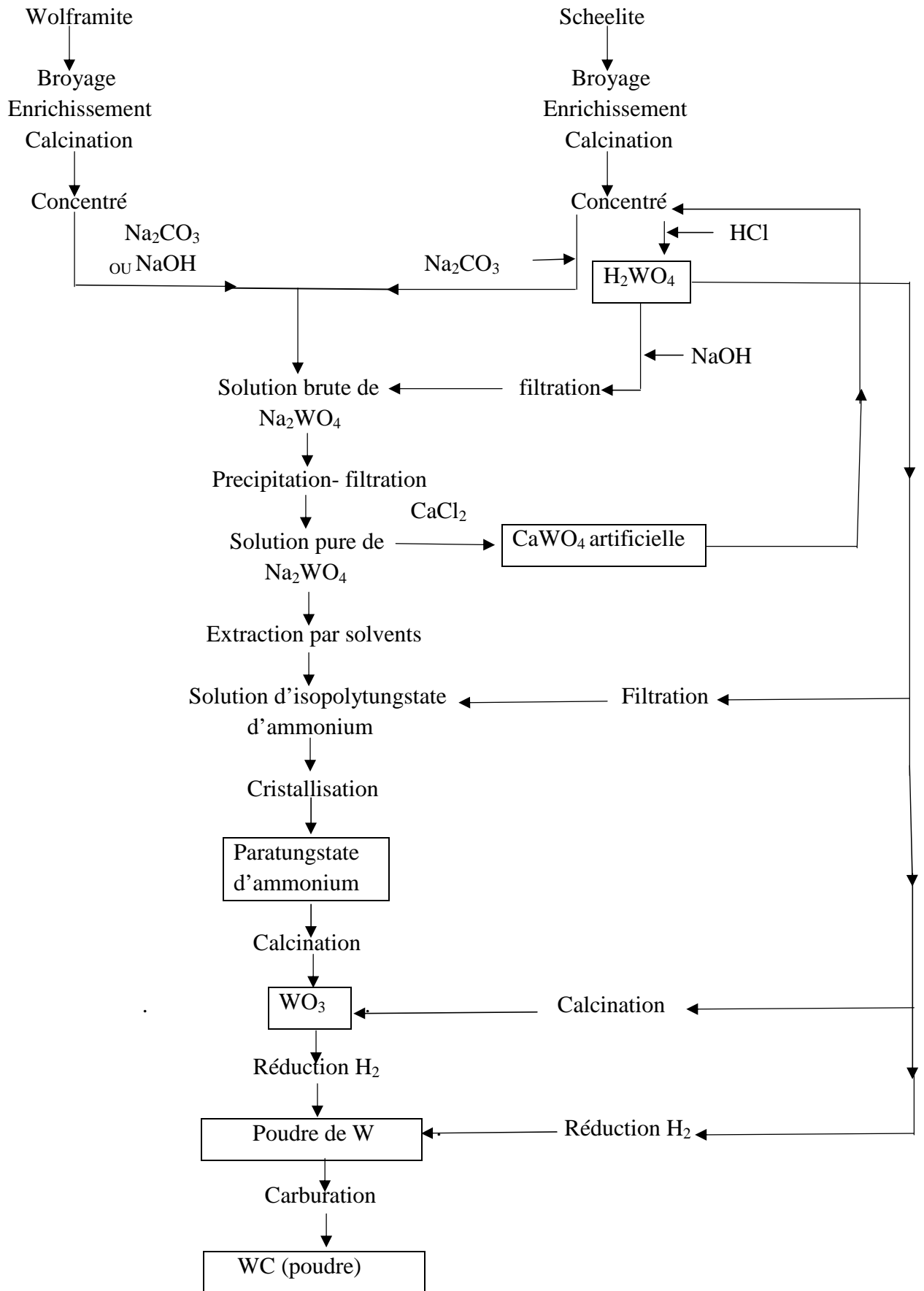
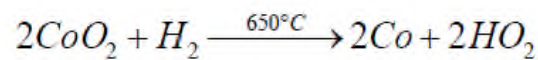


Fig.I.2 : Voie classiques de production de la poudre de carbure de tungstène [2].

I.1.2- Elaboration de la poudre de cobalt

Le cobalt est un élément naturel présent dans les roches, le sol, l'eau, les plantes et les animaux. Le cobalt est un élément chimique de symbole Co, de numéro atomique 27 et de masse atomique 59. Concernant le constituant cobalt, les plus importants minerais utilisés sont l'hétérogénéité (Oxyde de cobalt hydraté), la linnéite (sulfure de cobalt et de nickel) et la smaltine (Arséniure de cobalt). Ces minerais sont d'abord transformés par fusion en autres produits intermédiaires. Un traitement qui élimine les autres métaux, permet d'obtenir du dioxyde de cobalt qui est réduit sous hydrogène à une température de 650°C, selon la réaction suivante : [8]



I.1.3- Elaboration des mélanges WC-Co

Dans l'élaboration de matériaux composites par M.d.P, avec par exemple deux phases différentes, la distribution d'une phase par rapport à l'autre, est très importante pour assurer l'homogénéité de l'échantillon. Un compact qui a été mieux mélangé offrira un nombre plus élevé de points de contact entre les composants et donc une meilleure configuration initiale pour le frittage. Le mélange de poudres est spécialement important pour les systèmes frittés en présence d'une phase liquide. On peut trouver différentes configurations de répartition d'une phase par rapport à l'autre dans le compact, comme le montre la figure I.3. L'arrangement aléatoire est le plus convenable dans la plupart des cas. [9]

Néanmoins les autres arrangements peuvent être intéressants pour obtenir des caractéristiques spécifiques. [9]

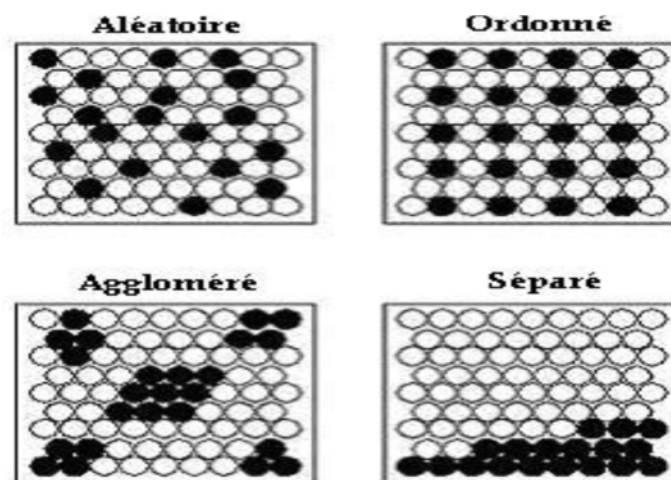


Fig.I.3 : Distribution des phases dans un mélange de poudres [10].

Le mélange de poudres doit être réalisé sous conditions contrôlées pour éviter la détérioration de la poudre. Les poudres peuvent être mélangées à sec ou dans un milieu liquide [1].

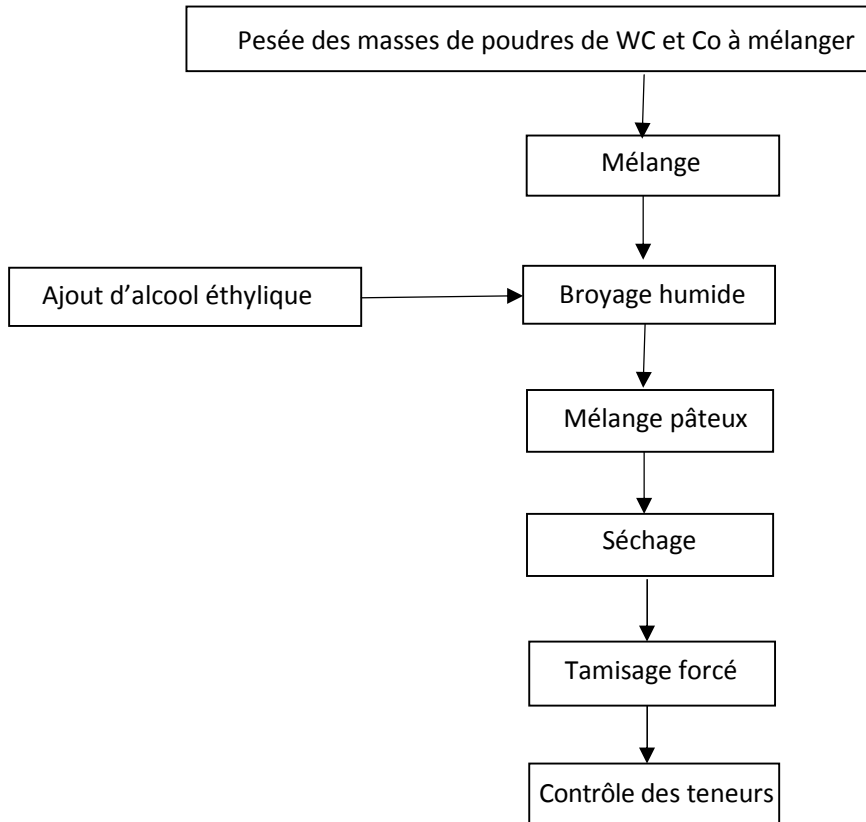
I.1.3.1- Le broyage

Le mélange des constituants est généralement réalisé par broyage mécanique humide. Cette opération qui consiste à agiter violemment une poudre dans un conteneur contenant des billes, de matériaux plus durs que les particules de poudre. Sous l'effet des collisions, les particules de poudre sont déformées plastiquement puis fracturées, mélangées et soudées. L'ajout d'un liant lubrifiant comme le polyéthylène-glycol permet un bon écoulement des poudres et facilite leur mise en forme. Une bonne lubrification des poudres est obtenue quand on ajoute 750ml d'alcool pour 3kg de mélange de poudre de WC et de Co. Le broyage est réalisé par rotation de la gaine autour d'un axe horizontal conduit par la suite à une répartition de plus en plus homogène du cobalt dans le mélange. L'inconvénient majeur du broyage à billes est sa longue durée.

I.1.3.2- Séchage

Après mélange des poudres, le produit obtenu est extrait du broyeur puis soumis à une opération de séchage elle est réalisée en atmosphère non oxydante (azote ou argon) par la technique d'atomisation séchage. On procède par injection du produit broyé dans une étuve à vapeur où la température est comprise entre 170°C et 210°C. Les gouttelettes de liant et d'alcool sèchent instantanément au contact du tourbillon d'azote et les particules de poudre tombent au fond de la chambre où elles sont récupérées.

L'organigramme ci-dessous résume les différentes étapes de mélange des poudres [8].



I.1.4- Procédés de densification des poudres

I.1.4.1- Consolidation des mélanges

Pour les produits les plus courants, on utilise souvent la compression en matrice. D'autres techniques de consolidation de poudres, telles que la compression isostatique à chaud, l'extrusion et le moulage par injection peuvent être aussi mises en œuvre dans des cas particuliers tels que la fabrication de pièces de formes complexes ou de matériaux à propriétés spécifiques. Cette opération permet une mise en forme de pièces de dimensions et de densités déterminées en leur conférant une cohésion suffisante pour qu'elles puissent être manipulées sans risques. Elle provoque aussi un rapprochement des grains qui facilite l'opération finale de frittage.

Le procédé le plus utilisé pour la mise en forme de pièces à base de carbure de tungstène est la double compression uniaxiale à matrice fermée. Les outils de compression doivent être de haute précision et réalisés en carbure de tungstène afin d'éviter une contamination du produit. Les mélanges de poudres sont lubrifiés avant de procéder à leur compression. Le but recherché est d'aboutir à une densification du produit la plus homogène

possible. L'ajout du lubrifiant permet de diminuer les frottements des grains entre eux et sur la paroi de la matrice [2].

La section verticale du diagramme ternaire Co-W-C à 10% en masse de cobalt [11, 12, 13] (Figure.I.4) montre bien que le domaine du carbone admissible est très étroit. En effet, on observe qu'un léger excès de carbone entraîne la précipitation de carbone libre (domaine triphasé : cobalt + WC + graphite) tandis qu'une légère sous-stœchiométrie en carbone entraîne la formation de précipités du composé ternaire $\text{Co}_3\text{W}_3\text{C}$ ou phase η (domaine triphasé : η + cobalt + WC).

La présence de ces précipités entraîne une altération de la résistance mécanique du produit final. Les précipités $\text{Co}_3\text{W}_3\text{C}$ induisent une chute de ductilité du liant métallique à travers leurs rôles d'obstacles au mouvement des dislocations.

Le diagramme de phase de la figure I.4 montre que le pourcentage massique de carbone le plus approprié est compris entre 5,4 et 5,5%.

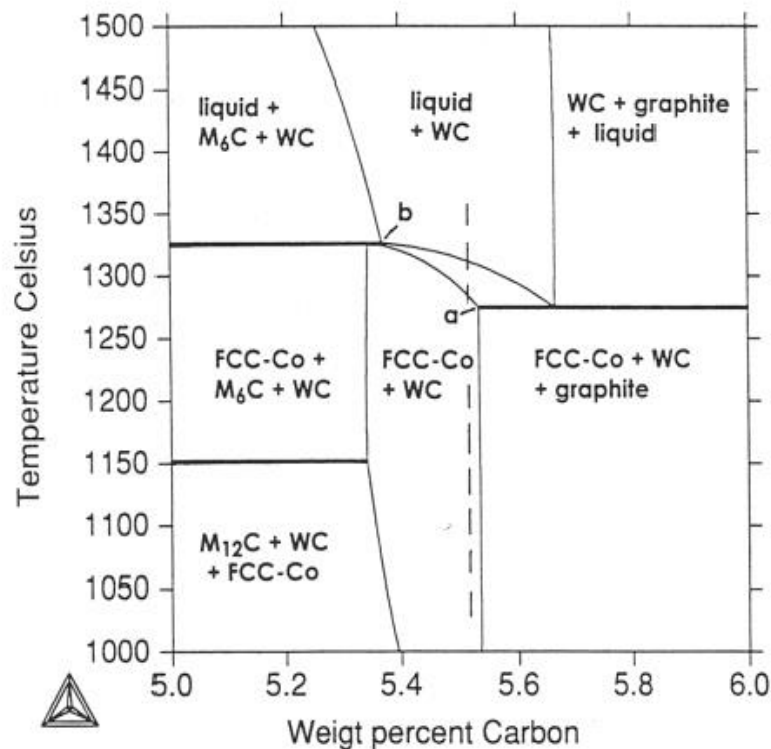


Fig.I.4 : Section verticale du diagramme de phase ternaire W-C-Co [14].

I.1.4.2- Le 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. Le but du frittage est la consolidation des pièces à vert suite à une élévation de la température, ce qui a pour effet de densifier le matériau et de rehausser ses propriétés mécaniques. L'opération consiste à chauffer le comprimé à une température telle que les grains de poudre se soudent entre eux par des déplacements d'atomes à l'état solide, ou par une sorte de brasure lorsqu'il existe une certaine quantité de liquide dans le comprimé au cours de l'opération. 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...[15].

I.1.4.2.1- Différents types de frittage

D'un point de vue technologique on distingue deux types de frittage : naturel qui effectué sans Contrainte mécanique (chauffage sous air ou sous atmosphère contrôlée) et frittage sous charge effectué en appliquant une pression extérieure simultanément au chauffage. Ce dernier est particulièrement utilisé pour les matériaux difficiles à fritter ou pour obtenir des densités proches de la densité théorique.

D'un point de vue physico-chimique, on distingue deux types de frittage : frittage en phase solide et frittage en phase liquide. La figure I.5 présente les différents types de frittage [16].

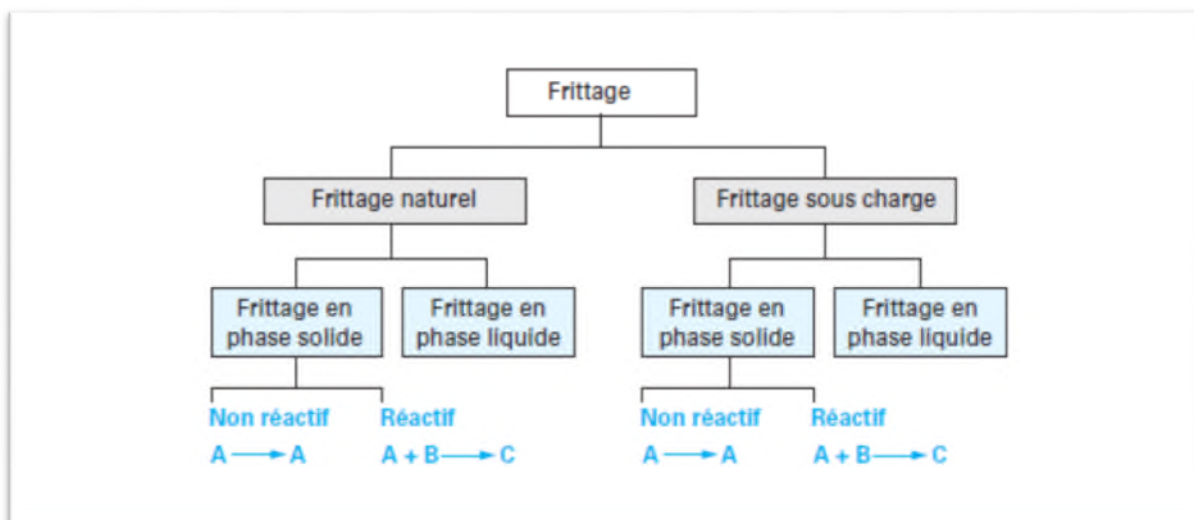


Fig.I.5 : Les différents types de frittage [17].

I.1.4.2.1.1- Frittage en phase solide

Le frittage est un traitement thermique qui permet de passer d'un matériau à l'état de poudre ou de comprimé de poudre à un matériau solide. Le traitement se déroule à des températures où tous les composants de la poudre restent à l'état solide. La consolidation est réalisée par le grossissement des contacts entre les particules par diffusion de matière. Sa force motrice est la grande énergie inter- faciale du système pulvérulent. Comme le système tend à évoluer vers un état de moindre énergie, les interfaces le plus énergétiques comme les interfaces solide- gaz se réduisent au bénéfice des interfaces moins énergétiques de type solide- solide. A l'équilibre thermodynamique, le système se réduirait à une seule particule sphérique et monocristalline, comme on le montre pour deux sphères en contact sur la figure I.6 [9].

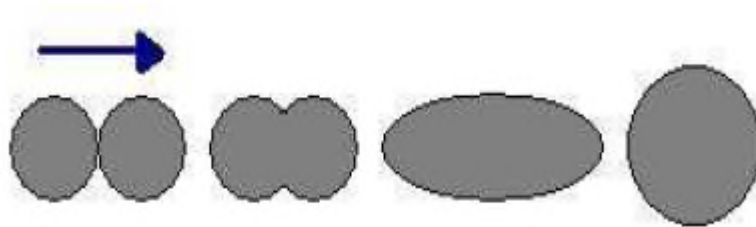


Fig.I.6 : Évolution schématique du frittage de deux sphères [9].

I.1.4.2.1.2- Frittage en phase liquide

Dans ce procédé de frittage l'un des constituants (minoritaire) du mélange de poudres passe en phase liquide. Comme dans le frittage en phase solide la réduction de l'énergie inter- faciale est la force motrice. La propriété de mouillage de la phase solide par la phase liquide est importante pour réaliser le frittage. La densification durant le frittage en phase liquide se déroule en 3 étapes : réarrangement, dissolution- précipitation et grossissement de grains comme on peut l'observer sur Les figures I.7 et I.8 Pendant le chauffage pour atteindre la température de fusion d'un des composants, une densification en phase solide peut se produire. Une fois que la phase de plus bas point de fusion devient liquide, l'étape de réarrangement de grains est activée. Ensuite il y a un ajustement de forme des grains qui conduit à une élimination de pores importante. Finalement pendant la dernière étape une croissance microstructurale est observée, au cours de laquelle la taille moyenne des grains et des pores augmente continuellement [9].

Les applications industrielles de cette technique de frittage sont les alliages lourds (W-Ni, W-Ni-Cu), les carbures cémentés (WC-Co, notamment), les alliages Fe-Cu et Cu-Sn, les amalgames dentaires Ag-Sn-Hg, et de nombreuses céramiques [9].

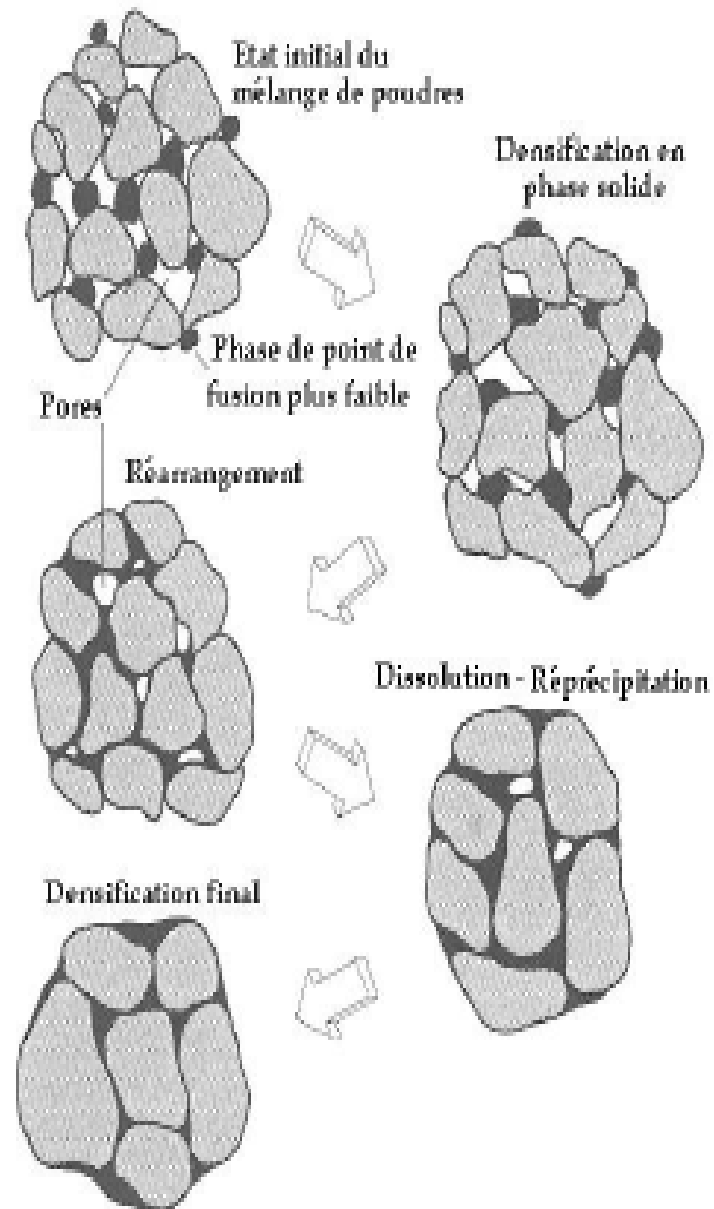


Fig.I.7 : Étapes classiques durant le frittage en phase liquide du mélange des poudres [18].

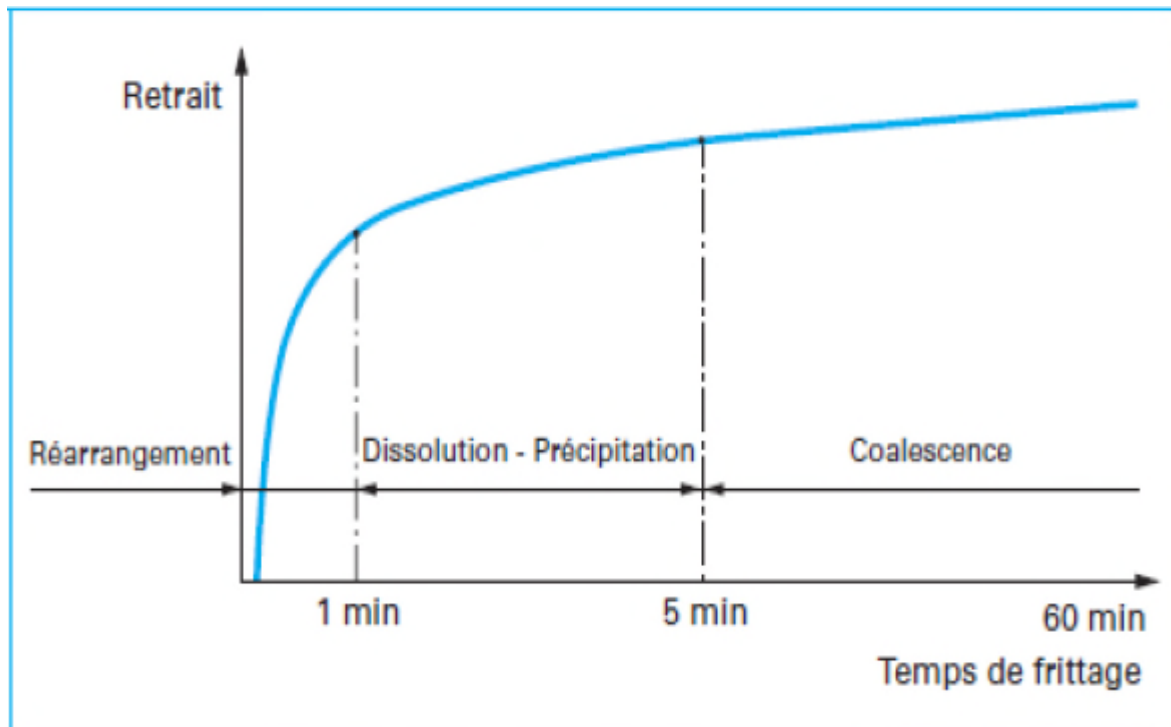


Fig.I.8: Représentation schématique des trois grandes étapes du frittage en phase liquide [17].

a- Réarrangement des particules

La première étape du frittage en phase liquide est caractérisée par une augmentation très rapide de la densité apparente du matériau. Ce phénomène est lié à l'apparition de la phase liquide qui, jouant le rôle de lubrifiant, permet le glissement des particules les unes sur les autres sous l'effet des différentes contraintes existant au sein de l'empilement (figure I.9)[19].

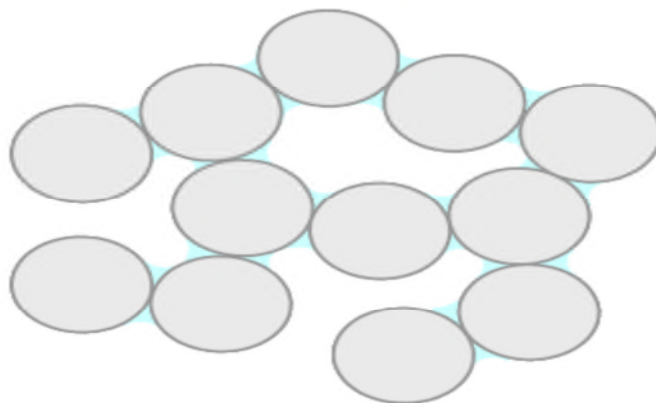


Fig.I.9 : Réarrangement des particules [20].

b- Dissolution-précipitation

A la fin du réarrangement, les particules forment un empilement de grains liés entre eux par un film de fluide. Le système ainsi formé ne peut évoluer par simple réarrangement. La densification se fait alors par les phénomènes de dissolution précipitation.

Les forces de pression créées par la capillarité augmentent la contrainte au sein des particules. Les parties en contact sont dissoutes, diffusent dans le liquide et précipitent sur les surfaces libres [19].

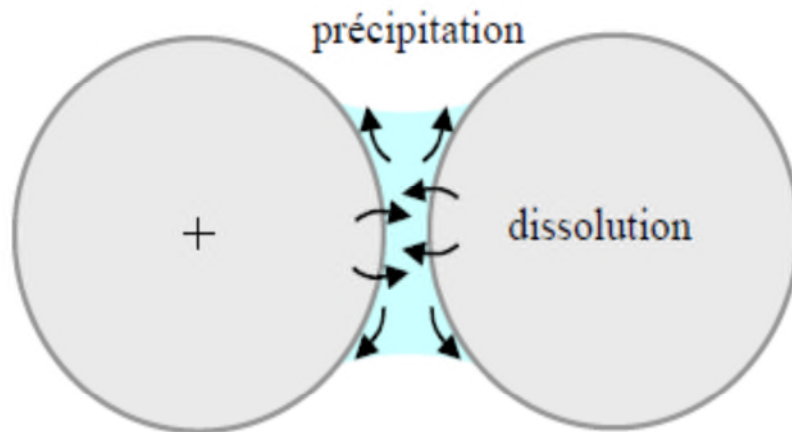


Fig.I.10 : Mécanisme de dissolution – précipitation [20].

c- Grossissement des grains (coalescence)

Cette étape appelée aussi " évolution microstructurale" est plus lente que les deux précédentes étapes, elle est caractérisée par :

La formation de grains plus gros : Le rapprochement des grains au niveau des interfaces conduit à la naissance de gros grains.

La Croissance des grains par dissolution-précipitation : Les petites particules dissoutes précipitent sur les grandes particules et contribuent à leur grossissement.

L'élimination de la porosité restante par diffusion vers la surface (figure I.11) [19].

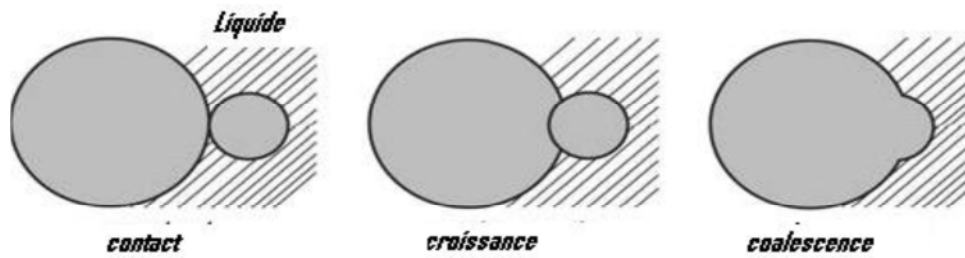


Fig.I.11 : Coalescence des grains [20].

I.1.4.2.2- La température du frittage

La température joue un rôle très important dans le processus de frittage avec phase liquide. La température idéale de frittage est de l'ordre de $2/3$ ou $3/4$ de la température de fusion du matériau à fritté et une élévation de la température peut :

- * favoriser le mouillage
- * augmenter la solubilité
- * diminuer la viscosité.

Plus la température est haute, plus le temps de frittage nécessaire pour atteindre le degré désiré de liaison entre les particules de poudre comprimée et cuire [21].

I.1.4.2.3- L'atmosphère de frittage

L'atmosphère de frittage est choisie selon la nature des composants du système à traiter par frittage avec phase liquide. On sait que la plus part des oxydes peuvent être frittés à l'air libre mais que le frittage des métaux, de certain céramique et des carbures cimentés doit être réalisé sous vide ou sous une atmosphère protectrice (neutre ou réductrice). Dans le cas des carbures cimentés, on utilise hydrogène qui permet de réduire les fines particules d'oxyde qui entourent les particules de poudre de base [2].

Pendant le frittage, l'atmosphère protectrice du four de frittage doit protéger les produits à fritter de l'oxydation et réduire le plus possible la présence d'oxydes résiduels.

Dans la métallurgie des poudres, les atmosphères sont de trois types:

- * durant le frittage, on peut se protéger de la corrosion à haute température sous atmosphère neutre (azote, argon)
- * sous vide de 0,5 à 1mm de mercure nous permet l'élimination des gaz contenue dans la poudre
- * atmosphère réductrice : (hydrogène, monoxyde de carbone) permet l'élimination des oxydes et empêche l'oxydation [21].

I.1.4.2.4- La solubilité

Une solubilité du solide dans la phase liquide augmente la densification à la deuxième étape de frittage. Les contacts entre les grains solides qui empêchent le réarrangement sont détruits par la solubilité. Il se produit une séparation des grains en contact et une augmentation de la fraction du liquide qui génère un renforcement de la densification par réarrangement.

La figure I.12 met en évidence l'importance du paramètre de solubilité dans le processus de frittage. On observe que dans les systèmes WC-Co où le carbure de tungstène est pratiquement insoluble dans le cuivre liquide, la densification reste inachevée même si la fraction volumique de liquide est très élevée.

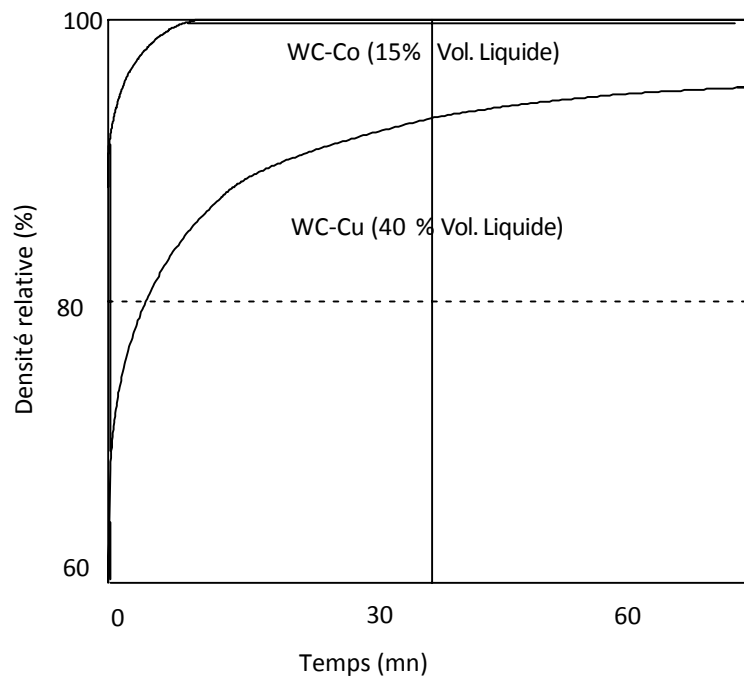


Fig. I.12 : Influence de la solubilité sur la densification d'un même solide (WC) [22].

I.1.4.3- Compression isostatique à chaud

Le frittage en phase liquide est l'opération fondamentale en métallurgie des poudres. Ce procédé s'avère cependant insuffisant pour une densification totale de poudre. Pour atteindre la densité théorique du matériau massif, on utilise un frittage sous charge qui consiste à réaliser simultanément deux opérations : la compression et le frittage en

température [23]. Ce procédé, appelé compression isostatique à chaud (CIC), est actuellement une technique industrielle classique de densification de poudres métalliques et céramiques utilisée pour la fabrication de pièces mécaniques pouvant fonctionner dans des conditions sévères[24]. Il joue également un rôle important dans la recherche et le développement de nouveaux matériaux qui peuvent être utilisés dans divers domaines (automobile, aéronautique, médical, etc). La CIC, est plus souvent utilisée pour obtenir des pièces, de microstructure uniforme et contrôlée, de taille variables et de formes plus au moins complexes à la côte ou près des côtes recherchées [25]. Ceci permet évidemment de réduire les couts des opérations éventuelles de finition.

Au cours du procédé CIC, la compression de la poudre préalablement enfermée dans un container scellé sous vide, est réalisée par pressurisation isostatique d'un gaz neutre (argon) dans une enceinte haute pression. La porosité est complètement éliminée dans l'agrégat de poudre par le synergie des différents mécanismes activés durant ce processus. Des études ont été menées, au cours des dernières décennies, dans le cadre de la modélisation et de la simulation des procédés de compression isostatique à chaud. Le but de ces études est de réduire le nombre d'essais afin de minimiser les couts de mise en œuvre.

I.1.4.3.1- Avantages de la CIC

La capacité à obtenir des produits par compression isostatique à chaud avec des formes géométriques irrégulières et complexes offre plusieurs avantages par rapport au moulage, au forgeage et à l'usinage, que ce soit en terme de flexibilité de confection ou de propriétés mécaniques.

La CIC permet une flexibilité de conception considérable dans la mise en forme de composants, souvent avec des formes irrégulières, de très bons états des surfaces et aux cotes ou près des côtes désirées, en un temps record. Chaque composant peut être conçu individuellement avec une garantie de satisfaire aux conditions d'utilisation.

L'aptitude de la CIC à élaborer des produits avec des formes géométriques irrégulières et complexes conduit à la réduction des opérations onéreuses comme l'usinage et le soudage[26].

La CIC est souvent utilisée pour éviter les soudures critiques et les défauts de contraction et pour éliminer les porosités résiduelles, initiatrices de défaillances, dans les matériaux pré-frittés. Ceci exerce un effet positif considérable sur la résistance mécanique des matériaux comme, par exemple, l'augmentation de la tenue à la fatigue.

La microstructure fine et la pression isotropique avec lesquelles les produits CIC sont obtenus, aboutissent à des propriétés mécaniques isotropes. Ces propriétés, sans ségrégations, peuvent contribuer à l'élargissement d'utilisation de beaucoup de matériaux comme les alliages à base de titane qui sont impossible à obtenir par les méthodes classique [26, 27, 28]. La figure représente deux microstructures différentes. La première est obtenue par CIC et la deuxième par forgeage. On remarque clairement l'homogénéité de la microstructure obtenue par CIC.



Fig.I.13 : Pièces de forme complexe obtenue par C.I.C [26, 28].

Dans ce chapitre nous décrivons la technique expérimentale utilisée pour l'élaboration des carbures cimentés WC-Co, et aussi réservée à la description des différentes techniques d'analyse des matériaux élaborés.

II.1- Elaboration des carbures cémentés WC-Co

Dans ce paragraphe nous allons caractériser les poudres WC et de Co ensuite nous décrivons les différentes techniques qui nous ont permis de fabriquer les deux types de carbures cémentés étudiés dans le cadre de ce travail.

II.1.1- Préparation des poudres de tungstène et de cobalt

La préparation des poudres de base est réalisée dans le laboratoire de l'unité industrielle ERIS de Batna. La poudre de cobalt est préparée industriellement par la réduction par l'hydrogène, à 800°C, de l'oxyde de cobalt. La poudre obtenue est constituée de grains irréguliers et agglomérés. Elle est soumise à des opérations de tamisage par vibration pour récupérer ensuite les grains dont la taille est inférieure à 2µm [2].

La poudre de tungstène est fabriquée par réduction à 750°C du trioxyde de tungstène dans un lit fluidisé d'hydrogène. La carburation des grains de tungstène est réalisée à l'aide d'une quantité prédéterminée de noir de carbone pour obtenir une poudre de WC de composition stœchiométrique. Le mélange W-C se fait dans un broyeur à billes. Il est ensuite disposé dans des nacelles en graphite balayées par un flux continu d'hydrogène dans un four où la température doit être comprise entre 1350 et 1500°C [2].

II.1.2- Mélange des poudres

Les carbures étudiés sont élaborés à partir de la poudre de carbure de tungstène WC mélangée à la poudre de cobalt Co dans des proportions désirées suivant plusieurs étapes successives.

Les poudres sont mélangées à l'aide d'un broyeur à billes, pour obtenir un mélange le plus homogène possible. Pour favoriser l'homogénéisation et minimiser les frottements entre les billes d'acier et les particules des poudres afin d'éviter une élévation de la température dans le broyeur, et améliorer l'aptitude à l'écoulement des poudres on ajoute le diluant qui est l'alcool éthylique. Après mélange des poudres, le produit obtenu est extrait du broyeur puis soumis à une opération de séchage.

II.1.3- Densification des mélanges

II.1.3.1- Consolidation des mélanges

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 l'a conduit généralement 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 généralement, sur la notion de pression.[15]

II.1.3.2 Compression isostatique à chaud

La compression isostatique à chaud CIC est un procédé de consolidation des matériaux sous forme de poudre à des températures inférieures à leur température de fusion. Elle représente une technique utilisée dans l'industrie pour produire des pièces métalliques ou céramiques, de haut gamme, à partir des poudres. Ce procédé permet d'obtenir des pièces de forme plus ou moins complexe et de microstructure relativement uniforme.

II.1.3.2.1- Encapsulation des poudres

Le conteneur avec bouchons constitue le moyen le plus approprié pour compacter les poudres de tungstène et de cobalt, à travers la transmission simultanée de température et de pression isostatique. Le matériau constituant le conteneur doit être caractérisé par un niveau élevé d'étanchéité sous l'effet de hautes pressions et de températures.

Afin d'obtenir une bonne densification par CIC des mélanges de poudres de WC-Co et une déformation homothétique et une meilleure transmission de la pression à la poudre les parois de conteneur doit être usinés à partir de tubes de titane dont les épaisseurs sont précisées et suffisamment faible afin d'éviter une éventuelle réaction des composants des poudres de WC et Co avec la gaine.

Le conteneur est rempli par le mélange de poudres puis tassés par vibration. Le bouchon est ensuite parfaitement ajusté par compression uniaxiale jusqu'à ce que la surface supérieure affleure celle du conteneur. Les échantillons obtenus sont mis dans une enceinte sous vide pour éviter leur contamination par l'oxygène de l'air. Figure II.1.

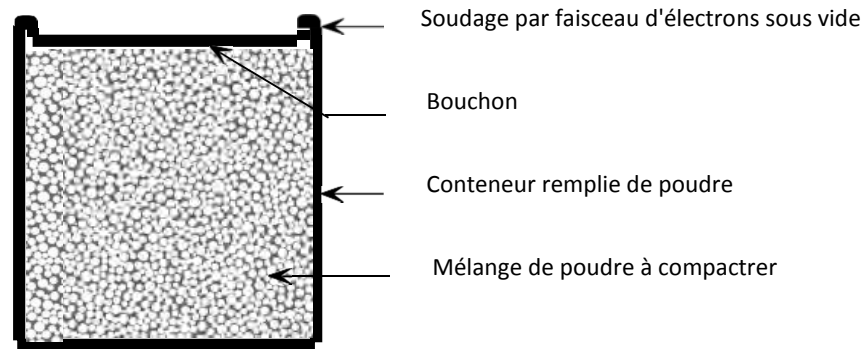


Fig.II.1: Schéma représentatif de la préparation d'un conteneur pour le cycle de C.I.C[8].

II.1.3.2.2- Le Soudage

Le conteneur avec bouchon utilisé pour la compression isostatique à chaud (CIC) est scellé sous vide par bombardement électronique.

L'utilisation d'un faisceau d'électrons au lieu d'arcs électriques est bien justifiée par les possibilités de focalisation fine qu'elle offre, cela permet une très grande précision, notamment en pénétration. Le soudage par faisceau d'électrons est caractérisé par une concentration très importante d'énergie.

La machine de soudage par faisceau d'électrons (Figure.II.2) comporte une source d'électrons couplée à un système magnétique de focalisation du faisceau sur la zone à souder et d'un système électromécanique permettant le déplacement de la pièce à souder dans un plan perpendiculaire au faisceau et une rotation autour de l'axe parallèle au faisceau.

La source électronique est une cathode de forme cylindrique qui focalise le faisceau d'électrons émis par un filament de tungstène chauffé par effet joule.

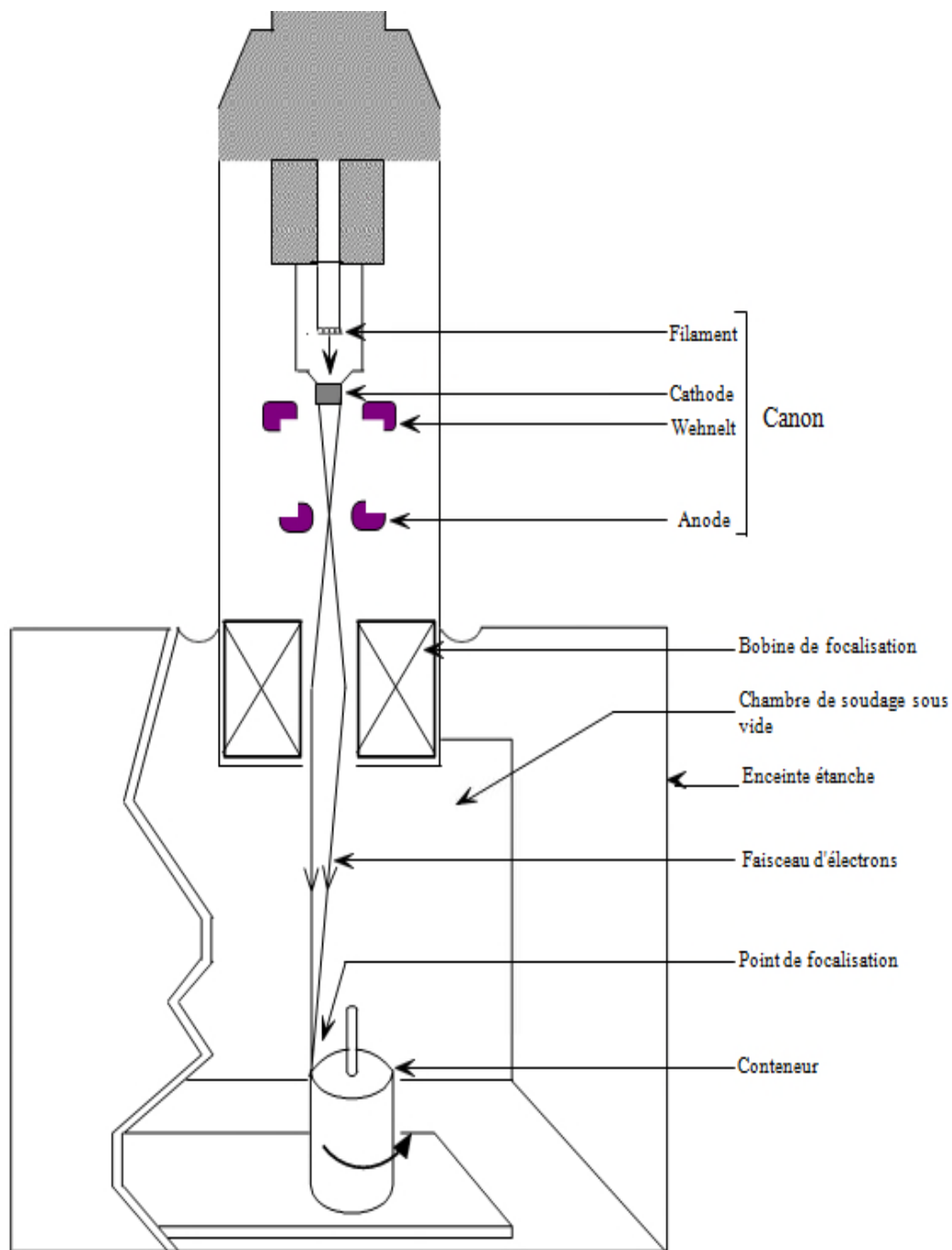


Fig. II. 2 : Schéma de principe de l'appareillage pour le soudage par bombardement électronique [2].

II.1.3.2.3- La compression isostatique à chaud

II.1.3.2.3.1- principe de la CIC

Ce procédé consiste à mettre une poudre dans un conteneur en titane et à l'aide d'un traitement thermique et d'une pression isostatique à chaud appliquer sur un milieu une pression par l'intermédiaire d'un fluide gazeux réalisé dans une presse, la pression isostatique résulte de l'interaction des molécules. En effet le nombre d'atome ce déplacent par unité de surface a la même vitesse de déplacement à l'intérieur de l'enceinte de pression ce qui permet d'agir la forme de la pièce. Le principe de la compression isostatique à chaud est qu'elle assure une densification homogène des agrégats de poudre avec un retrait pratiquement isotrope.

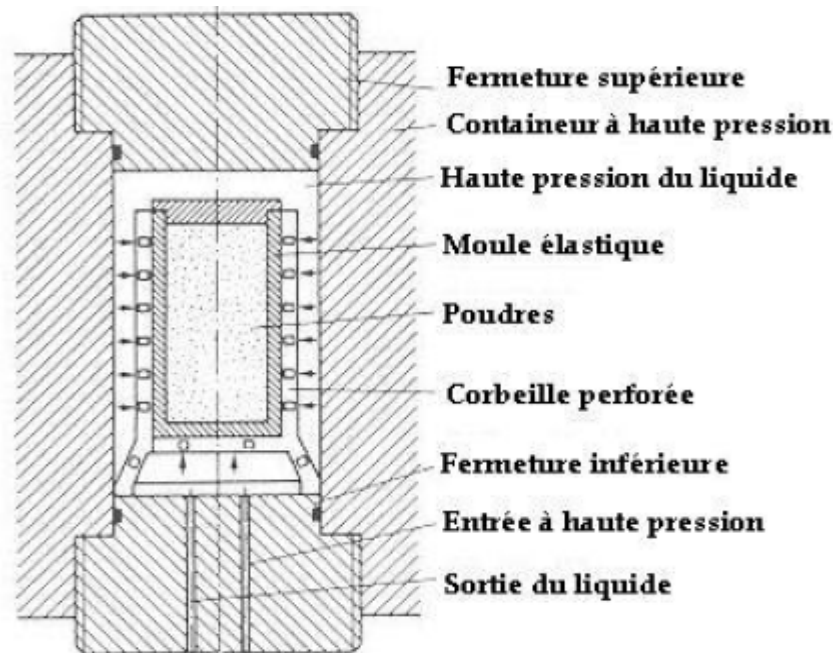


Fig.II.3 : Schéma d'un système de compaction isostatique [Schatt_W.1977]

II.1.3.2.3.2- Etape de densification par CIC

Durant le processus de compression isostatique à chaud, la poudre est mise dans un conteneur en titane dont la réactivité avec la poudre doit être la plus faible possible. L'ensemble est chauffé puis soumis à une grande aspiration pour éliminer l'air (mise sous vide) et l'humidité dans la poudre. Le conteneur est ensuite scellé sous vide par bombardement électronique et placé dans une enceinte haute pression conduisant à la formation de liaisons métallurgiques fortes à travers le comprimé [29]. Une fois la poudre

densifiée, le conteneur est éliminé et la pièce est soumise à d'éventuelles opérations de finition.

Les étapes consécutives d'élaboration de pièces mécanique par CIC sont schématisées par la figure II.4

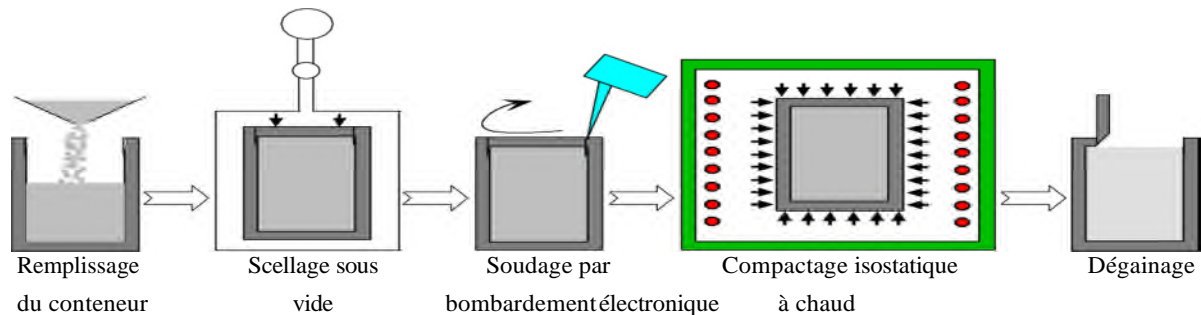


Fig. II.4 : Etapes de densification de poudres par CIC [8].

Avant d'être soumise aux paramètres de traitement par CIC, la poudre est versée et tassée dans un conteneur ayant la même forme de la pièce désirée. Celui-ci doit être fait d'un matériau supportant les hautes températures et suffisamment déformable pour ne pas entraver la densification.

C'est une opération importante car toute trace d'oxygène entraînera la formation d'oxydes à la périphérie des particules et la présence d'un gaz dans la poudre risque de gêner la fin de la densification [30,31].

La densification de la poudre soumise à la compression isostatique à chaud est assurée par les atomes du gaz pressurisé qui entrent en collision avec la surface de l'échantillon comme cela est schématisé à la figure II.5.

Sous l'effet de la pression et de la température, les pores et les défauts de la pièce à traiter se déforment et s'éliminent en se déplaçant vers la surface.

Après compactage, l'enveloppe servant à contenir la poudre et donner la forme à la pièce finale est éliminée par usinage mécanique ou dissolution chimique. Des noyaux massifs doivent souvent être insérés à l'intérieur du conteneur pour les pièces comportant des parties creuses. Ces inserts ne doivent pas se déformer pendant le cycle thermomécanique et doivent pouvoir se retirer facilement à l'issue du procédé [30].

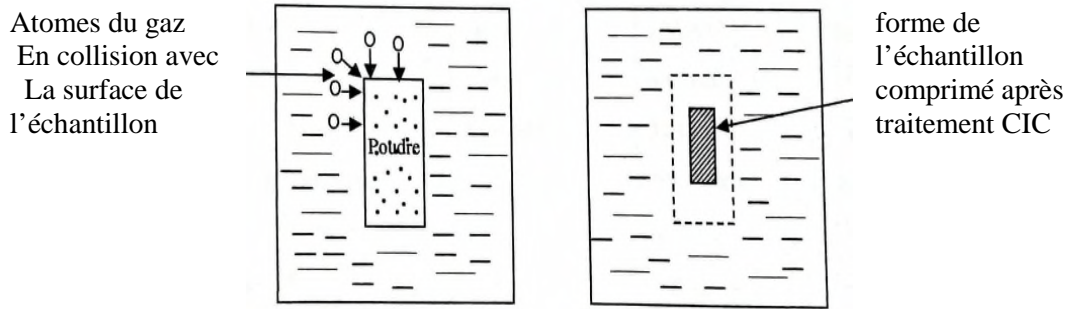


Fig II.5 : Illustration de la CIC d'un échantillon de poudre.

II.1.3.2.3.3- Cycle opératoire CIC

Un cycle de compression isostatique à chaud est un ensemble d'étapes où les variations de la pression et de la température sont rigoureusement contrôlées. Ces étapes peuvent constituer des montées, des paliers ou des descentes comme le montre l'exemple de la figure II.6. Une fois la température et la pression de palier sont atteintes, elles sont maintenues constantes durant une durée appelée temps du palier. A la fin de ce temps, les gaz dans l'enceinte de compression sont évacués progressivement jusqu'à atteindre la pression atmosphérique. Le comprimé peut alors être récupéré dès que la température est suffisamment basse pour éviter sa contamination par l'oxygène une fois que l'enceinte est ouverte.

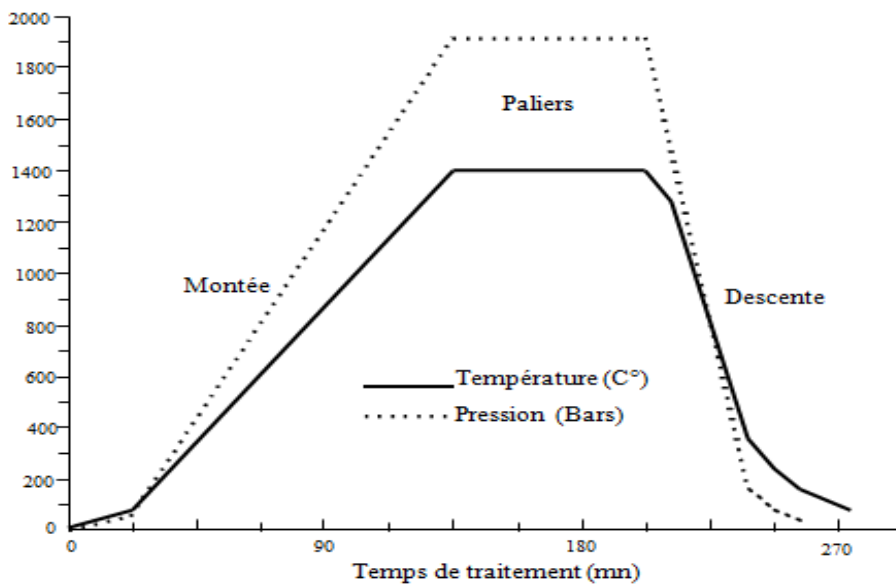


Fig.II.6: Cycle de traitement de compression isostatique à chaud [8].

II.2- Etude des carbures cimentés

Nous exposons les différentes techniques expérimentales utilisées dans le but de mettre en évidence l'influence des conditions expérimentales de la technique d'élaboration par C.I.C et plus particulièrement de l'encapsulation, sur les propriétés mécaniques des produits finis en carbure cimenté WC-Co.

II.2.1- Essais mécaniques

Les essais mécaniques sont l'étape indispensable pour accéder aux grandeurs caractéristiques des matériaux. Les essais mécaniques réalisés sont des essais de dureté, dans le but d'étudier les propriétés mécaniques du matériau (WC-Co).

II.2.1.1- Essais de dureté

La grande dureté des WC-Co rend la préparation des échantillons et l'usinage d'éprouvettes difficiles et onéreux. L'essai de dureté apparaît donc comme une méthode très attractive pour la mesure des propriétés mécanique de ces alliages.

Les essais de la dureté de symbole général H permettent des mesures très localisées aux très faibles charges, elle caractérise la capacité des échantillons élaborés par C.I.C à résister à la pénétration (empreintes) et à l'usure. Elle peut être évaluée en mesurant une empreinte laissée en surface par un poinçon agissant sous l'action d'une force connue (essais Brinell, Vickers et Rockwell) mais aussi par une hauteur de rebondissement d'un objet très dur sur la surface à tester. Dans notre étude, on s'intéresse au duromètre Rockwell HRC de type HECKERT (figure II.6), le pénétrateur est un cône, en acier trempé en carbure de tungstène ou en diamant, ou un cône en diamant de diamètre D dont l'angle au sommet est de 120° . L'essai consiste à imprimer la bille sous l'action d'une charge P est de 150 Kgf à la surface d'un matériau. Après, nous avons polis mécaniquement les échantillons au papier abrasif puis à la pâte diamantée jusqu'à l'obtention d'une surface sans rayures.

La charge est appliquée pendant une durée normalisée de 30 secondes. Après le retrait de l'indenteur, on peut voir l'empreinte à l'aide d'un microscope.



Fig.II.6 : Le durometre HRC et le microscope.

II.2.2- Caractérisation des échantillons par microscopie électronique à balayage

II.2.2.1 - Préparation des échantillons

Les échantillons observés en microscopie à balayage sont découpés à l'électro-érosion puis polis, tout d'abord sur des disques diamantés (lubrifiés à l'eau), puis à l'aide de pâtes diamantées jusqu'à un grain de $1 \mu\text{m}$ en utilisant un lubrifiant à base d'alcool. En effet, l'utilisation de l'eau dans la phase terminale du polissage oxyde et attaque le cobalt qui apparaît alors creusé sur les images de microscopie.

II.2.2.2- Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage de type FILIPS XL 30. Le filament est en tungstène et la tension généralement appliquée est de 20 KV. Les images sont formées à partir de la détection soit des électrons secondaires émis par l'échantillon car ils donnent essentiellement des renseignements sur la topographie de la surface ou des électrons rétrodiffusés donnent des informations concernant leur composition. Il est utilisé pour observer la microstructure des échantillons, particules de poudres ou massifs à surface soigneusement préparées. Cette technique est principalement basée sur la détection des rémissions électroniques des surfaces des échantillons balayées par un fin faisceau d'électrons incidents. La microscopie électronique à balayage constitue un des outils puissants de la caractérisation microstructurale des matériaux.

Dans notre étude, nous nous sommes surtout intéressés à l'émission d'électrons secondaires car ils donnent essentiellement des renseignements sur la topographie de la

surface. Et celles réalisées à partir des électrons rétrodiffusés donnent des informations concernant leur composition. Le plus souvent nous avons travaillé en mode électrons rétrodiffusés.

Le microscope utilisé est souvent couplé à un système d'analyse par dispersion d'énergie EDS-X (Energie Dispersive of X-rays) permet la détection rapide et simultanée des éléments de l'échantillon.

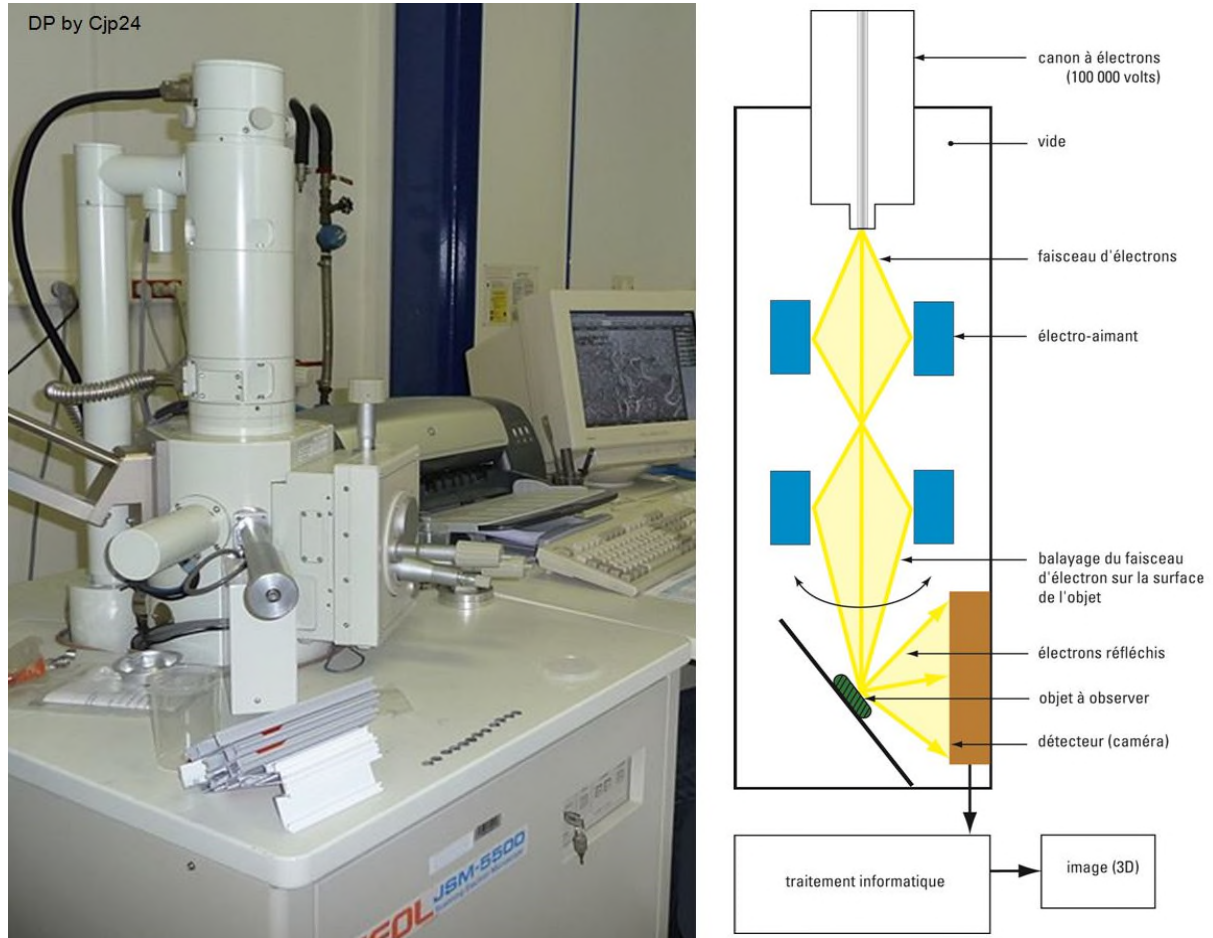


Fig.II.7 : Photographie du microscope électronique à balayage MEB.

Nous étudions dans ce chapitre, les caractéristiques des mélanges de poudre de carbure de tungstène et de cobalt ainsi que les caractéristiques des matériaux obtenus par compression isostatique à chaud. Les résultats obtenus sont ainsi discutés, cela nous permettra de faire la comparaison entre les propriétés des deux types de carbures cémentés élaborés.

III.1 Caractérisation des poudres de WC, Co et de leurs mélanges

La détermination des caractéristiques des poudres nous permet de mieux comprendre les phénomènes qui peuvent se produire lors du cycle de traitement de C.I.C. Les propriétés d'un produit élaboré par les techniques de la métallurgie des poudres dépendent des caractéristiques de la poudre de base. La détermination de l'influence des paramètres comme la teneur en carbone et la pureté de la poudre lors des différentes étapes de fabrication du produit, nécessite la caractérisation de la poudre de départ.

Une série de six échantillons à base de mélanges de poudres de carbures de tungstène et de cobalt ont été élaborés par compression isostatique à chaud à des différents pourcentages massiques de cobalt, les températures de traitement utilisées sont comprise entre 1250 et 1450°C.

Trois échantillons de WC-Co avec des pourcentages massiques 8,11 et 20% en cobalt ont été élaborés par compression isostatique à chaud (CIC) à une température de 1250°C. Et trois autres échantillons de mêmes compositions ont été densifiés par CIC à une température de 1450°C. La pression utilisée est de 1950 bars.

Les mélanges de poudre de WC et de Co ont été analysés chimiquement avant de procéder à leur densification par compression isostatique à chaud. Les compositions chimiques des mélanges de poudres obtenues sont indiquées dans le tableau III.1.

Echantillon	% en masse des éléments	
	Carbone	Cobalt
WC-Co ₈	5.3	7.9
WC-Co ₁₁	5.1	11.2
WC-Co ₂₀	4.9	20.1

Tableau III.1 : Composition des mélanges de poudres de base.

D'après les résultats obtenus on constate que les pourcentages massiques en carbone dans les trois mélanges de base sont inférieurs à la teneur stœchiométrique qui est de 6.12% en

masse de carbone. On constate que la concentration en carbone diminue quand la teneur en cobalt augmente.

III.2- Conditions expérimentales

Six échantillons à base de mélanges de poudres de carbone de tungstène et de cobalt ont été élaborés par compression isostatique à chaud.

Les essais de compression isostatique à chaud ont été réalisés sur les trois mélanges de poudres WC-Co. Le cycle de traitement C.I.C est régi par des programmes de pression et de température, le cycle C.I.C est un ensemble d'étapes ou en fait varier la température en gardant la même pression et la même durée de palier. Le cycle est un ensemble d'étapes ou la variation de la température et de pression est rigoureusement contrôlée. La montée en température est en moyenne de 15°C par minute et la montée en pression se fait à raison de 20 Bars par minute. Les conditions expérimentales utilisées sont regroupés dans le tableau III.2. Les cycles de pression et de température sont programmés séparément ce qui permet de concevoir une grande variété de cycle de traitement C.I.C. un exemple de cycle de traitement de compression isostatique à chaud utilisé pour élaborer les nuances de carbures cémentes étudiées est donné par la figure III.1. La réduction de la durée de traitement par C.I.C permet de limiter les effets néfastes du murissement d'Oswald et du mécanisme de dissolution-précipitation sur les propriétés mécanique du produit final. Le premier provoque un grossissement des grains des particules solides de WC et le second conduit à la formation de la phase η [27].

Mélange des poudres	Températures de traitement (°C)		Pression de traitement (bars)	Durée du traitement (min)
	1250	1450		
WC-Co ₈	1250	1450	1950	60
WC-Co ₁₁	1250	1450	1950	60
WC-Co ₂₀	1250	1450	1950	60

Tableau III.2 : Condition de traitement des mélanges de poudres par C.I.C

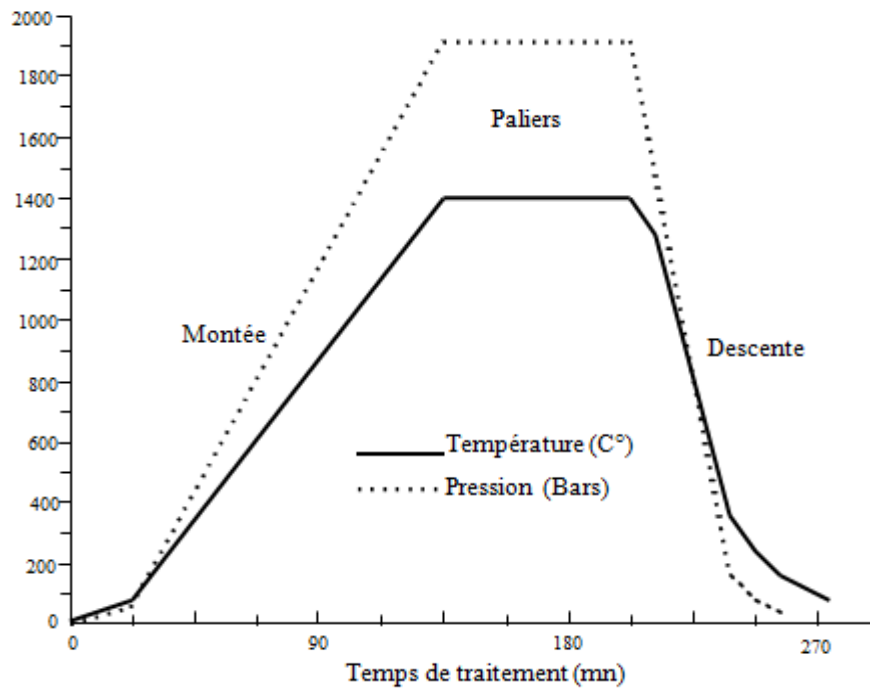


Fig.III.1: Cycle de traitement de compression isostatique à chaud.

III.3- Caractérisation des différents échantillons

III.3.1- Caractérisation mécanique

Les différents échantillons de carbures cimentés ont été testés à partir d'essais de dureté Rockwell HRC. Les essais permettent d'abord une évaluation de la dureté à un endroit bien précis de la microstructure ainsi que l'étude de l'homogénéité d'un échantillon à travers une filiation de mesures qui sont réalisés sur les deux types d'échantillons élaborés par la compression isostatique à chaud (C.I.C) à différentes températures sous une charge de 150 kgf appliquée pendant 30s. L'objectif visé est une évaluation du comportement mécanique de dureté de nos échantillons. Les résultats obtenus sont indiqués dans le tableau ci-dessous.

Echantillons	La dureté HRC des échantillons élaborés	
	C.I.C à 1250°C	C.I.C à 1450°C
WC-Co _{8%}	83.33 ± 13.65	85.00 ± 0.00
WC-Co _{11%}	80.00 ± 6.25	82.66 ± 7.095
WC-Co _{20%}	78.66 ± 3.78	81.00 ± 1.73

Tableau III.3 : Dureté Rockwell HRC des différents échantillons élaborés par C.I.C.

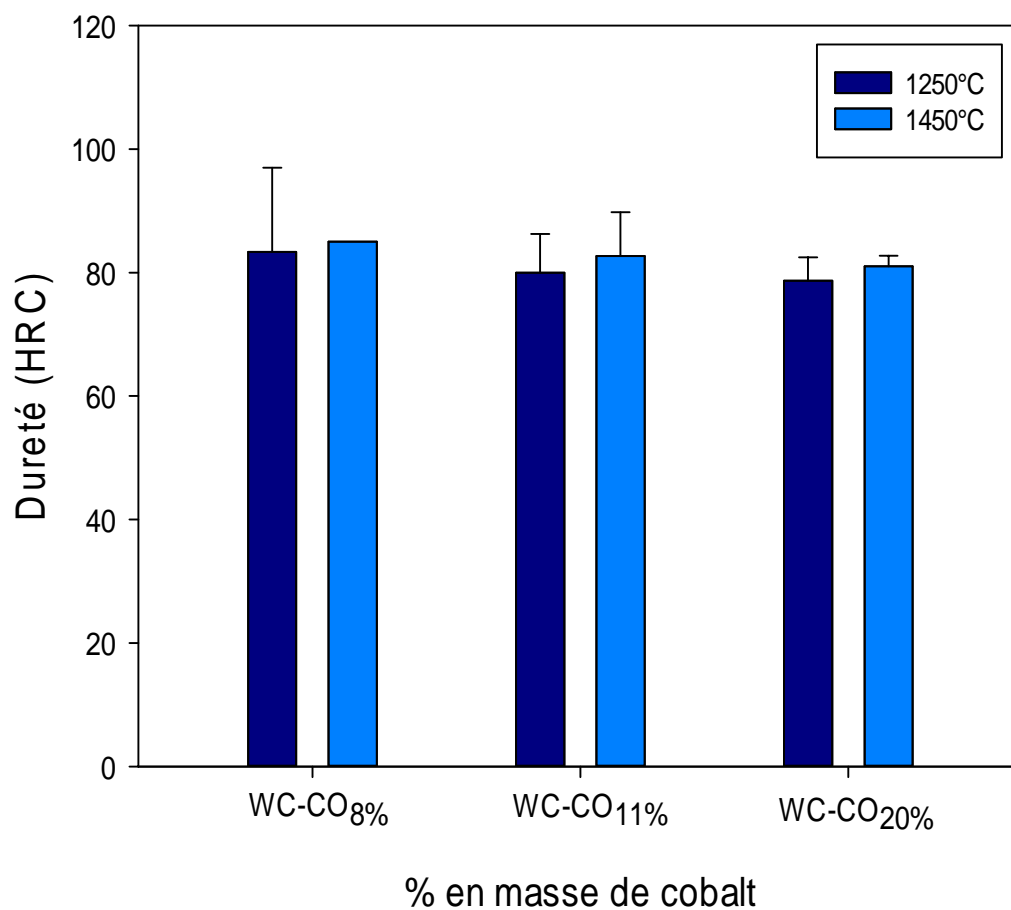


Fig. III.2 : Dureté Rockwell HRC réalisée sur les différents échantillons élaborés par C.I.C à des différentes températures.

D'après l'histogramme on remarque que la dureté augmente au fur et à mesure que la température de traitement augmente et la teneur en masse de cobalt diminue.

Sur la base des résultats obtenus, il est clairement visible que la température d'essai influe d'une manière significative le comportement mécanique de dureté Rockwell HRC de nos échantillons. En effet, la dureté moyenne dans les échantillons Traités à 1450°C est légèrement supérieure à celle obtenus à 1250°C. L'amélioration de la dureté est certainement due à la morphologie de la phase liante présentée sous une forme dispersées dans les échantillons traités par C.I.C à 1450°C.

La diminution de température de traitement conduit à une légère diminution de la dureté moyenne dans les échantillons élaborés par compression isostatique à chaud. Cette diminution est probablement due à la présence de microporosité dans les échantillons traités à 1250°C.

Les observations en microscope ont permis de prélever des empreintes présentées sur les figures III.3 et III.4 (a) c'est l'empreinte et le (b) c'est la déformation. Il ressort que la dureté moyenne correspondant aux échantillons élaborés par C.I.C à 1450°C est supérieure à celle des échantillons de même teneur en cobalt traité à 1250°C.

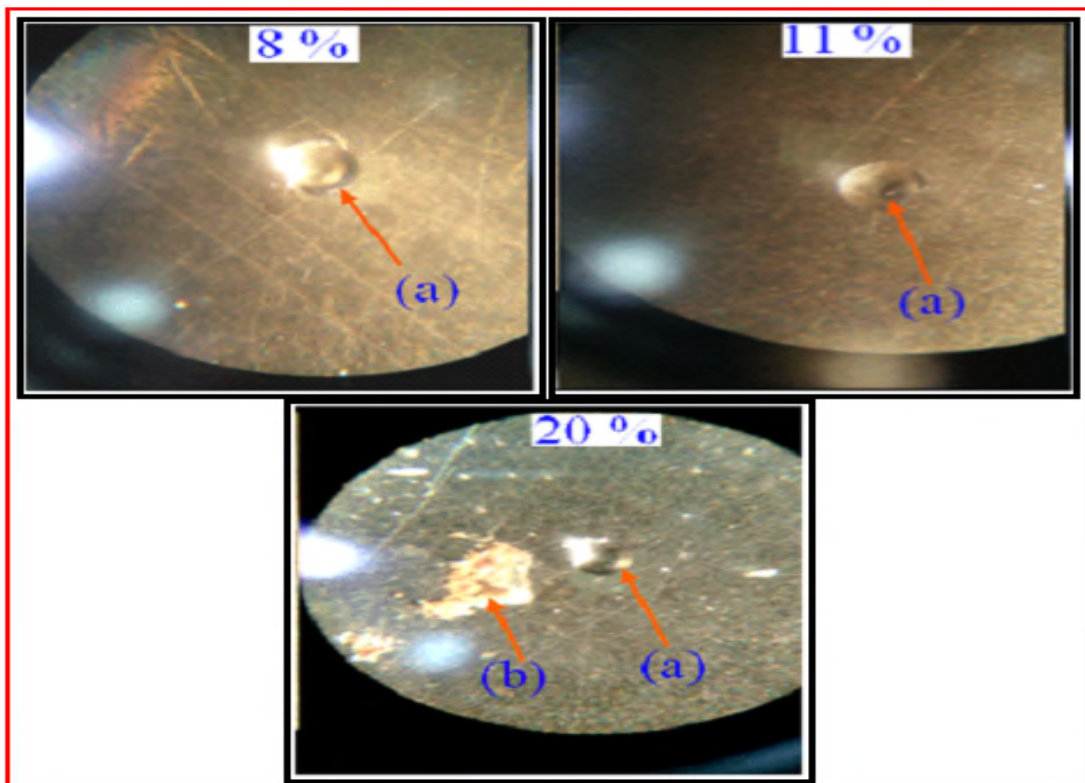


Fig.III.3 : Empreintes relevées en microscope optique des différents échantillons traités par C.I.C à 1250°C.

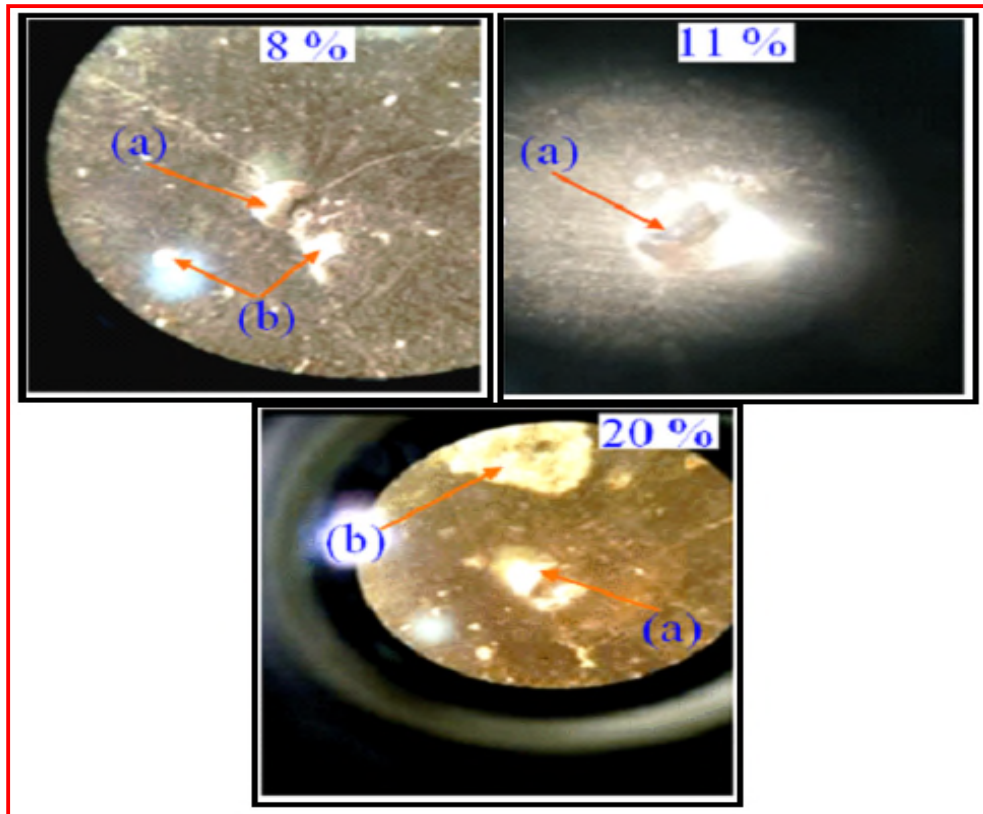


Fig.III.4 : Empreintes relevée en microscope optique des différents échantillons traités par C.I.C à 1450°C.

Les écarts types associés aux résultats d'analyse obtenus dans les deux types d'échantillons (figure III.2) montrent que le procédé de densification par C.I.C peut conduire à une optimisation de l'homogénéisation des composites WC-Co si les paramètres de traitement (température et pression) sont convenablement choisis.

III.3.2 Microscope électronique à balayage

Pour des analyses micrographiques, un microscope électronique à balayage (MEB) de type PHILIPS XL30 équipé d'un système de microanalyse par dispersion d'énergie (EDS-X) a été utilisé. Les images obtenues suite à la détection des électrons rétrodiffusés permettent d'avoir des contrastes de couleur traduisant la répartition des éléments chimiques dans les phases.

Le système EDS-X enregistre le rayonnement X produit lorsqu'un point, une ligne ou une surface de l'échantillon est bombardé par les électrons. La détection et le traitement de

rayonnement est diffusé permettent d'accéder aux teneurs des éléments dans la zone ciblée, de même logiciel identifié les rayonnements X caractéristique émis par une surface de l'échantillon et distingue les différents éléments chimiques correspondants.

Les surfaces des échantillons observées ont été préparées par des polissages mécaniques successifs à la pâte diamantée de 10 à 0.25 μm .

La microscopie électronique à balayage est l'un des moyens les plus puissants de l'imagerie de surface à haute résolution. Elle permet des observations en mode composition chimique et par topologie de surface. Les micrographies de la figure III.5 représentent les structures observées dans les échantillons obtenue par C.I.C à 1250°C elles peuvent être comparées aux micrographies de la figure III.6 correspondant aux structure observées dans les échantillons densifiés par compression isostatique à chaud à 1450°C.

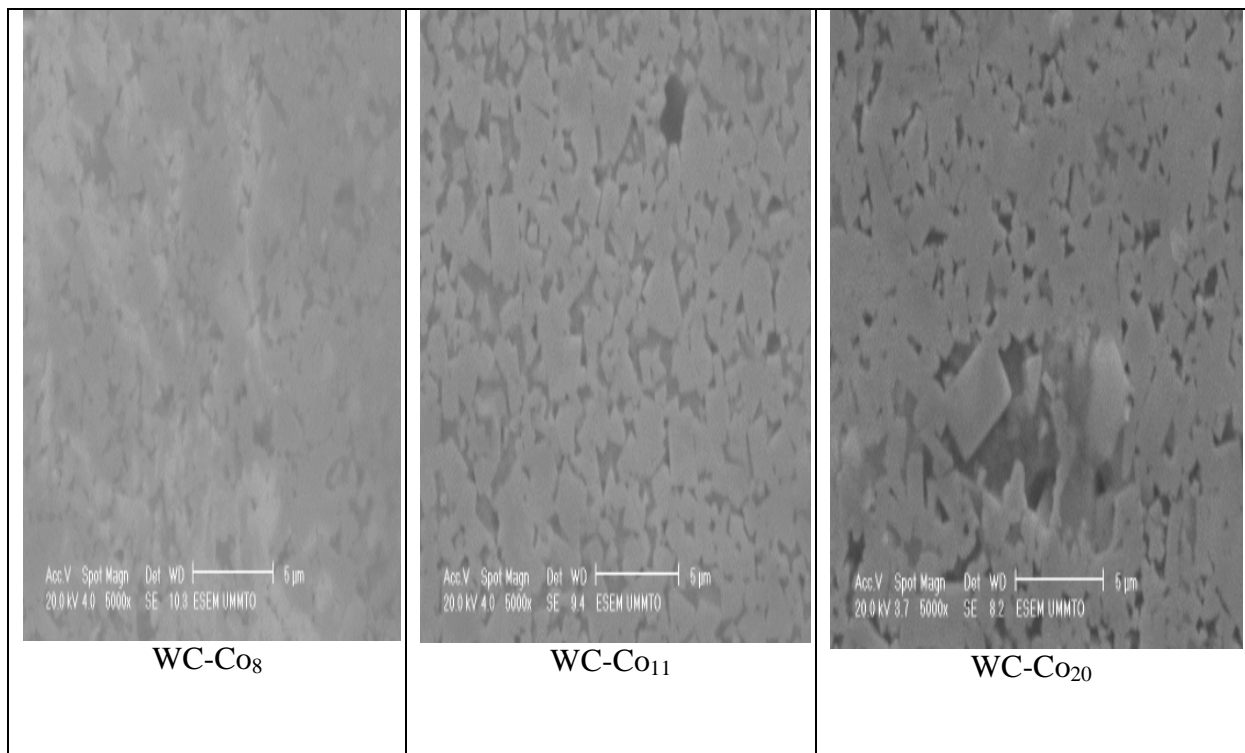


Fig.III.5 : Microstructures observées dans les échantillons densifiés par CIC à 1450°C.

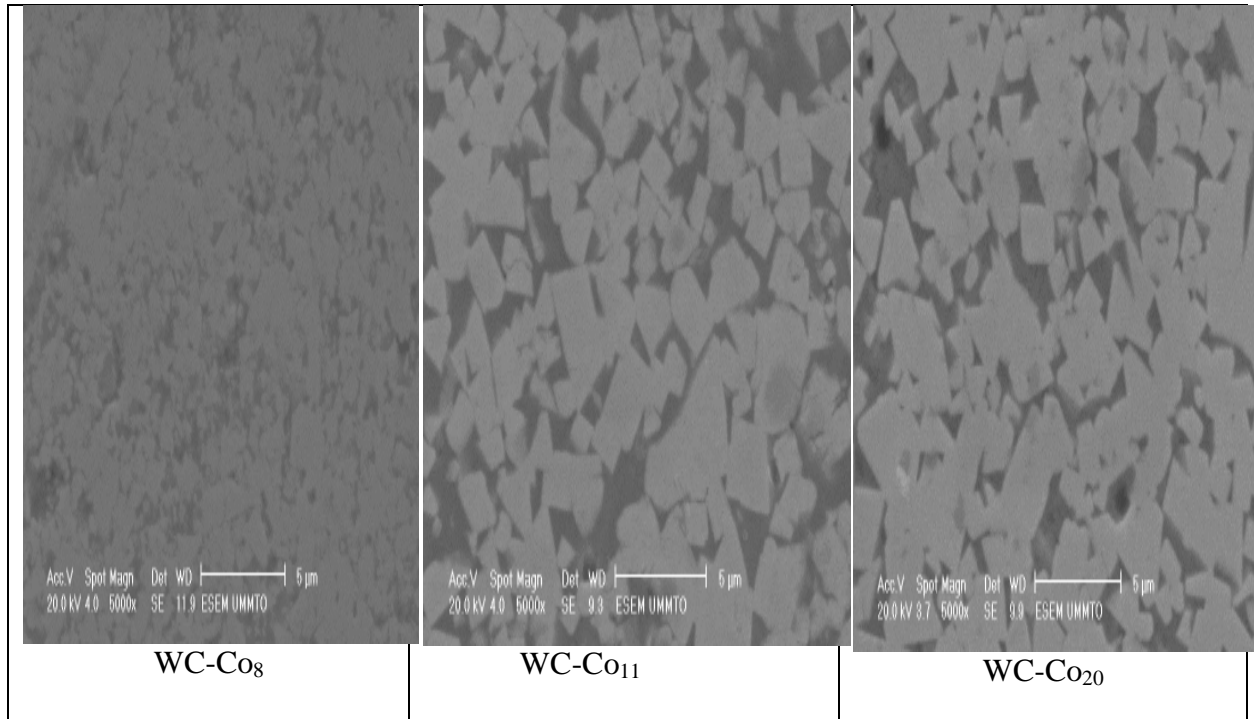


Fig.III.6 : microstructures observées dans les échantillons densifiés par CIC à 1250°C.

Sur les deux figures on observe les deux phases habituelles des alliages de WC-Co : des grains à facette de WC insèrent dans une phase liante de cobalt [29]. Les différentes micrographies montrent une phase claire qui est majoritaire constituée de grains facettés de WC et une autre phase de cobalt de couleur sombre.

On relève que la phase de cobalt présente une structure ouverte dans les alliages obtenus par compression isostatique à chaud à 1250°C. Les grains de carbure de tungstène ont une morphologie triangulaire ou rectangulaire. Ils sont restés anguleux et parfaitement distinguable les uns des autres. Parfois on les trouve sous forme d'amas comme le montre la micrographie de la figure III.6 correspondant à l'alliage contenant 8% en masse de cobalt.

Dans le cas des alliages densifiés par compression isostatique à chaud à 1450°C, les observations au microscope électronique à balayage ont permis de mettre en évidence une structure différentes à celles d'échantillons similaires a élaborés par C.I.C à 1250°C. Elle est caractérisée par une phase de cobalt fermée surtout dans le cas des alliages à faible teneur en cobalt (8 et 11% en masse de cobalt) ou le liant apparait finement dispersé sous forme de petites particules.

Quant à la phase de carbure de tungstène, elle se présente sous forme d'une phase constituée de graine difficile à distinguer.

Les observations en microscopie ont permis de mettre en évidence une très faible fraction volumique d'inclusions de carbone résiduel dans les échantillons élaborés par compression isostatique à chaud à 1250°C (figure III.7). Par contre aucune inclusion de noir de carbone n'apparent dans les échantillons élaborés par C.I.C à 1450. Ces échantillons présentent une meilleure homogénéité dans la répartition des phases dure et liante.

Il en résulte que les échantillons élaborés à 1250°C ne sont pas totalement densifiés et que leur homogénéité est moins bonne que celle des échantillons élaborés à 1450°C. Le procédé C.I.C à 1450°C semble donc très bien adapté pour l'obtention de carbures cémentés totalement densifiés.

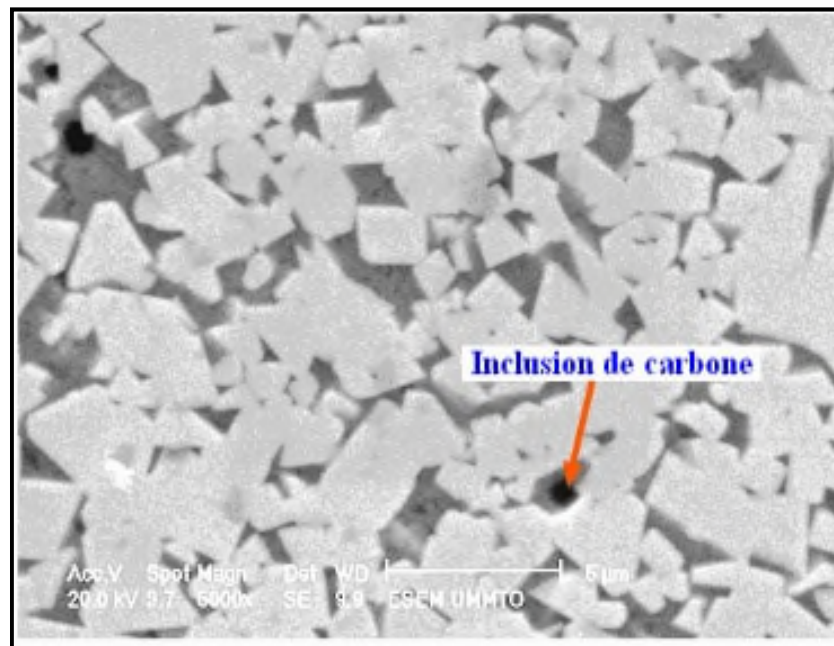


Fig.III.7 : Inclusion de noir de carbone dans l'échantillon WC-Co à 20% en masse de cobalt élaboré par C.I.C à 1250°C.

L'identification de la nature des inclusions est obtenue par une analyse X qualitative en effectuant un relevé expérimental cible sur la zone indiquée par une flèche sur la figure III.7. La comparaison des pics de spectre de raies obtenus nous permis de détecté la nature de l'inclusion. On remarque que le plus grand pique est celui de carbone donc il est constituée

essentiellement de carbone (figure III.8) fragilise le matériau et altérer ses propriétés mécaniques.

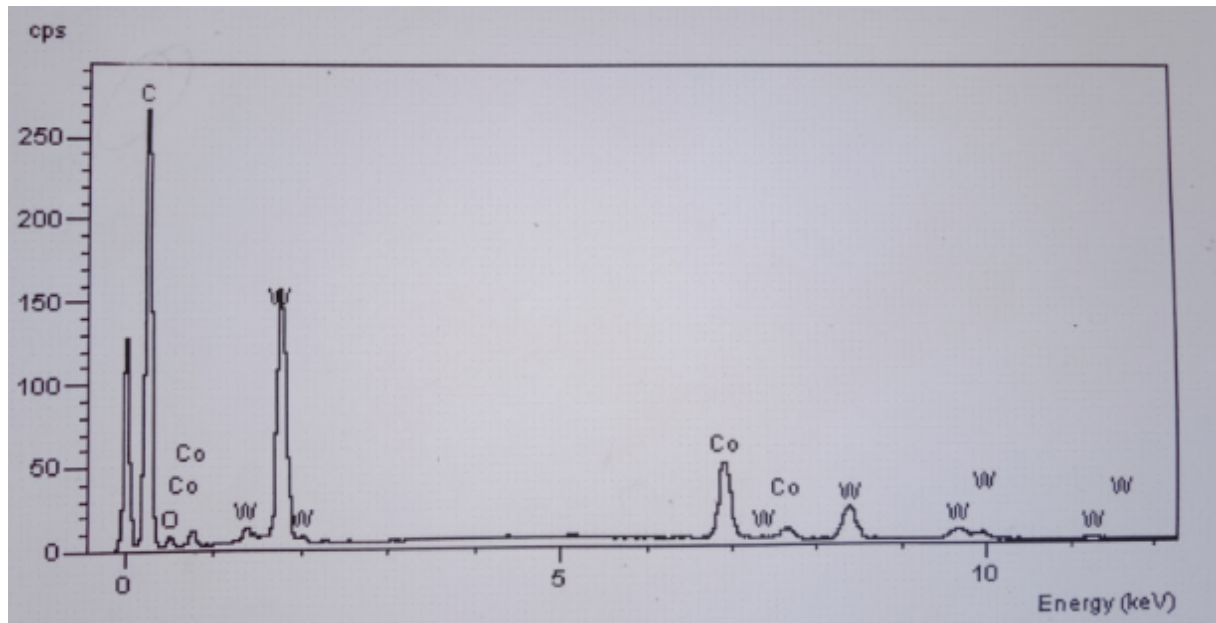


Fig.III.8 : Spectre d'analyse EDS-X de l'échantillon WC-Co₂₀ élaboré par C.I.C à 1250°C.

Dans le cadre de ce travail, six échantillons de carbure cimentés contenant 8,11 et 20% en masse de cobalt ont été élaborés par compression isostatique à chaud à des températures différentes 1250°C et 1450°C. L'objectif recherché est de mettre au point la température la mieux adaptée pour l'obtention de carbures cimentés à propriétés mécaniques améliorées.

La compression isostatique à chaud (CIC) est un puissant procédé de densification des mélanges de poudre de WC-Co totalement durcis et dotés de propriétés mécaniques améliorées. Elle est utilisée aussi bien dans les domaines industriels pour l'élaboration de matériaux nouveaux à propriétés spécifiques comme les superalliages et les nanostructures, que dans le domaine de la recherche scientifique pour mettre au point des matériaux avec des microstructures complexes impossibles à obtenir par la voie de la métallurgie classique.

Une étude comparative des propriétés des échantillons élaborés par compression isostatique à chaud à des températures de traitement différentes a été réalisée dans le cadre de ce travail.

La caractérisation microstructurale par microscope électronique à balayage nous a permis de comparer les différentes microstructures des échantillons élaborés par compression isostatique à chaud à des températures différentes 1250°C et 1450°C.

La phase de cobalt présente une structure ouverte dans les alliages obtenus par compression isostatique à chaud à 1250°C et une structure fermée dans les échantillons obtenus par compression isostatique à chaud à 1450°C.

Les grains de carbone de tungstène sont répartis de façon homogène dans les échantillons élaborés par compression isostatique à chaud à 1450°C.

Quand la teneur en cobalt est faible, certains grains de WC sont anguleux et difficile à distinguer les uns des autres. Cela est dû à la forte pression appliquée durant le palier de traitement par compression isostatique à chaud.

Les observations microscopiques ont permis de mettre en évidence une très faible fraction de carbone résiduel de les échantillons élaborés par compression isostatique à chaud à 1250°C. La forte pression appliquée dans les échantillons élaborés par compression isostatique à chaud à 1450°C est probablement à l'origine de la dissolution du graphite résiduel dans le cobalt en phase liquide.

La détermination des propriétés mécaniques à partir d'essais de dureté nous permet de constater que la dureté est nettement améliorée dans les échantillons élaborés par compression isostatique à chaud à 1450°C cela est dû certainement à la morphologie de la phase liante qui se trouve finement dispersée.

La fabrication de carbures cimentés à propriétés améliorées se font élaborés par le

procédé de densification des poudres par compression isostatique à chaud à haute température. En perspective il est intéressant d'optimiser les paramètres des cycles C.I.C pour élaborer des carbures cémentés à faible teneur en masse de cobalt.

Conclusion générale

Dédicaces

Je commence par remercier et rendre grâce à bon dieu pour la compétence et le courage qu'il m'a donnée et d'avoir éclairé mon chemin pour arriver à l'élaboration de ce travail.

Avec tout mon amour, je dédie ce modeste travail :

A la mémoire et l'âme de mon très cher père

A ma très chère et adorable maman qui m'a soutenu et encouragé durant toute ma vie.

Ma famille et mes amis

Je témoigne toute ma reconnaissance et mes sincères

remerciements à toute la promotion GPM2019.

MERIEM

INTRODUCTION GENERALE

Liste des figures et tableaux

Figure I.1 : (a) Structure cristalline hexagonale du carbure de tungstène (b) forme géométrique des monocristaux.

Figure I.2 : voie classiques de production de la poudre de carbure de tungstène.

Figure I.3. Distribution des phases dans un mélange de poudres.

Figure I.4 section verticale du diagramme de phase ternaire W-C-CO.

Figure I.5 : Les différents types de frittage.

Figure I.6 Évolution schématique du frittage de deux sphères.

Figure I.7 Étapes classiques durant le frittage en phase liquide du mélange de poudres [R.M. German. 1996]

Figure I.8: Représentation schématique des trois grandes étapes du frittage en phase liquide

Figure I.9. Réarrangement des particules.

Figure I.10.Mécanisme de dissolution – précipitation.

Figure I.11. Coalescence des grains.

Figure I.12 : Influence de la solubilité sur la densification d'un même solide (WC)

Figure II.1: Schéma représentatif de la préparation d'un conteneur pour le cycle de C.I.C

Figure II.2 : Schéma de principe de l'appareillage pour le soudage par bombardement électronique.

Figure II.3 : Schéma d'un système de compaction isostatique [Schatt_W.1977]

Figure II.4 : Etapes de densification de poudres par CIC

Figure II.5 : Illustration de la CIC d'un échantillon de poudre.

Figure II.6: Cycle de traitement de compression isostatique à chaud.

Figure II.6 : Le duromètre HRC et le microscope.

Figure II.7: Photographie du microscope électronique à balayage MEB.

Figure III.1: Cycle de traitement de compression isostatique à chaud.

Figure III.2 : Dureté Rockwell HRC réalisée sur les différents échantillons élaborés par C.I.C à des différentes températures.

Figure III.3 : Empreintes relevées en microscope optique des différents échantillons traités par C.I.C à 1250°C.

Figure III.4 : Empreintes relevées en microscope optique des différents échantillons traités par C.I.C à 1450°C.

Figure III.5 : Microstructures observées dans les échantillons densifiés par CIC à 1450°C.

Figure III.6 : Microstructures observées dans les échantillons densifiés par CIC à 1250°C.

Figure III.7 : Inclusion de noir de carbone dans l'échantillon WC-Co à 20% en masse de cobalt élaboré par C.I.C à 1250°C.

Figure III.8 : Spectre d'analyse EDS-X de l'échantillon WC-Co_{20%} élaboré par C.I.C à 1250°C.

Tableau III.1 : composition des mélanges de poudres de base.

Tableau III.2 : condition de traitement des mélanges de poudres par C.I.C

Tableau III.3 : dureté des deux types d'alliages élaborés par C.I.C.

Chapitre II

TECHNIQUE EXPERIMENTALES

Chapitre III

RESULTATS ET DISCUSSION

Chapitre I

RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- [1] H. Pastor, «Fabrication et propriétés d'utilisation des cermets carbure de tungstène-cobalt -prospective dans le domaine de la coupe», Matériaux et Techniques, pp 433-450, Décembre 1984.
- [2] H. Rabouhi, Etude comparative des alliages WC-Co élaborés à partir du frittage simple et de la compression isostatique à chaud, Thèse, Université de Bejaia, Algérie, 2009.
- [3] Cyril Faure. Nouveaux revêtements multicouches diamantés nanograins sur cermets WC-Co : étude des phénomènes microstructuraux intervenant aux interfaces lors de l'élaboration. Matériaux. Université Sciences et Technologies - Bordeaux I, 2010. Français.
- [4] ASM handbook, volume 7, "Power metal Technologies and Applications, Introduction to Metal Powder Production and Characterization", 1989, ASM International
- [5] G. Cizeron, "Métallurgie des poudres", la revue de Métallurgie -CIT/Science et Génie des Matériaux, Mai 1994.
- [6] Stéphane Bolognini, Propriétés mécaniques à haute température de cermets Ti (CN)-WC-MO-Co à gradient de composition pour outils de coupe. Thèse : école polytechnique Fédérale de lausanne, NO. d'ordre : 2016 A (2000)
- [7] H. Pastor : Propriétés du tungstène et de ses alliages. M570. Technique de l'ingénieur
- [8] A. Djermoune, Caractérisation d'un carbure cémenté WC-Co élaboré par compression isostatique à chaud : Etude de la réactivité de la gaine avec les composants WC et Co, Mémoire, Université A. Mira de Bejaia, Algérie.
- [9] L. Olmos, Etude du frittage de poudres par microtopographie in situ et modélisation discrète, Thèse, L'institut polytechnique de Grenoble, 2009.
- [10] "Introduction to Powder Metallurgy ", Thummler F. et oberacker R., Jenkins I. et Wood J.V., Ed. Institute of Materials 1993.
- [11] Anders Peterson, "Cemented Carbide Sintering: Constitutive Relations and Microstructural Evolution", Doctoral Dissertation, Stockholm 2004.

- [12] K. Frisk, L. Dumitrescu, "Development of database for cemented carbides: Thermodynamic modeling and experiments" *J.Phase Equilib* 22(2001), 645-655
- [13] B. Sandman, B. Jansson and J.-O. Andersson, "The Thermo-calc Databank System", *Calphad* 9 (1985), 153-190.
- [14] B. Uhrenius, « Phase Equilibria and the Sintering of Cemented Carbides », *Proc. Of the Powder Metallurgy World Congress – Paris 6-9 June 1994, Vol2*, pp. 1443-1450.
- [15] G. Cizeron, le frittage sous son aspect physico chimique, l'industrie céramique, n° 611, 1968.
- [16] Didier Bernache-Assolant et Jean-Pierre Bonnet : frittage : Aspects physicochimique : partie 1 : Frittage en phase solide AF6620. Techniques de l'ingénieur
- [17] H. Meziani, Elaboration d'un composite WC/Cu par infiltration, Mémoire, Université Mouloud Mammeri de Tizi ousou, Algérie, 2012-2013.
- [18] "Sintering theory and practice ", R.M.German, Ed. John Wiley and Sons, 1996.
- [19] Didier Bernache-Assolant et Jean-Pierre Bonnet : frittage : Aspects physicochimique : partie 2 : Frittage en phase liquide AF6621. Techniques de l'ingénieur
- [20] D. Bernache-Assolant, Chimie-physique du frittage, Edition Hermès Paris, Pages 178, 179, 194, 195, 214, 216, 288 et 306, (1993).
- [21] S. Bareche, Elaboration et oxydation de l'alliage (Ni-11% Al) en masse, Mémoire, Université Mouloud Mammeri de Tizi ousou, Algérie, 2011.
- [22] PETZOW G., HUPPMANN W.J., *Z. Metallkde*, 67 (9), p. 579-590.
- [23] B. Pintault, Réalisation par métallurgie des poudres d'alliages à base cuivre associant plusieurs modes de durcissement. Etudes des mécanismes de densification des poudres et du comportement plastique de divers alliages expérimentaux, thèse, Université de Poitiers, France, 1991.
- [24] D. Bouvard, E. Ouedraogo, Modeling of hot isostatic pressing : a new formulation using random variables, *Acta Metallurgica*, vol. 35(9), pp. 2323-2328, 1987.

- [25] C. Rizkallah, J.P. Fondère, H. F. Raynaud, A. Vignes, Conduite avancée du procédé de compactage isostatique à chaud (CIC). Application au compactage de l'Astroloy, Revue de Métallurgie, N°12, pp.1081-1095-2002.
- [26] <http://www.smt.sandvik.com>, HIP product advantages --- Sandvik Technology.
- [27] B.K. Lograsso, D. A. Koss, Densification of titanium powder during hot isostatic pressing, Metallurgical Transactions A, vol. 19A, pp. 1767-1773, 1988.
- [28] W.E. Frazier, J. Waldman, P. A. Parrish, Intelligent processing of p/m materials, RTO MP-9, Belgique, 1998.
- [29] <http://www.azom.com>, Hot Isotactic Pressing, The A to Z of Materials and AZojomo, Pty, Ltd,2009.
- [30] D. Bouvard, Métallurgie des poudres, Hermès Science Publications, France, 2002.
- [31] A. G. Tsipunov, Yu. F. Bokilii L. N. Mochenko, Production and sealing of capsules for the hot isostatic pressing powders, Poroshkovaya Metalurgiya, vol. 8(176), pp.99-101, 1977.

Remerciements

Tout d'abord, nous tenons à remercier le bon Dieu pour nous avoir donné le courage et la santé à finaliser ce travail.

Nous tenons à présenter nos sincères remerciements et notre gratitude à la promotrice:

Madame RABOUHI HASSIBA pour sa disponibilité, son aide précieuse, son soutien tout au long de ce travail et ses conseils qui nous ont été très utiles.

Nous remercions également tous les membres du jury qui ont examiné ce travail avec bienveillance, pour nous avoir fait l'honneur de présider le jury qui ont eu l'amabilité de juger ce modeste travail.

Un grand merci aux doctorants de génie mécanique en particulier pour leurs aides précieuses.

Monsieur, YOUNES, docteur à l'université de Bejaia pour nous avoir fait les essais de dureté et monsieur, ALLAG, de l'université de TIZI OUZOU pour nous avoir fait Les analyses de microscope électronique à balayage.

Merci à tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce mémoire.

Remerciements

Dédicaces

Listes des figures et des tableaux

INTRODUCTION.....1

CHAPITRE I : RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1- Elaboration et densification des poudres de carbure de tungstène et de cobalt.....4

I.1.1- Elaboration de la poudre de carbure de tungstène.....5

I.1.1.1- Elaboration de la poudre de tungstène5

I.1.1.2- Elaboration de la poudre de carbure de tungstène.....6

I.1.2- Elaboration de la poudre de cobalt.....8

I.1.3- Elaboration des mélanges WC-Co.....8

I.1.3.1- Le broyage9

I.1.3.2- Séchage.....9

I.1.4- Procédés de densification des poudres10

I.1.4.1- Consolidation des mélanges.....10

I.1.4.2- Le frittage12

I.1.4.2.1- Différents types de frittage.....12

I.1.4.2.1.1- Frittage en phase solide.....13

I.1.4.2.1.2- Frittage en phase liquide.....13

a- Réarrangement des particules.....15

b- Dissolution-précipitation.....16

c- Grossissement des grains (coalescence).....16

I.1.4.2.2- La température du frittage.....17

I.1.4.2.3- L'atmosphère de frittage.....17

I.1.4.2.4- La solubilité17

I.1.4.3- Compression isostatique à chaud	18
I.1.4.3.2- Avantages de la CIC	19

CHAPITRE II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II.1- Elaboration des carbures cémentés WC-Co.....	22
II.1.1- Préparation des poudres de tungstène et de cobalt.....	22
II.1.2- Mélange des poudres.....	22
II.1.3- Densification des mélanges	23
II.1.3.1- Consolidation des mélanges.....	23
II.1.3.2 Compression isostatique à chaud.....	23
II.1.3.2.1- Encapsulation des poudres.....	23
II.1.3.2.2- Le Soudage.....	24
II.1.3.2.3- La compression isostatique à chaud.....	26
II.1.3.2.3.1- principe de la CIC.....	26
II.1.3.2.3.2- Etape de densification par CIC.....	26
II.1.3.2.3.3- Cycle opératoire CIC.....	28
II.2- Etude des carbures cémentés.....	29
II.2.1 - Essais mécaniques.....	29
II.2.1.1- Essais de dureté.....	29
II.2.2- Caractérisation des échantillons par microscopie électronique à balayage.....	30
II.2.2.1- Préparation des échantillons.....	30
II.2.2.2- Microscope électronique à balayage (MEB).....	30

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

III.1- Caractérisation des poudres de WC, Co et de leurs mélanges.....	32
III.2- Conditions expérimentales.....	33
III.3- Caractérisation des différents échantillons	34
III.3.1- Caractérisation mécanique.....	34
III.3.2- Microscope électronique à balayage.....	38

IV- CONCLUSION.....42

V- BIBLIOGRAPHIE

Résumé

Nous avons cherché, dans le cadre de ce travail, à optimiser les propriétés mécaniques des carbures cimentés en procédant à la densification des mélanges WC-Co par compression isostatique à chaud (CIC). L'objectif recherché est la densification maximale et homogène des mélanges qu'ils soient de forte ou de faible teneur en cobalt. Les mélanges de poudres sont mis dans des conteneurs scellés sous vide pour éviter toute contamination au cours de leur densification dans l'enceinte de la presse utilisées. Notre choix s'est porté sur le titane, matériau qui semble ne présenter aucune réactivité avec les constituants WC et Co. Au cours de ce travail, nous avons mis en œuvre les techniques de la M.d.p pour élaborer des carbures cimentés à partir de mélanges de poudres de carbure de tungstène et de cobalt contenant 8,11 et 20% en masse de cobalt. Les trois mélanges de poudres ont été densifiés à des différentes températures par CIC. Une étude comparative des propriétés des deux types de carbures cimentés a pu être ainsi réalisée. Nous examinerons l'influence du différent paramètre susceptible d'optimiser les propriétés mécaniques des carbures cimentés. Des observations en microscopie électronique à balayage permettent de mettre en évidence les microstructures observées dans les deux types de matériaux étudiés

In the framework of this work, we have sought to optimize the mechanical properties of cemented carbides by densifying WC-Co mixtures by hot isostatic compression (HIP). The desired objective is the maximum and homogeneous densification of mixtures of high and low cobalt content. . The mixtures of powders are placed in sealed containers under vacuum to prevent any contamination during their densification in the enclosure of the press used. Our choice fell on the titanium material which seems to have no reactivity with the constituents WC et Co. during this work we used powder metallurgy techniques to develop cemented carbides from mixtures of powders of tungsten carbide and cobalt containing 8,11 and 20% by weight of cobalt. The three powder mixtures were densified at different temperatures by HIP. A comparative study of the properties of the two types of cemented carbides could thus be realized. We will examine the influence of the different parameters likely to optimize the mechanical properties of cemented carbides. Observations by scanning electron microscopy make it possible to highlight the microstructures observed in the two types of studied materials.