



جامعة بجاية  
Tasdawit n Bgayet  
Université de Béjaïa

RÉF : .....

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR

ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE ABDERRAHMANE MIRA BEJAIA

FACULTÉ DE TECHNOLOGIE

DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE

MEMOIRE

PRÉSENTÉ POUR L'OBTENTION DU DIPLÔME DE

MASTER

FILIÈRE : GÉNIE MÉCANIQUE

SPÉCIALITÉ : INSTALLATION ÉNERGÉTIQUE ET TURBOMACHINES

PRÉSENTÉ PAR :

CHEMALI MAHMOUD

## Thème

---

### **ELABORATION ET CARACTERISATION DES CARBURES CEMENTES PAR COMPRESSION ISOSTATIQUE A CHAUD**

---

Soutenu le 08/07/2021

Devant le jury composé de :

<b>Mr. KHIREDDINE AbdelKrim</b>	Professeur Université A. Mira de Bejaia	<b>Président</b>
<b>Mr. BERRAH Smail</b>	Professeur Université A. Mira de Bejaia	<b>Examineur</b>
<b>Mme. RABOUHI Hassiba</b>	M.C.A Université A. Mira de Bejaia	<b>Promotrice</b>

ANNÉE UNIVERSITAIRE 2020-2021

# REMERCIEMENTS

Je voudrais exprimer en ces quelques lignes mes vifs remerciements à tous ceux qui m'ont aidé à parachever ce travail.

Je tiens à exprimer ma haute considération à Ma promotrice, Madame RABOUHI Hassiba, qui m'a fait l'honneur d'accepter de diriger ce travail, tout en exprimant ma vive reconnaissance pour l'intérêt scientifique qu'elle a apporté à cette étude, le temps qu'elle m'a patiemment consacré, malgré ses multiples responsabilités pédagogiques. La rigueur de sa démarche intellectuelle, la pertinence de ces conseils dont j'ai eu le privilège de bénéficier. J'apprécierais encore à entreprendre sous son autorité de nouveaux travaux de recherche car j'ai encore tant à apprendre.

Je tiens à remercier vivement Monsieur le Professeur KHIREDDINE AbdelKrim d'avoir bien voulu juger ce travail et d'accepter la présidence du jury.

Puisse Monsieur BERRAH Smail, trouver ici l'expression de mes profondes gratitude pour l'attention qu'il porte à ce travail en acceptant de le juger et l'examiner.

Merci enfin, à mes parents, frères et sœur pour leur soutien moral et matériel, et les sacrifices qu'ils ont faits pour que je termine mes études. Ce travail est aussi le leur.

# SOMMAIRE

**Introduction générale** ..... (1)

## **Chapitre I : RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES**

I-1- Introduction sur la métallurgie des poudres ..... (3)

I-2- Caractéristiques des poudres métalliques ..... (4)

I-3- préparation de la poudre de carbure de tungstène ..... (5)

I-3-1- préparation du tungstène ..... (5)

I-3-2- carburation du tungstène ..... (6)

I-3-3- Préparation de la poudre de cobalt ..... (9)

I-4- Obtention des mélanges WC-Co ..... (9)

I-5- Broyage ..... (10)

I-6- Séchage ..... (11)

I-7- procédé de densification des poudres ..... (13)

I-7-1- consolidation des poudres de WC-Co ..... (14)

I-7-2- la compression des poudres ..... (16)

I-7-3- Frittage ..... (16)

I-7-3-1- Frittage en phase liquide ..... (18)

I-7-3-2- Frittage en phase solide ..... (21)

I-7-4- La Compression isostatique à chaud (CIC) ..... (23)

I-7-5- Les avantages de la (CIC) ..... (24)

## **Chapitre II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

II-1- Préparation des poudres ..... (26)

II-1-1- Préparation des poudres de tungstène et de cobalt ..... (26)

II-1-1-1- Réduction du trioxyde de tungstène ..... (26)

II-1-1-2- Fabrication de la poudre de tungstène ..... (27)

II-1-1-3- Fabrication de la poudre de cobalt .....	(27)
II-1-1-4- Mélange des poudres .....	(27)
II-2- Compression isostatique à chaud .....	(28)
II-2-1- Principe de la CIC .....	(28)
II-2-2- La description de la presse .....	(28)
II-2-3- Réalisation du conteneur .....	(31)
II-2-4- Encapsulation des poudres .....	(32)
II-2-5- Soudage .....	(32)
II-2-6- Compactage isostatique à chaud .....	(34)
II-2-7- Dégainage .....	(34)
II-3- Réalisation des cycles de traitement .....	(35)
II-4- Etude des carbures cémentés .....	(36)
II-4-1- Essais mécaniques .....	(36)
II-4-2- Diffraction des rayons X .....	(37)
II-4-3- Microscope électronique à balayage .....	(38)

### **Chapitre III : TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

III-1- Poudres de base .....	(40)
III-2- conditions expérimentales .....	(40)
III-2-1- compositions chimiques .....	(40)
III-2-2- Elaboration des échantillons .....	(41)
III-3- Structures des échantillons .....	(42)
III-3-1- analyse par diffraction des rayons X .....	(42)
III-4- Microscope électronique à balayage .....	(45)
III-5- caractéristiques mécaniques des échantillons .....	(48)
III-6- Discussion des résultats .....	(50)
<b>Conclusion générale</b> .....	(53)

## LISTE DES FIGURES

<b>Fig.I.1 : Le procédé de fabrication complet de la métallurgie des poudres .....</b>	<b>(4)</b>
<b>Fig.I.2 : voie classique de production de la poudre de carbure de tungstène. ....</b>	<b>(8)</b>
<b>Fig.I.3 : Distribution des phases dans un mélange de poudres .....</b>	<b>(10)</b>
<b>Fig.I.4 présente les étapes de préparation du mélange des poudres de WC-Co.....</b>	<b>(12)</b>
<b>Fig.I.5 Évolution de la densité relative au cours des étapes de densification. ....</b>	<b>(13)</b>
<b>Fig.I.6 : cycle de compression à froid.....</b>	<b>(15)</b>
<b>Fig.I.7 : différents types de frittage. ....</b>	<b>(17)</b>
<b>Fig.I.8 : Mécanisme de réarrangement par force capillaire.....</b>	<b>(19)</b>
<b>Fig.I.9 : Mécanisme de dissolution – précipitation. ....</b>	<b>(19)</b>
<b>Fig.I.10. La coalescence des grains .....</b>	<b>(20)</b>
<b>Fig.I.11 : les étapes de frittage en phase liquide. ....</b>	<b>(21)</b>
<b>Fig.I.12 : Schématisation du procédé de frittage en phase solide.....</b>	<b>(22)</b>
<b>Fig.I.13. Compaction isostatique à chaud. ....</b>	<b>(23)</b>
<b>Fig.II.1 Schéma de principe de l'installation C.I.C.....</b>	<b>(30)</b>
<b>Fig.II.2 : dimension du conteneur en titane et de son bouchon.....</b>	<b>(31)</b>
<b>Fig.II.3 : Schéma de principe de l'appareillage pour le soudage par bombardement électronique.....</b>	<b>(33)</b>
<b>Fig.II.4 : Etapes de densification de poudres par CIC .....</b>	<b>(34)</b>
<b>Fig.II.5 : Cycle de traitement de compression isostatique à chaud .....</b>	<b>(35)</b>
<b>Fig.II.6 : Le micro duromètre SHIMADZU HMV 2000.....</b>	<b>(37)</b>
<b>Fig.II.7 : diffractomètres de type XRG 3000.....</b>	<b>(38)</b>
<b>Fig.II.8 : Microscope électronique à balayage JEOL 5600LV.....</b>	<b>(38)</b>
<b>Figure II.9 : principe de fonctionnement de microscope électronique à balayage .....</b>	<b>(39)</b>
<b>Fig.III.1 : Spectre de diffraction X de l'échantillon obtenu par CIC avec conteneur en titane.....</b>	<b>(42)</b>
<b>Fig.III.2 : Spectre de diffraction X de l'échantillon obtenu par CIC avec conteneur en acier.....</b>	<b>(43)</b>
<b>Fig.III.3. Spectre de diffraction X enregistré au centre de l'échantillon obtenu par CIC à 1400°C avec un conteneur en acier.....</b>	<b>(44)</b>

**Fig.III.4 : Microstructure observé dans l'échantillon densifié par CIC avec la gaine en titane..... (46)**

**Fig.III.5 : Microstructure observée au voisinage de l'interface (gaine en acier - Comprimé) de l'échantillon densifié par CIC ..... (46)**

**Fig.III.6 : Cartographies mettant en évidence la diffusion du fer dans l'échantillon avec la gaine en acier..... (47)**

## **LISTE DES TABLEAUX**

**Tableau 1 : condition de traitement des mélanges de poudre par C.I.C ..... (41)**

**Tableau 2. Micro duretés des deux types d'alliages élaborés ..... (49)**

# **INTRODUCTION GENERALE**

### Introduction générale

Les techniques de la métallurgie des poudres, étant un ensemble de procédés technologiques permettant la réalisation de composants de formes prédéterminées à partir de poudres (métalliques, céramiques ou composites) dont la granulométrie et la constitution sont maîtrisées, cette méthode d'élaboration de matériaux et de pièces mécaniques est positionnée comme une solution technique et innovante dans plusieurs secteurs de l'industrie, non seulement elle apporte un intérêt qui provient du fait qu'elle permet la fabrication de pièces mécaniques, à moindre coût, mais elle permet aussi la réalisation de pièces de précision difficile à obtenir par d'autres procédés et ce sans encourir de perte de matériaux. [1]

Elle est employée soit parce qu'elle est un moyen commode de produire certains métaux, ou alliages, dotés de propriétés physiques ou mécaniques particulières (élaboration de métaux réfractaires, tel le tungstène, d'alliages ou de pseudo-alliages de deux matériaux non miscibles à l'état liquide, comme le cuivre et le graphite, ou encore de pièces poreuses dans toute leur masse) une méthode de fabrication relativement économique quand un grand nombre de pièces est requis.[2]

Elle offre aussi la possibilité de mise en forme des pièces en multi-matériaux en respectant les différentes exigences fonctionnelles.

Pour obtenir un produit final à partir de la poudre de base, une mise en œuvre d'opérations spécifiques à la M.D.P est nécessaire, telles que l'encapsulation des poudres, la consolidation qui comprend, la compression à froid, le frittage, l'extrusion à chaud et la compression isostatique à chaud.

Le traitement thermique de frittage est souvent réalisé dans des fours à atmosphère neutre pour éviter toute oxydation du matériau. Il a pour but d'éliminer totalement ou partiellement la porosité en fonction de la destination de la pièce. A titre d'exemple on peut citer le coussinet autolubrifiant qui garde une porosité ouverte servant de réservoir d'huile pendant le fonctionnement. Pour densifier au maximum le matériau il est possible d'associer l'effet de la pression à celui de la température : c'est le procédé de la compression isostatique à chaud (CIC). La présence d'une phase liquide mouillante est aussi souhaitable pour éliminer le maximum de

porosité surtout dans le cas du frittage naturel l'origine du liquide peut être une simple fusion d'un constituant du matériau à vert ou alors la formation d'un eutectique [16]

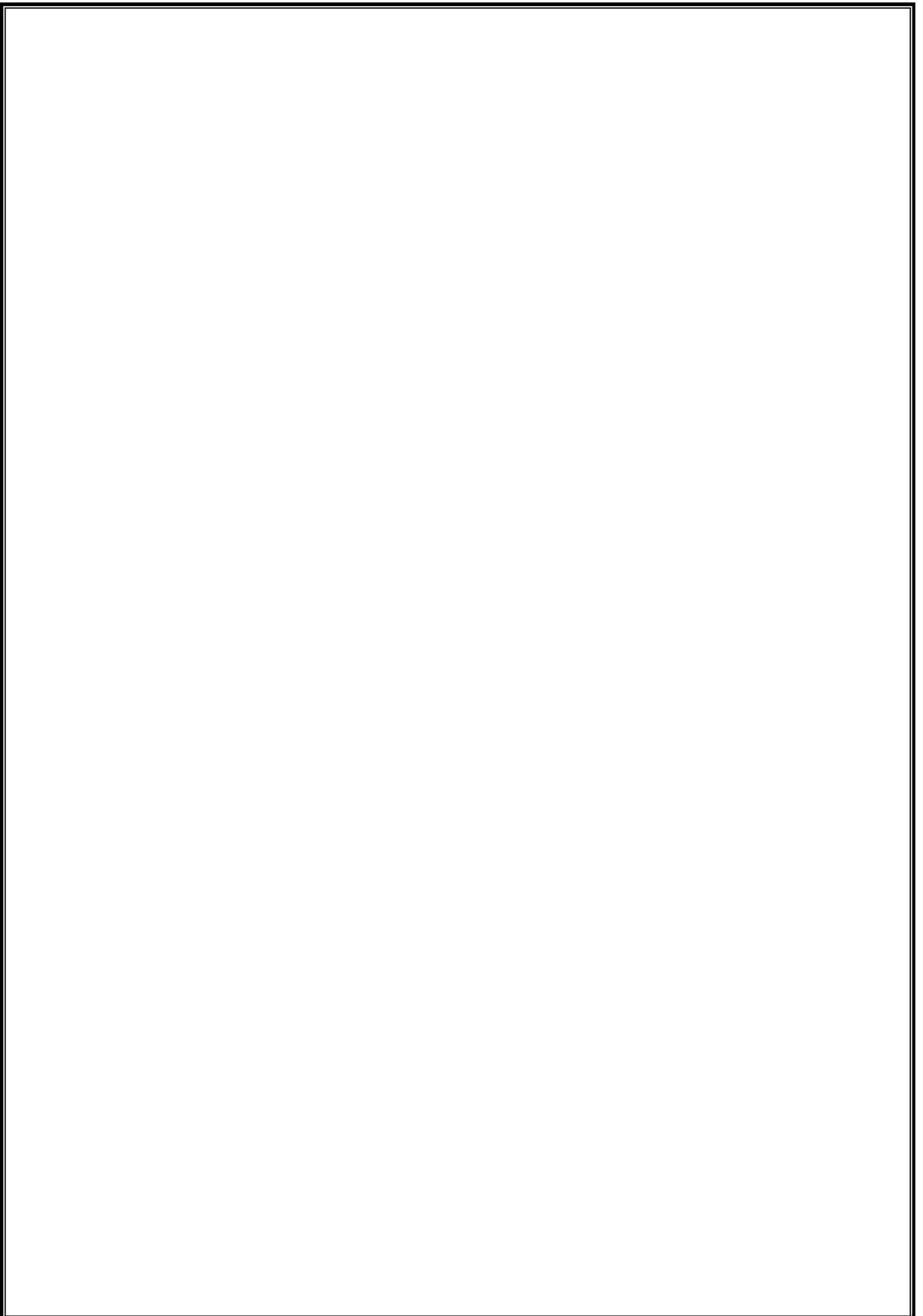
Dans le cadre de ce travail, nous avons mis en œuvre les technique de la MDP pour élaborer des carbures cémentés à partir de trois mélanges de poudres de carbure de tungstène et de cobalt contenant 11% en masse de cobalt, les mélanges de poudre ont été densifiés par compression isostatique à chaud dans deux conteneurs l'un en titane (matériau qui semble ne présenter aucune réactivité avec les constituant WC et Co ), le deuxième conteneur en acier doux , les deux a une température commune qui est de 1350°C, et le troisième conteneur (en acier doux) à une température atteignant 1400°C .

Le but de notre travail est de mener l'étude de réactivité du matériau du conteneur avec le constituant des mélanges de poudre (WC-Co) par compression isostatique à chaud.

Dans le premier chapitre, nous abordons des rappels concernant les techniques de préparations des poudres et les mécanismes de leurs consolidations, ainsi que la présentation des principes de base sur lesquels se fondent les mécanismes de densification par compression isostatique à chaud et ses intérêts, le processus de frittage a été également étudié.

Dans le deuxième chapitre, nous décrivons les différentes techniques expérimentales réalisées dans le cadre de ce travail, ceci dit, l'élaboration et la caractérisation de ces matériaux.

Le dernier et troisième chapitre, sera consacré pour la présentation des résultats et les caractéristiques des matériaux obtenus par la méthode de densification élaboré, ainsi, une discussion des résultats, et une mise en évidence des microstructures observées par microscope électronique à balayage.



# **Chapitre I**

## **RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES**

Ce chapitre est consacré à des rappels sur les techniques de préparation des poudres de base et les procédés de leurs consolidations, sur lesquels se fondent les mécanismes de densification par frittage, nous terminerons ce chapitre par la présentation de l'intérêt et les mécanismes de la compression isostatique à chaud.

### I-1- Introduction sur la métallurgie des poudres

Le procédé d'élaboration par métallurgie des poudres (MDP) est une technique de mise en forme qui respecte des exigences écologiques et économiques que les nouvelles technologies imposent tel que la réduction de la consommation d'énergie et de la matière première.

Contrairement aux procédés de la métallurgie classique, qui font toujours intervenir la solidification d'un métal fondu, elle (La MDP) a été mise en œuvre pour élaborer des matériaux, partant d'une poudre métallique, et utilise un procédé de consolidation par réaction entre particules d'une masse de poudre qui entraîne la formation d'un solide continu et cohérent.

Le procédé de MDP comporte essentiellement 3 étapes :

- a) La préparation des mélanges de poudre : mélange de poudres avec ajout de liants qui vont améliorer considérablement ses caractéristiques
- b) La mise en forme : la mise en forme des poudres métalliques ou des pièces peut se faire à chaud ou à la température ambiante par compaction dans un moule pour lui donner la forme désirée.
- c) La densification des poudres [24]

Cette technologie se distingue par le fait qu'on génère les formes et les dimensions avant les caractéristiques mécaniques, la préparation des poudres, leur mise en forme et les conditions thermiques varient selon les produits visés.

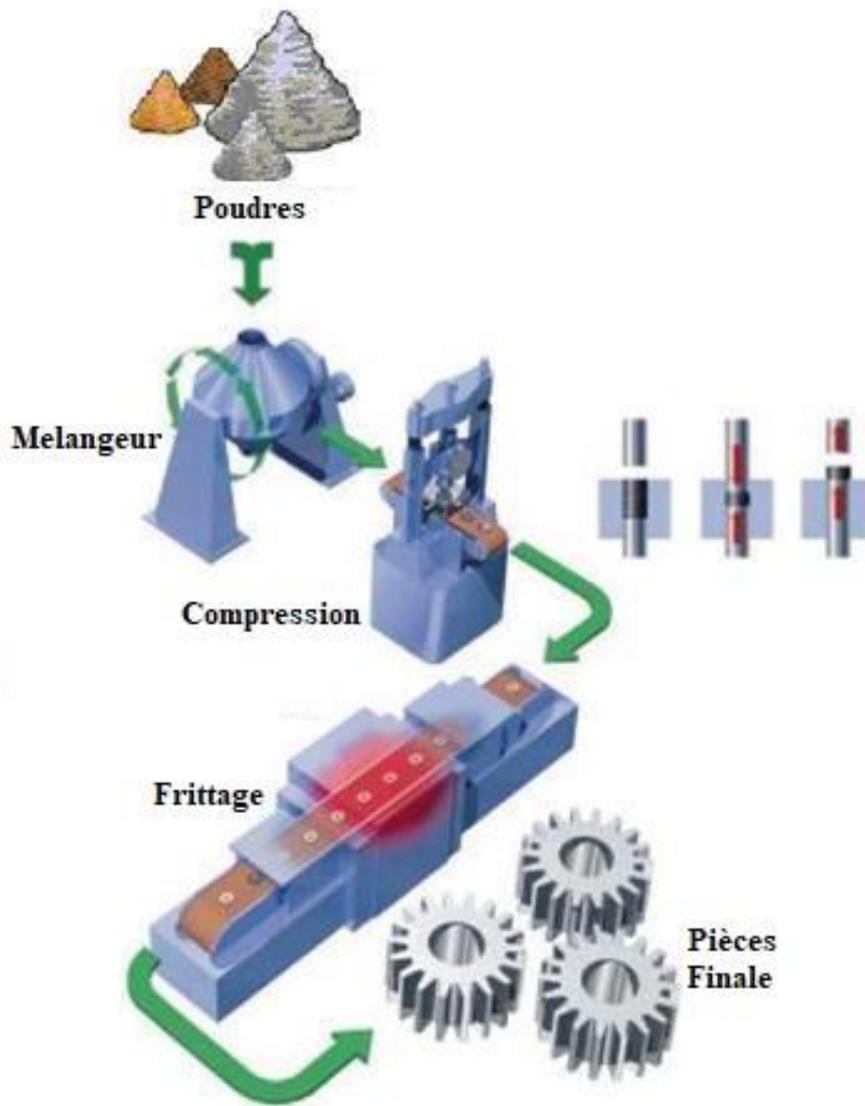


Fig.I.1 : Le procédé de fabrication complet de la métallurgie des poudres [20]

## I-2- Caractéristiques des poudres métalliques

Certaines caractéristiques liées à la nature et aux propriétés intrinsèques d'une poudre métallique, doivent être connues avant l'élaboration de pièces de qualité désirée, ces caractéristiques que nous passerons en revue ci-après, influence directement sur les conditions d'utilisations de la poudre et sur son comportement lors des différentes étapes de fabrication du produit final (pièces mécaniques). Les propriétés élémentaires d'une poudre métallique se

rapportent aux propriétés individuelles de chacune des particules qui la composent, Celle-ci est la nature chimique, la morphologie des particules, la taille et la répartition granulométrique...

### **I-3- préparation de la poudre de carbure de tungstène**

L'élaboration des matériaux massifs par métallurgie des poudres nécessite d'abord la production de cette matière première que l'on compacte par différents procédés, les poudres préparées doivent satisfaire à des exigences techniques de fabrication dont les plus importantes sont la pureté, la granulométrie et la compressibilité. [5]

En pratique, il existe trois méthodes de fabrication des poudres (mécanique, physique et chimique), chacune de ces méthodes à une influence sur la taille des grains solides, leur répartition, leur forme, et leur microstructure.

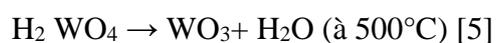
#### **I-3-1- préparation du tungstène**

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 minerai.

Les sels minéraux exploitables sont la scheelite  $\text{CaWO}_4$  (tungstate de calcium) et le wolframite (Fe, Mn)  $\text{WO}_4$  tungstate de fer et de manganèse.

La scheelite, passe par un procédé de traitement des métaux par voie liquide, plus exactement par voie hydro-métallurgique, à fin d'obtenir du para-tungstate d'ammonium (APT).

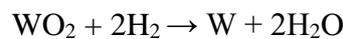
On obtient le trioxyde de tungstène ( $\text{WO}_3$ ) par calcination de l'APT à une température au-dessus de  $250^\circ\text{C}$  et inférieur à  $750^\circ$ . L'action de l'acide chlorhydrique sur des solutions ou des suspensions aqueuses d'APT permet de précipiter l'acide tungstique pur  $\text{H}_2\text{WO}_4$  qui, par calcination, conduit aussi à  $\text{WO}_3$  :



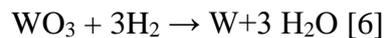
Le tungstène s'obtient par réduction de l'oxyde  $WO_3$  par l'hydrogène, elle est réalisée progressivement selon les quatre réactions suivantes :

- a)  $10WO_3 + H_2 \rightarrow W_{10}O_{29} + H_2O$
- b)  $2W_{10}O_{29} + 3H_2 \rightarrow 5W_4O_{11} + 3H_2O$
- c)  $W_4O_{11} + 3H_2O \rightarrow 4WO_2 + 3H_2O$

La deuxième réduction a lieu à  $900^\circ C$  selon la réaction suivante :



Finalement la réaction de réduction générale est :



La granulométrie de la poudre de tungstène obtenue dépend des facteurs qui sont :

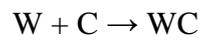
- La température de réduction,
- La granulométrie de l'oxyde de départ,
- le débit d'hydrogène [5]

### **I-3-2- carburation du tungstène :**

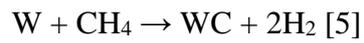
La carbonisation de la poudre de tungstène est la méthode utilisée pour l'obtention des poudres de carbure de tungstène.

Afin d'obtenir les carbures de tungstène, la poudre de tungstène de granulométrie déterminée et du noir de carbone sont mélangés dans un broyeur à billes d'acier suivant les proportions stœchiométriques ( $WC$  à 6,12 % de carbone combiné) soigneusement contrôlées, le mélange obtenu est disposé dans des nacelles de graphite qui passe dans un four tubulaire de graphite à une température comprise entre  $1300$  et  $1400^\circ C$ , sous courant d'hydrogène sec circulant à contre-courant, on obtient ainsi une poudre constituée de grains facettés de carbure de tungstène avec une répartition granulométrique resserrée.

Le carbure se forme par diffusion directe à l'état solide



Ou par l'intermédiaire de la phase gazeuse



Selon le degré d'enrichissement en carbone, le système binaire W-C présente deux formes qui sont le monocarbure WC et l'hémicarbure W<sub>2</sub>C. [1] Le composé W<sub>2</sub>C qui se en phase intermédiaire peut subsister en quantité négligeable.[7]

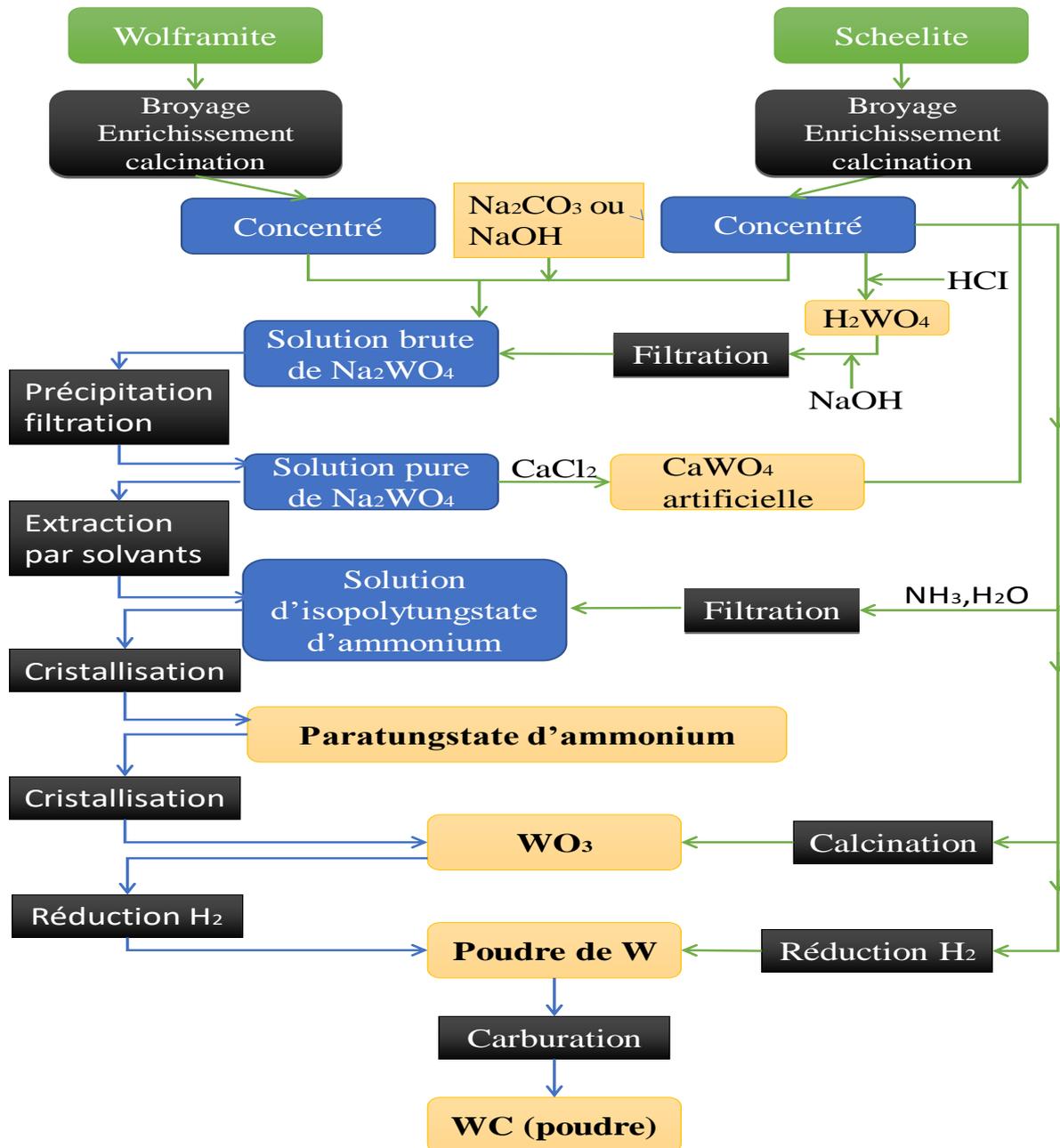
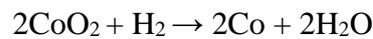


Fig.I.2 : voie classique de production de la poudre de carbure de tungstène. [7]

**I-3-3- Préparation de la poudre de cobalt :**

L'hétérogénite (Oxyde de cobalt hydraté), la linnéite (sulfure de cobalt et de nickel) et la smaltine (Arséniure de cobalt), sont des minerais souvent utilisés pour la préparation de la poudre de cobalt, ces derniers sont d'abord transformés par fusion en autres produits intermédiaires. Ce qui nous conduit vers l'obtention du dioxyde de cobalt, suivit d'une réduction par l'hydrogène à une température variant entre 600 et 800°C selon la réaction suivante :



L'obtention de la poudre de cobalt peut être aussi réalisée par une autre voie récemment développée, une réduction de l'hydroxyde de cobalt ( $\text{Co}(\text{OH})_2$ ) par un mélange d'éthylène et de d'éthylène-glycol à une température allant jusqu'à 220°C, ce procédé conduit à une forte réduction de la microporosité résiduelle dans les carbures cimentés et une parfaite répartition du liant.

**I-4- Obtention des mélanges WC-Co**

On peut trouver différentes configurations de répartition d'une phase par rapport à l'autre dans le compact, comme le montre la figure I.2.

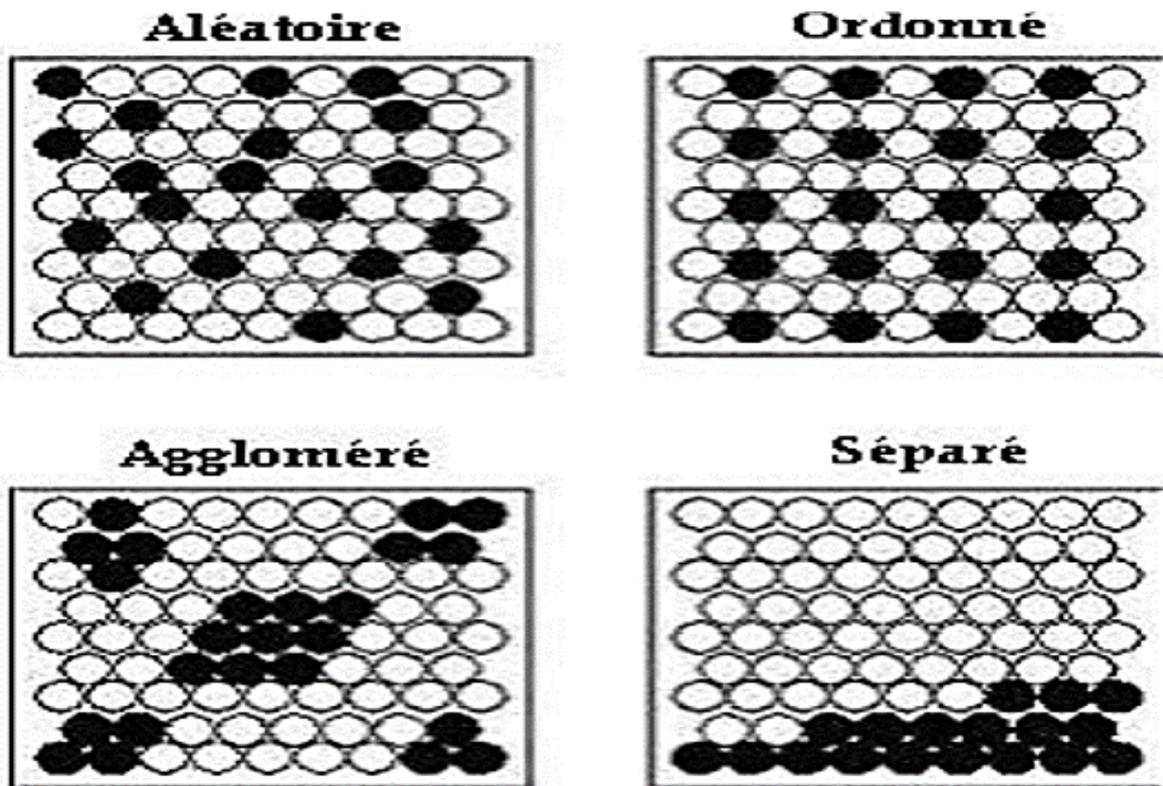


Fig.I.3 : Distribution des phases dans un mélange de poudres [28]

### I-5- Broyage

Le broyage peut favoriser la mise en alliage mécanique, ce qui améliore la génération des dislocations. La fracturation des poudres au cours du broyage introduit des défauts dans la poudre et génère de nouvelles surfaces propres qui sont bénéfiques pour la diffusion atomique. Le mélange de la poudre de tungstène (WC) et la poudre de cobalt (Co) dans des proportions choisies permet d'élaborer le carbure cémenté. [8]

Pour favoriser l'homogénéisation et minimiser les frottements qui peuvent se développer entre les billes d'acier et les particules des deux poudres, de l'alcool éthylique ( $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$ ) (100ml pour 500g de mélange) est ajouté.

L'alcool utilisé doit être d'une concentration supérieure à 90% et la masse des billes d'acier doit être d'un rapport à quatre fois la masse des mélanges de poudre. [6]

**I-6- Séchage**

Le produit obtenu est extrait du broyeur est soumis à une deuxième opération appelée opération de séchage.

Une méthode de déshydratation appelée la technique d'atomisation-séchage, est réalisée en atmosphère non oxydante (azote ou argon) Le liquide est pulvérisé en fines gouttelettes dans une chambre de séchage ou circule de l'azote chaud, les gouttelettes sont séchées, et on récupère des granulés de diamètre variant de 40 à 200  $\mu\text{m}$ , dans lesquels les poudres WC et Co sont intimement liées par le liant organique. [6]

La poudre ainsi granulée est appelée « mélange prêt à l'emploi » (MPE). Les MPE ne sont plus pulvérulents et ceci présentes et plusieurs avantages :

- a) Ils peuvent être manipulés sans risque par les opérateurs.
- b) La forme sphérique des granulés confère au mélange une bonne coulabilité d'où des remplissages rapides et homogènes.

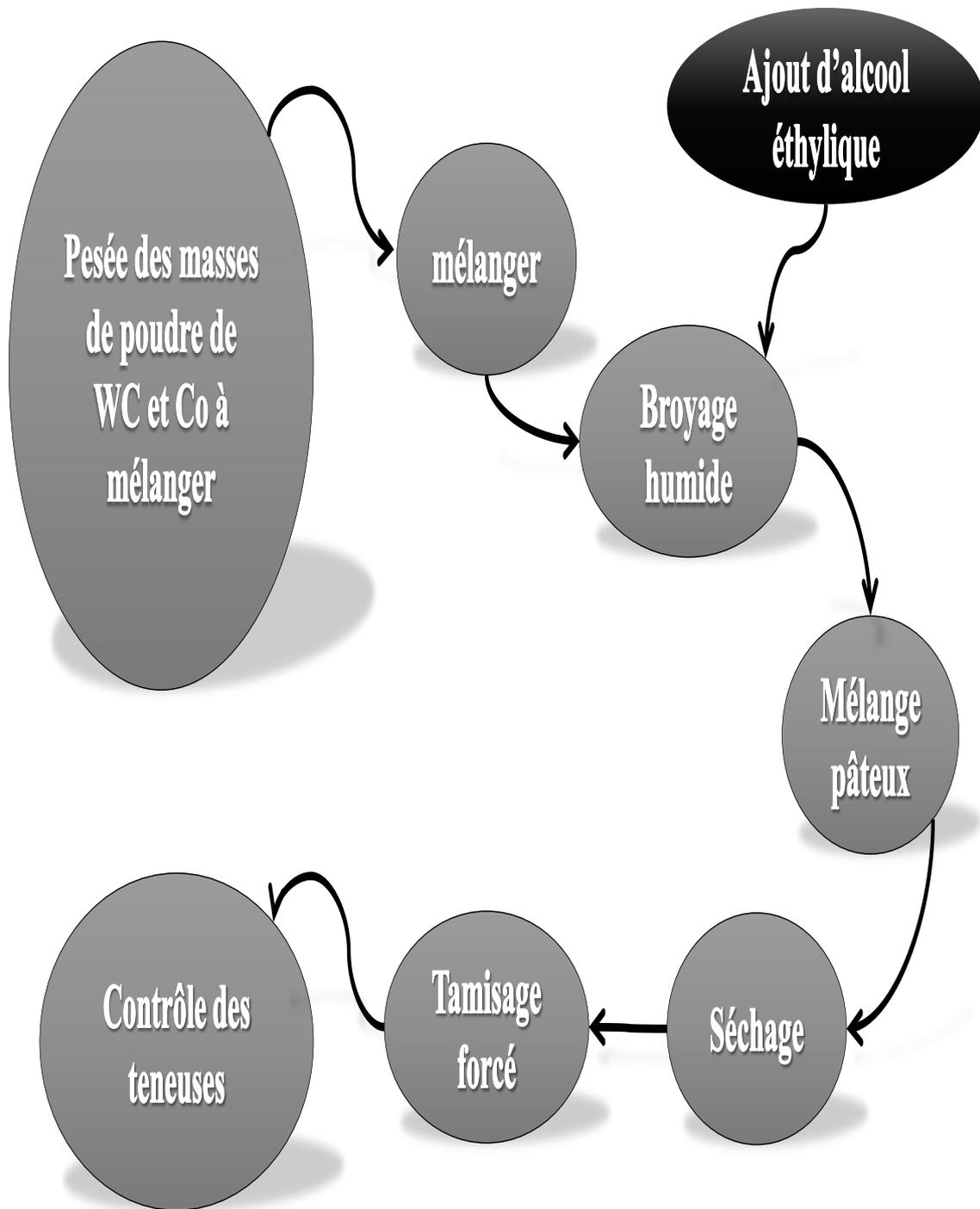


Fig.I.4 présente les étapes de préparation du mélange des poudres de WC-Co. [7]

### I-7- procédé de densification des poudres

La densification des poudres dépend de plusieurs paramètres. Tels que la température, la pression de frittage, les paramètres liés directement à la phase liquide tels que sa fraction volumique, sa mouillabilité, et les caractéristiques principale des mélanges de poudre.

C'est l'étape durant laquelle des forces de frottement naissent entre les particules de poudre et les parois du moule dans le quelle elle est mise. Au tout début de la compression, la poudre peut encore s'écouler et les grains se réarrangent assez librement car le volume de poudre présente encore un caractère pulvérulent.

Progressivement, ces réarrangements deviennent plus difficiles et les formations de groupements de grains voisins se stabilisent. Ensuite, la densification continue jusqu'à ce que les particules se soient plastifiées dans le cas des poudres métalliques.

Cependant, on obtient un comprimé manipulable dont les extrémités sont plus denses que son centre. [32]

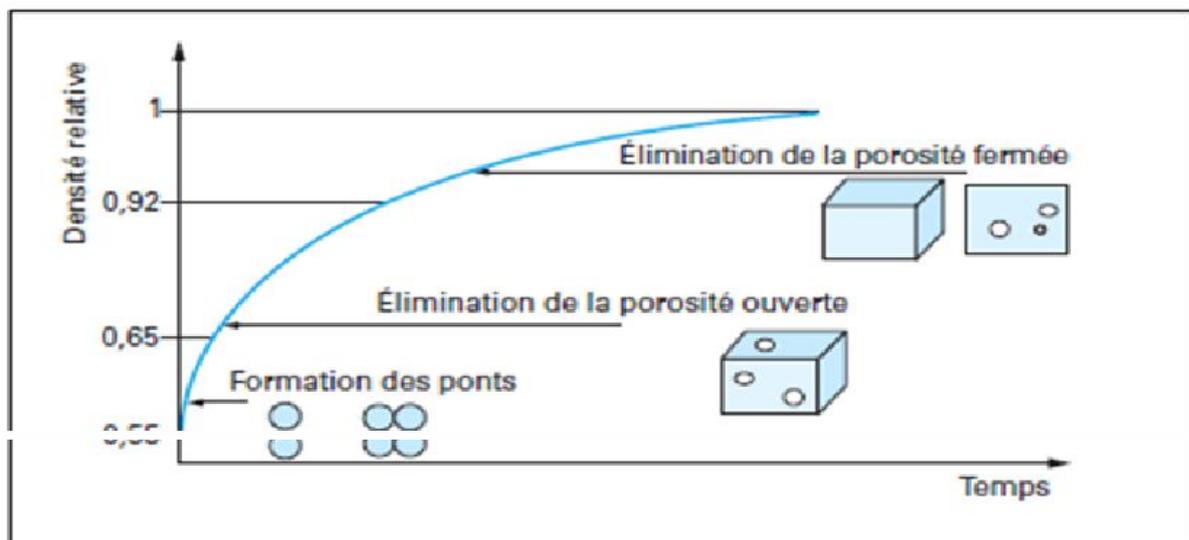


Fig.I.5 Évolution de la densité relative au cours des étapes de densification. [11]

**I-7-1- consolidation des poudres de WC-Co**

A partir d'un agrégat de poudres, la consolidation des ces dernières est un procédé mis en œuvre pour l'obtention d'un produit cohérent et manipulable, tout en provoquant un rapprochement des grains de poudres afin de faciliter leur frittage ultérieur.

Le procédé le plus utilisé pour la mise en forme de pièce à base de carbure de tungstène est la double compression uni-axiale à matrice fermée.

D'autres techniques de consolidation de poudres peuvent être aussi mises en forme dans des cas particuliers, tels que la compression isostatique (à chaud et à froid), l'extrusion et le moulage par injection [6]

L'ajout d'un lubrifiant permet de diminuer les frottements des grains entre eux et sur la paroi de la matrice, ce qui nous conduit à une meilleure homogénéité de densification du produit.[7]

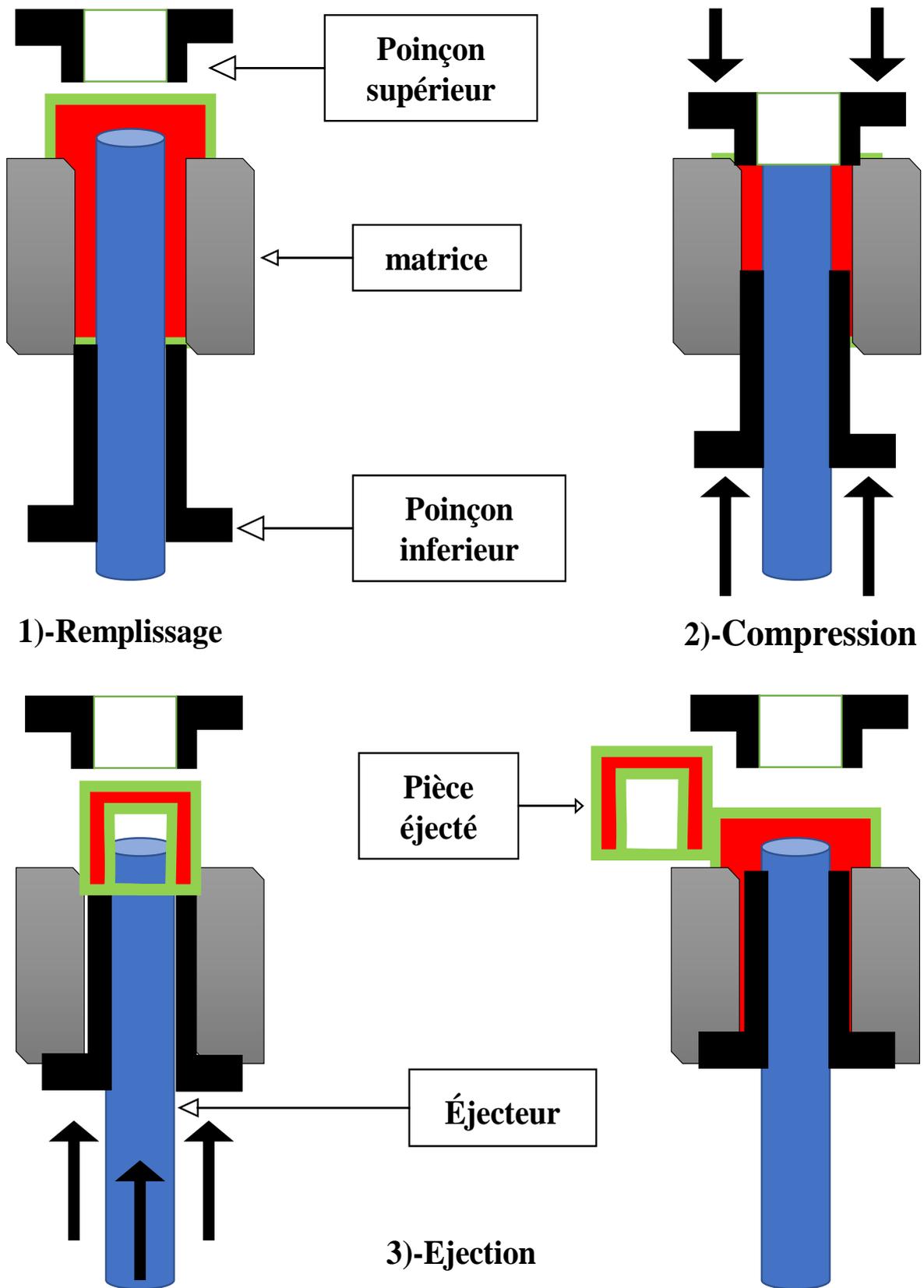


Fig.I.6 : cycle de compression à froid.

**I-7-2- la compression des poudres**

La compression d'une poudre métallique est très étudiée vu que la connaissance des phénomènes physiques ayant lieu le long de cette opération permet la maîtrise du procédé. Pendant la phase de compression, le comportement d'une poudre peut être décrit comme suit :

- a) Réarrangement ou tassement des particules qui se fait soit par glissement ou par rotation des particules les unes sur les autres. Cette étape peut être accompagnée de légères déformations élastiques des particules.
- b) Déformations élastiques et plastiques des particules au niveau des contacts inter particules. Ces déformations sont essentiellement des écrasements à la surface des grains suite à l'augmentation de la compacité : ce qui engendre l'apparition de surface planes sur les grains.
- c) Déformations plastiques importantes des particules sous haute pression : Ces déformations vont jusqu'à écoulement du métal vers les zones libres (pores) ainsi qu'à des ruptures-fragmentations des particules de poudres métalliques. [34]

**I-7-3- Frittage**

Malgré que le frittage soit limité à la fabrication des pièces de formes géométriques simples, il permet de créer des mélanges synthétiques d'éléments qu'il serait impossible d'obtenir par fusion et il s'applique lorsque les procédés de la métallurgie classique ne peuvent pas être utilisés. [35]

Il n'est pas simple de donner une définition unanime du frittage, néanmoins, parmi celles qui sont relativement célèbres et admises par l'ensemble de la communauté scientifique, il y a la définition de G.Cizeron : « Le frittage est un processus faisant évoluer par traitement thermique, un système constitué de particules individuelles (ou un aggloméré poreux), en l'absence de pression externe exercée ou sous l'effet d'une telle pression, de sorte qu'au moins certaines des propriétés du système (sinon toutes) soient modifiées dans le sens d'une réduction de l'énergie libre globale du système.

Parallèlement, cette évolution entraîne une diminution importante (sinon complète) de la porosité initiale.

Enfin, le processus suppose qu'au moins une phase solide existe constamment pendant tout le traitement thermique, de façon à conserver une certaine stabilité de forme et de dimension au système considéré ». [9]

Le frittage est généralement décrit grâce à la porosité  $P$  ou encore la densité relative  $d_r$  (appelé aussi taux de densification) :

$$P = \frac{V_p}{V} \qquad d_r = 1 - P$$

Où  $V_p$  correspond au volume des pores,  $V$  est le volume total. [36]

D'un point de vue physico-chimique, le frittage peut se faire en phase solide ou en présence d'une phase liquide et d'un point de vue mécanique on peut associer ou non une pression extérieure. Ainsi, on distingue le frittage naturel où la charge extérieure est nulle et le frittage sous charge avec application simultanée de la pression pendant le traitement thermique. [37]

Les différents types de frittage sont donnés sur la figure I.6 :

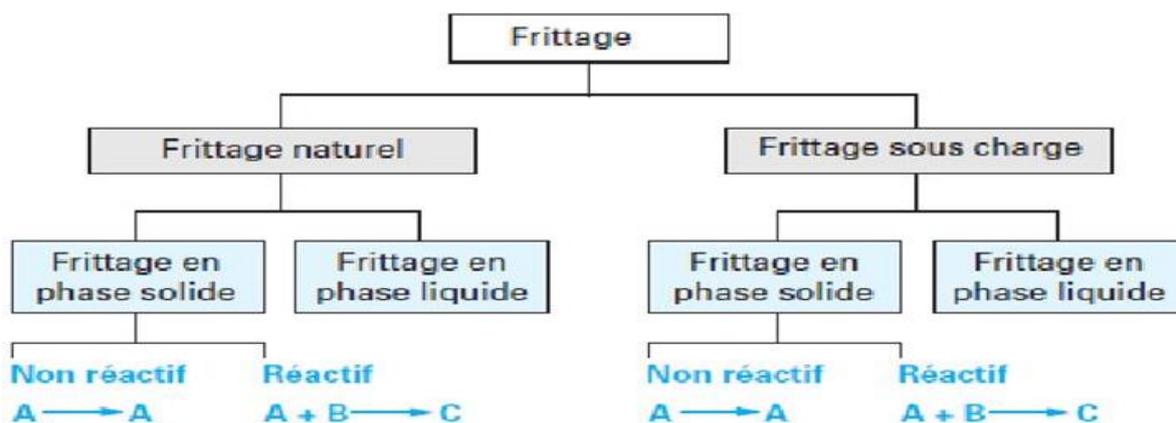


Fig.I.7 : différents types de frittage. [10]

Le frittage des mélanges WC-Co est généralement réalisé sous une atmosphère réductrice (hydrogène).

L'opération débute par une étape de délainage. La température dans l'enceinte de frittage est augmentée lentement jusqu'à atteindre 800°C pour assurer une évaporation totale du liant et éviter le claquage des comprimés. [7]

### **I-7-3-1- Frittage en phase liquide**

Au cours du frittage en phase liquide, un ou plusieurs constituants fond, en conséquence, la température de ce traitement est comprise entre le plus haut et le plus bas des points de fusion des composants des poudres à fritter. Il se caractérise par la présence d'une phase mouillante qui accélère considérablement la diffusion dans le comprimé.

Cette phase liquide peut être transitoire ou permanente. Les forces motrices de ce frittage sont des forces de tension capillaire. Leur description microscopique est donnée par Cahn et Heady. [12]

La densification pour le frittage en phase liquide doit satisfaire plusieurs exigences :

- Un bon mouillage des particules par le liquide.
- Une quantité suffisante de ce liquide mouillant.
- Une forte solubilité du solide dans le liquide et le plus souvent une faible solubilité de liquide dans le solide.

La densification durant le frittage en phase liquide se déroule en trois étapes :

a) Réarrangement :

A la température de frittage, le liquide se forme et reste présent jusqu'à la solidification lors du refroidissement pour servir de liant aux grains de poudres restés solides, il en résulte un écoulement de liquide dans l'empilement des particules solides qui se produit alors sous l'action de forces capillaires. L'empilement à deux dimensions de la figure I.6 permet d'expliquer le déplacement d'une particule sous l'effet de ces forces.

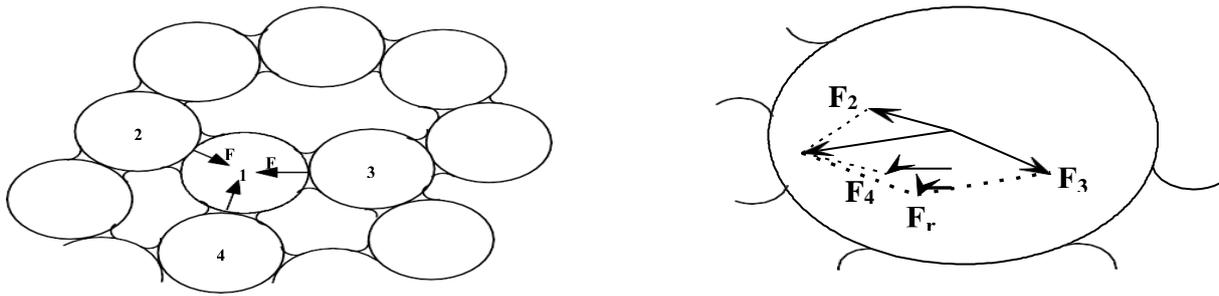


Fig.I.8 : Mécanisme de réarrangement par force capillaire

b) Dissolution- précipitation :

Une dissolution de la phase solide dans le liquide qui cause une précipitation des atomes dissous dans les zones solides situées loin de cou, c'est la résultante des forces capillaires qui agissent sur ces ponts (ménisques) mettent les zones solides proches voisines sous compression, le système se présente sous forme d'un empilement dense de particules liées entre elles par des ponts liquides de faible épaisseur.

Il est donc tout à fait raisonnable de considérer que la pression efficace qui s'exerce sur les contacts soit inversement proportionnelle au rapport de l'aire de contact sur la surface totale de la particule :

$$P_{eff} = \frac{k_2}{x^2/r^2} P_0 \quad [7]$$

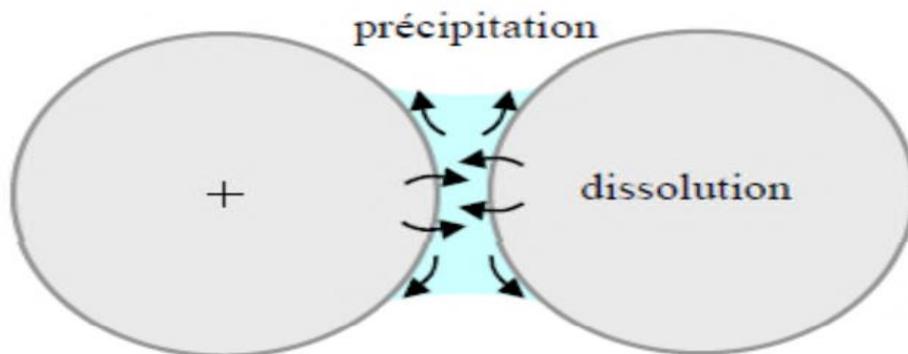
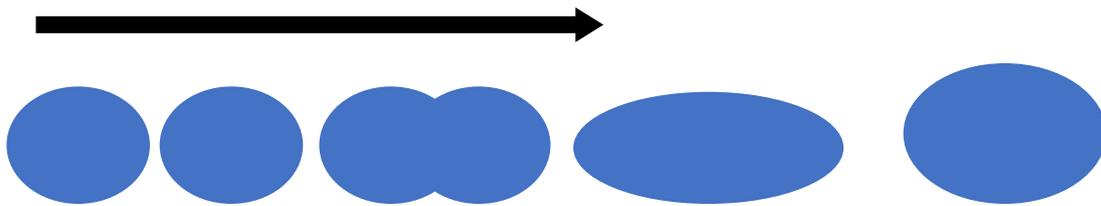


Fig.I.9 : Mécanisme de dissolution – précipitation. [29]

c) Grossissement (La coalescence) de grains :

C'est l'étape la plus lente et la plus longue, on constate la dissolution de petites particules au profit des plus grandes pour former de gros grains avec élimination des pores résiduels [1]



**Fig.I.10. La coalescence des grains [14]**

Pour atteindre la température de fusion d'un des composants, une densification en phase solide peut se produire durant le chauffage de la poudre pour atteindre la température de fusion d'un des constituants.

Une fois qu'un des constituants atteint la température de fusion et devient liquide, la phase de réarrangement de grains est amorcée et dure un temps très court. Pendant cette phase une grande quantité de porosité est éliminée ce qui a pour conséquence un retrait volumique important de l'échantillon. [37]

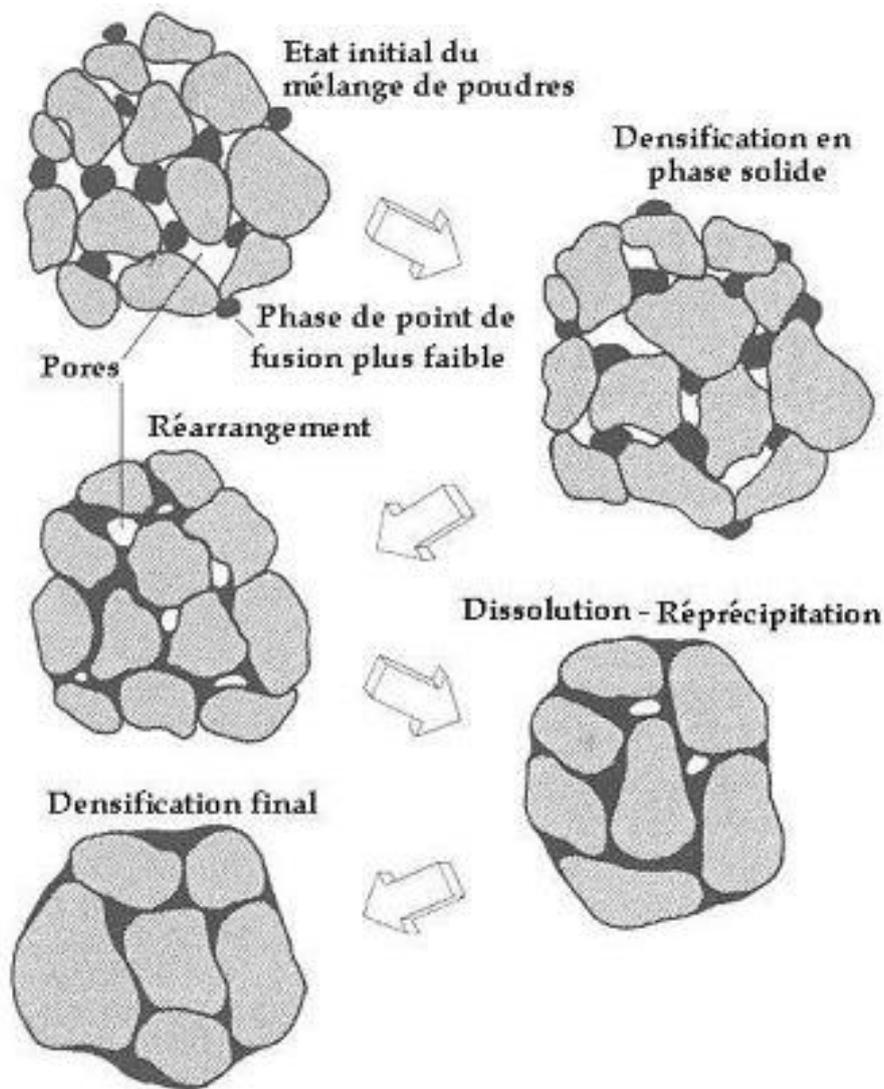


Fig.I.11 : les étapes de frittage en phase liquide. [13]

### I-7-3-2- Frittage en phase solide

Au cours de processus de frittage en phase solide d'un agrégat de poudre, tous les constituants demeurent en phase solide, tout au long du traitement thermique.

Ce genre de frittage est utilisé pour les matériaux à haut point de fusion où les liaisons durant la densification se font principalement par déplacement d'atome, il s'effectue à une température inférieure à la température de fusion du matériau, la poudre compactée est chauffée à haute température mais aucun des constituants ne fond.

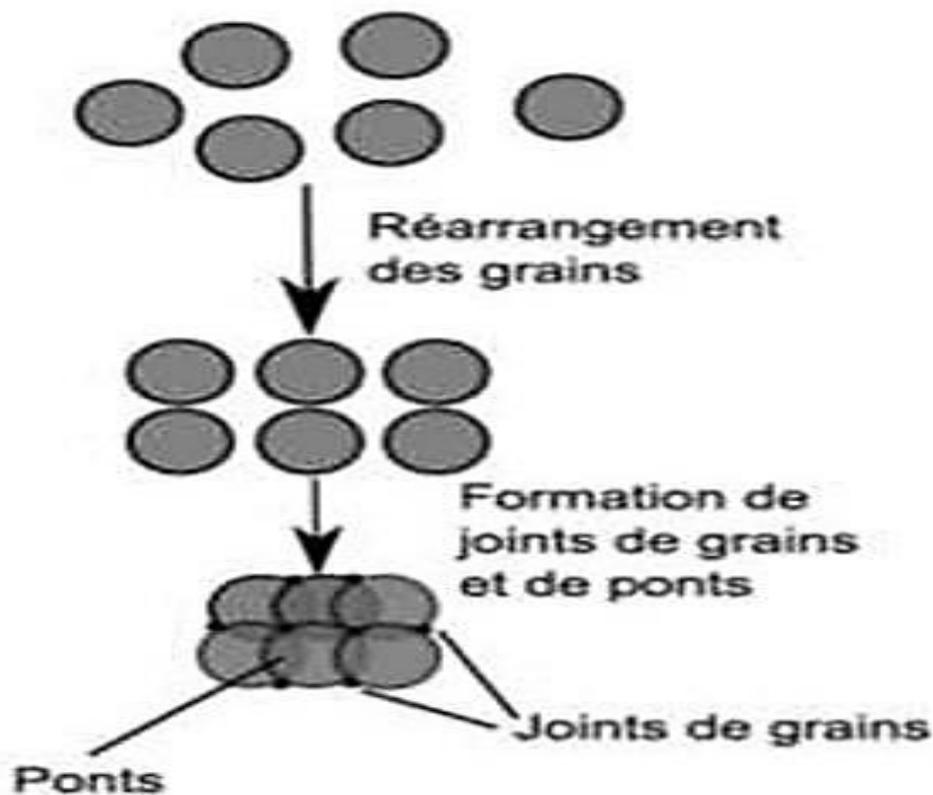
La soudure entre les grains résulte de transports de matière provoqués par des forces motrices qui tentent à diminuer l'énergie du système par formation de cous entre les particules. [17,18]

La consolidation est réalisée par le grossissement des contacts entre les particules par diffusion de matière,

Des additifs peuvent être rajoutés dans le but d'accélérer la densification. Ce type de frittage est utilisé particulièrement pour les céramiques.

On distingue trois étapes de densification au cours de ce frittage, comme le montré la figure 1.9. Ces trois étapes sont les suivantes :

- a. La formation des ponts.
- b. L'élimination de la porosité ouverte.
- c. La phase de l'élimination de la porosité fermée. [19]



**Fig.I.12 : Schématisation du procédé de frittage en phase solide.**

#### I-7-4- La Compression isostatique à chaud (CIC)

La C.I.C a fait l'objet de plusieurs études tant théoriques qu'expérimentales. Commencé comme programme de recherche au milieu des années 1950 dans le laboratoire Battelle Memorial à Columbia Ohio, le pressage isostatique à chaud est aujourd'hui utilisé par des milliers d'entreprises industrielles du monde entier pour améliorer les performances et la durabilité d'une large gamme de produits et de composants.

Au fil des années la CIC a prouvé sa capacité à améliorer considérablement les propriétés physiques des pièces utilisées dans des applications à contraintes plus élevées. Le procédé peut être utilisé pour traiter une céramique métallique ou un composite préformé, et pour le compactage de formes de poudre conteneurisées.

C'est un procédé de formage et de densification utilisant du gaz chauffé sous très haute pression, contrairement à la force mécanique qui comprime une pièce à usiner d'un ou des deux côtés, une pression isostatique est appliquée uniformément sur tous les côtés d'un objet éliminant la porosité sans changer sa forme nette.

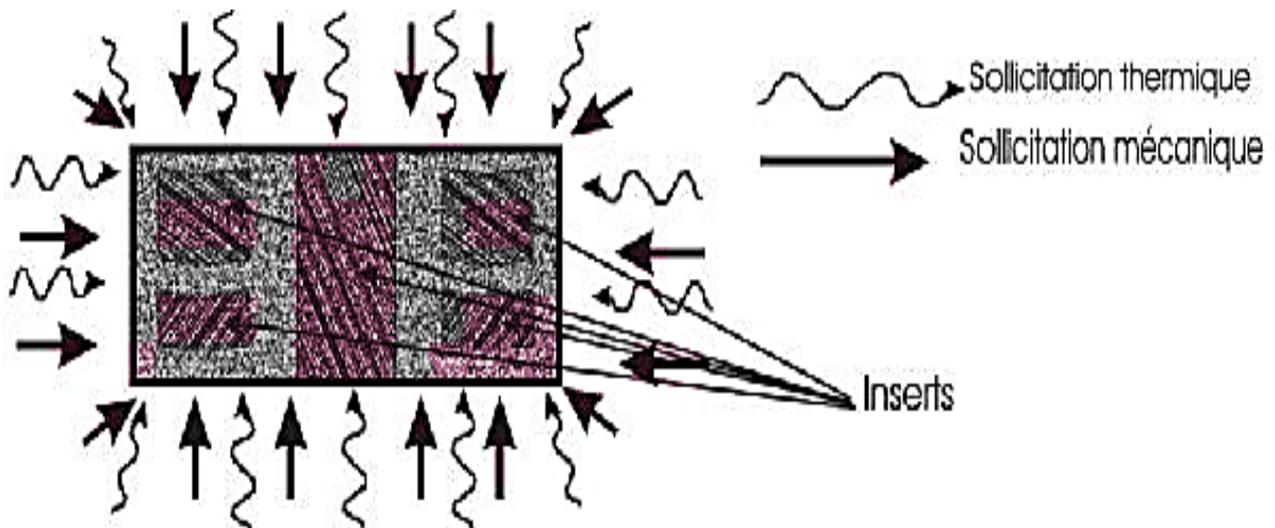


Fig.I.13. Compaction isostatique à chaud. [23]

Ce cycle se compose d'une phase de chauffage et mise en pression, d'un palier en pression et température de maintien pour finir avec le refroidissement et la baisse de la pression.

La pression isostatique résulte de l'interaction des molécules ou d'atomes de gaz qui se heurtent à la surface de l'objet à agglomérer. En effet, chaque atome de gaz agit autant qu'un micro-marteau frappant dans la direction normale de la surface de l'objet à agglomérer. En moyenne, le nombre d'atomes de gaz se déplaçant par unité de surface ainsi que leurs vitesses de déplacement sont identiques dans toutes les directions à l'intérieur de l'enceinte de pression, ce qui permet d'agir uniformément et indépendamment de la forme de la pièce à agglomérer. [6]

Les presses de compactage de matériaux sont offertes dans une variété de tailles selon leurs applications, les unités de laboratoire de compactage sont conçues pour la recherche et le prototypage, tandis que les grandes presses gèrent des volumes plus élevés dans le cadre de plan régulier

L'intérieur des réservoirs cylindriques gamme de 3 pouce à plus de 5 pieds de diamètre avec des hauteurs de 5 pouces à plus de 10 pieds, les pressions de fonctionnement standard maximales peuvent être spécifiées de 1500 à 30000 PSI des pressions plus élevées peuvent être fournies pour des applications spéciales, plusieurs types de fours électriques modulaires sont disponibles pour gérer les différentes atmosphères et le chauffage des matériaux des pièces, les températures maximales requises sont généralement de l'ordre de 2000°C

#### **I-7-5- Les avantages de la (CIC)**

La CIC fournit la suite à des avantages spécifiques :

- Elle est considérée comme une fonderie de précision, utilisée dans l'industrie pour produire des pièces métalliques de haute gamme avec des formes plus ou moins complexes et des microstructures relativement uniformes. [38]

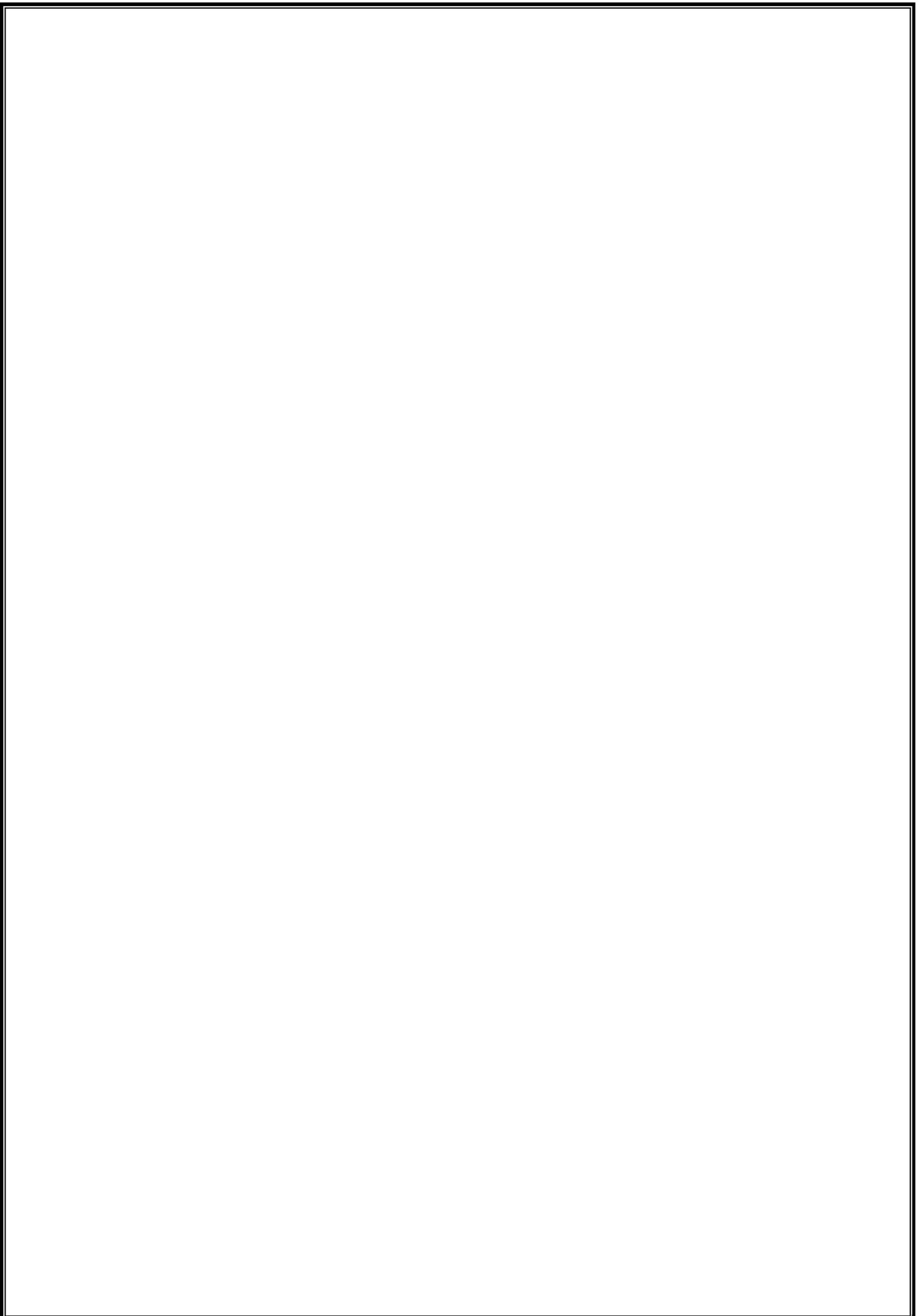
- La méthode est utilisée pour la consolidation des superalliages à base de nickel, composites à matrice d'aluminium, ...etc. Les pièces obtenues par ce procédé ont des propriétés physiques et mécaniques isotropes avec une très faible porosité [39]

- C'est un procédé très puissant et fiable qui permet la densification totale d'agrégats de poudres enfermés dans des containers scellés sous vide.
- L'amélioration des propriétés mécaniques des pièces moulées, notamment l'augmentation de la résistance à l'usure et aux températures extrêmes
- Plus de résistance à l'abrasion et l'amélioration de la ductilité
- La CIC conduit généralement à une plus efficace production proche de la forme nette selon des tolérances précises signifie moins d'usinage secondaire ou de reprise manuelle
- La bande de dispersion dans les propriétés mesurées sont réduites et la perte de ferraille est réduite par pressage isostatique à chaud.
- Le procédé peut également fournir une liaison par diffusion ou un revêtement rentable de matériaux dissemblables

Le besoin de composants haute performance durable existe en un nombre incalculable de produits manufacturés et la CIC est employé dans un certain nombre d'industries, notamment l'automobile, aérospatiale, équipement militaire lourd, machinerie industrielle, marine pétrole et gaz et médical

Entre autres les matériaux qui bénéficient le plus souvent du processus de la CIC comprennent des super alliages, acier inoxydable à grande vitesse, aciers alliages de titane et aluminium, métaux réfractaires, carbure, polymères d'ingénierie, céramique avancées, et de nombreux types de composites

Des décennies d'expérience réussies ont prouvé que le pressage isostatique à chaud est la première méthode de production des produits solides et durable qui sont de plus en plus demandés par les fabricants compétitifs dans toutes sortes d'industries.



# **Chapitre II**

## **TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

Ce chapitre est divisé en deux étapes distinctes. Dans la première étape nous abordons la présentation de la technique d'élaboration des poudres de base utilisées dans le cadre de ce travail.

La deuxième étape est réservée à la description des différentes techniques d'analyse des matériaux élaborés.

## II-1- Préparation des poudres

L'élaboration d'un matériau à partir des techniques de la métallurgie des poudres commence par le choix puis la préparation des poudres.

Ces dernières doivent satisfaire à plusieurs exigences techniques de fabrication dont les plus importantes sont la pureté, la granulométrie et la compressibilité. En effet, les propriétés des matériaux fabriqués à partir de mélanges de poudres dépendent en grande partie des caractéristiques chimiques, physiques et mécaniques des poudres de base utilisées.

Les poudres utilisées dans le cadre de ce travail, sont celles du tungstène et du cobalt. Celles -ci sont achetées sous forme d'oxydes. La fabrication de carbure de tungstène nécessite donc la mise en œuvre d'opérations de réduction et de carburation.

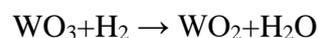
### II-1-1- Préparation des poudres de tungstène et de cobalt

La préparation des poudres de base a été réalisée dans le laboratoire de l'unité industrielle ERIS de Batna.

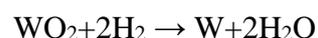
#### II-1-1-1- Réduction du trioxyde de tungstène

La réduction du trioxyde de tungstène par l'hydrogène permet l'obtention du tungstène métallique :

La première réduction s'effectue à une température inférieure à 850°C selon la réaction suivante :



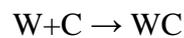
La deuxième réduction a lieu à 900°C selon la réaction :



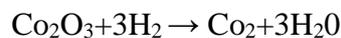
La granulométrie de la masse volumique des poudres de trioxyde de tungstène influe sur les caractéristiques physiques du produit final.

**II-1-1-2- Fabrication de la poudre de tungstène**

La carburation des poudres de tungstène est la méthode utilisée pour l'obtention des poudres de carbure de tungstène. Afin d'obtenir une poudre de WC de composition stœchiométrique, les grains de tungstène ont été mélangés avec une quantité prédéterminée de noir de carbone, le mélange se fait dans un broyeur à billes, après Vient la dernière étape qui consiste à disposer le mélange dans des nacelles en graphite balayées dans un four à une température allant de 1350 à 1500°C, par un flux continue d'hydrogène. La réaction chimique correspondante est :

**II-1-1-3- Fabrication de la poudre de cobalt**

En ce qui concerne la poudre de cobalt, elle a été industriellement préparée par la réduction par l'hydrogène à la température de 800°C de l'oxyde de cobalt, les grains irréguliers obtenus sont ensuite soumis à des opérations de tamisage par vibration afin de récupérer que les grains dont la taille est inférieure à 2µm. La réaction chimique correspondante est :

**II-1-1-4- Mélange des poudres :**

Généralement, le mélange est composé d'un constituant principal (élément de base) et d'un additif à particule plus fine et à faible pourcentage.

Il existe divers modes de mélange employés tel que :

- Mélange à sec dans des récipients tournants
- Mélange à sec dans des broyeurs à bille
- Mélange sous liquide dans un broyeur à billes, utilisé pour la réalisation

Le mélange du carbure de tungstène avec du cobalt, représente un mélange très intime d'un constituant principale dur et d'un additif ductile donc un broyage à billes est utilisé pour sa réalisation,

Le rajout d'un diluant (alcool éthylique) facilite le mélange en améliorant l'écoulement des poudres.

Un bon mélange homogène, dépend de quatre paramètres principaux, sont : le type du mélange, le volume relatif de la poudre dans le mélange, la vitesse et le temps du mélange.

## **II-2- Compression isostatique à chaud :**

La technique de compression isostatique à chaud est mise en œuvre pour améliorer la densification avec un retrait pratiquement isotrope, d'un agrégat de poudres obtenus par frittage conventionnel [26]

### **II-2-1- Principe de la CIC**

Le pressage isostatique à chaud (HIP) ou (CIC) est un processus de fabrication qui implique l'application simultanée d'une température et d'une pression élevées. Ce procédé consiste à soumettre une capsule remplie de poudre à une pression isostatique appliquée et un traitement thermique par l'intermédiaire d'un gaz neutre qui est généralement de l'argon.

Dans le cadre de cette étude, des échantillons en carbure cémentés WC-Co ont été élaborés via ce procédé, à partir de mélanges de poudres de carbure de tungstène WC et de cobalt contenant 11% en masse de cobalt. Les cycles de ce processus ont été réalisés à l'aide d'une presse de type HIP-6 au laboratoire de métallurgie physique de Poitiers (France). C'est une presse utile pour la densification des différentes nuances en carbure cémenté WC-Co, Elle est fabriquée par la société ACB de Nantes.

### **II-2-2- La description de la presse**

Le processus de compression isostatique à chaud consiste une chaîne d'étapes soigneusement respectée pour garantir la réussite de l'opération et pour cela, des principales composantes doivent être présentes lors d'une installation CIC, on distingue :

- Un four en graphite avec son ensemble d'isolation thermique et son système de mesure de température

- Une enceinte à haute pression
- L'alimentation électrique de la presse
- Un circuit d'alimentation en argon haute et basse pression
- Un circuit de refroidissement de la paroi latérale de l'enceinte et des bouchons supérieurs et inférieurs

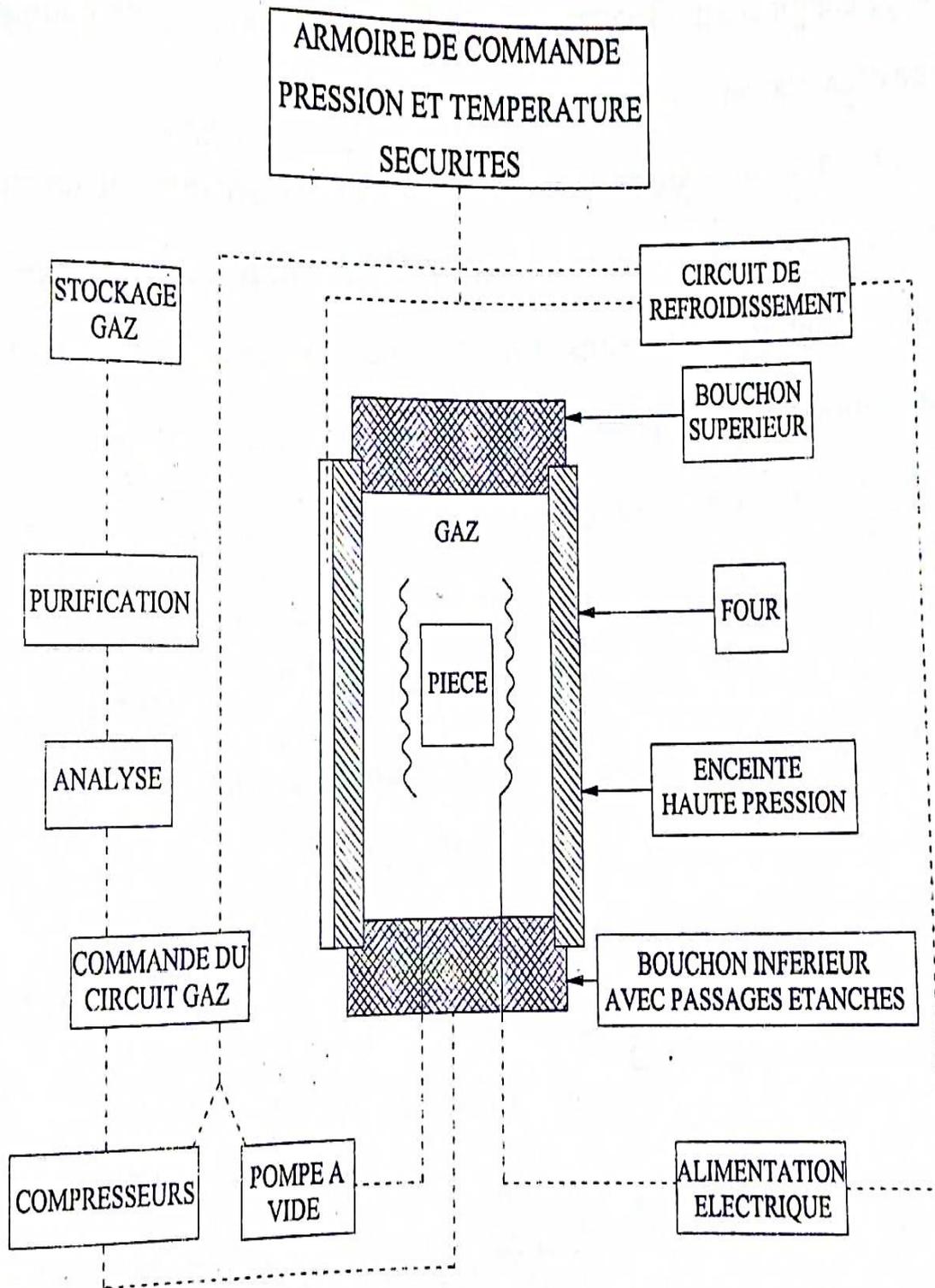


Fig.II.1 Schéma de principe de l'installation C.I.C

### II-2-3- Réalisation du conteneur

La conception et le choix de la nature d'un conteneur sont des étapes clé dans le procédé d'élaboration par C.I.C. En effet, le matériau constituant le conteneur doit être caractérisé par un niveau élevé d'étanchéité sous l'effet de hautes pressions et de températures, une bonne ductilité à froid et à la température de traitement, une excellente soudabilité ainsi qu'une présence d'un minimum d'intégration avec la poudre d'autant qu'il doit être facilement éliminé par simple usinage ou par attaque chimique. Cependant, concernant notre étude elle est menée pas seulement sur un conteneur en acier doux, mais aussi un en Titane, le métal qui semble le mieux adapté pour la densification des mélanges, ce choix est fait dans le but d'éviter une éventuelle réaction des composantes des poudres de WC et de Co avec les gaines.

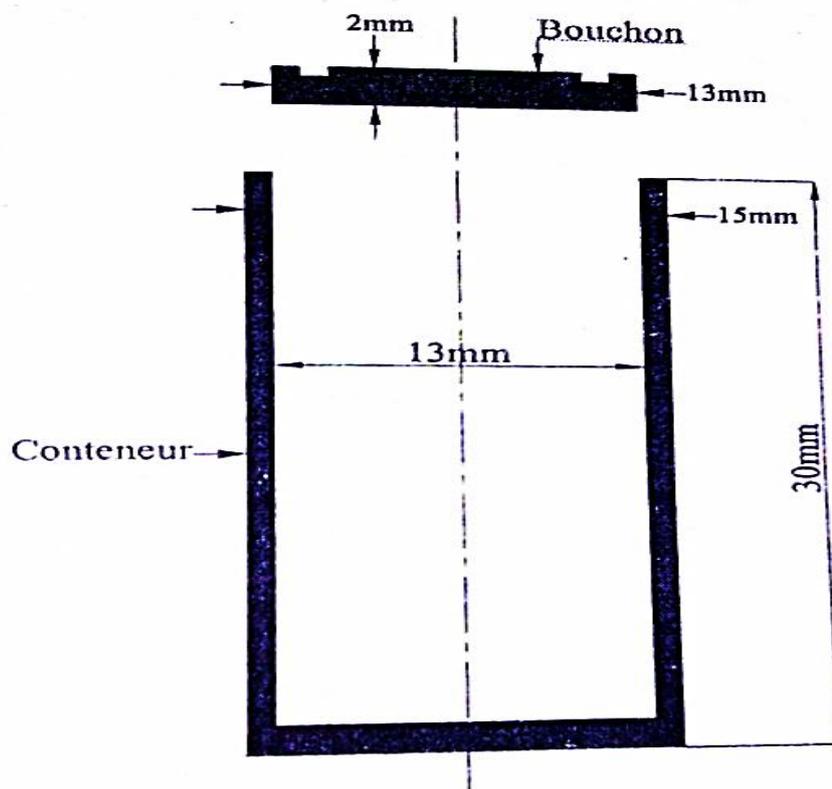


Fig.II.2 : dimension du conteneur en titane et de son bouchon

**II-2-4- Encapsulation des poudres**

Le conditionnement ou autrement dit le remplissage des poudres de carbure de tungstène et de cobalt est effectué dans les conteneurs en question, selon deux variantes, soit la poudre est pré compactée à froid sous une pression hydrostatique puis usinée pour l'adapter au conteneur ou bien le plus souvent pré compactée dans le conteneur lui-même à l'aide d'une presse dans le but de forcer l'écoulement des grains de poudre les uns par rapport aux autres.

Puis les poudres sont tassées par vibration au cours de son remplissage afin de donner un empilement le plus compact et d'obtenir le remplissage le plus homogène possible du conteneur. Le bouchon est ensuite parfaitement ajusté par compression uni axiale 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, en attendant de procéder à leur fermeture par soudure électronique.

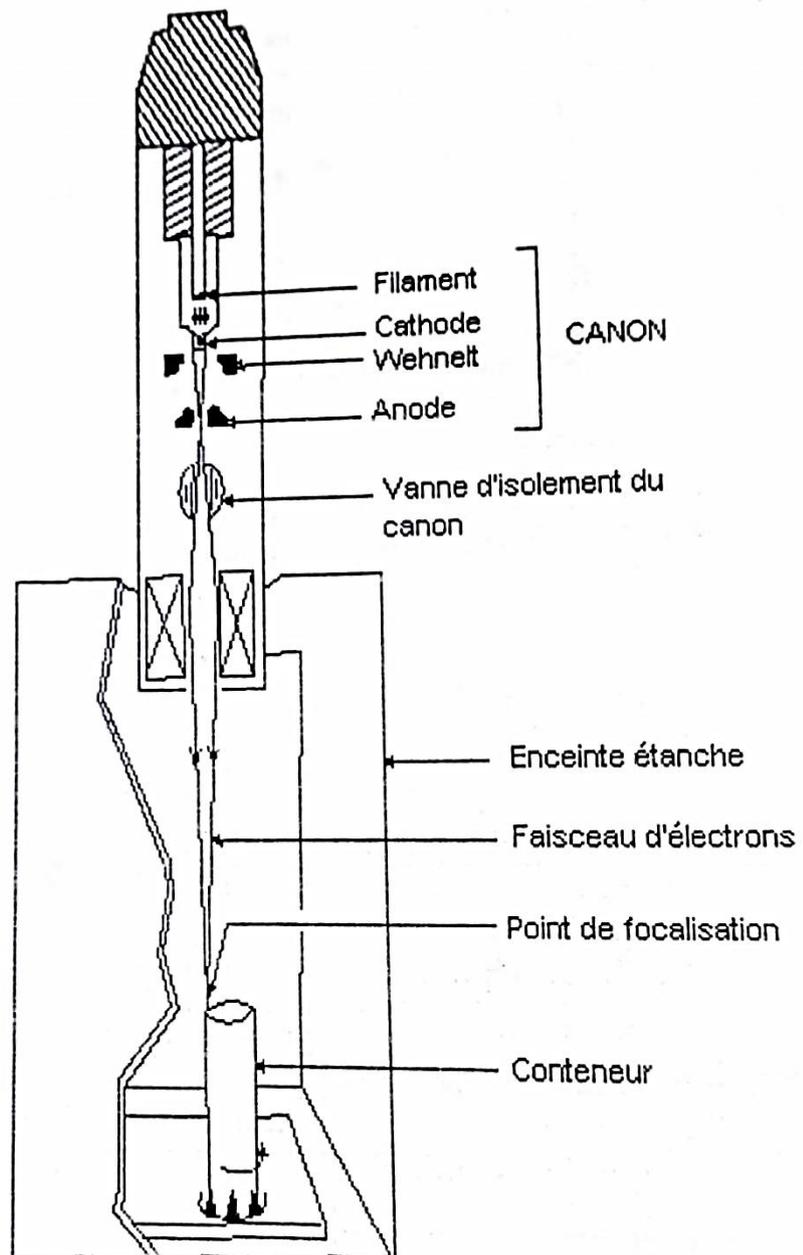
**II-2-5- Soudage**

Après le remplissage du conteneur, on procède à sa fermeture sous vide de sa partie supérieure. Le soudage par faisceau d'électrons consiste d'abord à produire le faisceau d'électrons et en suite focaliser et piloter ce dernier, ce procédé permet d'assembler des matériaux hétérogènes et de forte épaisseur, ainsi nous pouvons dans le cadre de notre travail aisément souder le titane et ces alliages ainsi que l'acier, c'est une technique intéressante par les possibilités de précision et de focalisation fine qu'elle offre

Le soudage par faisceau d'électrons est caractérisé par une concentration très importante d'énergie. L'énergie cinétique des électrons est transformée en énergie thermique lorsque le faisceau vient frapper les éléments à assembler. La machine de soudage par faisceau d'électrons (Fig.II.3) 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.

L'opération de soudage permet de sceller les conteneurs sous un vide de  $10^{-3}$  mmHg. Le mélange de poudre bénéficie ainsi de bonnes conditions de densification puisque la pression

exercée restera supérieure à la pression à l'intérieur du conteneur tout au long du processus de densification par C.I.C.



**Fig.II.3 : Schéma de principe de l'appareillage pour le soudage par bombardement électronique.**

### II-2-6- Compactage isostatique à chaud

Une densification totale de mélange de poudres de carbure de tungstène et de cobalt, contenu dans les conteneurs scellés sous vide.

### II-2-7- Dégainage

La dernière étape du procédé de la compression isostatique à chaud, 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]

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

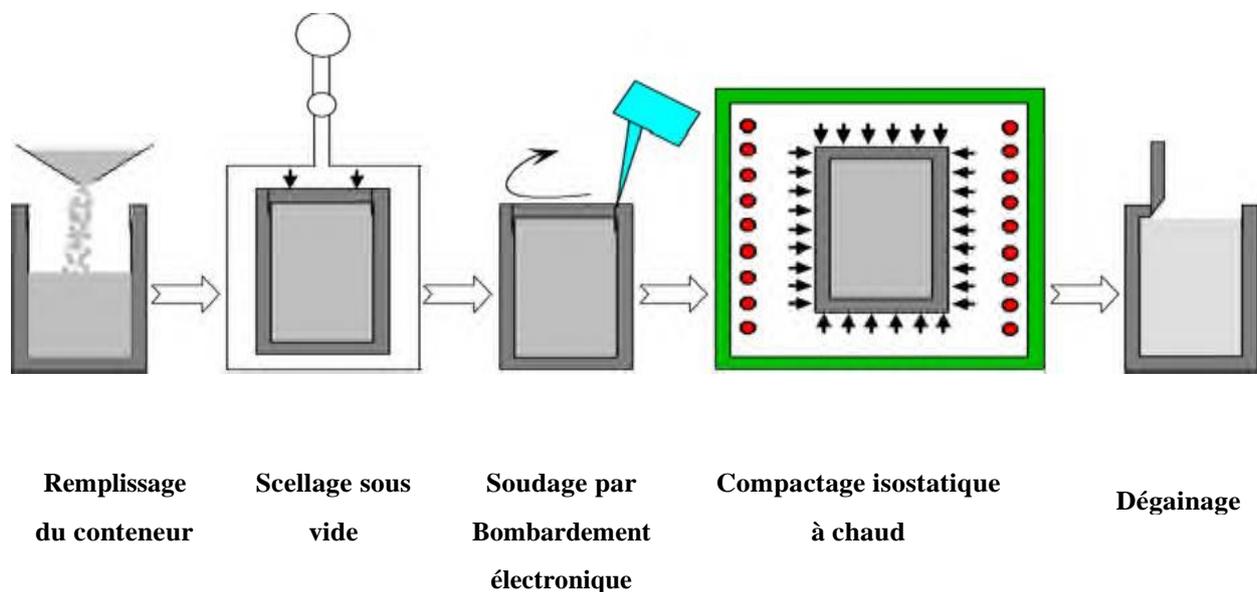


Fig.II.4 : Etapes de densification de poudres par CIC [8].

### II-3- Réalisation des cycles de traitement

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.5.

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.

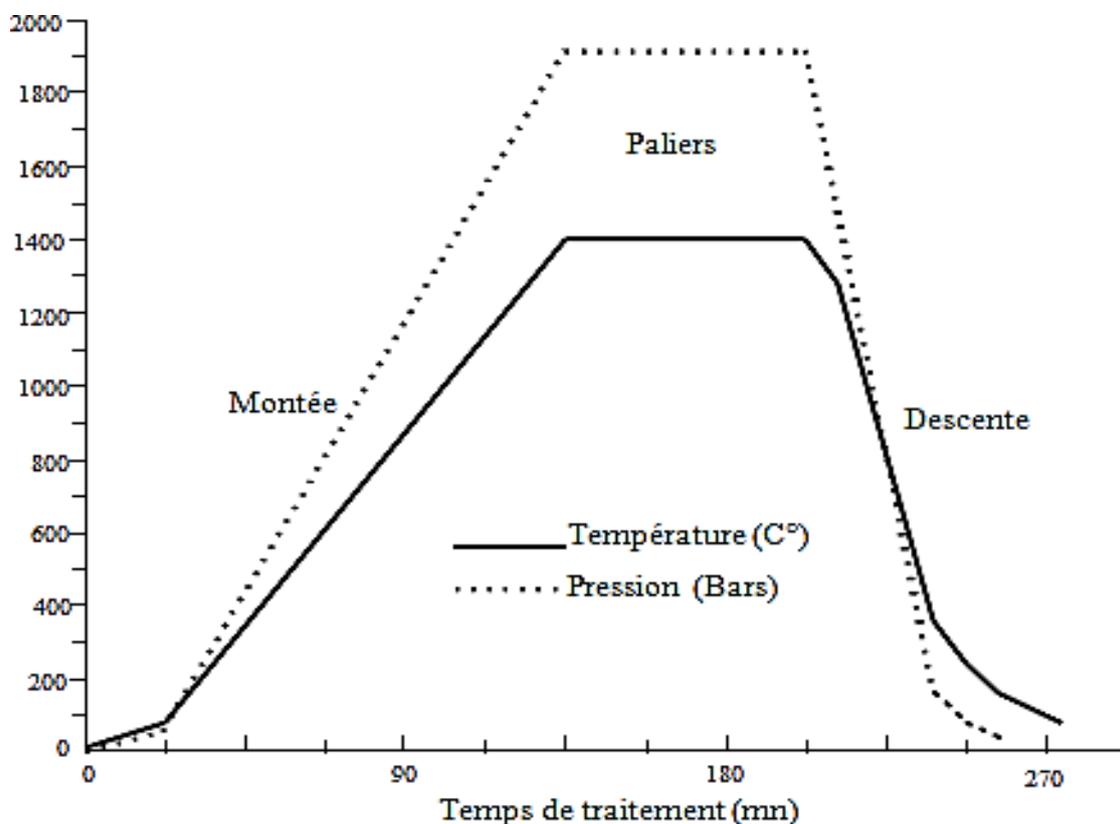


Fig.II.5 : Cycle de traitement de compression isostatique à chaud [6].

**II-4- 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-4-1- Essais mécaniques**

Dans le but d'étudier les propriétés mécaniques du matériau (WC-Co). Des essais mécaniques sont considérés comme étant une étape indispensable pour accéder aux grandeurs caractéristiques des matériaux, Les essais mécaniques réalisés sont des essais de dureté ROCKWELL. Le micro duromètre utilisé est de type SHIMADZU HMV 2000. Les échantillons subissent un polissage mécanique sur la surface à observer au microscope, Le polissage consiste à frotter la surface à analyser sur des papiers abrasifs au carbure de silicium à granulométrie décroissante, l'échantillon à polir est arrosé d'eau pour éviter l'échauffement du métal. Un polissage de finition est ensuite effectué sur des feutres en utilisant des pâtes diamantées, jusqu'à l'obtention d'une surface plane, brillante et dénuée de toute rayure, leur indentation est réalisée à l'aide d'un polygone en diamant sous une charge de 500g pendant une durée de 15s.

Les mesures de dureté sur les métaux durs dépendent de la taille des grains et la teneur en cobalt mais peu de la charge utilisée.

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.



**Fig.II.6 : Le micro duromètre SHIMADZU HMV 2000**

#### **II-4-2- Diffraction des rayons X**

Les rayons X sont des ondes électromagnétiques de longueur d'onde comprise entre 0.1 et 10 Å. L'analyse par la diffraction des rayons X permet d'identifier les phases et leur évolution après de différents traitements

La diffraction des rayons X (DRX) est une diffusion cohérente des photons X du faisceau incident (photons de même longueur d'onde que les photons X primaires) sur les électrons des atomes du réseau périodique du domaine analysé.[6]

Ce processus a été réalisé soigneusement par un diffractomètre de type XRG 3000 avec une tension de 30 KV. La longueur d'onde utilisé est la raie  $K_{\alpha}$  du chrome  $\lambda_{Cr} = 2.2897\text{Å}$ .

Les conditions d'acquisition des diagrammes de diffraction des rayons X ont été conservées : pas de 0.02 (en  $2\Theta$ ) et temps de comptage 10s. les phases angulaires sont enregistrées dans l'intervalle angulaire  $2\Theta$  compris entre  $30^{\circ}$  et  $150^{\circ}$ .



**Fig.II.7 : diffractomètres de type XRG 3000**

### **II-4-3- Microscope électronique à balayage**

Le microscope électronique à balayage est le moyen le plus puissant et assez complet d'imagerie de surface. Il utilise un faisceau d'électrons accélérés qui sont focalisés sur la surface à examiner de l'échantillon. L'interaction électrons-matière produit divers types de rayonnements exploitables pour l'étude de la topographie et de la composition de la surface de l'objet.

Dans le cadre de notre travail un M.E.B (microscope électronique à balayage) de type JEOL 5600 LV, à filament de tungstène, est utilisé. Couplé à un système de microanalyse par dispersion d'énergie EDS-X (Energy Dispersive of X-rays). Et sa mise en œuvre permet d'accéder à la composition chimique de l'échantillon.



**Fig.II.8 : Microscope électronique à balayage JEOL 5600LV**

Une fois que le vide est assuré dans la colonne, le filament de tungstène est mis sous une tension appliquée de 20 KV. Il résulte une production d'électrons primaires qui seront accélérés par une haute tension vers l'échantillon. Les images sont formées à partir de la détection soit de ces électrons en question ou des électrons rétrodiffusés produit par balayage de l'échantillon, et l'orientation du faisceau d'électrons assuré par Des lentilles électromagnétiques.

Nous avons travaillé en mode électrons rétrodiffusés, du coup les images dues à ces derniers permettent d'obtenir des informations concernant la composition des échantillons, alors que les image dues aux électrons secondaires permettent d'obtenir une topographie de leur surface.

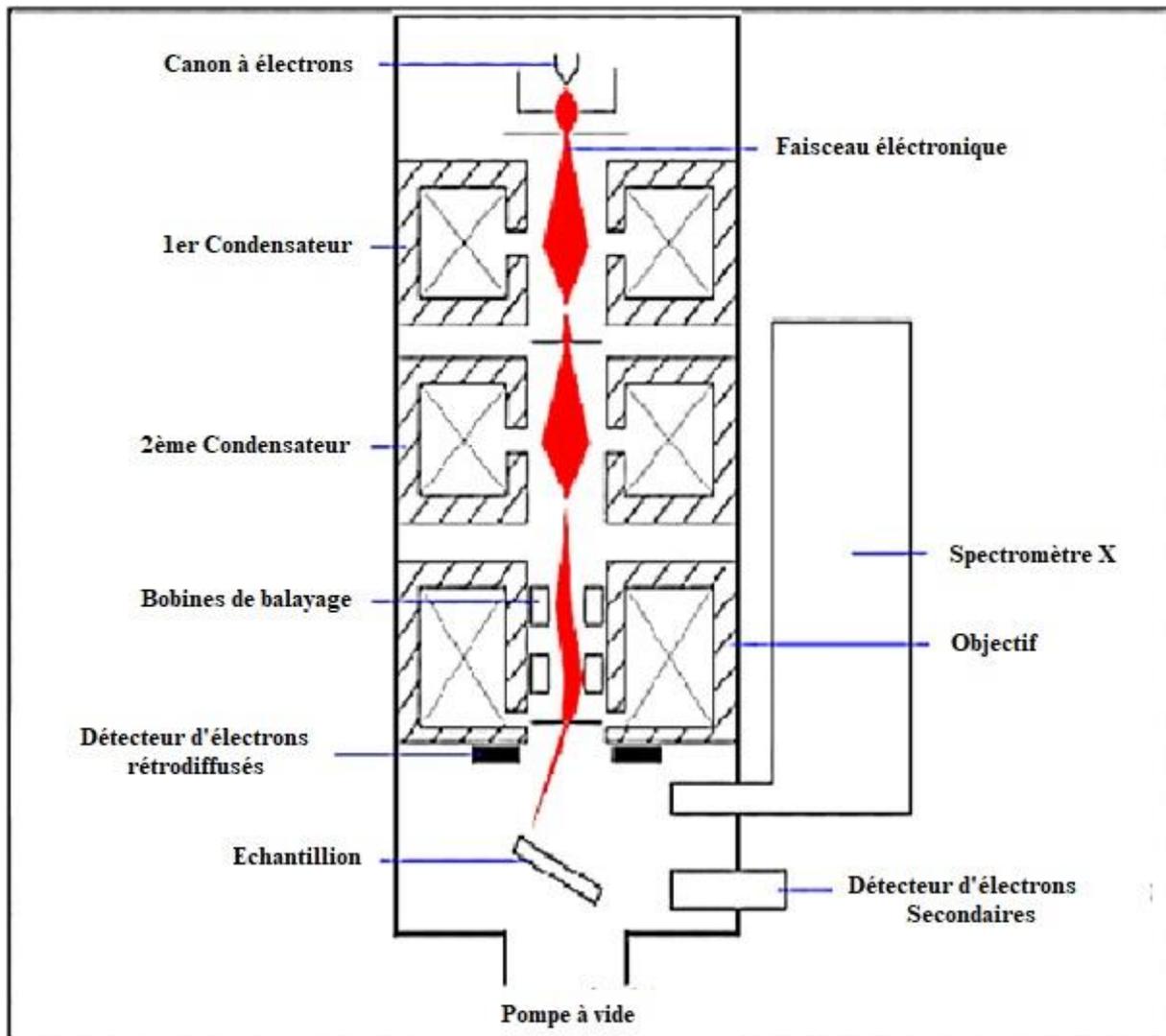
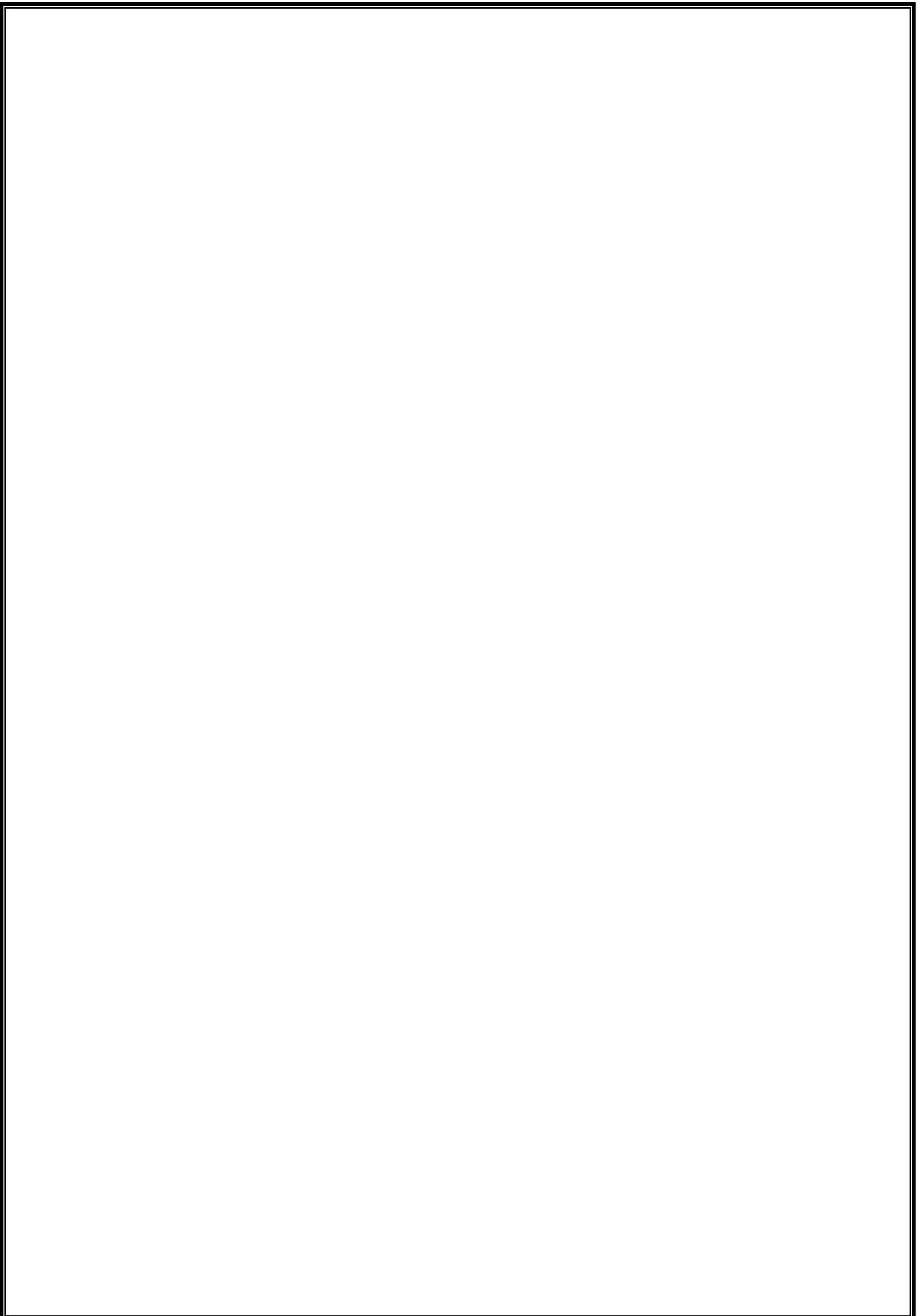


Figure II.9 : principe de fonctionnement de microscope électronique à balayage



# Chapitre III

## RESULTATS EXPERIMENTAUX

L'objectif de ce travail est d'élaborer des alliages à base de carbure de tungstène à propriétés mécaniques améliorées. Les poudres de base de carbure de tungstène sont mélangées à des poudres de cobalt dans des proportions massiques prédéterminées. La densification du mélange est obtenue par compression isostatique à chaud. Une étude de la réactivité de la gaine en acier avec les constituants WC et Co sous les effets simultanés de la pression et de la température est réalisée.

**III-1- Poudres de base**

Une série de trois échantillons de carbure de tungstène ont été élaborés avec une concentration de cobalt bien déterminée.

Les mélanges de poudre de WC et de Co ont été analysés chimiquement avant de procéder à leurs densifications par compression isostatique à chaud. La réduction des poudres doit être correctement effectuée pour qu'elles ne subissent aucune contamination par l'oxygène au cours de leurs mélange par broyage humide.

Le taux de carbone libre doit être très faible dans les trois échantillons et ce afin d'augmenter la dureté des échantillons.

**III-2- conditions expérimentales****III-2-1- compositions chimiques**

Les poudres de carbure de tungstène et de cobalt utilisées pour élaborer le carbure étudié ont été préparées dans le laboratoire de l'unité industrielle ERIS de Batna (Algérie). [33]

Dans une première étape, on procède à la réduction par l'hydrogène du trioxyde de tungstène et du dioxyde de cobalt pour obtenir des poudres de W et de Co. La poudre de tungstène obtenue est mélangée avec du noir de carbone dans proportions stœchiométrique et sa carburation est réalisée à 1450° C dans un four tubulaire en graphite sous un flux continu d'hydrogène.

Les conditions expérimentales utilisées ont permis de produire une poudre de WC avec un pourcentage massique de carbone très proche de la concentration appropriée qui est de l'ordre de 5.5%.

Les mélanges des deux poudres dans des proportions massique de 89% en WC et 11% en Co est réalisé par broyage humide pour optimiser son homogénéisation. La qualité du mélange des poudres est contrôlée par la détermination des fractions massique de carbone et de cobalt. [33]

Les valeurs obtenues qui sont respectivement de 5.3 et 11.2% montrent que les opérations de carburation et de mélange des composants sont parfaitement maîtrisées.

### **III-2-2- Elaboration des échantillons**

Une série de trois essais de compression isostatique à chaud a été réalisée sur trois mélanges de poudre WC-Co, la densification par CIC est réalisée après conditionnement de mélange des poudres dans des conteneurs scellés sous vide par bombardement électronique.

Le vide créé entre les grains de poudre permet d'assurer une densification totale du comprimé sous les effets combinés de la température et de la pression appliquée. [33]

Les conteneurs sont choisis de telle sorte à éviter toute réaction des composants des poudres avec le matériau de la gaine.

Dans un premier temps nous avons utilisé des conteneurs en acier, par la suite nous avons opté pour des conteneurs en titane dont la réactivité avec les composants des poudres semble très faible. [33]

Les conditions expérimentales utilisées sont regroupées dans le tableau ci-dessous :

<b>Mélange des poudre</b>	<b>Température de traitement (C°)</b>		<b>Pression de traitement (Bars)</b>	<b>Durée de traitement (h)</b>
<b>WC-11%Co avec gaine en Titane</b>	1350	/	1950	1
<b>WC-11%Co avec gaine en Acier doux</b>	1350	1400	1950	1

**Tableau 1 : condition de traitement des mélanges de poudre par C.I.C**

L'essai de densification est réalisé à une température de 1350 à 1400°C référence à la température usuelle du frittage simple qui est de l'ordre de 1450°C

L'objectif recherché est de limiter les effets des phénomènes chimiques qui apparaissent entre les constituants pendant l'opération de densification.

### III-3- Structures des échantillons

#### III-3-1- analyse par diffraction des rayons X

L'étude par diffraction des rayons X est réalisée sur des zones situées au centre et à l'interface poudre-conteneur en acier, dans l'échantillon traité à 1350°C, l'échantillon traité à 1400°C présente une gaine totalement fondue. Sous l'effet de la température, une réaction s'est opérée entre la gaine et les composants WC et Co de la poudre.

Les spectres de raies obtenus, sont présentés aux figures III. 2 et 3 correspondent aux mélanges de poudres de carbure de tungstène et de cobalt contenant 11% en masse de cobalt réalisé dans des conteneurs en titane et en acier doux. [33]

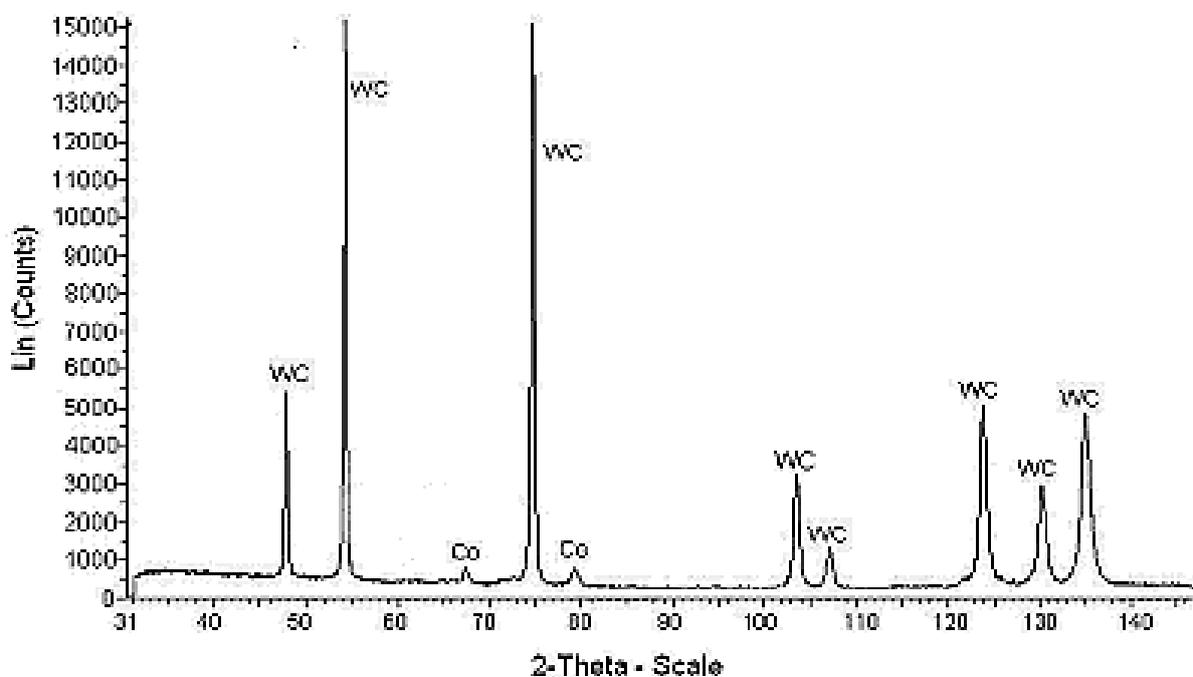
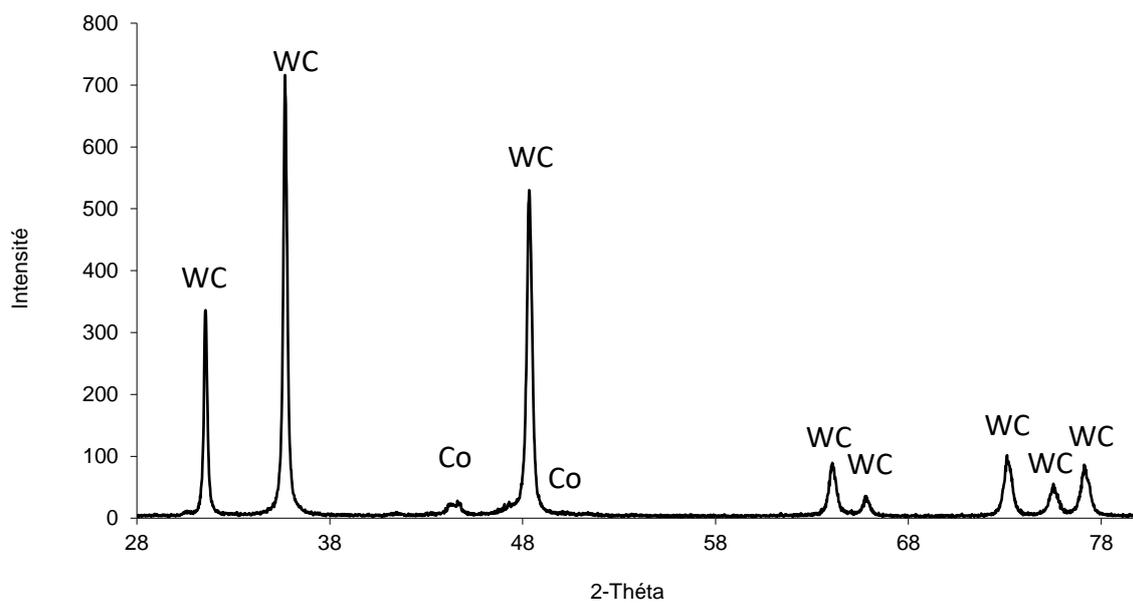
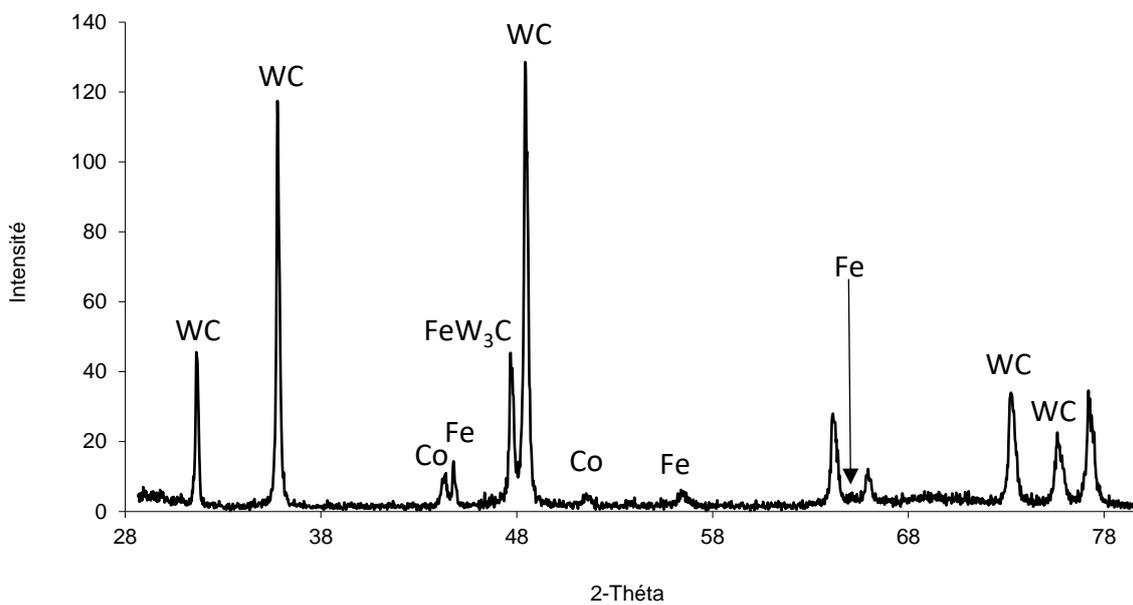


Fig.III.1 : Spectre de diffraction X de l'échantillon obtenu par CIC avec conteneur en titane.



(a) Centre de l'échantillon.



(b) Zone proche de l'interface gaine-comprimé.

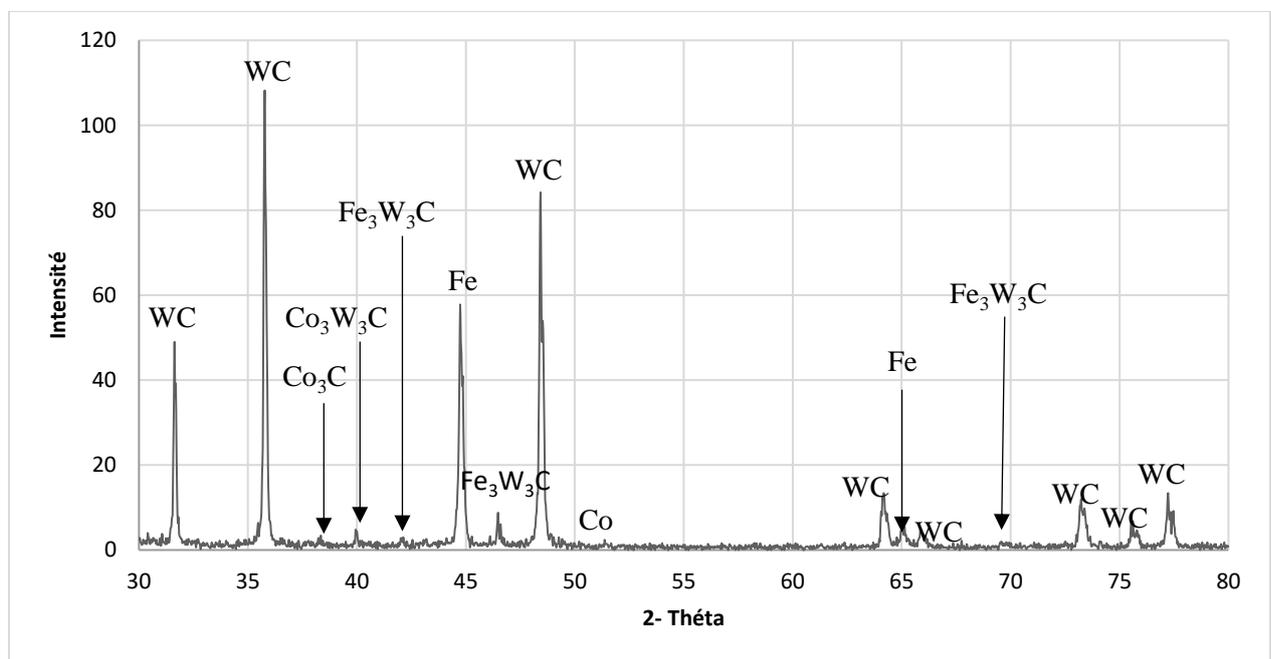
Fig.III.2 : Spectre de diffraction X de l'échantillon obtenu par CIC avec conteneur en acier.

Les résultats de l'analyse montrent que le carbure cémenté avec la gaine en titane est constitué uniquement des phases dures de WC et liante de Co comme le montre le spectre de diffraction de la figure III.1. Par contre le spectre de diffraction de l'échantillon avec la gaine en acier, présente des raies de fer et de  $\text{FeW}_3\text{C}$  qui mettent en évidence une réactivité de la gaine avec les composants de WC. Ce phénomène conduit à une diminution en volume de la phase dure des carbures de tungstène. Il en résulte une altération des propriétés mécaniques des zones situées près de l'interface de l'échantillon élaboré.[33]

L'échantillon WC-11%Co élaboré par C.I.C à  $1400^\circ\text{C}$  présente un aspect qui montre que la gaine a complètement fondue durant l'opération de densification. La fusion de la gaine en acier a provoqué un affaissement de l'échantillon dont la forme initiale est cylindrique.

L'écoulement du liquide de la partie supérieure vers la partie inférieure a conduit un élargissement de la base de l'échantillon.

Une analyse globale par diffraction des rayons X a été alors réalisée (Figure III. 3) :



**Fig.III.3. Spectre de diffraction X enregistré au centre de l'échantillon obtenu par CIC à  $1400^\circ\text{C}$  avec un conteneur en acier.**

La présence des carbures mixtes de types  $FeW_3C$  dans les zones situées près de l'interface conteneur en acier-comprimé s'explique par une dissolution très importante de la phase solide de WC dans le fer liquide et la phase liante. L'utilisation d'un conteneur en acier doux semble donc être à l'origine du phénomène de décarburation observé dans l'échantillon. [33]

Pendant la montée en température et en pression, une diffusion des composants se produit entre les grains de WC et la gaine du conteneur. Des zones d'inter-diffusion se développent au niveau des contacts entre les grains de cobalt et de carbure de tungstène avant que la température de l'eutectique  $T_e=1320^\circ C$  ne soit atteinte. Les zones dont la composition de l'eutectique est atteinte, commencent alors à fondre à la température de l'eutectique.

Certaines zones de la gaine atteignent probablement une composition critique et vont fondre à la température de traitement. Le tungstène et le carbone libérés se diffusent alors facilement dans le liquide, et s'associe avec le fer pour donner naissance aux carbure mixtes de types  $FeW_3C$  pendant l'étape de refroidissement. [33]

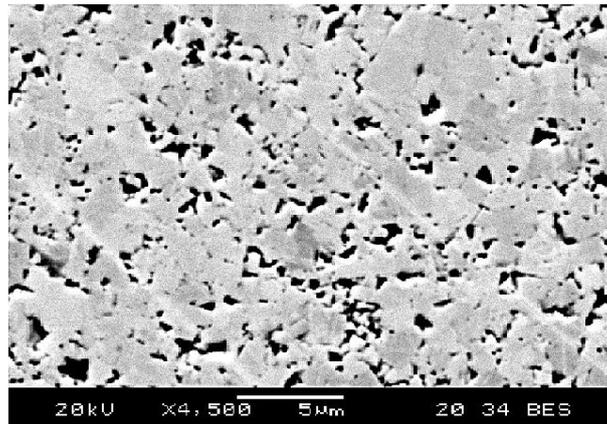
#### **III-4- Microscopie électronique à balayage**

Les observations en microscopie électronique à balayage, effectuées en mode électrons rétrodiffusés, ont permis d'obtenir des informations concernant les phases en présence dans les deux types d'échantillons élaborés.[33]

Les surfaces des échantillons observées ont été préparées par des polissage mécaniques successifs à la pâte diamantée de 10 à  $0.25 \mu m$ .

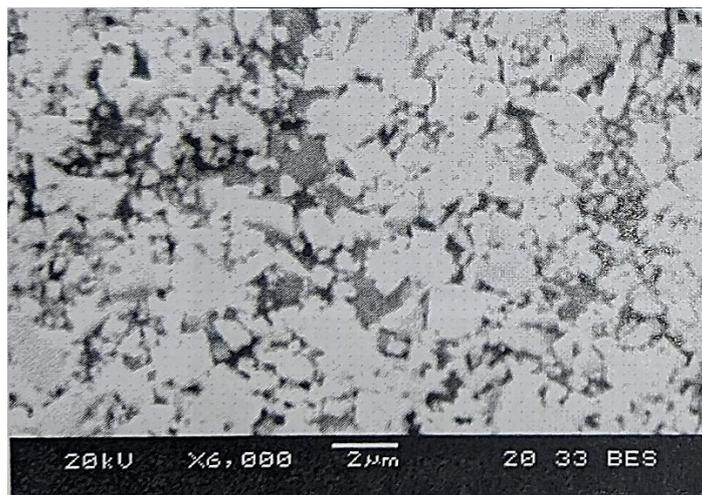
La micrographie de la figure III.4 représente l'aspect de la structure observée dans l'échantillon élaboré par C.I.C. on observe une phase du liant cobalt fermée et finement dispersée dans la phase dure de WC. Les grains de carbure de tungstène sont difficiles à distinguer.

Ce phénomène est probablement dû aux mécanismes de frittage sous pression tels que la déformation plastique, le fluage et les mécanismes de transport de matière qui provoquent le soudage par brasage-diffusion des grains de WC en contact ou séparés par des films minces de cobalt. [33]



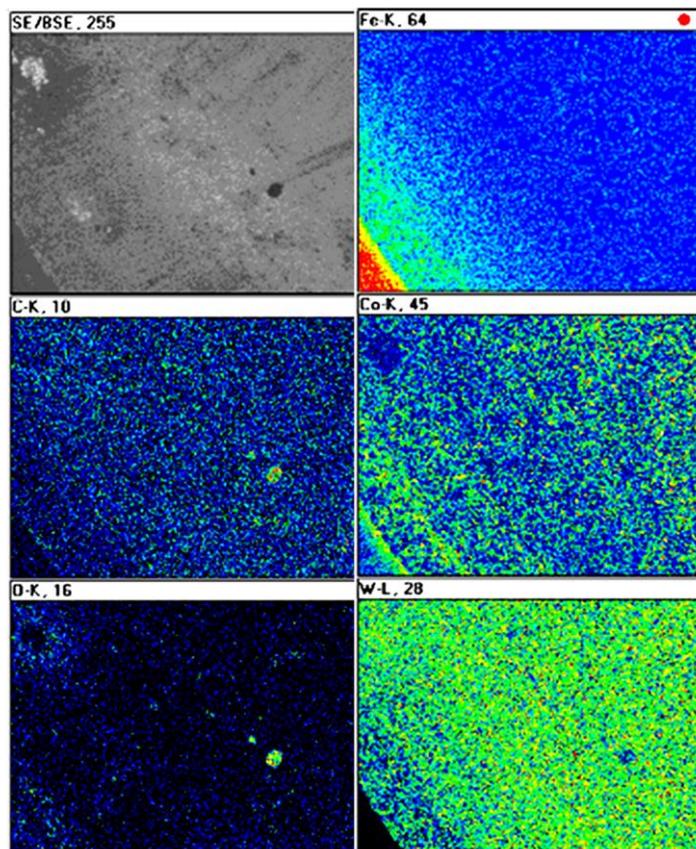
**Fig.III.4 : Microstructure observé dans l'échantillon densifié par CIC avec la gaine en titane.**

Les observations au microscope ont permis de mettre en évidence une répartition non homogène des deux phases de WC et de Co au voisinage de l'interface (gaine en acier - comprimé)



**Fig.III.5 : Microstructure observée au voisinage de l'interface (gaine en acier - Comprimé) de l'échantillon densifié par CIC.**

Une analyse par dispersion d'énergie est réalisée de manière complémentaire sur l'échantillon avec la gaine en acier. Les résultats obtenus sont présentés à la figure III. 6 sous forme de cartographie qui mettent en évidence la répartition géographique des éléments carbone, oxygène, fer, tungstène et cobalt.



**Fig.III.6 : Cartographies mettant en évidence la diffusion du fer dans l'échantillon avec la gaine en acier. [33]**

L'exploitation de ces résultats montre un phénomène de diffusion à l'interface, des éléments chimiques du WC-Co dans la gaine en acier et réciproquement. [33]

Dans une zone proche de l'interface gaine-comprimé on observe que la zone adjacente à la gaine est très riche en fer, l'interaction du conteneur en acier avec les composants de la poudre de base est très intense. Cette interaction se traduit par une diffusion du fer à l'interface, il en résulte une dissolution plus intense de WC qui donne lieu à la formation de carbure mixte à

base de fer et de tungstène. Ces derniers sont généralement indésirables car ils augmentent fortement la fragilité des carbures cémentés.[33]

En effet, les travaux de Giménez et al [31] montrent que lors d'un maintien en contact permanent pendant une heure, d'un échantillon de carbure de tungstène WC-Co et d'un échantillon d'acier sous une pression et une température fixée, que le cobalt diffuse dans l'acier.

Cette diffusion est observable pour les trois cas de température considérées (900, 1100, 1300°C), alors que la diffusion du tungstène (W) dans le fer n'est pas observable qu'à 1100 et 1300°C. En revanche les auteurs indiquent que la diffusion du fer dans le carbure de tungstène fritté n'est identifiable qu'à 1300°C. Cette diffusion peut fragiliser la matrice du carbure fritté WC-Co.

### **III-5- caractéristiques mécaniques des échantillons**

Les essais de micro-dureté sont d'une grande utilité pour le métallurgiste, vue leurs simplicité et leur caractère peut destructif.

La micro dureté est une propriété mécanique fondamentale dans le cas des alliages à base de tungstène qui sont utilisé pour la fabrication d'outils de coupe, de gilets de tréfilage, .... etc.

Dans le cadre de ce travail c'est l'essai Vickers qui a été mis en œuvre pour déterminer la dureté des échantillon élaborés, des essais de micro dureté ont été réalisés sur les deux types d'échantillons, les tests ont été réalisés à l'aide d'une charge de 500grs appliquée pendant 15s

La dureté moyenne a été évaluée à partir d'une dizaine de points effectués le long de segment de droite qui relie le bord au centre de l'échantillon. [33]

L'ensemble des résultats relatifs aux essais réalisés est présenté dans le tableau suivant :

Echantillons	Micro dureté (HV 0.5) des échantillons élaborés par C.I.C
WC-11%Co (Gaine en titane)	$1426 \pm 23.5$
WC-11%Co (Gaine en acier)	$1311 \pm 24.5$

**Tableau 2. Micro duretés des deux types d'alliages élaborés**

L'analyse des résultats obtenus montre que la micro dureté moyenne correspondant à l'échantillon avec la gaine en titane, est nettement supérieure à celle de l'échantillon similaire avec la gaine en acier.

L'amélioration de la micro dureté est certainement due à l'utilisation d'un conteneur en titane pour encapsuler les mélanges de poudre de carbure de tungstène et de cobalt. [33]

On note que la réactivité des conteneurs en titane avec les composants des poudres semble très faible.

**III-6- Discussion des résultats**

L'objectif de ce travail consistait à mettre au point une nouvelle méthode d'élaboration à fin d'optimiser les propriétés des carbure cémentés à faible teneur en masse de cobalt ceci dit à 11%. Nous avons abordé dans le cadre de ce travail la densification des mélanges de poudre de base par compression isostatique à chaud. En effet, tout en réalisant une étude comparative de la réactivité du matériau du conteneur avec les composants des mélanges des poudres de carbure de tungstène et de cobalt (WC-Co).

Nous avons effectué trois tests de compression sur trois échantillons de mélange des deux poudres de base de carbure de tungstène et de cobalt, dans trois conteneurs de différentes composition métallique, sous différentes températures.

L'analyse par diffraction des rayons X, a permis de mettre en évidence, la réactivité de la gaine en acier avec les composants des mélanges, qui est plus importante et non structurée, Par rapport à celle en titane, qui semble négligeable et homogène.

Les observations effectuées au microscope électronique à balayage ont permis de constater que l'échantillon élaboré par C.I.C avec la gaine en titane est plus homogène que celui de l'échantillon similaire au voisinage de l'interface gaine en acier -comprimé.

Les essais de microdureté réalisés ont permis de constater que le procédé d'élaboration par CIC est très performant. On constate que l'obtention de carbures cémentés à hautes performances mécaniques passe par l'utilisation du procédé de densification par compression isostatique à chaud et par l'utilisation d'un conteneur en titane pour encapsuler les mélanges de poudre de carbure de tungstène et de cobalt. Ce qui nous mènent à noter que la réactivité du conteneur en titane avec les échantillons élaborés est très faible.

L'étude réalisée nous a permis de constater que la réactivité des mélanges de poudres WC-Co avec les conteneurs est liés à la composition et la température de ces conteneurs en question. Et les interfaces ((WC-Co) - (gaine en titane)) semble d'une grande stabilité, peuvent conférer au matériau des hautes performances mécaniques

# **CONCLUSION GENERALE**

### CONCLUSION GENERALE

Dans une première étape, nous avons abordé une étude générale bibliographique sur les différentes techniques de la métallurgie des poudres, leurs élaboration, consolidation et ses différents types de densification afin d'obtenir des informations de base, pour passer ensuite à des techniques expérimentales, concernant la caractérisation et l'élaboration des carbures cémentés (WC-11%Co), totalement dense et homogène dotés de propriétés mécaniques performante, par compression isostatique à chaud.

Dans le cadre de ce travail, trois échantillons de carbure cémentés ont été élaborés à partir de mélanges de poudres de carbure de tungstène et de cobalt dans des proportions stœchiométriques bien déterminées (WC-11%Co). Les trois échantillons ont été fabriqués en utilisant la technique de compression isostatique à chaud. Ils sont mis dans des conteneurs de différentes compositions métalliques sous des températures différentes (conteneur (1) en titane, conteneurs (2 et 3) en acier doux). L'objectif visé est d'étudier la réactivité du matériau du conteneur avec les composants des mélanges des poudres (WC-Co). Ceci dit, mettre au point le matériau de la gaine, le plus adapté pour l'obtention (par C.I.C) d'un matériau à partir d'un mélange de poudre (WC-Co).

Après une préparation métallurgique bien étudiée, les mélanges des poudres de WC-Co, sont soumis à la C.I.C dans les conteneurs (1,2,3), respectivement sous les températures (1350°C, 1350°C, 1400°C), la pression est de 1950 bars,

Les résultats expérimentaux obtenus mettent en évidence que la gaine en titane, qui semble ne représenter aucune réactivité avec les composants des mélanges, est à l'origine d'une nette amélioration, des propriétés mécaniques des échantillons élaborés,

Tandis que l'échantillon traité à 1400°C, représente une décarburation de la gaine totalement fondue. Sous l'effet de la température, une réaction s'est opérée entre la gaine et les composants WC et Co de la poudre.

Une analyse qualitative par diffraction des rayons X est réalisée, ainsi qu'une observation en microscope électronique à balayage (MEB). Afin de pouvoir décrire la caractérisation microstructurale des échantillons.

Les résultats obtenus par diffraction des rayons X concernant les carbures cimentés avec la gaine en titane, montrent un spectre de diffraction représentant seulement des phases dures de WC et liante de Co. Tandis que le spectre de l'échantillon avec la gaine en acier, montre une réactivité de la gaine avec les composants de WC, représentée par des raies de fer (Fe) et de carbures mixtes de type (FeW<sub>3</sub>C). Ceci conduit à une altération des propriétés mécaniques de l'échantillon élaboré.

Les observations en microscopie électronique à balayage ont permis de mettre en évidence une microstructure très homogène dans l'échantillon WC-11%Co avec la gaine en titane. L'analyse réalisée par dispersion d'énergie d'un alliage similaire obtenu sur l'échantillon avec la gaine en acier montre un phénomène de diffusion à l'interface, des éléments chimiques du WC-Co dans la gaine en acier et réciproquement. L'interaction du conteneur en acier avec les composants de la poudre de base est très intense. La diffusion du fer à l'interface, engendre une dissolution plus intense de WC qui donne lieu à la formation de carbures mixtes à base de fer et de tungstène. Ces derniers sont généralement indésirables car ils augmentent fortement la fragilité des carbures cimentés.

Les essais de microdureté réalisés ont permis de constater que la microdureté moyenne correspondant à l'échantillon avec la gaine en titane, est nettement supérieure à celle de l'échantillon similaire avec la gaine en acier.

L'amélioration de la micro dureté est certainement due à l'utilisation d'un conteneur en titane pour encapsuler les mélanges de poudre de carbure de tungstène et de cobalt.

On note que la réactivité des conteneurs en titane avec les composants des poudres semble très faible. Cependant, le choix de la qualité du matériau de la gaine, est très important pour l'obtention de carbures cimentés performants. La forte réactivité du fer avec le tungstène à l'interface gaine-comprimé atténue l'amélioration des propriétés mécaniques.

En dernier, on peut conclure que l'élaboration des carbures cémentés à base de carbure de tungstène (WC) et de cobalt (Co), dans des conteneurs en titane, est le moyen le plus adapté, pour conférer aux matériaux, de hautes performances mécaniques, vu que la gaine du conteneur représente une très faible et négligeable réactivité avec les composants des mélanges. Dans les conditions de température et de pression bien déterminées. A l'avenir il sera intéressant d'optimiser les paramètres des cycles C.I.C pour élaborer des carbures cémentés à faible teneur en cobalt et mettre au point le matériau de la gaine le plus adapté pour l'obtention (par C.I.C) d'un matériau à partir d'un mélange de poudre (WC-Co).

❑ **A l'avenir :**

Optimiser les paramètres des cycles C.I.C pour élaborer des carbures cémentés à faible teneur en cobalt.

Mettre au point un matériau de la gaine encore plus adapté pour l'obtention (par C.I.C) d'un matériau à partir d'un mélange de poudre (WC-Co).

### REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] M. Hakima : Elaboration D'un Composite WC-Cu Par Infiltration, Mémoire De Magister, 2012\_2013. P.02
- [2] Gerard PUENTE, Philippe FRANCOIS, Article, Métallurgie des poudres Appliquée aux pièces mécaniques
- [3] H. Pastor : Article, Propriétés du tungstène et de ses alliages. M570. Technique de l'ingénieur
- [4] G. Nicolas ; métaux et alliages non ferreux, chapitre 15 ; molybdène, tungstène et leurs alliages
- [5] H. Pastor ; métallurgie des poudres, fabrication et propriétés des cermets carbure de tungstène-cobalt. Prospective dans le domaine de la coupe. Matériaux et techniques, 433-443. Décembre (1984).
- [6] A. Djermoune, Caractérisation d'un Carbure Cémenté WC-Co Elaboré par Compression Isostatique à Chaud : Etude d la réactivité de la graine avec les composants WC et Co, mémoire, Université de Bejaia, Algérie 2008.
- [7] H. Rabouhi, Etude Comparative des Alliages WC-Co Elaborés par Frittage Simple et La Compression Isostatique à Chaud, Thèse, Université de Bejaia, Algérie 2009.
- [8] K. BELAROUÏ Ingénieur de l'Université des Sciences et de la Technologie d'Oran (USTO), thèse : COMPRÉHENSION DES MECANISMES DE FRAGMENTATION PAR ANALYSE GRANULOMETRIQUE ET MORPHOLOGIQUE 1999.
- [9] G. Cizeron. Le frittage sous son aspect physico-chimique. Extrait de l'industrie céramique, vol. 611 n°10,713-729, 1968.
- [10] D. bernache-assolant, Jean-Pierre-bommet AF 6620 : frittage respect physio Chimique Partiel : frittage en phase solide. Technique de l'ingénieur

## Références bibliographiques

---

- [11] J. Peyssou : le frittage, Paru dans l'industrie céramique, n°66, avril 1973.
- [12] J.W. Cahn, R. B. Heady, Met. Trans., vol.1, pp.185-190, 1970.
- [13] R. M. German, et John Wiley and son, sintering theory and practice.
- [15] L. Olmos, Etude du frittage de poudres par micro tomographie et modélisation discrète, thèse pour obtenir le grade de docteur de L'Institut polytechnique de Grenoble, Sep 2010.
- [16] J. Waeber et Nicolas Thévenaz Méthodes de production le Frittage, ouvrage école polytechnique de Lausanne Novembre 2010
- [17] R.M. German, Sintering theory and practice, Wiley Interscience publication, ed. John Wiley & Sons, New York, Etat Unis d'Amérique, 1996.
- [18] N. Louet, Influence du dopage à la silice ou à l'oxyde de calcium sur frittage et sur l'évolution microstructurale d'une alumine\_alpha ultra pure, Thèse, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, France, 2003.
- [19] L. Olmos : étude de frittage de poudre par microtomographie in situ et modélisations Discrète. Génie des procédés. Institut national polytechnique de Grenoble-INPG, 2009.
- [20] G. Puent, P. François : métallurgie des poudres, appliquées aux pièces mécanique M3400.
- [21] A. Zouaghi, Etude de la compaction isostatique `à chaud de l'acier inox 316L : Modélisation numérique `à l'échelle méso scopique et caractérisation expérimentale Thèse soutenue à Paris en 2013.
- [22] BEN ABDESSELAM Djedjiga ; Elaboration de matériaux nanostructurés Fe-Cr par mécanosynthèse et frittage : étude structurale des produits par diffraction des rayons X ; MEMOIRE DE FIN D'ETUDES DE MASTER ACADEMIQUE 2016/2017 ; P07.
- [23] A. Frachon : Modélisation et Simulation Numérique de la Compression en Matrice de Poudres Métalliques. Institut National Polytechnique de Grenoble.

## Références bibliographiques

---

- [24] M. Houcine ; BOUKHALFA Yamin ÉTUDE, CONCEPTION ET RÉALISATION D'UNE ENCEINTE DE FRITTAGE SOUS CHARGE, MÉMOIRE DE FIN D'ÉTUDES 2016/2017.
- [25] J. François, Jerrier : thèse : Modélisation de la compression haute densité des poudres métalliques ductiles par la méthode des éléments discrets, novembre 2009.
- [26] J. M. Sanchez et al, "HIP sintering of ultrafine WC-Co hard metals", J. Refract met & Hard mater, 23 (2005) 193-198.
- [27] L. Olmos, Etude du frittage de poudres par microtopographie in situ et modélisation discrète, Thèse, L'institut polytechnique de Grenoble, 2009.
- [28] Thummler F. et oberacker R., Jenkins I. et Wood J.V., Ed. "Introduction to Powder Metallurgy", Institute of Materials 1993.
- [29] D. Bernache-Assolant, Chimie-physique du frittage, Edition Hermès Paris, Pages 178, 179, 194, 195, 214, 216, 288 et 306, (1993).
- [30] D. Bouvard, Article, Métallurgie des poudres, Hermès Science Publications, France, 2002.
- [31] S. Giménez, S.G. Huang, O. Van der biest, and J. Vhengels. Chemical reactivity of pvd-coated WC-Co tools with steel. Applied surface science, 253(7) (2007) : 3547-3556.
- [32] A. LYLIA Frittage et caractérisation du mélange Co-(W, C), MEMOIRE DE MAGISTER, 2013-2014.
- [33] Hassiba RABOUHI, Smail BOUDRAHEM, Abdelkrim KHIREDDINE. Caractérisation d'un carbure cémenté contenant 11% en masse de cobalt élaboré par compression isostatique à chaud : Etude de la réactivité de la gaine en acier avec le composant WC. Ann. Chim. Sci. Mat., 2016, 40 (3-4), pp. 111-120
- [34] Enteghar, Samir ; Élaboration d'un matériau Fe-Cr nanostructuré par mécanosynthèse : étude de la stabilité de la nanostructure ; Thèse ; Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, 2016-2017

## Références bibliographiques

---

- [35] Boukefoussa, Yazid ; Type de frittage par dilatométrie anisotherme ; Thèse ; UMMTO, 2018-2019.
- [36] Khadraoui, cherif ; Frittage et oxydation de l'intermétallique Ni<sub>3</sub>Al ; Thèse ; Université Mouloud Mammeri ; 2015
- [37] Moussoum, Hocine ; Étude, conception et réalisation d'une enceinte de frittage sous charge ; Thèse ; Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou ; 2017
- [38] Sehad, H. ; Etude de la Compressibilité et du Frittage du Mélange de Fe-Cu : Influence de l'ajout de Carbone ; Thèse ; Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou ; 2016
- [39] Allaoui, Youcef ; Etude de la réaction SHS dans le système Ti-C : Influence de l'atmosphère (application aux composites Al-TiC) ; thèse ; Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou ; 2016

## **Résumé :**

La compression isostatique à chaud C.I.C est un procédé de métallurgie des poudres permettant l'élaboration des matériaux, tout en éliminant totalement la porosité interne dans une parfaite homogénéisation, dans le cadre de cette étude, nous avons abordé des généralités bibliographiques sur les différentes techniques de la métallurgie des poudres, ainsi la densification par C.I.C a été réalisée pour l'élaboration des carbures cimentés, à partir de trois échantillons de mélange de poudre de carbure de tungstène et de cobalt à une masse de 11% (WC-11%Co), dans trois conteneurs de différentes compositions métalliques, dans des conditions de température et de pression bien déterminées. Une comparaison de la réactivité du matériau du conteneur, avec les composants des échantillons a été mise en œuvre. Une diffraction des rayons X a permis de mettre en évidence, la réactivité de la gaine avec les composants des mélanges, Des observations en microscopie électronique à balayage ont permis de comparer la microstructure des échantillons WC-11%Co avec les gaines des conteneurs, ainsi des essais de micro dureté réalisés dans le but de constater la micro dureté moyenne des échantillons avec les gaines en question. Cependant, le choix de la qualité du matériau de la gaine, est très important pour l'obtention de carbures cimentés performants.

## **Abstract:**

The heated isostatic pressing (H.I.P) is a powder metallurgy process that enables materials production, with the cancellation of any internal porosity in a perfectly homogenous way, in the topic of this research, we have tackled some common facts about different techniques of powder metallurgy, thus densification by H.I.P mentioned above was carried out for the sake of developing cemented carbides from three samples of carbide powder mixtures of tungsten and cobalt at 11% of its mass (WC-11%Co) in three different metallic composition containers, at specific levels of temperature and pressure.

After pursuing a comparison between the reactivity of the container's material, an X-ray diffraction revealed a reactivity between the sheath and the components mixtures, Electronic scanning Microscope observations allowed us to compare the samples microstructure (WC-11%Co) with the containers sheath, therefore testing their micro hardness for the sake of finding the average hardness of those samples with the related sheaths.

However, the quality of the sheath's material is of high importance in order to obtain efficient cemented carbides.