

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université A.MIRA-BEJAIA



Faculté de technologie  
Département de génie des procédés

# Mémoire de fin d'étude

Présenté par

**KHELFAOUI Mounir**  
**YOUNSI Ramzi**

Pour l'obtention du diplôme de Master en génie des procédés  
Option : Matériaux

Thème

**DETERMINATION DE LA TAILLE DES GRAINS DE WC DANS  
LES ALLIAGES DE WC-Co**

Soutenu le : 19/06/2022

Devant le Jury composé de :

**Nom et Prénom**

**Grade**

**Mme HAMAIDI Nassima**  
**Mr BEDJAOUI Abdelhak**  
**Mme RABOUHI Hassiba**

M.C.A  
M.C.B  
M.C.A

Univ. de A.MIRA Présidente  
Univ. de A.MIRA Examineur  
Univ. de A.MIRA Promotrice

**Année Universitaire :2021/2022**

# REMERCIEMENTS

Dans le cadre de la réalisation de cette étude, mes remerciements les plus sincères aux personnes qui m'ont apporté leurs aides et qui ont contribué à l'élaboration de ce mémoire.

Je voudrai en premier lieu remercier chaleureusement Madame RABOUHI Hassiba, pour m'avoir encadré et dirigé Avec sa grande rigueur scientifique, sa qualité de formation et ses conseils qui m'ont permis de réaliser cette recherche dans les meilleures conditions.

Mes remerciements à tous les enseignants de l'université Abderrahmane Mira département de Génie des Procédés d'université A. Mira sans oublier toutes les personnes qui ont participé à la réalisation de ce travail.

Je tiens à remercier toutes les personnes qui ont contribué à la réalisation de ce mémoire de fin d'étude et je leurs exprime toute ma gratitude et ma reconnaissance.

Je présente mes meilleurs remerciements aux membres de jury qui ont pris le temps de consulter ce mémoire, et pour avoir consenti à être membre du jury.

Sans oublier le soutien et l'encouragement de mes parents et ma famille.

Enfin, mes remerciements s'adressent également à tous mes proches et amis(e), qui m'ont toujours soutenue et encouragée au cours de la réalisation de ce mémoire.

# Table des matières

Liste des figures.....	5
Liste des tableaux.....	7
Introduction générale.....	8
I.1. Préparation et densification des mélanges de poudres de carbure de tungstène et de cobalt :.....	4
I.2. Les cermets.....	4
I.2.1. Définition d'un cermet.....	4
I.2.2 Les Carbures.....	5
I.3. Les composants des cermets.....	5
I.3.1. Le tungstène.....	5
I.3.1.1. Production de la poudre de Tungstène.....	6
I.3.1.2. Propriétés du Tungstène [3].....	6
I.3.2. Carbure de tungstène.....	7
I.3.2.1. Production des carbures de tungstène.....	7
I.3.2.2. Propriétés de la poudre de Carbure de Tungstène.....	7
I.3.2.3. Diagramme W-C.....	8
I.3.2.4. Structure cristalline des carbures de tungstènes.....	9
I.3.2.5. Domaine d'application.....	9
I.4. Généralités sur le cobalt.....	10
I.4.1. Préparation de la poudre de cobalt.....	10
I.4.2. Les Propriétés essentielles de cobalt.....	11
I.5. Préparation des mélanges WC-Co.....	11
I.5.1. Broyage.....	11
I.6. Procédés de densification des poudres.....	13
I.6.1. Consolidation des mélanges.....	13
I.6.2. Frittage.....	15
I.6.2.1. Frittage en phase solide.....	16
I.6.2.2. Frittage en phase liquide.....	16
I.6.2.2.1. Réarrangement des particules.....	17
I.6.2.2.2. Dissolution-précipitation.....	18
I.6.2.2.3. Mécanismes de grossissement des grains de WC.....	19
I.6.3. Energies motrices du frittage.....	20
I.6.4. Paramètres de frittage.....	20
I.7. Compression isostatique à chaud.....	23

I.7.1. Définition .....	23
I.7.2. Les étapes de la compression isostatique .....	23
I.7.3. Utilisation de la CIC pour fabrication des carbures cémentés WC-Co .....	23
I.7.4. Les avantages de la (CIC) .....	24
II.1. Élaboration des carbures cémentés WC-Co .....	27
II.1.1. Préparation des poudres de tungstène et de cobalt .....	27
II.1.2-Mélange des poudres .....	27
II.1.3. Densification des mélanges .....	28
II.1.3.1. Consolidation des mélanges .....	28
II.1.3.2. Frittage simple .....	28
II.1.4. La compression isostatique à chaud .....	30
II.1.4.1. Principe de la compression isostatique à chaud .....	30
II.1.4.2. Description de la presse de C.I.C .....	30
II.1.4.3. Les étapes de la compression isostatique .....	31
II.1.4.3.1. Réalisation du conteneur .....	32
II.1.4.3.2. Préparation du conteneur .....	33
II.1.4.3.2.1. Le remplissage .....	34
II.1.4.3.2.2. Le soudage .....	34
II.1.4.4. Mode de fonctionnement automatique de la presse C.I.C .....	36
II.1.4.5. Cycle de traitement automatique .....	37
II.2. Étude des carbures cémentés élaborés .....	38
II.2.1. Préparation des échantillons .....	39
II.2.1.1. Polissage mécanique .....	39
II.3. Caractérisation des échantillons .....	39
II.3.1. Microscopie électronique à Balayage (MEB) .....	39
II.3.2. Diffraction des rayons X .....	40
II.3.3. Analyse des profils de raies par diffraction des rayons X .....	41
II.3.3.1. Élargissement des pics de diffraction .....	41
II.3.3.2. Modélisation des pics de diffraction .....	42
II.3.3.3. Méthode d'analyse des profils de raies .....	44
II.3.5. Essais de Microdureté .....	44
III.1. Caractérisation des poudres de base utilisées .....	47
III.1.1. Composition chimique .....	47
III.1.2. Conditions expérimentales .....	48

III.2. Caractérisation des échantillons élaborés .....	49
III.2.1. Diffraction des rayons X .....	49
III.2.1.1. Profil des raies de diffraction .....	53
III.2.2. Microscopie électronique à balayage .....	61
III.3. Discussion des résultats expérimentaux .....	65
Conclusion générale .....	66
Références bibliographiques .....	68
Résumé .....	72

## Liste des figures

Figure I. 1 : Minerai de wolframite et Minerai de sheelite.....	6
Figure I. 2 : Poudre WC (a) : forme irrégulière ; (b) : forme sphérique. ....	8
Figure I. 3 : Diagramme binaire W-C .....	8
Figure I. 4 : Les structures cristallines des carbures de tungstène. ....	9
Figure I. 5 : Organigramme des étapes de préparation du mélange des poudres de WC- Co..	12
Figure I. 6 : Procédés de consolidation d'une pièce.....	13
Figure I. 7 : cycle de compression à froid. ....	13
Figure I. 8 : Moulage par injection.....	14
Figure I. 9 : Lubrifiants pour le laminage à chaud. ....	14
Figure I. 10 : Compression Isostatique à Chaud. ....	15
Figure I. 11 : Évolution schématique du frittage de deux sphères. ....	16
Figure I. 12 : Etapes du frittage en phase liquide.....	16
Figure I. 13 : Réarrangement des particules.....	17
Figure I. 14 : Ménisque liquide formé au contact entre deux grains.....	18
Figure I. 15 : Elaboration et oxydation d'un alliage. ....	18
Figure I. 16 : Evolution de la densité en fonction de la fraction volumique du liquide dans un système biphasé en frittage avec phase liquide.....	21
Figure I. 17 : Angle de mouillage .....	21
Figure II. 1 : Schéma de principe d'un four de frittage en phase liquide. ....	29
Figure II. 2 : Schéma de principe des circuits haute et basse pression de la presse HIP6 [24].	31
Figure II. 3 : Etapes de processus de C.I.C .....	32
Figure II. 4 : Schéma représentatif de la préparation d'un conteneur pour le cycle de C.I.C...	33
Figure II. 5 : Schéma de principe de l'appareillage pour le soudage par bombardement électronique.....	36
Figure II. 6 : Cycle de traitement de compression isostatique à chaud .....	38
Figure II. 7 : Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage.....	40
Figure II. 8 : Ray X type SIEMENS D5005 .....	41
Figure II. 9 : Un microduromètre type SHIMADZU HMV 2000.....	45
Figure III. 1 : Cycle de traitement de compression isostatique à chaud.....	49
Figure III. 2 : Spectre de diffraction X de l'échantillon WC-11%Co .....	51
Figure III. 3 : Spectre de diffraction X de l'échantillon WC-20%Co.....	52
Figure III. 4 : la largeur intégrale instrumentale de l'étalon LaB6. ....	54

Figure III. 5 : Tracé de Wagner - Halder correspondant aux échantillons WC-11%Co élaborés par : a) frittage en phase liquide. b) C.I.C.....	59
Figure III. 6 : Tracé de Wagner - Halder correspondant aux échantillons WC-20%Co élaboré par : a) frittage en phase liquide. b) C.I.C.....	60
Figure III. 7 : Microstructures observées dans les échantillons obtenus par frittage en phase liquide (T=1350°C, P=1950bar) .....	62
Figure III. 8 : Microstructures observées dans les échantillons obtenus par C.I.C (T=1350°C, P=1950 bar).....	62
Figure III. 9 : Inclusion de carbone résiduel dans l'échantillon WC-Co a 20% en poids de cobalt.....	63
Figure III. 10 : Spectre d'analyse SIEMENS D5005de l'échantillon WC-Co20 élaboré par C.I.C.....	64

## Liste des tableaux

Tableau I. 1 : Quelques Céramiques qui constituent les Cermets.....	5
Tableau I. 2 : Propriétés physiques du Tungstène.....	6
Tableau I. 3 : Propriétés mécaniques du Tungstène.....	7
Tableau I. 4 : Propriétés de la poudre WC .....	7
Tableau I. 5 : Propriétés atomiques, physiques et mécaniques du cobalt .....	10
Tableau II. 1 : Les types de corrections appliquées pour les différents facteurs de forme. ....	44
Tableau III. 1 : composition des mélanges de poudres de base .....	47
Tableau III. 2 : Conditions de traitement de deux échantillons élaborés par frittage en phase liquide .....	48
Tableau III. 3 : Conditions de traitement des mélanges de poudres par C.I.C.....	49
Tableau III. 4 : Résultat de l'analyse des pics de diffraction des RX de l'échantillon étalon LaB6.....	53
Tableau III. 5 : Résultat de l'analyse des pics de diffraction de RX de l'échantillon WC- 11%Co élaboré par frittage en phase liquide. ....	55
Tableau III. 6 : Résultat de l'analyse des pics de diffraction de RX de l'échantillon WC- 11%Co compression isostatique à chaud. ....	56
Tableau III. 7 : Résultat de l'analyse des pics de diffraction de RX de l'échantillon WC- 20%Co frittage en phase liquide. ....	57
Tableau III. 8 : Résultat de l'analyse des pics de diffraction de RX de l'échantillon WC- 20%Co compression isostatique à chaud. ....	58
Tableau III. 9 : Taille des cristallites et taux de microdéformations dans les échantillons WC- CO élaborés par C.I.C et par frittage avec phase liquide.....	61
Tableau III. 10 : Microduretés des deux types d'alliages élaborés. ....	64



## **Introduction générale**

La métallurgie des poudres (MDP) est le procédé phare dans l'industrie de mise en forme des matériaux métalliques ou céramiques, en raison des innombrables avantages qu'elle présente.

Elle englobe les procédés technologiques qui permettent d'élaborés des composants de formes prédéterminées en utilisant des poudres (métalliques, céramiques...etc.) ayant une granulométrie et une constitution maîtrisées.

Les procédés spécifiques de la MDP sont développés depuis quelques décennies. Ils se sont positionnés comme des solutions techniques conventionnelles ou innovantes dans divers secteurs industriels. Par comparaison aux autres procédés de mise en forme, les techniques de la MDP se sont ainsi imposées pour certaines applications. L'un des principaux procédés qui font de la métallurgie des poudres une prérogative dans le secteur industriel est le frittage.

Les termes utilisés pour nommer les matériaux pour outils de coupe sont nombreux et diverses nomenclatures coexistent. La terminologie "carbure cémenté" est apparue avec les premiers outils de coupe en carbure de tungstène. En général, ce terme est réservé pour les nuances pures de WC-Co exclusivement (sans présence d'autres carbures).

Le mot "cermet" provient quant à lui de la combinaison des mots "céramique" et "métal".

En définissant une céramique comme un matériau isolant, on comprend l'usage de l'expression utilisée pour d'autres carbures de métaux de transition, à part le tungstène qui est moins bon conducteur que le carbure de tungstène. Ainsi, les carbures cémentés, sont regroupés sous la nomenclature "métaux durs".

Le cobalt s'avère être celui qui confère à ces matériaux la meilleure ténacité pour une dureté donnée. Ainsi, en 1927, la firme Fred Krupp A. G. met sur le marché sous le nom de "Widia" ("wie Diamant") le premier carbure cémenté utilisé pour des applications de coupe.

Des nuances relativement proches de la nuance originale WC - 6% Co en poids sont encore commercialisées aujourd'hui.

La résistance à l'usure chimique et physique des carbures cémentés reste néanmoins limitée. Actuellement, la ténacité élevée ainsi que la résistance importante aux chocs thermiques et mécaniques désignent les carbures cémentés comme les outils d'ébauche idéaux. Toutefois,

leur faible résistance à la déformation à haute température empêche une augmentation significative des vitesses de coupe.

Les techniques de métallurgie des poudres sont mises en œuvre dans le cadre de notre travail pour élaborer des carbure cémenté WC-Co, à base de poudre de carbure de tungstène et de cobalt. La phase carbure confère au WC-Co dureté, caractère réfractaire à la corrosion, tandis que le cobalt jouant le rôle de liant entre les grains de WC, apporte ténacité et aptitude à la déformation plastique. Le frittage conventionnel avec formation de phase liquide de cobalt reste le processus le plus souvent utilisé. Cependant, les produits obtenus ne sont pas toujours très denses et présentent deux types d'hétérogénéités, celles des porosités résiduelles et celles des constituants WC et Co.

Nous avons cherché, dans le cadre de ce travail, à remédier à ces insuffisances en utilisant la compression isostatique à chaud (C.I.C) pour une densification maximale et homogène des mélanges qu'ils soient de forte ou de faible teneur en cobalt.

Au cours de ce travail, nous avons mis en œuvre les techniques de MDP pour élaborer des carbures cémentés à partir de mélanges de poudres de carbure de tungstène et de cobalt contenant 11%, 20% en masse de cobalt. Les deux mélanges de poudres ont été densifiés par frittage conventionnel ou par compression isostatique à chaud.

Le premier chapitre est consacré à des rappels bibliographiques sur les techniques d'élaboration et mélange des poudres de base. Nous abordons le problème de modélisation du frittage avec phase liquide. Nous avons étudié l'influence d'une pression extérieure sur le processus de frittage en phase liquide.

Le deuxième chapitre, est réservé à la description des différentes techniques d'analyse des matériaux élaboré (diffraction des rayons X, microscopie électronique à balayage (MEB), les essais de dureté).

Le troisième chapitre, est dédié à la discussion des résultats obtenus, nous faisons une étude comparée des deux types de carbure cémenté élaborés. Nous examinerons les différents paramètres aptes d'améliorer les propriétés mécaniques des WC-Co.

Enfin, dans la conclusion après un bilan général des principaux résultats obtenus, nous évoquons les développements envisageables pour aboutir à une meilleure modélisation des carbures cémentés à propriétés améliorés.

## **CHAPITRE I**

### **RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES**

Ce chapitre est consacré à la présentation des techniques de préparation des poudres de base de WC et de Co ainsi que les procédés de leur densification. Nous abordons des différentes étapes du frittage en phase liquide ainsi que les mécanismes principaux du grossissement des grains de WC.

Nous allons étudier l'influence d'une pression extérieure sur le processus du frittage en phase liquide.

## **I.1. Préparation et densification des mélanges de 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 et la phase liante le cobalt uniquement ou associé à des faibles quantités de nickel, de chrome ou encore de cuivre. Le cobalt en proportions de 6 à 10%.

Le WC-Co est principalement utilisé pour la fabrication d'outils de coupe et d'usinage, en raison de sa résistance à l'usure (dureté) et à flexion (ténacité). La tenue à l'usure des WC-Co est améliorée par la mise en point de nuances revêtues de TiC, TiN, Ti (C, N), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> par dépôt chimique ou physique en phase vapeur.

Dans cet alliage, produit généralement par frittages avec phase liquide, consistant en une agglomération des poudres sous pression suivie d'un chauffage à température de traitement qui ne dépasse pas 1500°C, 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 des liant est faible on peut utiliser un procédé de frittage sous charge qui consiste à réaliser simultanément deux opérations la compression et le frittage en température.

## **I.2. Les cermets**

Les cermets contemporains sont le fruit de l'évolution des cermets TiC-Ni qui ont vu le jour au début des années 1950.

### **I.2.1. Définition d'un cermet**

Comme leur nom le suggère, les cermets sont des composites à matrice métallique et renforts en céramique, souvent sous forme de particules. Leur intérêt réside essentiellement dans la combinaison des propriétés d'une matrice ductile, souvent légère, et celles des renforts rigides et réfractaires (carbures, nitrures, borures et oxydes). Les cermets sont dédiés à un large domaine d'applications. Citons les applications sous contraintes mécaniques élevées et à température telles que les outils de coupe, les pièces travaillant à l'usure, les outils de forage, pièces pour moteurs (industries du transport : automobile, aéronautique et ferroviaire) et pour le nucléaire [1].

Oxydes	$\text{Al}_2\text{O}_3$ , $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , $\text{ZrO}_2$ ...
Nitrures	$\text{TiN}$ , $\text{ZrN}$ , $\text{BN}$ , $\text{AlN}$ , $\text{Si}_3\text{N}_4$ ...
Borures	$\text{TiB}_2$ , $\text{CrB}_2$ ...
Carbures	$\text{WC}$ , $\text{TiC}$ , $\text{TaC}$ , $\text{Cr}_3\text{C}_2$ ...

**Tableau I. 1 :** Quelques Céramiques qui constituent les Cermets.

### I.2.2 Les Carbures

Les cermets à base de carbures constituent la majorité des cermets produits industriellement et se subdivisent en quatre (4) groupes :

- $\text{WC-Co}$ ,  $\text{WC-Ti-Co}$ ,  $\text{WC-TaC-Co}$ ,  $\text{WC-TiC-TaC-Co}$ ,  $\text{WC-Fe}$ ,  $\text{WC-Ni}$ ...etc.
- $\text{TiC-Ni}$ ,  $\text{TiC-Ni/Cr}$ ,  $\text{TiC-Ni/Mo}$ ,  $\text{TiC-Mo}$ ,  $\text{TiC-Mo}_2\text{C-Ni/Mo}$ ,  $\text{Ti(C, N)- Ni/Mo}$ ,...etc.
- $\text{TiC-Fe}$ ,  $\text{TiC-acier}$ ,...etc.
- $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-Ni}$ ,  $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-Ni/Cr}$ ,...etc.

Les cermets à base de WC sont désignés, par tradition historique, par les termes : carbures cimentés ou métaux durs. [2]

## I.3. Les composants des cermets

### I.3.1. Le 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  $\text{CaWO}_4$  (Tungstate de Calcium) et la Wolframite ( $\text{Fe}$ ,  $\text{Mn}$ )

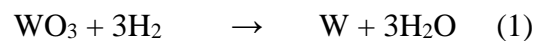
$\text{WO}_4$  : Tungstate de Fer et de Manganèse. Le Tungstène peut être employé comme un métal pur ou mélangé à d'autres métaux pour faire des alliages [3].



**Figure I. 1 :** Minerai de wolframite et Minerai de scheelite

### I.3.1.1. Production de la poudre de Tungstène

Cette poudre s'obtient par réduction de trioxyde de tungstène  $WO_3$  par l'hydrogène, la réaction de réduction est :



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

- La température de réduction.
- Granulométrie de l'Oxyde de départ.
- Débit d'Hydrogène. [4]

### I.3.1.2. Propriétés du Tungstène [3]

- **Propriétés physiques**

Les tableaux qui vont suivre représentent les propriétés physiques et mécaniques du Tungstène.

Temp. de fusion	$3410 \pm 20 \text{ }^\circ\text{C}$
Temp. d'ébullition	$5700 \pm 20^\circ\text{C}$
Pression de vapeur	4.27 Pa à 3680 °K
Conductivité thermique	174 W.m-1.K-1

**Tableau I. 2 :** Propriétés physiques du Tungstène.

- **Propriétés mécaniques**

Module d'élasticité longitudinal E298k (MPa)	3,9981 x 10 <sup>5</sup>
Module de cisaillement G298k (MPa)	1,5565x 10 <sup>5</sup>
Module de compressibilité B298k (MPa)	3,056x10 <sup>5</sup>

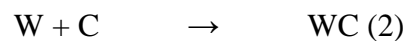
**Tableau I. 3 :** Propriétés mécaniques du Tungstène.

### I.3.2. Carbure de tungstène

#### I.3.2.1. Production des carbures 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. Soigneusement contrôlées. Le mélange obtenu est disposé dans des nacelles en graphite qui passe dans un four tubulaire de graphite sous courant d'Hydrogène circulent à contre-courant [4].

Le Carbure se forme par diffusion directe à l'état solide :



Ou par intermédiaire de la phase gazeuse :



#### I.3.2.2. Propriétés de la poudre de Carbure de Tungstène

Le tableau II.4 représente les propriétés de la poudre de Carbure de Tungstène.

Masse molaire (g/mol)	195,86
Densité en vrac	15,63
Point de fusion (°C)	2870
Point d'ébullition (°C)	6000
Densité nominale	15,6

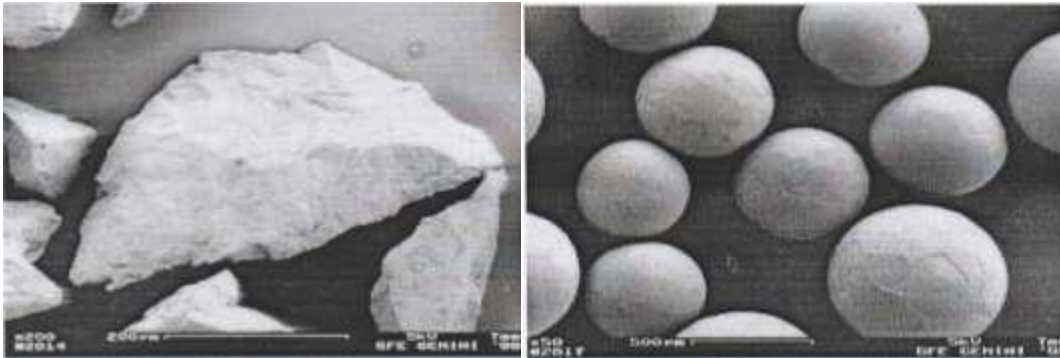
**Tableau I. 4 :** Propriétés de la poudre WC [5].



Le WC n'est pas soluble dans l'eau, sa forme peut être sphérique ou irrégulière.

Le WC possède une structure hexagonale. Son utilisation s'élargit dans le domaine mécanique notamment dans la fabrication des outils de forage et de coupe. Il possède une rigidité plus remarquable que celle de l'acier, son module de Young dépasse les 500 GPa.

Les formes de la poudre WC sont représentées sur la figure I.2.



(a)

(b)

Figure I. 2 : Poudre WC (a) : forme irrégulière ; (b) : forme sphérique.

### I.3.2.3. Diagramme W-C

Le phénomène de carburation du Tungstène implique un contrôle rigoureux de la teneur en Carbone, car une formation de l'hemicarburure s'impose au moindre déficit de carbone.

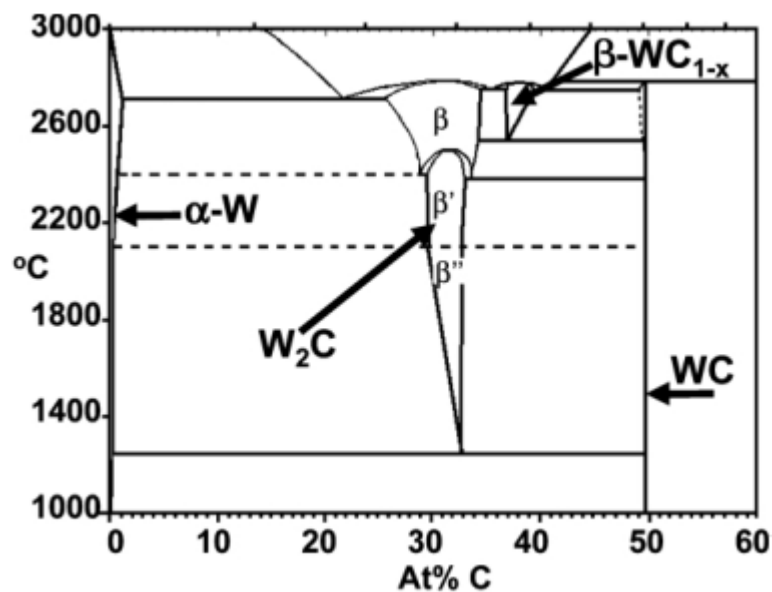
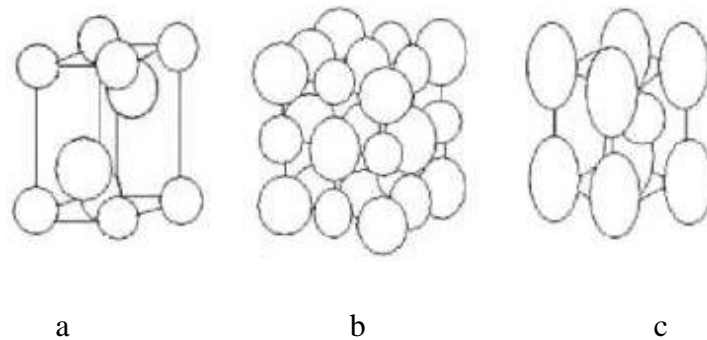


Figure I. 3 : Diagramme binaire W-C [6].

La figure I.3 montre que la solubilité de carbone dans la phase  $\alpha$ -W pure est très limitée alors que la phase  $W_2C$  présente relativement un grand intervalle d'homogénéité de teneur en carbone allant de 25,5 % jusqu'à 34 % à 2715 °C. Les phases  $W_2C$  sont obtenues comme des produits intermédiaires pendant la production du composé WC.

#### I.3.2.4. Structure cristalline des carbures de tungstène

Ces deux carbures possèdent une grande dureté et une bonne tenue à l'usure, sauf qu'ils ne sont jamais utilisés comme matériaux de structures à cause de leur grande fragilité. Quoique, leur association à certains métaux ou alliages, leur apportent une ductilité nécessaire.



**Figure I. 4 :** Les structures cristallines des carbures de tungstène.

a)  $W_2C$  ; b)  $WC_{1-x}$  ; c) WC

- Un carbure  $W_2C$  de structure hexagonale.
- Un carbure  $WC_{1-x}$  de structure cubique à face centrée CFC.
- Un carbure WC de structure hexagonale simple, et presque stœchiométrique.

Ainsi, ces mélanges donnent naissance à des cermets. Ces derniers combinent les propriétés de la céramique (WC) et du métal.

#### I.3.2.5. Domaine d'application

Le domaine d'application du Tungstène et ses alliages sont très développés dans l'industrie.

Il est utilisé généralement comme alliages de Tungstène et composites :

- Les alliages lourds W-Ni-Cu sont principalement utilisés comme contacts électriques.
- Les composites infiltrés W-Cu sont utilisés comme contacts électriques.
- Les carbures cémentés sont utilisés principalement pour les matériaux de coupe, mais aussi pour la fabrication des outils de forage.

## I.4. Généralités sur le cobalt

La croûte terrestre ne renferme que 0,001 % de cobalt. Les eaux naturelles, la plupart des sols cultivés en renferment des traces car le cobalt est un oligo-élément nécessaire à la vie des plantes et, d'autre part, la vitamine B12, indispensable à l'homme et aux animaux, en contient. On trouve aussi ce métal dans les météorites, dans l'atmosphère solaire et dans diverses étoiles. À froid, les acides fluorhydrique, chlorhydrique, sulfurique, nitrique (étendu d'eau), ortho phosphorique attaquent le cobalt ; l'acide nitrique fumant le rend passif [14].

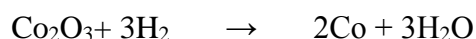
Dans le tableau I.2 nous présentons les propriétés atomiques physiques et mécaniques du cobalt.

Répartition électronique fondamentale	1s <sup>2</sup> , 2s <sup>2</sup> , 2p <sup>6</sup> , 3s <sup>2</sup> , 3p <sup>6</sup> , 3d <sup>7</sup> , 4s <sup>2</sup>
Densité à 16.5°C	8.79 ; 8.81 après un recuit
Masse atomique	58.94
Volumique atomique à 17°C	P6.70 cm <sup>3</sup> /at.g
Structure cristalline Co_ (T < 417°C)	Réseau hexagonal compact
Structure cristalline Co_ (T<417°C)	Réseau cubique a faces centrées
Rayon atomique	0.125 nm
Rayons ioniques	Co <sub>2+</sub> : 0.074 nm; Co <sub>3+</sub> : 0.063 nm
Potentiels d'ionisation	1er : 7.81 Ev ; 2eme : 17.3 Ev
Température de fusion	1495 °c

**Tableau I. 5** : Propriétés atomiques, physiques et mécaniques du cobalt [14].

### I.4.1. Préparation de la poudre de cobalt

Les poudres de cobalt sont très utilisées dans la production des alliages durs comme liant ou comme élément d'addition. La poudre de cobalt est obtenue à partir de la réduction du dioxyde de cobalt Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, la réduction de ce dernier s'effectue selon la réaction chimique suivante :



La réduction est réalisée à une température variante entre 600 et 800°C. On obtient des grains de poudre de la forme irrégulière, d'une taille moyenne de 2 à 5 um et qui ont une forte tendance à s'agglomérer [7].

**I.4.2. Les Propriétés essentielles de cobalt**

1. Une limite élastique élevée.
2. Solubilité tungstène dans le cobalt.
3. Instabilité de carbure de cobalt.
4. Solubilité du carbone dans le cobalt.

**I.5. Préparation des mélanges WC-Co**

Les carbures cémentés WC-Co sont des composites céramique-métal, dont la phase dure est le carbure de tungstène et la phase liante le cobalt. 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 [8].

Cet article qui est issue de H.Pastor présente les procédés de fabrication des carbures et leurs propriétés [9].

En pratique, il existe trois méthodes de fabrication de poudres : mécanique, physique et chimique. Chacune de ces méthodes ont une influence sur la taille des grains solides, leur répartition, leur forme, leur composition chimique, leur microstructure et le cout de production...etc. Parmi ces dernières, on distingue le broyage.

**I.5.1. Broyage**

Les poudres de cobalt et de carbure de tungstène sont mélangées par broyage en milieu liquide. L'objectif de ce broyage n'est pas de diminuer la taille des grains, mais de casser les agglomérats et d'obtenir un mélange parfaitement homogène. On utilise des agents broyants en carbure cémenté afin d'éviter toute pollution. Un liant organique soluble dans le liquide est ajouté dès l'étape du broyage afin de garantir sa parfaite répartition. Le rôle de ce liant organique est :

- De permettre une étape ultérieure de granulation.
- De protéger les poudres de l'oxydation.
- De donner une tenue à crû satisfaisante aux comprimés afin de permettre leur usinage [10].

L'inconvénient majeur du broyage à billes est sa longue durée. Un bon mélange des constituants n'est réalisé qu'après deux à trois jours de broyage.

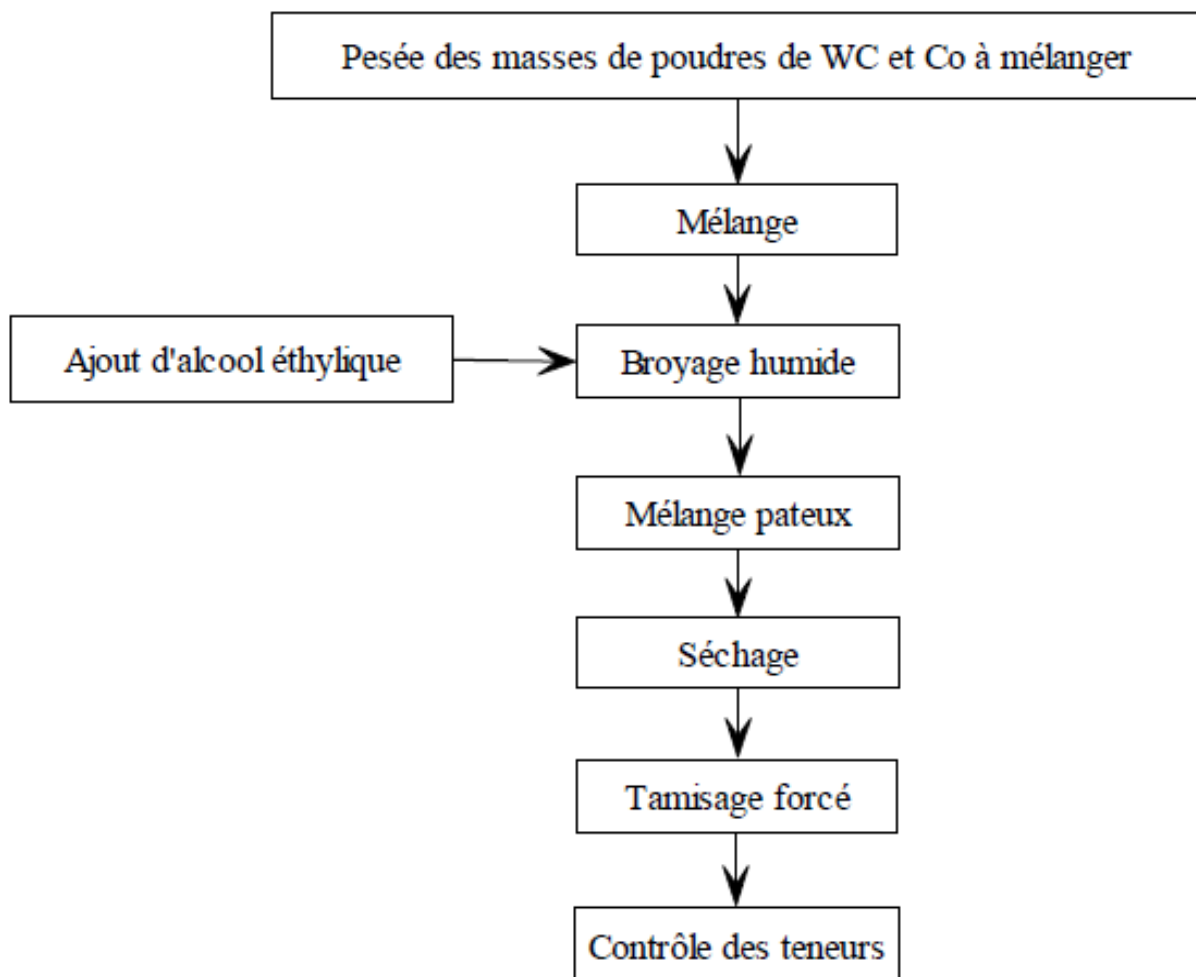
**I.5.2. Séchage**

A l'issue du broyage, le liquide chargé des particules de cobalt et de carbure de tungstène, et dans lequel sont dissous ce liant organique, subit une opération de séchage-granulation.

Le liquide est pulvérisé en fines gouttelettes dans une chambre de séchage où 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. Le mélange est prêt à l'emploi n'est plus pulvérulent et ceci présente plusieurs avantages :

- Ils peuvent être manipulés sans risque par les opérateurs.
- La forme sphérique des granulés confère au mélange une bonne coulabilité d'où des remplissages rapides et homogènes. La densité apparente des mélanges granulés varie de 2,8 à 3,5  $\text{g/cm}^3$  [10].

La figure I.5 présente les étapes de préparation du mélange des poudres de WC-Co.



**Figure I. 5 :** Organigramme des étapes de préparation du mélange des poudres de WC- Co.

## I.6. Procédés de densification des poudres

### I.6.1. Consolidation des mélanges

Cette opération permet une mise en forme de pièces de dimensions et densité 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 du frittage. Plusieurs techniques peuvent être utilisées dans la mise en forme des pièces et composants à base de carbure cémentés. Il s'agit de la compression isostatique à froid, le moulage par injection, l'extrusion à chaud et la compression isostatique à chaud.

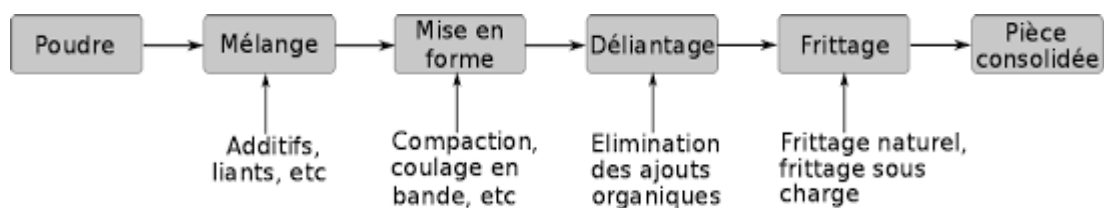


Figure I. 6 : Procédés de consolidation d'une pièce.

- **La compression isostatique à froid** : La compression isostatique à froid permet la formation de pièces comprimées (compactées mécaniquement) à partir de poudres métalliques, de céramique et/ou de polymère, sans requérir l'utilisation d'aucun agent liant et son élimination à une étape ultérieure du traitement.

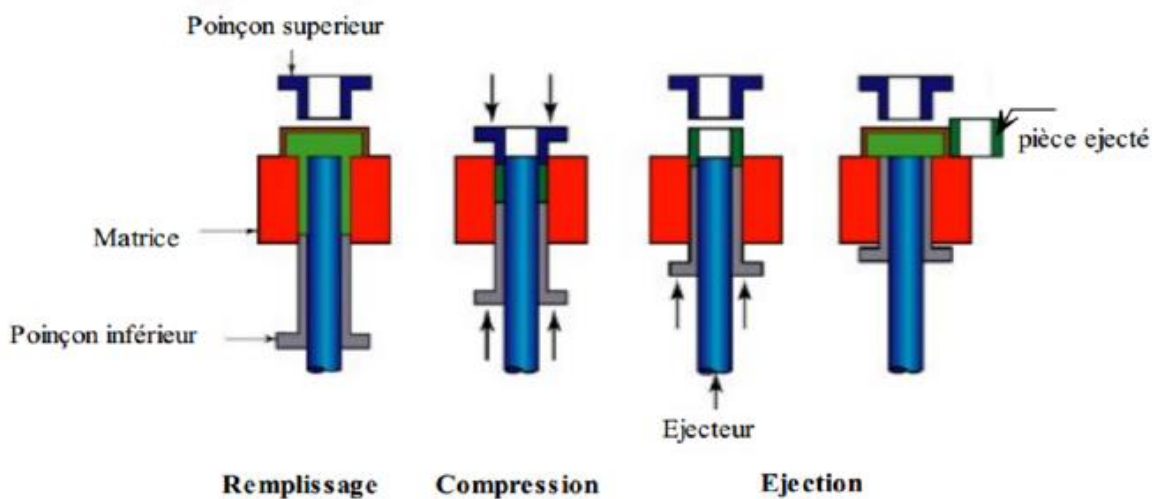


Figure I. 7 : cycle de compression à froid.

• **Moulage par injection** : Le moulage par injection, est un procédé de mise en œuvre de matières thermo formables, surtout les matières thermoplastiques mais aussi divers métaux, alliages et céramiques techniques.

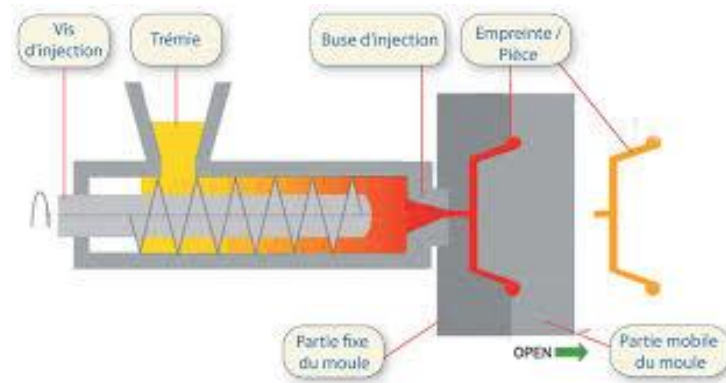


Figure I. 8 : Moulage par injection.

• **Extrusion à chaud** : L'extrusion est un procédé de fabrication mécanique consistant à compresser un matériau dans un format donné sous l'action d'une pression.

L'extrusion peut s'effectuer à chaud ou à froid.



Figure I. 9 : Lubrifiants pour le laminage à chaud.

• **La compression isostatique à chaud** : La compression isostatique à chaud est un processus de fabrication utilisé pour éliminer la porosité interne dans les pièces moulées métalliques et autres matériaux. Il permet également la densification des poudres métalliques, de polymère, de céramique et composites à l'état solide. Ces deux méthodes permettent d'obtenir des propriétés de matériau supérieures [11].



**Figure I. 10 :** Compression Isostatique à Chaud.

### I.6.2. Frittage

Il existe deux types de frittage conventionnel : le frittage en phase solide et le frittage avec phase liquide. Le frittage avec phase liquide est un procédé d'élaboration de matériaux à partir de poudres ayant au moins deux constituants. L'un d'eux doit être susceptible de fondre à la température de frittage conduisant ainsi à la présence d'une phase liquide [12 ,13].

L'écoulement de cette phase, par capillarité, assure la densification du matériau. Dans le cas du frittage en phase solide, il n'y a fusion d'aucun des constituants de la poudre de départ, au cours de cycle thermique [14].

Les procédés de frittage sont adaptés à l'élaboration de matériaux céramiques et de certains matériaux métalliques dont la mise en forme et l'assemblage par les voies d'élaborations classiques (laminage, forgeage, soudage, etc...) est difficile. Plus particulièrement, le frittage peut être utilisé dans le cas où la microstructure du matériau présente des fragilités trop importantes lors du refroidissement et de la solidification ou bien lorsque le matériau est placé à haute température [15]. Les températures appliquées pendant le procédé de frittage sont inférieures à la température de fusion ( $T_f$ ) du matériau ; en général, la température de frittage est proche de  $0,75 T_f$ . Le frittage présente donc certains avantages, dont une réduction de la température de travail et une limitation de la consommation d'énergie, ce qui permet de réduire les problèmes techniques liés à l'utilisation des fours (température maximale, durée de vie...). Un autre intérêt des procédés de frittage est la possibilité d'obtenir, en fin de processus, un massif proche des dimensions souhaitées, limitant ainsi les étapes de parachèvement post-traitement.



### I.6.2.1. 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. 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 [16,17]. La consolidation est réalisée par le grossissement des contacts entre les particules par diffusion de matière. La force motrice est la grande énergie interraciale 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.

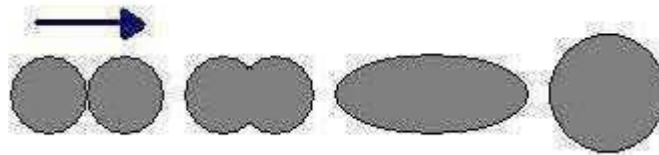


Figure I. 11 : Évolution schématique du frittage de deux sphères.

### I.6.2.2. 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 interfaciale 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.

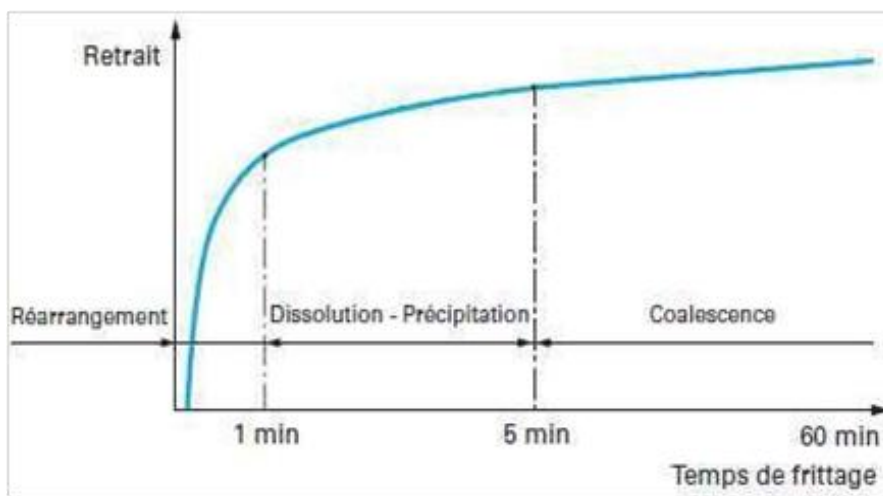
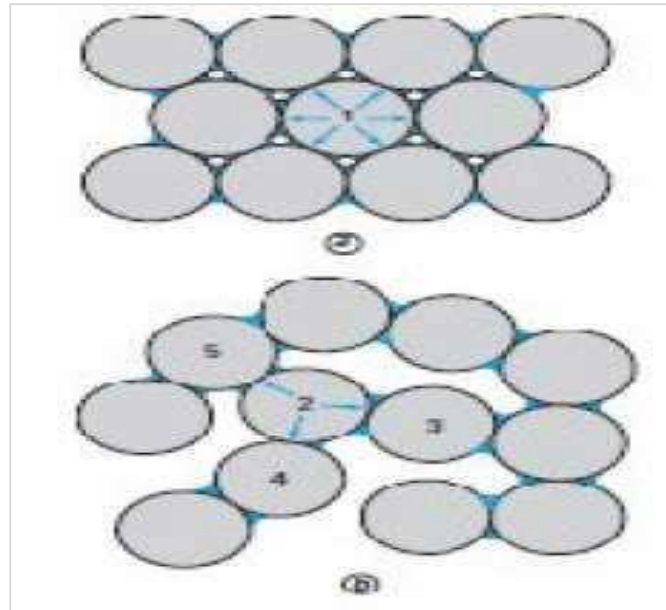


Figure I. 12 : Etapes du frittage en phase liquide.

### I.6.2.2.1. Réarrangement des particules

Ce stade de frittage, correspond à une augmentation très rapide de la densité apparente du matériau, due à l'apparition d'une phase liquide, qui joue le rôle d'un lubrifiant permettant ainsi le glissement des particules les unes sur les autres, et leur rapprochement sous l'influence des pressions hydrostatiques du liquide et des forces capillaires, la durée du réarrangement est très courte.



**Figure I. 13 :** Réarrangement des particules.

Cette étape est activée par :

✓ **Forces capillaires**

Elles constituent la force motrice locale de cette étape du frittage en phase liquide. Lors de l'apparition du liquide et de son écoulement entre les particules solides, il y a aussi formation de ménisques. Ces derniers créent une différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur du liquide, et cela est dû aux forces capillaires qui maintiennent les grains au contact du liquide.

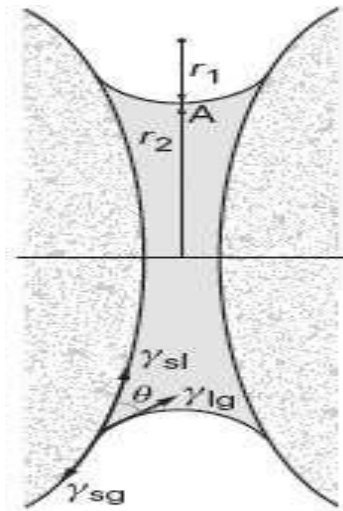


Figure I. 14 : Ménisque liquide formé au contact entre deux grains.

#### I.6.2.2.2. Dissolution-précipitation

A la fin de la première étape (réarrangement) les particules solides forment un empilement de grains en contact qui ne pourraient plus évoluer par simple réarrangement, les forces capillaires mettent le solide en compression, de sorte que la solubilité du solide dans le liquide y est plus élevée que dans les parties éloignées des contacts. Ceci conduit à un rapprochement des centres des particules, et donc à une densification du matériau associé à l'accommodation de la forme des particules conduit à une vitesse de densification beaucoup plus faible que le réarrangement. Ces phénomènes ont généralement une durée de l'ordre de quelques minutes. La loi de Laplace permet de déterminer la pression négative qui apparaît dans les porosités est :  $P_0 = -\gamma_{LV} \left( \frac{2}{r_p} \right)$

Où  $\gamma_{LV}$  et  $r_p$  représentent l'énergie libre superficielle de l'interface liquide-vapeur et le rayon moyen des porosités.

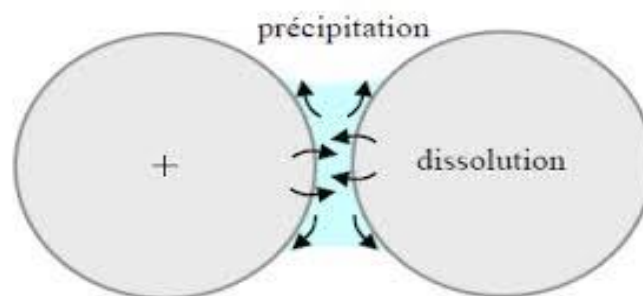


Figure I. 15 : Elaboration et oxydation d'un alliage.

### I.6.2.2.3. Mécanismes de grossissement des grains de WC

Durant le frittage des carbures cémentés WC-Co, deux phénomènes se produisent simultanément lors du processus de grossissement des grains de WC : le grossissement anormal des grains et le grossissement normal des grains, le chimiste SHREINER a constaté que les facteurs du processus de grossissement anormal des grains sont : la distribution asymétrique de la taille des grains de WC et la présence d'impuretés dans ces alliages.

Les mécanismes principaux du grossissement de la taille des grains de WC fait intervenir deux processus la diffusion pendant le frittage en phase solide et la dissolution du WC dans le cobalt durant le frittage en phase liquide.

Les mécanismes de diffusion inclus : la diffusion en surface, la diffusion aux joints de grains et la diffusion en volume. En effet un frittage rapide peut réduire l'effet de la diffusion en surface et un frittage à basse température peut réduire le coefficient de diffusion. Néanmoins les facteurs les plus importants qui affectent la diffusion sont la température et le temps de frittage.

Les coefficients de diffusion du carbone, du tungstène et du cobalt sont donnés respectivement par les relations suivantes [18] :

$$D_C = 8.72 \times 10^5 \exp(-149300/RT)$$

$$D_{Co} = 1.7 \times 10^5 \exp(-260500/RT)$$

$$D_W = 7.0 \times 10^5 \exp(-282100/RT)$$

D'après les données ci-dessus on constate que le coefficient de diffusion du carbone est plus grand que celui du tungstène. En effet le carbure de tungstène diffuse dans le cobalt.

Deux facteurs peuvent affecter la taille des grains durant le processus de frittage : la température de frittage et le temps de maintien.

A une température de frittage constante les grains tendent à grossir rapidement tout au long du temps de maintien, mais le taux de grossissement devient plus faible à basse température. Au même temps de maintien, et à haute température de frittage les grains grossissent rapidement [18].

### I.6.3. Energies motrices du frittage

L'évolution de tout mécanisme nécessite un apport d'énergie, le transport d'atomes par diffusion est assuré par cette dernière.

- **Energie de surface**

Lors de la formation des ponts entre les granulés de poudre, l'énergie de surface diminue par réduction de la surface globale.

- **Energie liée à l'existence d'un gradient de défauts structuraux**

Notamment les lacunes qui existent dans les grains de poudres, leurs excès dus à l'existence de courbure de surface.

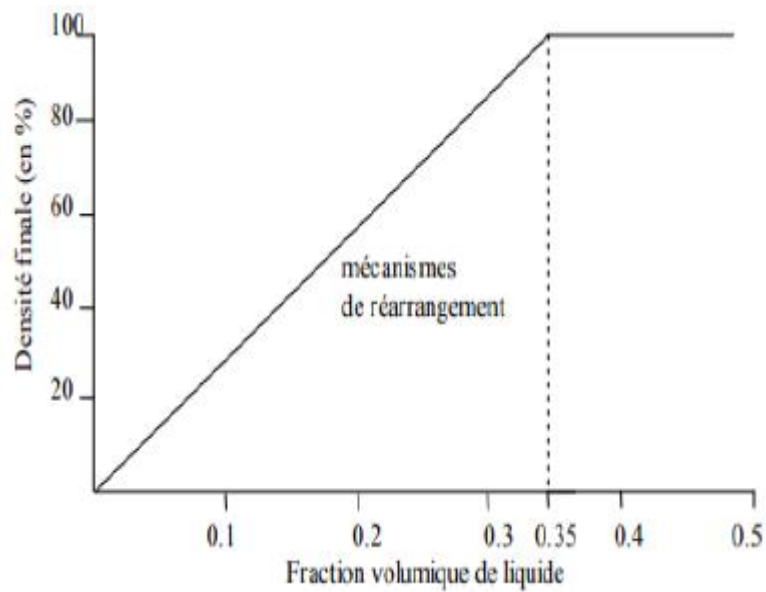
- **Energie liée aux équilibres entre les phases**

Les poudres de base présentent des parties saillantes où les contraintes mécaniques donnent naissance à des dislocations.

### I.6.4. Paramètres de frittage

- **Fraction volumique**

La fraction volumique de liquide est définie comme le rapport du volume de phase liquide au volume total de matière. Si le volume de liquide est suffisant, il pourra remplir toute la porosité et on atteindra la densification totale. On peut évaluer la quantité nécessaire de liquide en considérant que le réarrangement conduit à un empilement correspond à une porosité de l'ordre de 35%.

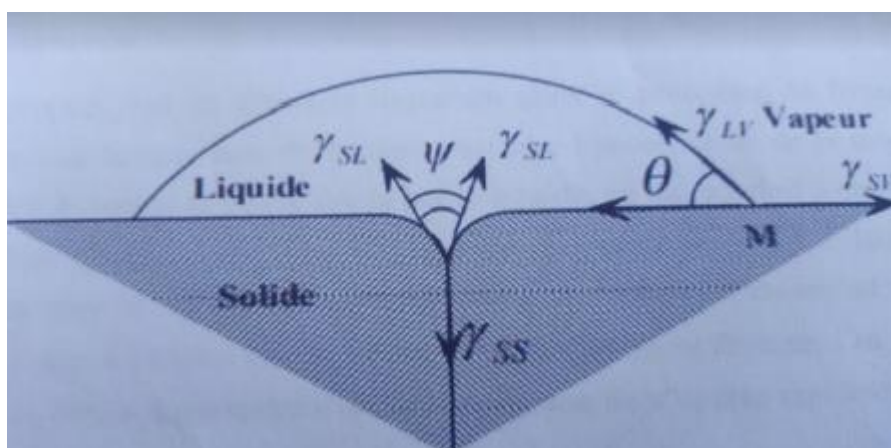


**Figure I. 16 :** Evolution de la densité en fonction de la fraction volumique du liquide dans un système biphasé en frittage avec phase liquide [27].

Dans le cas des carbures cémentés WC-Co, l'augmentation de la fraction volumique des particules obéit à un régime contrôlé par la diffusion, mais reste quand même négligeable [27].

- **Mouillabilité**

La mouillabilité traduit l'aptitude d'un fluide à s'étaler à la surface d'un solide. Elle est caractérisée par les deux angles  $\Psi$  et  $\theta$ .



**Figure I. 17 :** Angle de mouillage [27].

- **Atmosphère de frittage**

Au cours du frittage, l'ennemi redoutable est l'oxydation. Afin de prévenir cela, il serait indispensable de travailler sous atmosphère neutre, réductrice ou sous vide.

**a) Atmosphère neutre** : Généralement, on utilise l'Argon pour protéger la pièce à fritter contre l'oxydation.

**b) Atmosphère réductrice** : On utilise généralement l'Hydrogène ou le monoxyde de Carbone pour éliminer les oxydes susceptibles de se former par réduction, ainsi empêcher toute réaction d'oxydation.

**c) Sous vide** : Dans le but d'éliminer les gaz emprisonnés dans la poudre.

- **Solubilité**

La densification d'un mélange de poudre provoqué par les mécanismes de réarrangement et de dissolution-précipitation. Ces deux derniers extrêmement activés si le système à fritter est formé de constituants ayant une inter-solubilité importante. Par le fait, le liquide qui se construit alors à la température de frittage fait fondre les zones solides en cobalt et les aspérités de surface des particules. En conséquence, le réarrangement des particules se trouve alors facile et la densification par dissolution-précipitation est optimisée. Ce qui conduit à une densification totale du système [28].

- **Température**

La température joue un rôle très important dans le processus de frittage avec phase liquide. La montée en température de frittage entraîne l'accélération de la solubilité et à une meilleure mouillabilité de la phase solide par le liquide, ce qui amène à une modification de microstructure du produit final. Dans le cas de carbure cémenté WC-Co une élévation de la température renforce la dissolution du tungstène et du cobalt et, de ce fait la phase liquide occupe un plus grand volume que la phase liante solide après frittage. Les forces capillaires deviennent alors fortes et permettent à la densification de s'opérer rapidement et atteindre la valeur maximale [29].

## I.7. Compression isostatique à chaud

### I.7.1. Définition

La Compression Isostatique à Chaud (CIC) est un procédé où une pression et une température élevée (inférieure à la température de fusion du matériau) sont appliquées simultanément afin de combler tout manque de matière (porosités ouvertes ou fermées, fissures, craquelures, matériaux disjointes). La CIC ne représente pas uniquement une technique de frittage, elle est également utilisée en tant que procédé de post-traitement pour la fabrication additive, la fonderie ou encore comme procédé de soudage diffusion de matériaux hétérogènes ne pouvant être soudés par des voies conventionnelles. L'application d'une pression simultanément à la température permet de réduire de 10 à 20 % la température de frittage par rapport au frittage naturel. Par rapport aux autres procédés de frittage assistés par la pression, comme le frittage sous charge uniaxiale (HP pour Hot Pressing en anglais) la particularité de la CIC réside dans l'application d'une pression isostatique, c'est-à-dire égale dans toutes les directions, à l'aide d'un fluide, le plus souvent un gaz inerte comme l'argon. L'application d'une pression uniaxiale présente le risque de création de gradients de contrainte et de densification conséquents.

### I.7.2. Les étapes de la compression isostatique

La compression isostatique à chaud est une technique de densification d'agglomérée obtenue par frittage conventionnel. Elle fait appel à un chauffage et à une pression de gaz généralement neutre, elle peut atteindre des températures élevées.

Elle permet la fabrication des matériaux à partir des poudres enfermées sous vide dans des capsules qui passe ensuite à une gamme d'opération de la densification par C.I.C.

### I.7.3. Utilisation de la CIC pour fabrication des carbure cimenté WC-Co

La technique de la compression isostatique à chaud peut être utilisée pour fabriquer des WC-Co avec ou sans formation de phase liquide. Quand la température de fusion du liant n'est pas atteinte, la densification s'opère essentiellement par indentation des particules ductiles de cobalt par les grains durs de carbure de tungstène. Ce processus permet d'obtenir des pièces très denses, et ça en provoquant un écoulement de matière vers la porosité suivie d'un rapprochement des grains de WC. Par conséquent le contact des grains durs s'accélère ce qui permet à la densification de se poursuivre.



Si la quantité de liquide n'est pas suffisante pour remplir la totalité des pores, la densification se poursuit par d'autre mécanisme. Des zones de déformation plastique et fluage se forme aux contacts entre particule dures et contribuent ainsi à la densification finale du système. Le mécanisme de dissolution-précipitation contribue également à la densification finale. En effet, une concentration de contraintes se produit au niveau des interfaces solide-solide puisque les cavités poreuses résiduelles ne permettent pas la transmission de ces contraintes.

Il s'en suit un transport intense de matière par diffusion de ces contacts vers les porosités.

Les paramètres qui permettent l'optimisation du processus C.I.C sont la pression, la température et la durée du cycle de traitement.

#### **I.7.4. Les avantages de la (CIC)**

La CIC fournit la suite à des avantages spécifique :

- 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 [21].
- 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 [22].
- 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**

Dans ce chapitre nous allons décrire les techniques de mise en œuvre utilisées par la fabrication de carbures cémentés WC-Co.

## **II.1. Élaboration des carbures cémentes WC-Co**

Les carbures étudiés sont élaborés à partir de la poudre de carbure de tungstène (WC) mélangée à la poudre de cobalt (Co) par différentes techniques dans le but de préciser leur caractéristique.

### **II.1.1. Préparation des poudres de tungstène et de cobalt**

Les poudres de base ont été préparées et réalisées dans le laboratoire de l'unité industrielle ERIS de Batna.

La poudre de tungstène est fabriquée par réduction (à 750C°) 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.

La poudre de cobalt est fabriquée industriellement par la réduction d'hydrogène à une température variant entre 600 et 800C° d'un mélange d'oxyde de cobalt. La poudre obtenue est constituée de grains de forme irrégulière et agglomérés. Elle est soumise à des opérations de tamisage par vibration pour récupérer les grains dont la taille est inférieure à 2µm.

Les mélanges 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 1500C°.

### **II.1.2-Mélange des poudres**

Les poudres de cobalt et de carbure de tungstène dans les proportions de la nuance désirées sont mélangées par broyage en milieu humide. L'objectif de ce broyage n'est pas de diminuer la taille des grains, mais d'obtenir un mélange parfaitement homogène.

On utilise des agents broyants en carbure cémenté afin d'éviter toute pollution.

Un liant organique soluble dans le liquide est ajouté dès l'étape du broyage afin de garantir sa parfaite répartition. Le rôle de ce liant organique est :

- De permettre une étape ultérieure de granulation.
- De protéger les poudres de l'oxydation.

**II.1.3. Densification des mélanges**

Le mélange des poudres WC-Co s'expose à une opération de densification pour éliminer les pores notamment par l'augmentation de la densité et le rapprochement des particules par plusieurs procédés. Parmi ces procédés : La consolidation des mélanges et le frittage.

**II.1.3.1. Consolidation des mélanges**

Les poudres WC-Co passent par une compression pour l'obtention d'une forme avec une dimension déterminée.

Cette opération conduit à un produit cohérent suffisamment pour être manipulé sans risque d'effritement.

Elle génère un rapprochement des grains qui facilite l'opération finale de frittage des mélanges des poudres. L'utilisation de la compression en matrice pour les produits les plus courants. D'autres techniques de consolidation de poudres telles que la compression isostatique à froid, 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.

**II.1.3.2. Frittage simple**

Le frittage en phase liquide des carbures cémentés reste une technique attirante (attractive) pour sa facilité de mise en œuvre.

Il se réalise sous atmosphère d'hydrogène dans des fours qui permettent le changement de la température (de 20 à 1600°C). Le frittage passe par trois étapes (deux étapes de montée en température et une étape finale de refroidissement).

La première étape du cycle est une étape de déliantage. Elle correspond à une montée en température jusqu'à atteindre 800°C. Cette étape sert à éliminer, par évaporation, le lubrifiant rajouté à la poudre avant de procéder à sa compression.

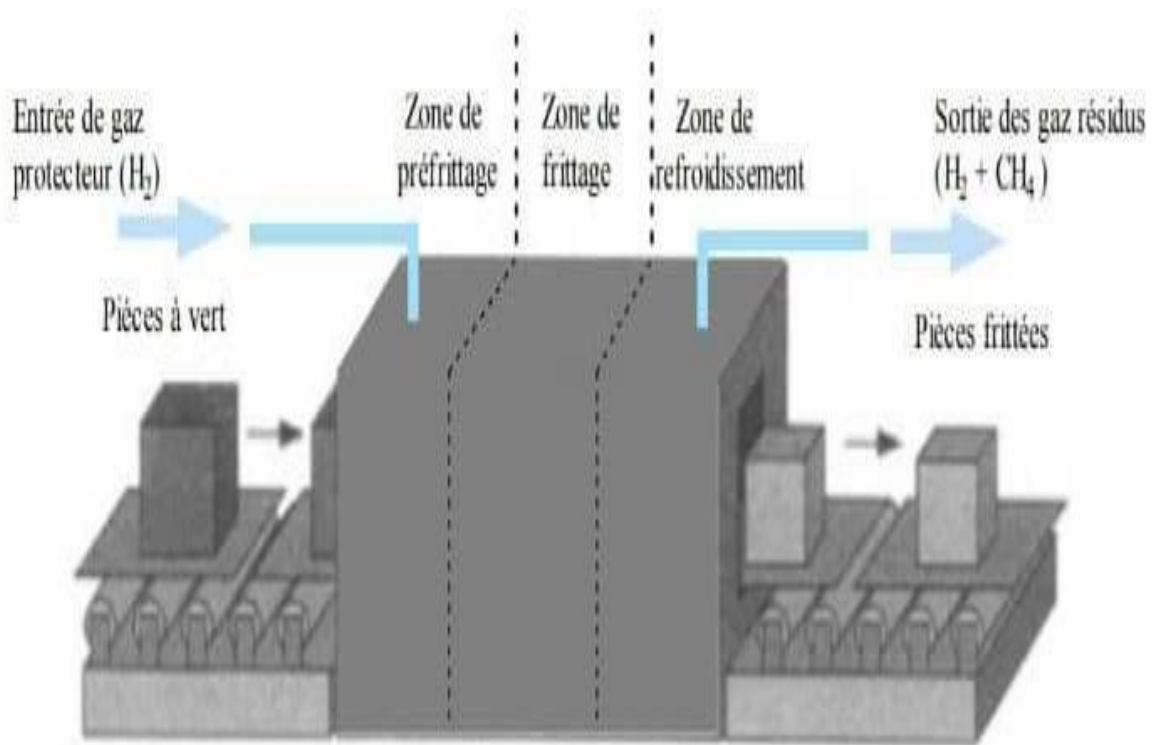
La cinétique de déliantage est d'une grande importance car sa durée et la température choisie doivent être optimisées afin d'éliminer complètement les restes organiques et les bulles de gaz résiduelles emprisonnées. Une élimination trop rapide du liant peut endommager les pièces en créant des fissures. L'utilisation d'un régulateur-programmateur permet de contrôler avec une grande précision la montée en température et le refroidissement progressif du four de manière à réduire les risques de fissuration des pièces.

La deuxième étape sert à l'agglomération en phase liquide des particules réfractaires de

WC. Une fois la température de fusion du liant métallique atteinte, elle est stabilisée à un palier dont la valeur peut varier entre  $1320^{\circ}\text{C}$  et  $1450^{\circ}\text{C}$  selon la teneur des pièces en carbure à traiter. Cette étape de densification provoque des déformations volumiques, sous forme de retrait, dont l'amplitude dépend de la composition de la poudre et de la densité locale de la pièce avant frittage.

La dernière étape du frittage correspond au refroidissement de pièces frittées dans le four sous atmosphère d'hydrogène avant d'être mise à l'air pour éviter son oxydation [23] [24]. Les fours utilisés en trois zones mises sous un flux continu d'hydrogène.

Cette figure représente les trois zones des fours utilisés Figure II.1



**Figure II. 1 :** Schéma de principe d'un four de frittage en phase liquide.

**II.1.4. La compression isostatique à chaud**

La compression isostatique à chaud est un puissant procédé d'élaboration de mélange de poudres de WC-Co, il permet une densification totale d'agrégats de poudres enfermée dans des capsules scellés sous vide.

**II.1.4.1. Principe de la compression isostatique à chaud**

La compression isostatique à chaud est réalisé à l'aide d'une presse de type HIP6 au laboratoire de métallurgie Pprime de Poitiers (France). Elle est fabriquée par la société AGB de Nantes [02].

La CIC consiste à soumettre une capsule remplie de poudre, à l'action simultanée d'un traitement thermique et d'une pression isostatique appliquée par l'intermédiaire d'un fluide gazeux et ceci à haute température.

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 des pièces à agglomérer.

L'intérêt de la compression isostatique à chaud est qu'elle assure une densification homogène de l'agrégat de poudres avec un retrait pratiquement isotrope.

Les pièces obtenues par la C.I.C ont des propriétés physiques et mécaniques isotropes avec une porosité minime, en particulier pour les pièces massives [26] [23] [24].

Dans notre cas, on a élaboré des échantillons de poudres de WC-Co par compression isostatique à chaud (C.I.C).

**II.1.4.2. Description de la presse de C.I.C**

La presse de la C.I.C se compose de :

1/ Des parois de l'enceinte isolées du four par une cloche munie d'écrans multiples en graphite, en tôle métallique et fibres réfractaires.

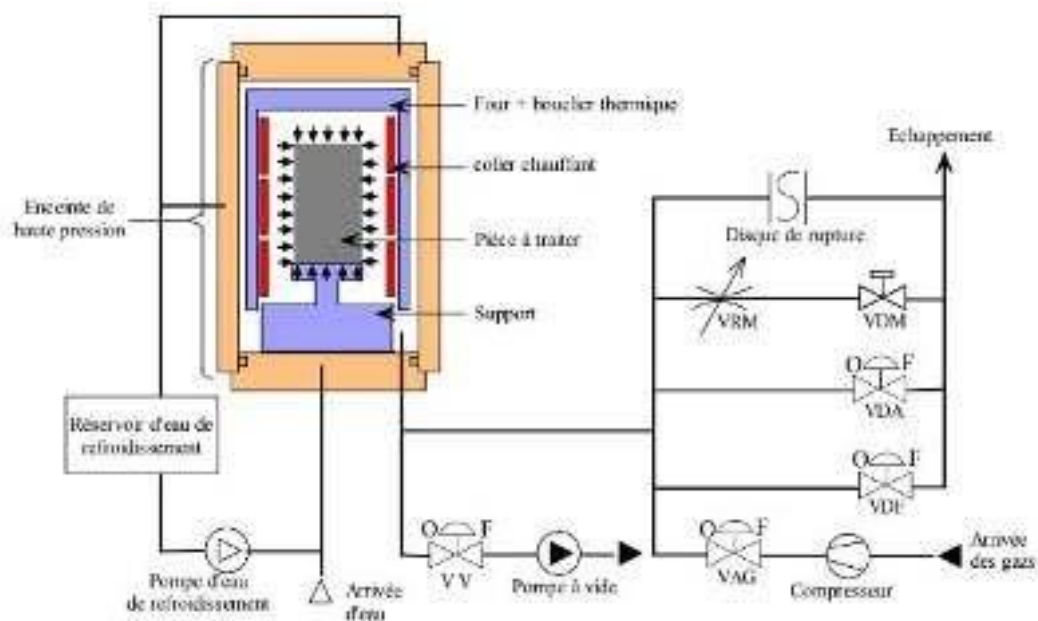
2/ L'alimentation électrique de la pression.

3/ Une enceinte haute pression équipée d'un four de type graphite qui offre une possibilité de réaliser un chauffage sous vide ou sans pression.

4/ Le circuit de haute pression qui sont eux même composés de :

- Un compresseur de gaz de 200 Mpa à froid.
- Une vanne d'admission de gaz (VAG) pour le remplissage d'enceinte de 80 bars.
- Une vanne de détente automatique (VDA) avec une vanne de réglage manuel (VRM).
- Une vanne de détente finale (VAF).
- Une vanne de détente manuelle (VRM).
- Un disque de rupture de sécurité qui ne peut résister à une pression supérieure à 250 Mpa.

5/ Le circuit basse pression (vide et refroidissement).



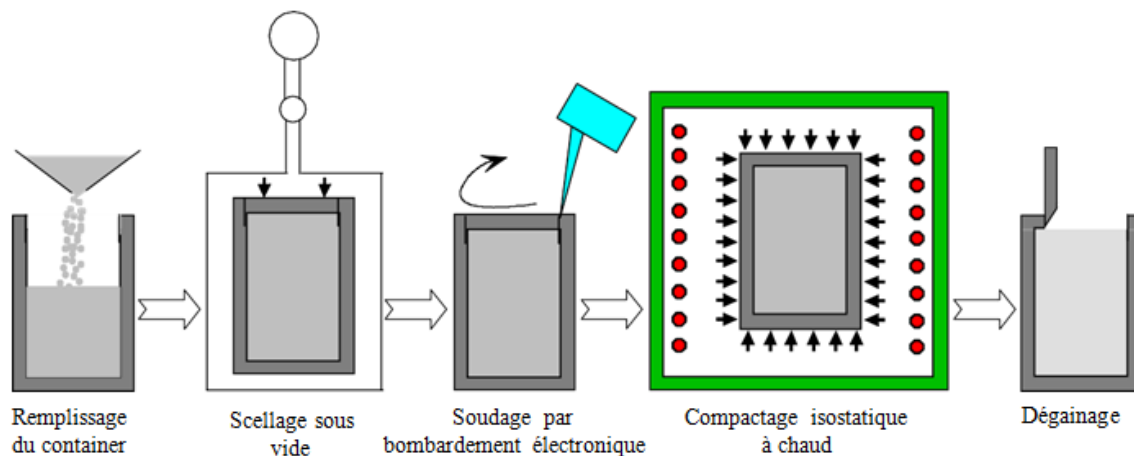
**Figure II. 2 :** Schéma de principe des circuits haute et basse pression de la presse HIP6 [24].

#### II.1.4.3. Les étapes de la compression isostatique

La compression isostatique à chaud est une technique de densification d'agglomérée obtenue par frittage conventionnel. Elle fait appel à un chauffage et à une pression de gaz généralement neutre, elle peut atteindre des températures élevées.

Elle permet la fabrication des matériaux à partir des poudres enfermées sous vide dans des capsules qui passe ensuite à une gamme d'opération de la densification par C.I.C présenter dans la figure suivante II.3.





**Figure II. 3 :** Etapes de processus de C.I.C [24].

Dans le cadre de cette étude, des échantillons en carbures cémentés WC-Co ont été élaborés via ce procédé avec l'utilisation des mélanges de poudres de carbure de tungstène WC et de cobalt Co contenant 11%, 20%.

#### II.1.4.3.1. Réalisation du conteneur

Le conteneur ou la capsule constitue le moyen le plus approprié pour compacter une poudre, à travers la transmission simultanée de température et de pression isostatique. 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.

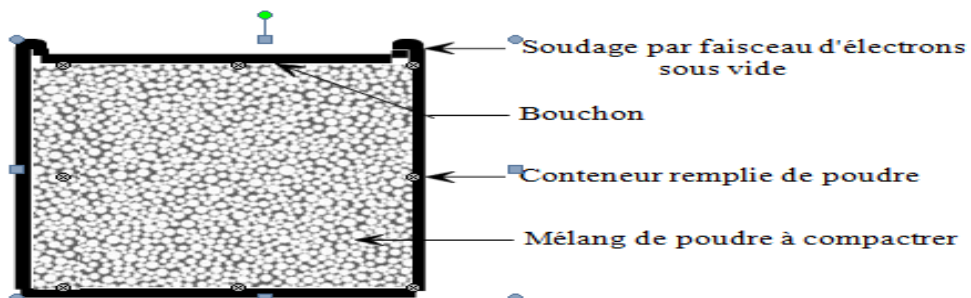
Afin d'obtenir une déformation homothétique, la paroi du conteneur doit être d'une épaisseur suffisamment faible pour garantir une faible rigidité et permettre ainsi une compression isotrope du conteneur et une meilleure transmission de la pression à la poudre. Toutefois, en pratique il est rarement observé qu'une contraction du conteneur soit isotrope surtout au cas de formes complexes. Les facteurs susceptibles d'entraîner une distorsion durant le traitement par C.I.C sont essentiellement les variations d'épaisseurs et de rigidité du conteneur, le taux d'homogénéité de remplissage du conteneur (variation de la densité locale de la poudre), la cinétique de densification et le type de soudage utilisé.

En fait, la conception du conteneur doit rendre compte des densités finales à obtenir ou de l'absence de symétries dans une pièce pour parvenir à un ajustement acceptable. La géométrie du conteneur doit être donc optimisée afin de garantir une géométrie finale des surfaces internes correspondant aux cotes visées.

Dans le cas de produits aux formes simples, un modèle empirique a été développé pour simuler le comportement de conteneurs cylindriques au cours du processus C.I.C. Ce modèle consiste en une analyse des données tridimensionnelles avant et après le cycle de C.I.C. L'ensemble des données empiriques permet de tracer des courbes de retraits, axiale et radiale en fonction du rapport de la longueur du conteneur sur son diamètre. Sur la base de ces données un programme informatique est utilisé pour donner le dimensionnement d'un conteneur à utiliser, en introduisant les cotes de la pièce finale à obtenir.

Cette approche empirique qui nécessite le plus souvent une série d'essais, est longue et coûteuse. Une approche plus prometteuse pour le procédé C.I.C est la simulation par éléments finis du comportement de la poudre au cours du cycle de densification. Plusieurs approches ont été développées, en se basant sur le comportement plastique et viscoplastique d'un milieu granulaire. Certains de ces modèles mathématiques sont utilisés dans l'industrie C.I.C, mais aucun d'entre eux n'a mûri en un système de modélisation fiable pour l'ensemble des matériaux et des géométries utilisées dans l'élaboration par C.I.C.

Dans le cadre de ce travail, un conteneur en tube cylindrique en titane a été utilisé. Après son remplissage par le mélange de poudres de WC et de Co dans les proportions choisies, le conteneur est fermé par un couvercle (bouchon) de même nature qui est ensuite scellé par bombardement électronique sous vide secondaire.



**Figure II. 4 :** Schéma représentatif de la préparation d'un conteneur pour le cycle de C.I.C.

#### II.1.4.3.2. Préparation du conteneur

La préparation du conteneur constitue donc une autre étape déterminante pour obtenir une densité uniforme de la poudre. Elle s'effectue en trois étapes.

**II.1.4.3.2.1. Le remplissage**

Le remplissage du conteneur peut s'effectuer généralement 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. Afin de donner un empilement le plus compact à la poudre et obtenir le remplissage le plus homogène possible du conteneur, ce dernier est tassé par vibration au cours de son remplissage. On sait en effet qu'un mauvais remplissage engendre un retrait non homogène du conteneur et par conséquent, une densification non uniforme de la poudre (surtout dans le cas d'un frittage avec phase liquide). Les conteneurs remplis de poudres sont gardés sous vide secondaire en attendant de procéder à leur fermeture par soudure électronique.

**II.1.4.3.2.2. Le soudage**

Après le remplissage du conteneur, on procède à sa fermeture sous vide de sa partie supérieure.

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. La hauteur des bords du conteneur permet de rapporter loin du volume à densifier la déformation du conteneur. En effet, une fuite même très légère dans le conteneur ou dans le cordon de soudure peut entraîner la pénétration du gaz de compression, ce qui empêchera la densification de la poudre et pourra même induire la distorsion du conteneur.

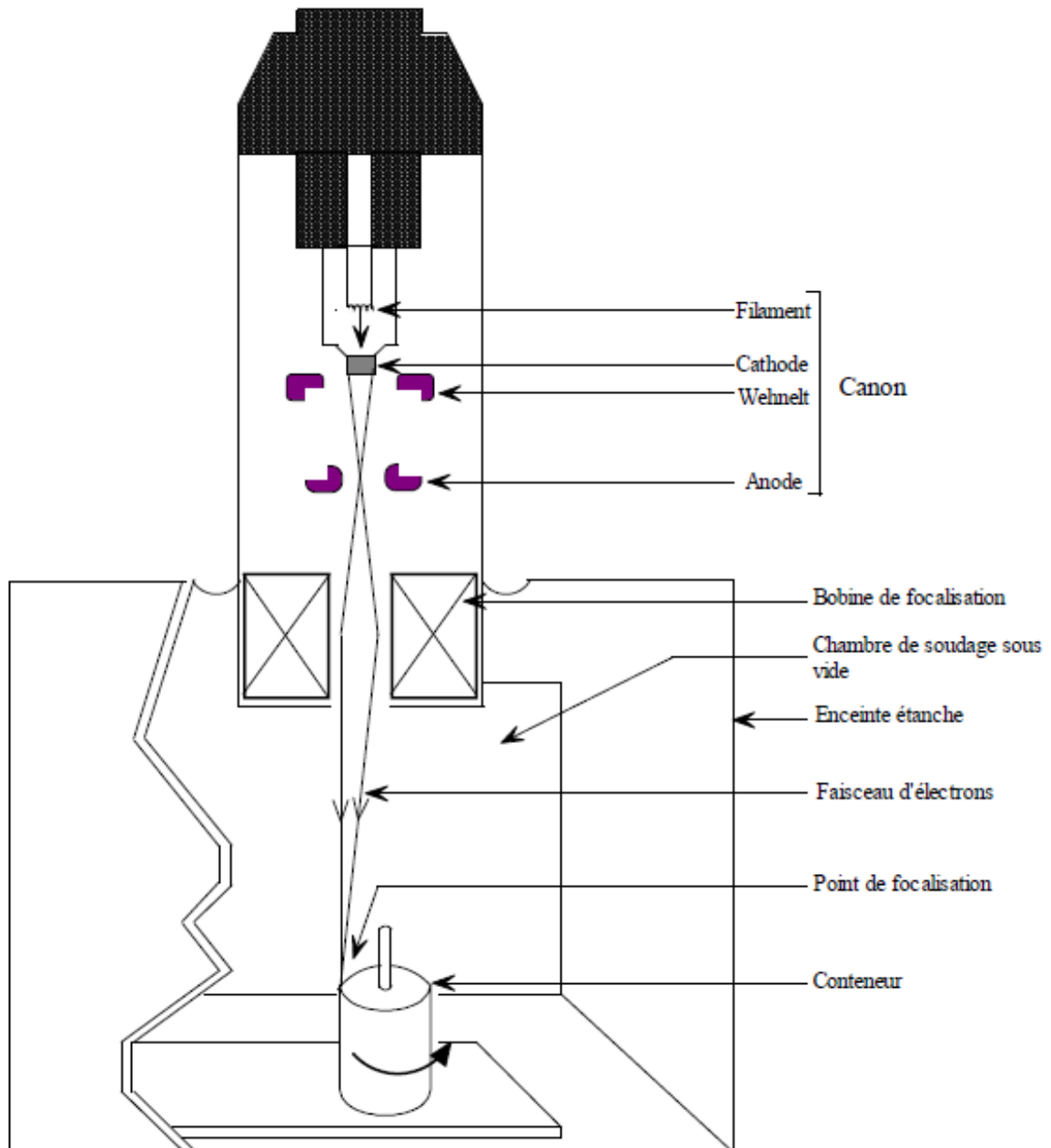
Le soudage par faisceau d'électrons est caractérisé par une concentration très importante d'énergie. L'énergie cinétique des électrons est transformée en énergie thermique lorsque le faisceau vient frapper les éléments à assembler. La machine de soudage par faisceau d'électrons (Fig.II.5) comporte une 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 chauffé par effet joule. La pièce appelée WEHNELT entourant la cathode, intervient d'une part sur la forme du faisceau et d'autre part comme une grille de triode. Quant à l'anode, elle entraîne la création d'un champ électrique accélérateur ainsi que la convergence du faisceau électrique créé. Les bobines de focalisation, qui par le champ

magnétique qu'elles induisent, refocalisent de nouveau le faisceau divergeant à la sortie de l'anode.

Cette technique présente plusieurs avantages dont les principaux sont :

- L'opération de soudage s'effectuant sous un vide de  $10^{-3}$  mmHg, les pièces bénéficient ainsi de meilleures conditions de protection contre l'oxydation.
- Les fissurations transversales ou longitudinales qui apparaissent lors du soudage classique d'aciers sont très souvent évitées.
- Le procédé convient tout aussi bien pour le soudage des grandes épaisseurs supérieures à 60mm qu'aux faibles épaisseurs, soudées en une seule passe et sans métal d'apport.
- Les déformations mécaniques produites par les soudures sont souvent très réduites et le retrait dans le cordon est presque également réparti entre les deux faces de la pièce, ce qui rend possible le soudage sur les pièces aux cotes finales.
- Contrairement aux autres procédés, les zones affectées thermiquement sont d'une largeur remarquablement faible en raison de la finesse du faisceau. Les grandes puissances spécifiques obtenues avec des faisceaux d'électrons autorisent des vitesses de soudage élevées.



**Figure II. 5 :** Schéma de principe de l'appareillage pour le soudage par bombardement électronique.

#### II.1.4.4. Mode de fonctionnement automatique de la presse C.I.C

Le fonctionnement est régi par des macro-commandes qui mettent en route des séquences automatiques dont le déroulement est piloté par un automate dans la presse et les comparent avec les points de consigne programmés.

Le cycle de traitement C.I.C peut être alors procédé par des séquences préliminaires qui sont mise en œuvre pour réduire au minimum la présence d'oxygène.

Les macro-commandes qui peuvent être ainsi activées sont :

- La mise sous vide.
- La mise en gaz à la pression atmosphérique.

D'autre part, on peut être amené à recourir aux séquences d'arrêts suivantes quand cela s'impose. Il s'agit :

- D'arrêt de la macro-commande en cours.
- D'arrêt d'urgence.
- De dépressurisation arrêt de cycle.

#### **II.1.4.5. Cycle de traitement automatique**

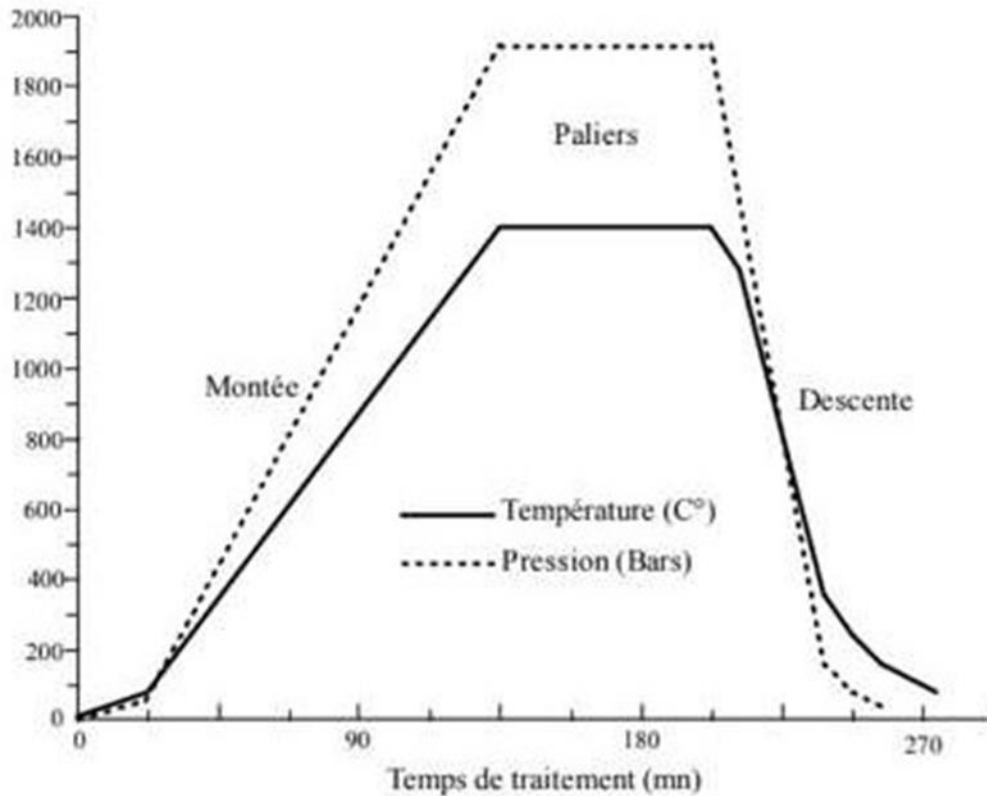
Un cycle de traitement est un enchaînement d'étapes régi par les programmes de pression et de température au préalable dans les programmeurs, ou la variation de la pression ou la température doit être rigoureusement contrôlée.

Ces étapes peuvent être sous forme des montées, des paliers ou des descentes.

Dans le cas de la pression, une programmation d'un échelon au début du cycle pour atteindre la pression seuil qui fait démarrer le compresseur. L'utilisation d'un clavier pour les réglages et la configuration des opérations.

La construction de plusieurs cycles de traitement de C.I.C revient à la programmation séparée des cycles de température et de pression.

Un exemple de cycle de traitement procéder à un frittage d'un agrégat de poudre avant d'être passée à sa densification. Les cycles utilisés pour la densification des mélanges WC-Co conduisent à une augmentation de la pression et de la température d'une façon plus rapide [02] [14].



**Figure II. 6 :** Cycle de traitement de compression isostatique à chaud [23].

- La montée en pression se fait à raison de 20 bars par minute.
- La montée en température se fait en moyenne à 15 C° par minute.

La réussite des étapes de préparation de la capsule peut se manifester à travers sa forme après avoir subi le cycle de traitement C.I.C. La diminution en volume du produit doit être considérable et homogène.

## II.2. Étude des carbures cémentés élaborés

Les échantillons élaborés par frittage en phase liquide et par compression isostatique à chaud C.I.C ont été étudiés comparativement au plan macroscopique et microscopique. Ce paragraphe représente les diverses techniques expérimentales de caractérisation qui ont été utilisées et leur domaine d'utilisation respectif.

L'objectif est 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 cémenté WC-Co.

**II.2.1. Préparation des échantillons**

Après découpe des échantillons élaborés, l'état de surface est nettement insuffisant pour l'exploitation des techniques de caractérisation présentées ci-dessous. La révélation de la structure des échantillons nécessite notamment un polissage mécanique tel que décrit ci-dessous.

**II.2.1.1. Polissage mécanique**

Pour les observations au microscope électronique à balayage (MEB) et même pour l'analyse par diffraction des rayons x, les échantillons sont polis sur une polisseuse mécanique, avec un papier abrasif SiC de granulométrie décroissante (250 jusqu'au 2500) sous un filet d'eau pour éviter l'échauffement par des échantillons. Pour la finition, on réalise un polissage à l'aide d'une suspension diamantée de granulométries 1 $\mu$ m et 1/4  $\mu$ m sur un tissu feutré. A la fin de cette étape, la surface polie de l'échantillon présente un aspect poli miroir.

**II.3. Caractérisation des échantillons****II.3.1. Microscope électronique à Balayage (MEB)**

La microscopie électronique consiste à analyser tout type matériaux à l'aide de : l'interaction d'un faisceau électronique d'énergie avoisinant les 40 KeV.

Le microscope électronique à balayage utilisé est de type JEOL 5600 LV. Le filament est en tungstène et la tension généralement de 20 KV.

Celui-ci est équipé de détecteurs d'électrons secondaires ou rétrodiffusés. Le premier mode permet l'analyse de la morphologie surfacique des échantillons. Le second mode s'appuie sur le fait que les électrons rétrodiffusés sont sensibles aux numéros atomiques des éléments analysés. Il est ainsi possible d'observer des contrastes de composition chimique. Par ailleurs, cet appareil est équipé d'un analyseur EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) permettant de réaliser des cartographies des éléments et d'évaluer la teneur en éléments de l'échantillon par des méthodes semi-quantitatives. Les surfaces des échantillons ont été préparées par des polissages mécaniques successifs au papier abrasif et à la pâte diamantée.



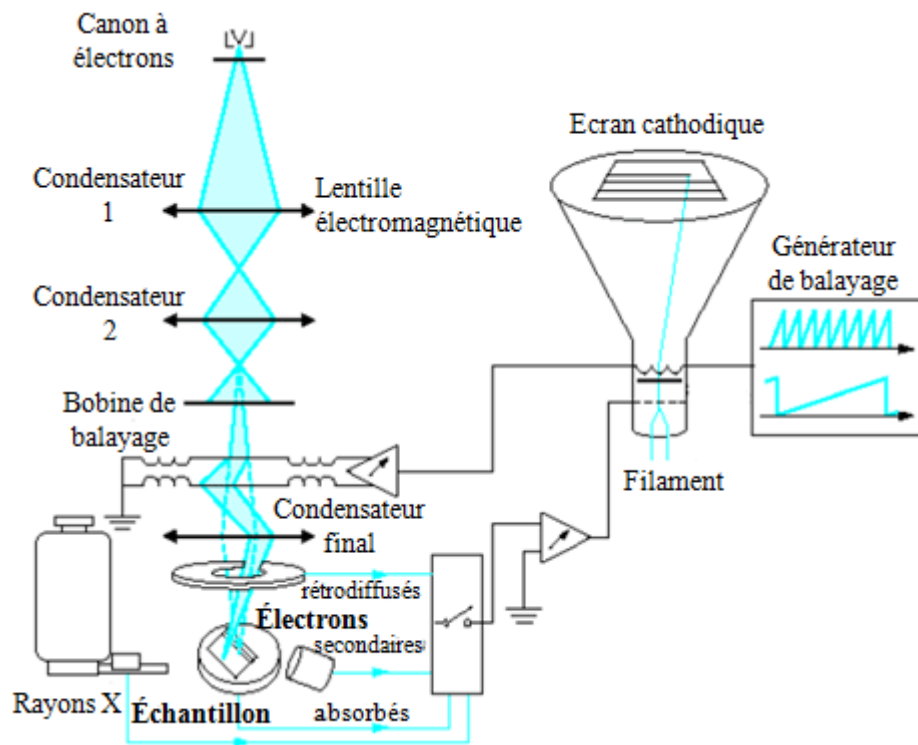


Figure II. 7 : Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage.

### II.3.2. Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est une méthode de caractérisation qui a eu un succès ces dernières années. Toutes les analyses ont été effectuées par un diffractomètre de rayons X de type D5005 avec une tension de 40 KV.

- La longueur d'onde utilisée est le raie K-de chrome  $\lambda_{\text{cu}} = 1.5406\text{\AA}$ .

Les conditions habituelles sont :

- Un pas de  $2\theta = 0.02$
- Temps de comptage de 5s à 12s
- Les phases angulaires sont enregistrées dans l'intervalle angulaire  $2\theta$  compris entre  $28^\circ$  et  $90^\circ$ .



Figure II. 8 : Ray X type SIEMENS D5005

### II.3.3. Analyse des profils de raies par diffraction des rayons X

La position en  $2\theta$  d'un pic est imposée par la structure cristallographique. La surface nette du pic est imposée par la proportion de phase dans l'échantillon, l'absorption des rayons X par l'échantillon, et l'orientation des cristallites. L'étude de l'évolution microstructurale est donc essentielle pour comprendre l'évolution de la résistance mécanique des matériaux lors de leur mise en service. La caractérisation de l'état microstructural des alliages WC-Co peut être réalisée par analyse par diffraction des rayons X, qui s'appuie sur la description de la forme et de l'intensité des raies, La mesure de dispersion est aussi nécessaire pour définir un pic. Pour fixer la dispersion du pic, on utilise plusieurs paramètres : largeur à mi-hauteur B, largeur intégrale  $\beta$ , de l'intensité maximale  $I_M$  du pic, et parfois, le facteur de forme  $\phi$ .

#### II.3.3.1. Elargissement des pics de diffraction

On distingue divers facteurs qui puissent être groupés selon les effets induisent une intensité sous la forme d'une fonction de type Gaussien ou type Cauchy qui nous permet d'établir le profil d'une raie de diffraction donnée par un échantillon polycristallin. Les effets qui élargissent les pics de diffraction de l'échantillon sont :

- ✓ **Effet instrumental** : dépend de la géométrie du faisceau incident (taille et divergence du faisceau) et du faisceau diffracté (les paramètres comme la forme des fentes de réception du détecteur...etc.). Pour obtenir une analyse fine de la forme du pic de diffraction ne présentant que les informations du matériau analysé, il sera nécessaire de corriger cet effet par déconvolution. Dans notre cas, nous avons effectué un étalonnage de l'appareil en nous servant de l'étalon standard LaB<sub>6</sub>. Pour éliminer tous les types des

défauts et l'effet de taille, il est conseillé, dans la mesure du possible, de travailler sur le composé qu'on aura préalablement chauffé à haute température.

- ✓ **Effet des microdéformations** : qui se traduit par une distribution des distances interréticulaires et donc par un élargissement du profil de raie de diffraction. Cet effet existe dans pratiquement tous les matériaux métalliques industriels. Dans notre cas, ces défauts sont créés par la C.I.C.
- ✓ **Effet de la taille des cristallites** : sont caractérisées par une moyenne des colonnes diffractantes  $D$  et par leurs déformations élastiques internes (distorsions).

### II.3.3.2. Modélisation des pics de diffraction

L'obtention par la méthode de Wagner-Halder de l'estimation des longueurs de cohérence. Elle émet l'hypothèse qu'un pic de diffraction expérimental «Exp» est le produit de convolution d'un profil dû à l'élargissement instrumental «Inst» et d'un profil d'élargissement structural «Stru» relatif à l'échantillon analysé. Il est admis que l'exploitation de l'étalon  $\text{LaB}_6$ , permet de calibrer la correction à faire quel que soit la méthode appliquée.

Dans les calculs qui seront menés par la suite, on retrouve certain symbole dans la méthode d'analyse employée :

- ✓ **La distance réticulaire**

$$d^* = 2\sin\theta/\lambda$$

$d^*$  : La distance réticulaire dans le réseau réciproque.

$\lambda$  : La longueur d'onde ( $\lambda_{\text{Cu}} = 1.5406 \text{ \AA}$ ).

- ✓ **La largeur angulaire à mi-hauteur**

$$B^* = (B \cos\theta) / \lambda$$

$B$  : la largeur angulaire à mi-hauteur ; son unité est le radian.

$B^*_{\text{exp}}$ ,  $B^*_{\text{inst}}$  et  $B^*_{\text{stru}}$  correspondent respectivement aux largeurs à mi-hauteur expérimentale, instrumentale et structurale relatives à un pic dans l'espace du réseau réciproque, son unité est ( $\text{\AA}^{-1}$ ).

- ✓ **La largeur intégrale angulaire**

$$\beta^* = (\beta \cos\theta) / \lambda$$

$\beta$ : La largeur intégrale angulaire (rapport de l'aire du pic sur l'intensité maximale) ; unité en radian.

$\beta^*_{\text{Exp}}$ ,  $\beta^*_{\text{inst}}$  et  $\beta^*_{\text{stru}}$  : représentent respectivement les largeurs intégrales expérimentale, instrumentale et structurale relatives à un pic dans l'espace du réseau réciproque, son unité est ( $\text{\AA}^{-1}$ ).

✓ **Le facteur de forme expérimental d'un pic de diffraction**

$$\varphi = B / \beta$$

✓ **L'intensité  $I(x)$**

L'intensité  $I(x)$  s'interprète comme un produit de convolution de fonction de type Gaussien et de type Cauchy pour la plupart des raies de diffraction.

**Forme de Cauchy :**

$$I_C(x) = I_C(0) \beta_C^2 / (\beta_C^2 + (\pi x)^2)$$

**Le facteur de forme**  $\varphi_C = B_C / \beta_C = 2/\pi \approx 0.64$ .

**Forme Gaussienne :**

$$I_g(x) = I_g(0) \exp(-\pi x^2 / \beta_g^2)$$

**Le facteur de forme**  $\varphi_g = B_g / \beta_g = 2 \sqrt{\ln 2 / \pi} \approx 0.94$ . Où  $x = \theta - \theta_0$ .

$\theta_0$  : la position angulaire du centre du pic de diffraction.

L'intensité résultante de ces différentes contributions est un produit de convolution de l'ensemble des fonctions propres à chaque phénomène.

$f_{g1}$  et  $f_{g2}$  sont des fonctions Gaussiennes qui conduisent un élargissement global  $\beta_g$ .

$$\beta_g^2 = \beta_{g1}^2 + \beta_{g2}^2$$

$f_{c1}$  et  $f_{c2}$  sont des fonctions de Cauchy qui conduisent un élargissement global  $\beta_c$ .

$$\beta_c = \beta_{c1} + \beta_{c2}$$

Le produit de convolution mixte aboutit à une largeur intégrale  $\beta_m$ , calculée selon une expression dite parabolique :  $\beta_m = \beta_c + (\beta_g^2 / \beta_m)$ .

**II.3.3.3. Méthode d’analyse des profils de raies**

✓ **Méthode de Wagner et Halder**

La méthode Wagner-Halder repose sur l’exploitation de plusieurs pics de diffraction disposés en des positions angulaires  $2\theta$  différentes. Elle donne une grande précision dans les résultats, car les équations utilisées dans cette méthode placent des points dans des emplacements aussi proches que possible de la ligne droite dans le diagramme. Cette méthode dépend de la forme graphique pour calculer la taille des cristaux qui conduisent à un élargissement de type Cauchy et la microdéformation qui donne un effet de type Gauss. La simple considération du facteur de forme suffit pour estimer le type de correction appliqué comme le montre tableau ci-dessous :

Facteur de forme $\varphi$	Largeur mi-hauteur structural
Proche de 0.64	$\beta_{stru}^* = \beta_{Exp}^* - \beta_{inst}^*$ (Cauchy)
Proche de 0.94	$\beta_{stru}^{*2} = \beta_{Exp}^{*2} - \beta_{inst}^{*2}$ (Gaussienne)
$0.64 \leq \varphi \leq 0.94$	$\beta_{stru}^* = \beta_{Exp}^* - (\beta_{inst}^{*2} / \beta_{Exp}^*)$ (Cauchy et Gaussienne)

**Tableau II. 1** : Les types de corrections appliquées pour les différents facteurs de forme.

- ✓ Si ces valeurs sont effectivement le résultat d’un produit de convolution faisant appel à deux fonctions respectivement de type Gaussien et de type Cauchy alors elles obéissent à la combinaison parabolique suivante :  $\beta_{stru}^{*2} = \beta_c^* \beta_{stru}^* + \beta_g^{*2}$  dans laquelle  $\beta_c^* = \frac{1}{\langle D \rangle}$  et  $\beta_g^* = 2\varepsilon d^*$ .
- ✓ Le tracé de  $[\beta_{stru}^* / d^*]^2$  en fonction de  $[\beta_{stru}^* / d^*]$  est donc une droite qui donne respectivement la composante Cauchy de la largeur intégrale  $\beta_c^* = \frac{1}{\langle D \rangle}$  par l’intermédiaire de sa pente, et comme ordonnée à l’origine  $(\beta_g^{*2} / d^{*2}) = 4\varepsilon^2$ .  $\langle D \rangle$  étant la longueur de cohérence moyenne et  $\varepsilon$  le taux de microdéformation.

**II.3.5. Essais de Microdurté**

Les Essais mécaniques réalisés pour tester les différents échantillons des carbures cimentés sont des essais de microdureté Vickers. Ces essais ont été réalisés avec un microduromètre de type SHIMADZU HMV 2000.

Plusieurs essais ont été réalisés sur les quatre échantillons (WC20%Co, WC11%Co). Ces derniers ont été polis mécaniquement au papier abrasif puis à la pâte diamantée jusqu'à l'obtention d'une surface sans rayures. Leur indentation a été réalisée à l'aide d'un polygone en diamant sous une charge de 500g pendant une durée de 15s.

L'objectif de ces essais est l'étude des caractéristiques microstructurales des deux types d'échantillons.



**Figure II. 9** : Un microduromètre type SHIMADZU HMV 2000 [25].

## **CHAPITRE III**

### **RESULTAT ET DISCUSSION**

Ce chapitre rassemble les résultats expérimentaux obtenus sur l'étude des propriétés mécaniques des quatre types d'alliages élaborés à partir des techniques de métallurgie des poudres.

### III.1. Caractérisation des poudres de base utilisées

Les caractéristiques d'une poudre de base définissent les propriétés d'un produit élaboré par la technique de la métallurgie des poudres. La caractérisation de la poudre de départ est très importante pour déterminer l'influence des paramètres, tels que la taille et la forme des particules, la teneur en carbone et la pureté de la poudre sur son comportement lors des différentes étapes de la fabrication d'un produit.

#### III.1.1. Composition chimique

Une série de quatre échantillons à base de carbure de tungstène ont été élaborés avec des concentrations massiques de 11% et 20% de cobalt.

Les mélanges de poudres de WC et de Co ont été analysés chimiquement avant de procéder à leur densification par frittage avec phase liquide ou par compression isostatique à chaud.

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

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

Les pourcentages massiques en carbone obtenus dans les deux mélanges de base sont inférieurs à la teneur stœchiométrique qui est de 6.12% en masse de carbone.

On remarque que les pourcentages massiques en carbone dans les deux mélanges diminuent quand la teneur en cobalt augmente. Cela s'explique qu'une décarburation des grains de WC se produit probablement pendant l'étape de broyage des deux poudres de WC et de Co. Cette décarburation est d'autant plus importante que la teneur massique en cobalt est plus élevée dans les mélanges de poudre de WC et de Co.

Deux types de carbures cimentés ont été élaborés à partir de deux mélanges de poudres de carbure de tungstène et de cobalt contenant 11 et 20% en masse de cobalt. Deux échantillons



de ces mélanges ont été obtenus par frittage en phase liquide et deux autres de mêmes compositions ont été densifiés par compression isostatique à chaud à une température de 1350°C.

### III.1.2. Conditions expérimentales

Quatre échantillons à base de mélanges de poudres de carbure de tungstène et de cobalt ont été élaborés par frittage avec phase liquide et par compression isostatique à chaud.

- **Frittage phase liquide**

Une série d'essai de frittage avec phase liquide a été réalisée dans un four sous atmosphère d'hydrogène afin d'éviter l'oxydation des échantillons élaborés [30].

Les conditions de traitement des deux mélanges utilisés sont précisées dans le tableau :

Mélange des poudres	Pré-frittage		Frittage	
	Température (C°)	Durée (h)	Température (C°)	Durée (h)
WC-11%Co	800	4	1350	2
WC-20%Co	800	4	1350	2

**Tableau III. 2 :** Conditions de traitement de deux échantillons élaborés par frittage en phase liquide [30].

- **Compression isostatique à chaud (C.I.C)**

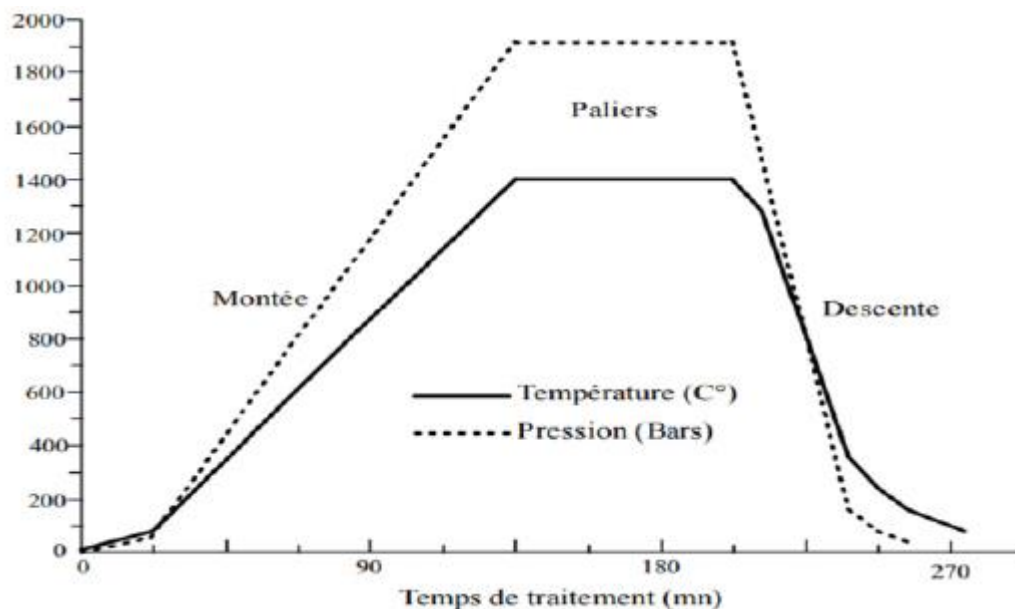
Une série de deux essais de compression isostatique à chaud a été réalisée sur les deux mélanges de poudres WC-Co. Deux types de cycle de compression isostatique à chaud ont été programmés en conservant la même pression et la même durée de palier. Les vitesses moyennes de montée en température et en pression durant les rampes de montée des cycles sont respectivement de 15°C et 20 bars par minute. 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 mécaniques 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  $\eta$  [31].

Les conditions expérimentales utilisées sont regroupées dans le tableau suivant :

Mélange des poudres	Températures de traitement (C°)	Pression de traitement (bars)	Durée du traitement (h)
WC-11%Co	1350	1950	1
WC-20%Co	1350	1950	1

**Tableau III. 3 :** Conditions de traitement des mélanges de poudres par C.I.C [30].



**Figure III. 1 :** Cycle de traitement de compression isostatique à chaud [32].

## III.2. Caractérisation des échantillons élaborés

### III.2.1. Diffraction des rayons X

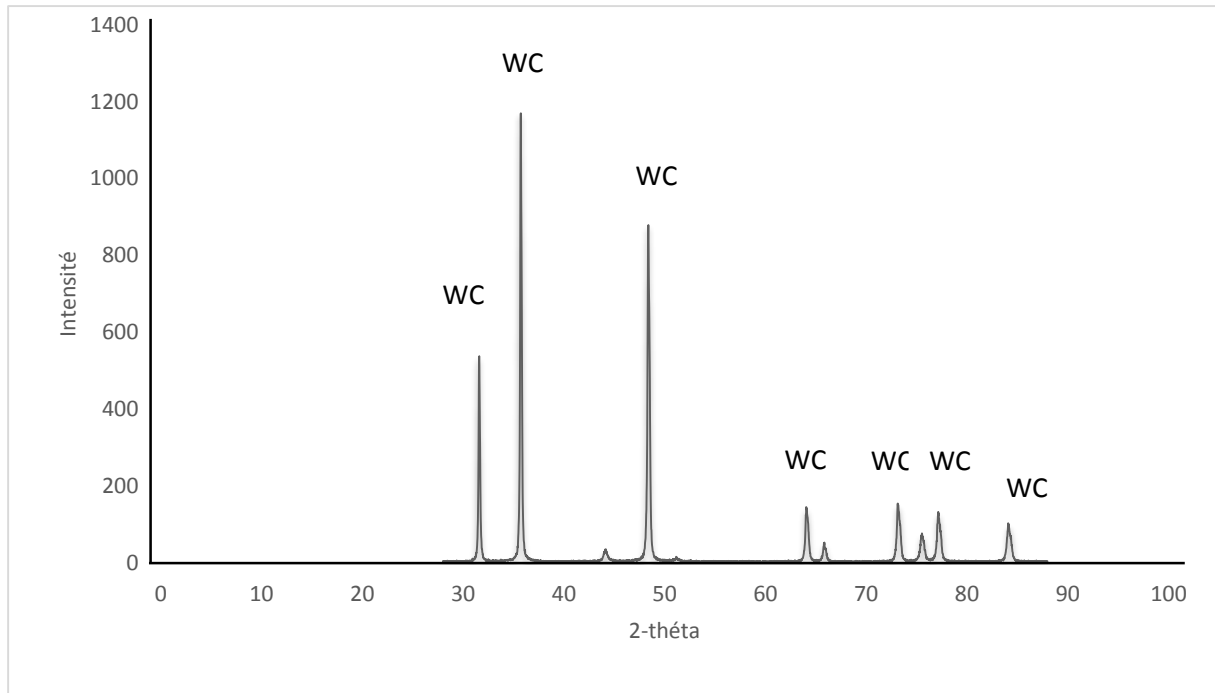
L'étude par diffraction des rayons X a permis d'identifier les phases en présence dans tous les échantillons élaborés par frittage en phase liquide et compression isostatique à chaud (C.I.C).

Les spectres de raies obtenues, sont présentés par les figures III.2 et III.3 et qui correspondent respectivement aux échantillons WC-11% Co et WC-20% Co, élaborés par frittage en phase liquide et par la compression isostatique à chaud (C.I.C).

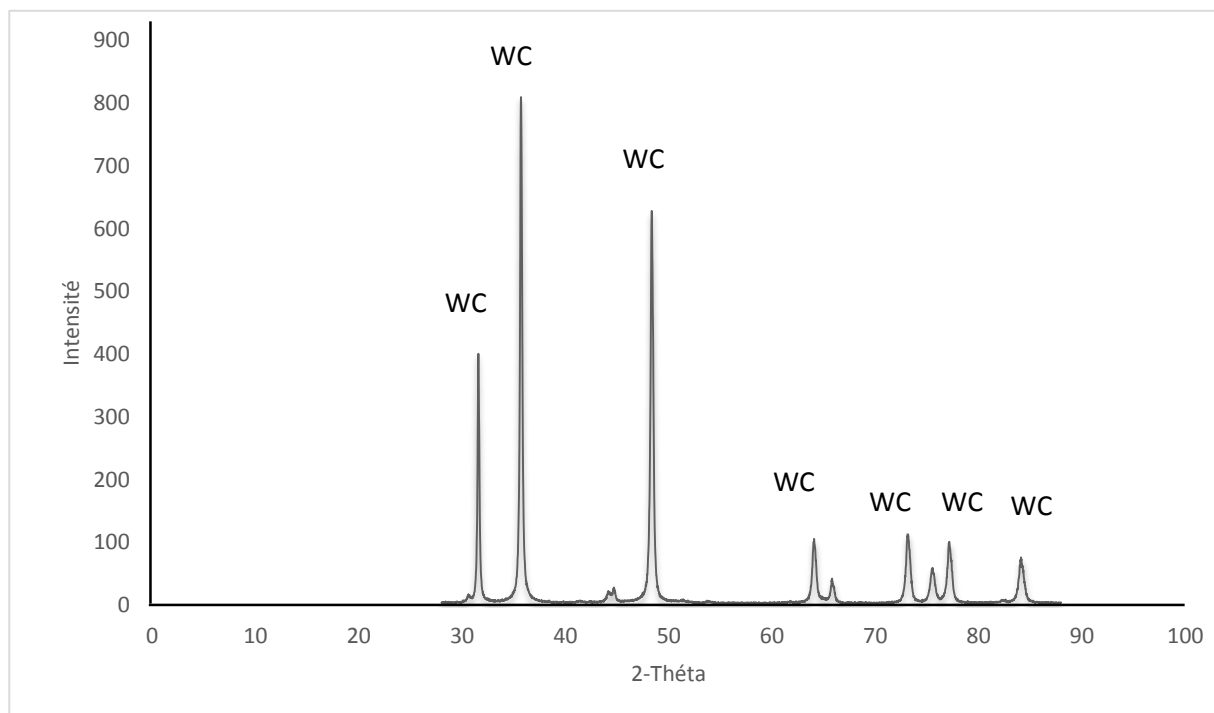
Dans les quatre figures on observe les deux phases habituelles de carbure de tungstène (WC) et du cobalt (Co).

Les spectres de diffraction des rayons X ne relèvent pas l'existence d'une autre phase formée de carbures mixte de cobalt ( $\text{Co}_3\text{W}_3\text{C}$ ,  $\text{Co}_6\text{W}_6\text{C}$ ) [30] qui est généralement à l'origine du mécanisme de dissolution-précipitation. La durée élevée du traitement de frittage en phase liquide favorise généralement la formation de cette phase surtout quand la teneur en cobalt est basse (inférieur à 11%) [33].

Les présences de ces phases sont généralement indésirables car elles augmentent fortement la fragilité des carbures cimentés.



(a)

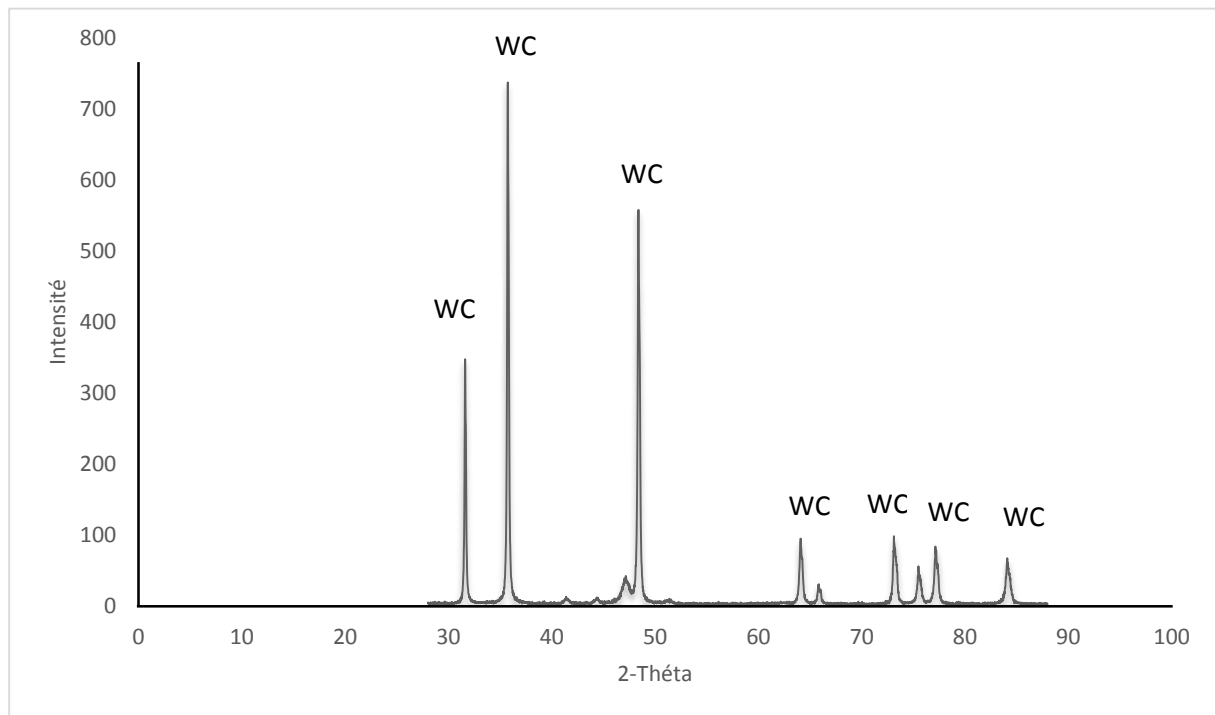


(b)

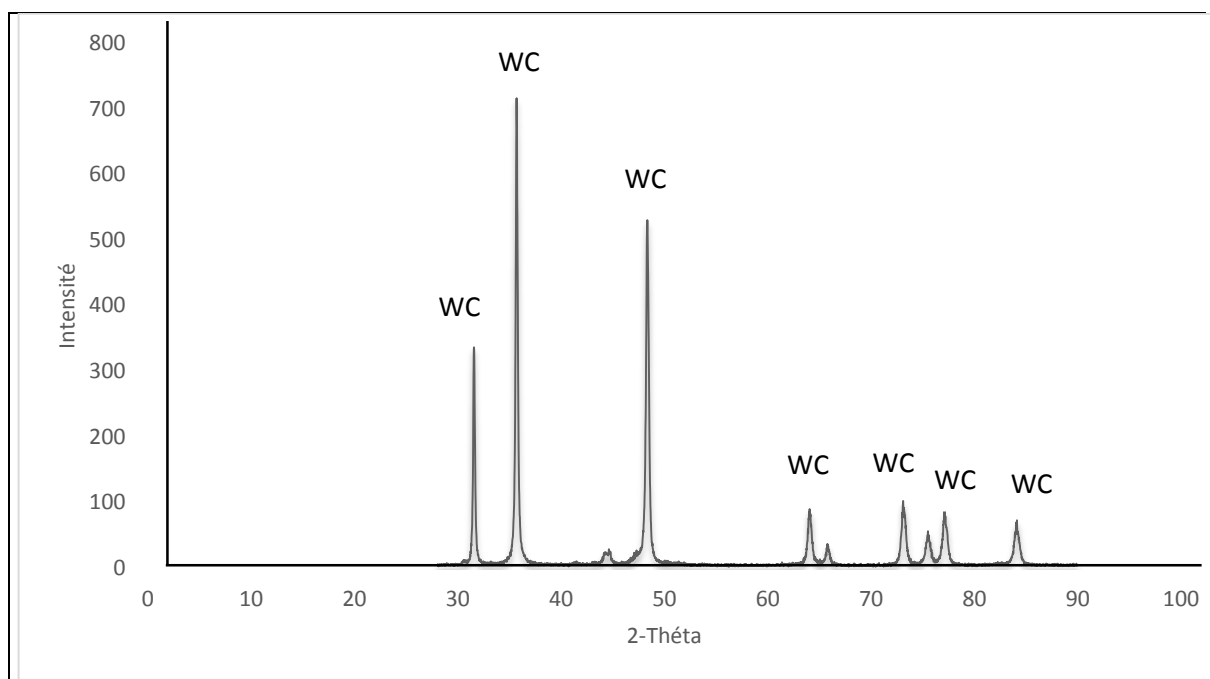
**Figure III. 2 :** Spectre de diffraction X de l'échantillon WC-11%Co

**a)** Obtenue par frittage en phase liquide.

**b)** Obtenue par compression isostatique à chaud.



(a)



(b)

**Figure III. 3 :** Spectre de diffraction X de l'échantillon WC-20%Co.

**a)** Obtenue par frittage en phase liquide.

**b)** Obtenue par compression isostatique à chaud.

### III.2.1.1. Profil des raies de diffraction

L'estimation des tailles des cristallites dans les échantillons élaborés par frittage en phase liquide et par compression isostatique à chaud CIC est fondée essentiellement sur les largeurs à mi-hauteur et intégrales et le facteur de forme des raies des spectres de diffraction. Afin de donner un aperçu des valeurs des tailles des cristallites du carbure de tungstène qui peuvent être obtenue à partir de l'exploitation des profils de raies de diffraction, nous présentons ci-après les résultats donnés par la méthode de Wagner & Halder. Cette méthode est appliquée aux sept raies de WC les plus intenses des diagrammes de diffraction des échantillons WC-11% Co et WC-20% Co élaborés par frittage avec phase liquide et par compression isostatique à chaud. Les résultats obtenus sont portés sur les figures (III.5) et (III.6). La méthode utilisée donne des indications sur les variations des paramètres microstructuraux suivant différent ensemble de directions cristallographiques. Le tracé des points  $[\beta^*_{\text{stru}}/(d^*)^2, (\beta^*_{\text{stru}}/d^*)^2]$  (Wagner-Halder) avec la correction instrumentale appliquée :

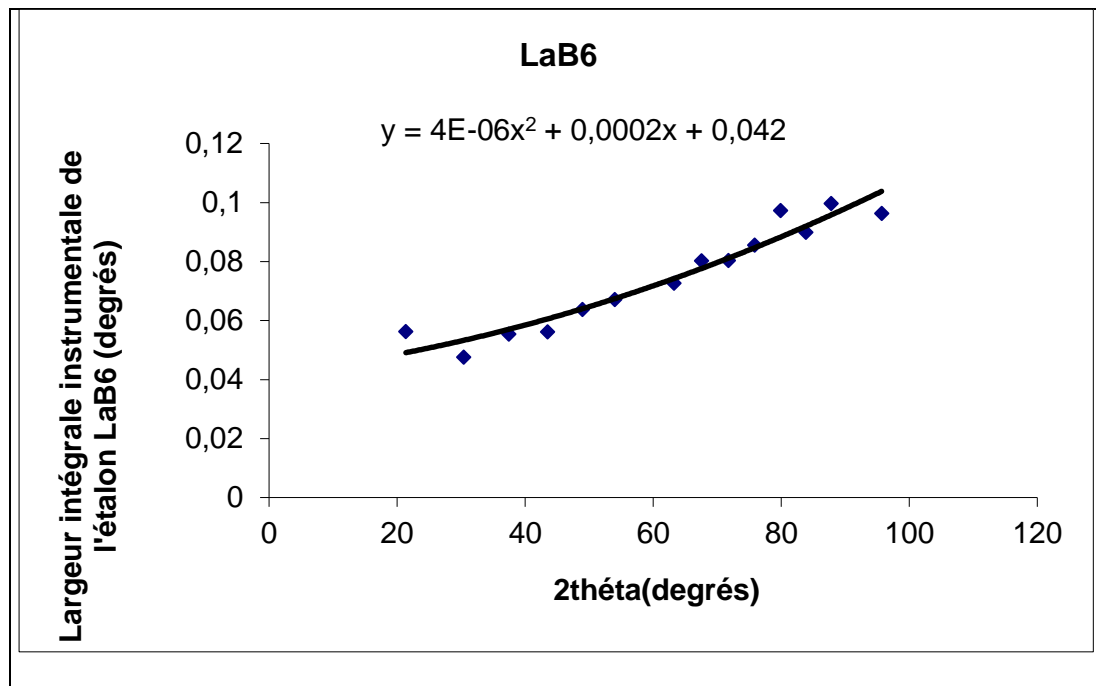
$\beta^*_{\text{stru}} = \beta^*_{\text{exp}} - (\beta^*_{\text{inst}})^2 / \beta^*_{\text{exp}}$  nous permet de connaître les tailles moyennes des cristallites de WC et les taux de microdéformation dans les deux types d'échantillons élaborés par frittage et par C.I.C.

Les résultats de l'analyse de modélisation des pics de diffraction des rayons X des échantillons étalon LaB6 sont regroupés dans le tableau III.4.

2Théta	S(surface)	I(intensité)	$\beta=S/I$ en °
21,3454	44,88	797	0,05631117
30,3697	68,4	1436	0,04763231
37,428	24,48	441,2	0,05548504
43,5018	16,93	301	0,05624585
48,9518	34,57	541,9	0,06379406
53,9766	21,2	315,6	0,06717364
63,2125	6,39	87,9	0,07269625
67,5448	18,82	234,3	0,08032437
71,7427	14,21	176,6	0,08046433
75,8395	7,39	86,29	0,08564144
79,8771	2,17	22,3	0,09730942
83,8486	5,39	59,88	0,09001336
87,7994	11,48	115,1	0,09973936
95,676	2,37	24,59	0,09638064

**Tableau III. 4 :** Résultat de l'analyse des pics de diffraction des RX de l'échantillon étalon LaB6.

La figure ci-dessous donne la largeur intégrale instrumentale de l'échantillon étalon LaB6.



**Figure III. 4 :** La largeur intégrale instrumentale de l'échantillon LaB6.

Dans les tableaux III.5, 6, 7 et 8 sont présentes les résultats de l'analyse de modélisation des pics de diffraction des quatre types d'échantillons WC-11%Co et WC-20%Co élaborés par frittage en phase liquide et par compression isostatique à chaud.

2θ	$d^*=2\sin\theta/\lambda$	S(surface)	I(intensité)	$\beta_{\text{exp}}=S/I$ en°	$\beta^*_{\text{exp}}$ en A°-1	$\beta^*_{\text{inst}}$ en A°-1	$\beta^*_{\text{stru}}$ (A°-1)	$\beta^*_{\text{stru}}/d^*2$	$(\beta^*_{\text{stru}}/d^*)2$	B	$\Phi=B/\beta$
31,5953	0,35342178	81,71	457,5	0,17860109	0,00194693	0,00056996	0,00178007	0,0142512	2,53682E-05	0,1174	0,6573308
35,7253	0,39820356	185,06	1016,2	0,18210982	0,00196365	0,00058467	0,00178957	0,01128593	2,01969E-05	0,1244	0,68310429
48,3755	0,53190705	184,45	778,5	0,23692999	0,00244851	0,00063044	0,00228618	0,00808052	1,84735E-05	0,1627	0,68670073
64,0637	0,68855069	42,96	123,53	0,34776977	0,00334002	0,00068375	0,00320004	0,0067497	2,15993E-05	0,2409	0,69269965
73,1479	0,77354252	48,38	135,7	0,35652174	0,00324367	0,00070958	0,00308845	0,00516145	1,59408E-05	0,2532	0,71019512
77,1601	0,80956433	43,5	111,72	0,38936627	0,00344831	0,00071917	0,00329833	0,00503258	1,65991E-05	0,2761	0,70910097
84,106	0,86955433	37,94	86,95	0,43634273	0,00367051	0,00073245	0,00352435	0,00466107	1,64273E-05	0,3024	0,69303321

**Tableau III. 5 :** Résultat de l'analyse des pics de diffraction de RX de l'échantillon WC-11%Co élaboré par frittage en phase liquide.



2θ	$d^*=2\sin\theta/\lambda$	S(surface)	I(intensité)	$\beta_{\text{exp}}=S/I$ en°	$\beta^*_{\text{exp}}$ en A°-1	$\beta^*_{\text{inst}}$ en A°-1	$\beta^*_{\text{stru}}$ (A°-1)	$\beta^*_{\text{stru}}/d^*2$	$(\beta^*_{\text{stru}}/d^*)2$	B	$\varphi=B/\beta$
31,5685	0,35312956	73,71	301,1	0,24480239	0,00266741	0,00056987	0,00254566	0,02041423	5,19678E-05	0,1612	0,6584903
35,6873	0,39779385	186,72	636,88	0,29317925	0,00316002	0,00058454	0,00305189	0,01928649	5,88603E-05	0,1866	0,63647069
48,3494	0,53163728	179,5	505,5	0,35509397	0,00366816	0,00063035	0,00355984	0,01259505	4,48364E-05	0,226	0,63645125
64,0484	0,68840374	38,05	80,69	0,47155781	0,00452697	0,0006837	0,00442372	0,00933471	4,12941E-05	0,308	0,65315427
73,13	0,77337959	48,36	91,38	0,52921865	0,004813	0,00070954	0,0047084	0,00787205	3,70648E-05	0,3456	0,65303821
77,1522	0,80949435	40,8	80,44	0,50721034	0,00448994	0,00071916	0,00437475	0,00667614	2,92064E-05	0,333	0,65653235
84,1034	0,86953252	34,13	55,39	0,61617621	0,00518075	0,00073245	0,00507719	0,00671509	3,40938E-05	0,4264	0,69200984

**Tableau III. 6 :** Résultat de l'analyse des pics de diffraction de RX de l'échantillon WC-11%Co compression isostatique à chaud.

2θ	$d^*=2\sin\theta/\lambda$	S(surface)	I(intensité)	$\beta_{exp}=S/I$ en°	$\beta^*_{exp}$ en A°-1	$\beta^*_{inst}$ en A°-1	$\beta^*_{stru}$ (A°-1)	$\beta^*_{stru}/d^*2$	$(\beta^*_{stru}/d^*)2$	B	$\varphi=B/\beta$
31,6045	0,353522	50,9	295,5	0,17225042	0,00187671	0,00057	0,00170358	0,01363108	2,32217E-05	0,1097	0,63686346
35,7295	0,39824886	124,34	636,3	0,19541097	0,00210598	0,00058469	0,00194365	0,01225488	2,38192E-05	0,1271	0,65042408
48,3819	0,53197313	116,18	491,1	0,23657096	0,0024435	0,00063047	0,00228082	0,00805957	1,83824E-05	0,155	0,65519453
64,0773	0,68868129	27	79,62	0,33911078	0,00325496	0,00068379	0,00311132	0,00656005	2,04104E-05	0,2159	0,63666511
73,1323	0,77340049	30,22	80,68	0,37456619	0,00340646	0,00070954	0,00325867	0,00544792	1,7753E-05	0,2554	0,68185546
77,1589	0,80955368	25,71	68,16	0,3772007	0,00333891	0,00071917	0,00318401	0,00485828	1,54688E-05	0,259	0,68663711
84,0926	0,86944165	25	52,25	0,4784689	0,00402326	0,00073243	0,00388992	0,00514588	2,00171E-05	0,3133	0,654797

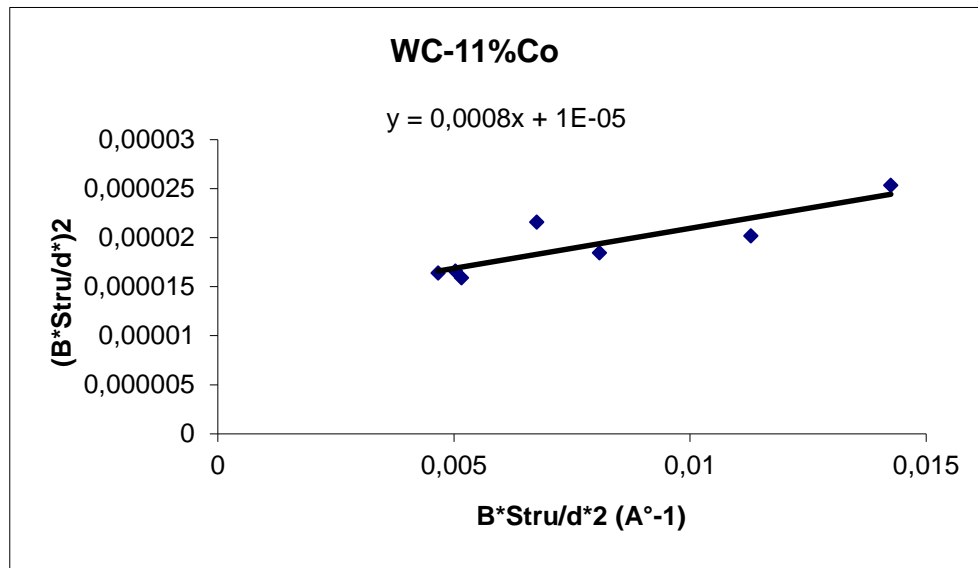
**Tableau III. 7** : Résultat de l'analyse des pics de diffraction de RX de l'échantillon WC-20%Co frittage en phase liquide.

2θ	$d^*=2\sin\theta/\lambda$	S(surface)	I(intensité)	$\beta_{\text{exp}}=S/I$ en °	$\beta^*_{\text{exp}}$ en $\text{Å}^{-1}$	$\beta^*_{\text{inst}}$ en $\text{Å}^{-1}$	$\beta^*_{\text{stru}}$ ( $\text{Å}^{-1}$ )	$B^*_{\text{Stru}}/d^*2$	$(B^*_{\text{Stru}}/d^*)^2$	B	$\varphi=B/\beta$
31,5357	0,35277204	64,6	265,3	0,24349793	0,00265341	0,00056975	0,00253107	0,02033838	5,14779E-05	0,1575	0,64682276
35,6672	0,39757705	156,6	551,3	0,28405587	0,00306186	0,00058446	0,00295029	0,01866477	5,50666E-05	0,1808	0,63649451
48,3239	0,53137375	153,1	426,2	0,35922102	0,00371117	0,00063026	0,00360413	0,0127644	4,60046E-05	0,2287	0,63665539
64,0294	0,68822121	32	66,27	0,48287309	0,00463608	0,00068364	0,00453527	0,00957518	4,34261E-05	0,3078	0,63743456
73,0993	0,77310022	40,4	73,92	0,5465368	0,00521646	0,00074442	0,00511023	0,00855005	4,36927E-05	0,3701	0,67717307
77,1032	0,80906037	38,3	62,36	0,61417575	0,00543867	0,00071905	0,00534361	0,00816343	4,36221E-05	0,3905	0,63581149
84,0585	0,86915474	30	47,6	0,6302521	0,00530097	0,00073238	0,00519978	0,00688321	3,57912E-05	0,423	0,67116

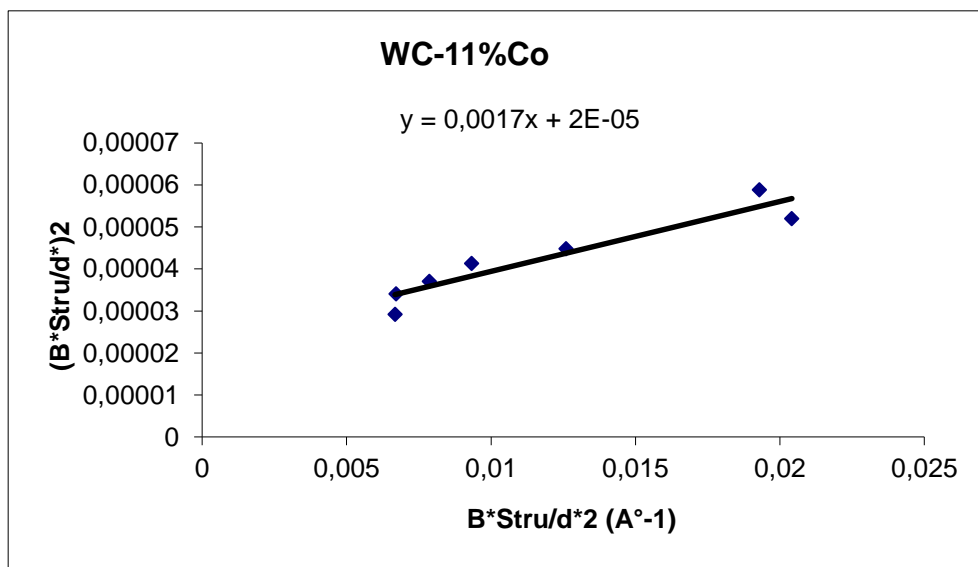
**Tableau III. 8 :** Résultat de l'analyse des pics de diffraction de RX de l'échantillon WC-20%Co compression isostatique à chaud.

Les figures III.5 et III.6 donnent des indications sur la taille moyenne des cristallites et le taux de microdéformation correspondant aux 4 types d'échantillons élaborés par frittage en phase liquide et par compression isostatique à chaud C.I.C.

Le tracé de  $B^*_{stru} / (d^*{}^2)$  en fonction de  $(B^*_{stru}/d^*)^2$  avec la correction instrumentale appliquée  $B^*_{stru} = B^*_{exp} - [(B^*_{inst})^2/B^*_{exp}]$  nous permet de connaître les tailles moyennes des cristallites WC.

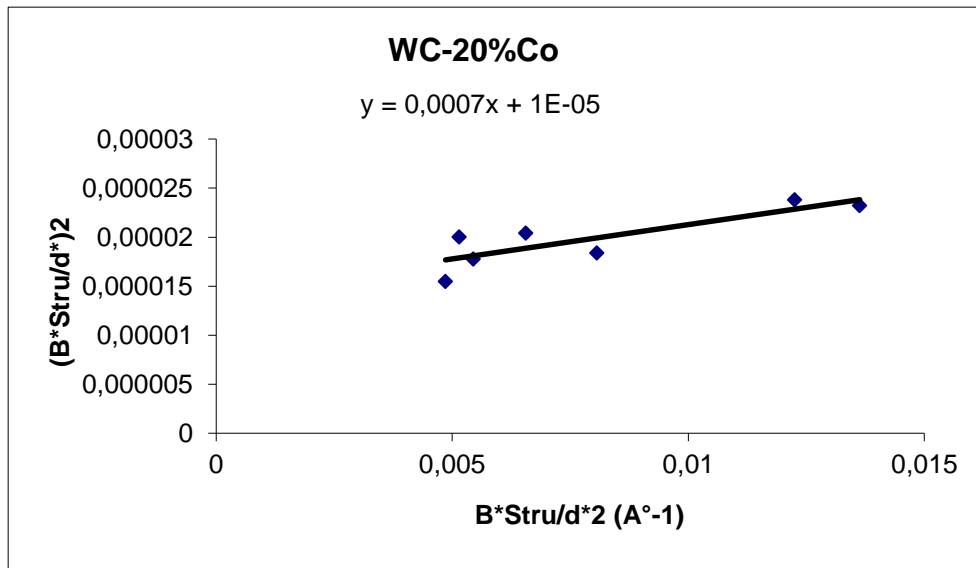


(a)

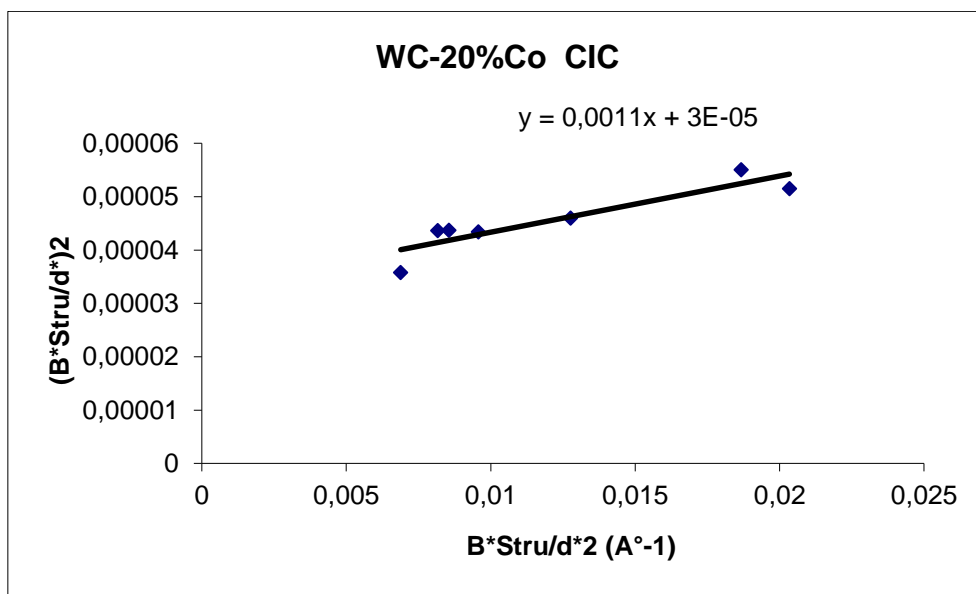


(b)

**Figure III. 5 :** Tracé de Wagner - Halder correspondant aux échantillons WC-11%Co élaborés par : a) frittage en phase liquide. b) C.I.C.



(a)



(b)

**Figure III. 6 :** Tracé de Wagner - Halder correspondant aux échantillons WC-20%Co élaboré par : a) frittage en phase liquide. b) C.I.C.

L'ensemble des figures montre une légère dispersion des points ainsi portés sur les différents diagrammes. Chaque point étant le résultat caractéristique des sept raies de diffraction les plus intenses.

La détermination des pentes et des ordonnées aux origines des droites permet d'évaluer la taille des cristallites et le taux de microdéformations correspondant à chacun des échantillons étudiés. Dans le tableau ci-dessous sont répertoriées les valeurs de la taille des cristallites et des taux de microdéformations déterminées par la méthode de Wagner – Halder [34].

Méthode appliquée	Wagner & Halder			
	Taille moyenne (nm)		Taux de microdéformations %	
	Frittage	C.I.C	Frittage	C.I.C
WC-Co <sub>20</sub>	142.857	90.909	0.158	0.273
WC-Co <sub>11</sub>	125	58.82	0.158	0.223

**Tableau III. 9 :** Taille des cristallites et taux de microdéformations dans les échantillons WC-Co élaborés par C.I.C et par frittage avec phase liquide.

On constate que les résultats de l'analyse s'acheminent à des évolutions de longueur de cohérence cristallines : une diminution de la taille moyenne des cristallites avec la diminution du taux de cobalt dans les deux types d'alliages. Ces résultats laissent supposer que les cristallites de la phase WC sont de taille beaucoup plus petite que ceux de la phase cobalt. Ce pendant on note que le procédé C.I.C permet l'élaboration d'alliages WC-Co avec une taille moyenne des cristallites beaucoup plus petites que celles relevées dans les alliages obtenus par frittage simple.

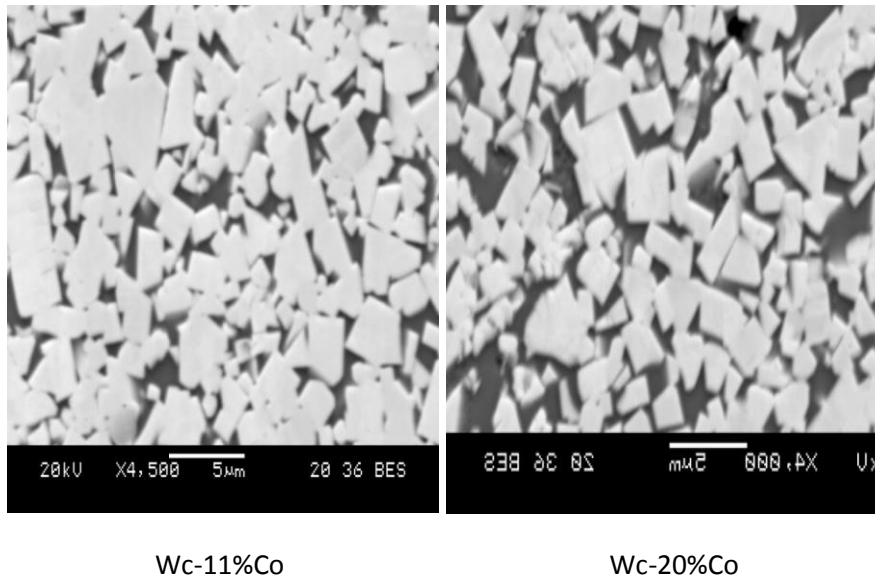
Les résultats obtenus montrent aussi, que pour la même teneur en cobalt les alliages obtenus par C.I.C présentent un taux de microdéformations beaucoup plus important par rapport à celui des alliages obtenus par frittage conventionnel. On constate que ce taux de microdéformations augmente considérablement avec la teneur en cobalt dans les alliages fabriqués par C.I.C mais varie peu dans le cas des alliages frittés.

On conclut que la compression isostatique à chaud permet l'élaboration d'alliages WC-Co avec une faible taille moyenne des cristallites et un taux de microdéformations important même si la température de traitement est relativement élevée (1350°C).

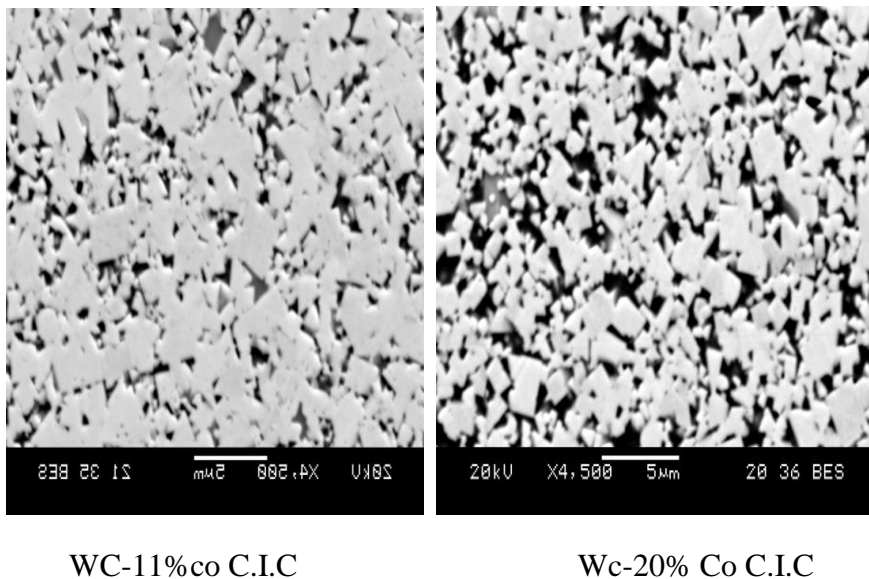
### III.2.2. Microscopie électronique à balayage

Cette technique est l'un des moyens les plus puissants de l'imagerie de surface. Elle permet d'obtenir des informations concernant les différentes phases qui composent les deux types de matériaux étudiés. L'analyse des microstructures a été effectuée en mode d'électrons rétrodiffusés. Les surfaces des échantillons observées ont été préparées par des polissages

mécaniques successifs à la pâte diamantée de 10 à  $0.25\mu\text{m}$ . Les micrographies des figures III.7 et III.8 représentent les structures observées dans les échantillons obtenus par frittage avec phase liquide et par C.I.C de mélanges de poudres de carbure de tungstène et de cobalt.



**Figure III. 7 :** Microstructures observées dans les échantillons obtenus par frittage en phase liquide ( $T=1350^{\circ}\text{C}$ ,  $P=1950\text{bar}$ ) [31].



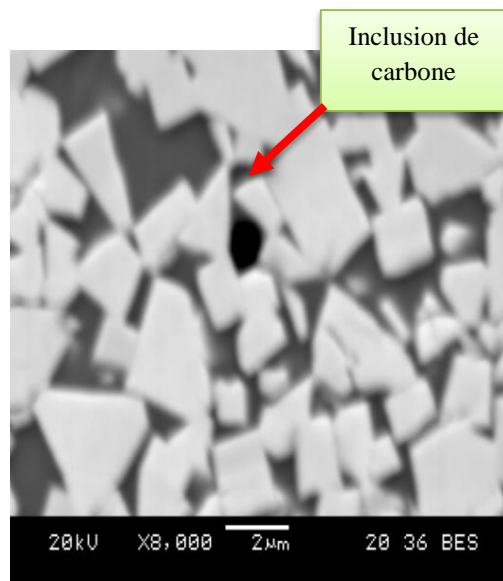
**Figure III. 8 :** Microstructures observées dans les échantillons obtenus par C.I.C ( $T=1350^{\circ}\text{C}$ ,  $P=1950\text{ bars}$ ) [31].

Dans les deux figures, on observe les deux phases habituelles des alliages WC-Co : des grains à facettes de WC insérés dans une phase liante de cobalt [35]. On remarque que la phase de cobalt présente une structure fermée dans les échantillons élaborés par frittage en phase

liquide, la phase de carbure de tungstène est constituée de grains de WC anguleux et parfaitement distinguable des uns des autres.

Dans le cas des échantillons élaborés par compression isostatique à chaud, les observations au microscope électronique à balayage ont permis de mettre en évidence une structure différente de celle observée dans le cas des échantillons élaborés par frittage en phase liquide. Les microstructures sont plus homogènes, elles sont caractérisées par une phase de cobalt fermée surtout dans le cas des alliages à faible teneur de cobalt (11% en masse de cobalt) ou le liant apparaît finement dispersé sous la forme de petites particules. La phase de carbure de tungstène se présente sous forme de phase constituée de grains difficile à distinguer.

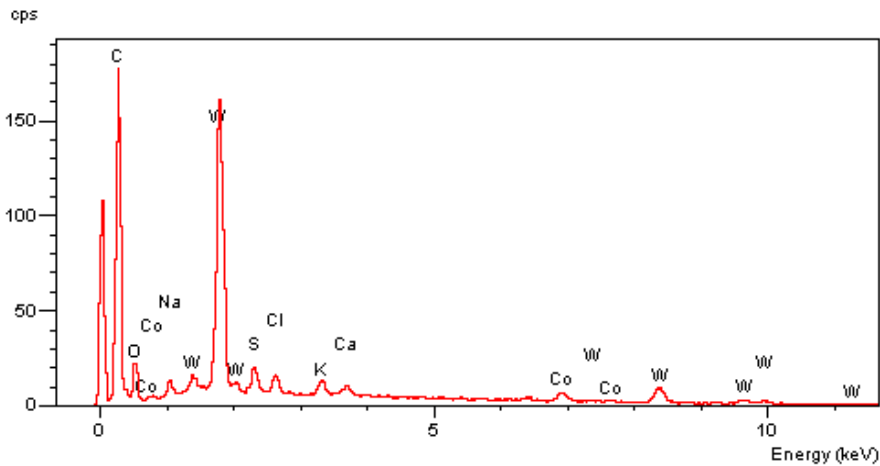
Les observations au microscope électronique à balayage permis de mettre en évidence une très faible fraction volumique d'inclusions de carbone résiduel dans les échantillons obtenus par frittage avec phase liquide (Fig.III.9). Contrairement au procédé de compression isostatique à chaud, aucune inclusion de ce type n'est observée. La forte pression appliquée est probablement à l'origine de la dissolution du graphite résiduel dans le cobalt en phase liquide.



**Figure III. 9 :** Inclusion de carbone résiduel dans l'échantillon WC-Co a 20% en poids de cobalt.



Pour identifier la nature des inclusions, nous avons réalisés une analyse X par dispersion d'énergie en effectuant un relevé expérimental ciblé sur la zone indiquée par une flèche sur la Fig.III.9. Le spectre obtenu montre que l'inclusion analysée est constituée essentiellement de carbone (Fig.III.10).



**Figure III. 10 :** Spectre d’analyse EDSX l’échantillon WC-20%Co élaboré par frittage en phase liquide à 1350°C.

**III.2.3. Caractérisation mécanique**

Les étapes mécaniques sont très importantes pour parvenir aux grandeurs caractéristiques des matériaux. Dans notre cas, les essais mécaniques ont pour but d’étudier les propriétés mécaniques du matériau (WC-Co).

Des essais de dureté ont été réalisés sur les deux types d’échantillons élaborés par frittage avec phase liquide et compression isostatique à chaud. Les tests ont été réalisés à l’aide d’une charge de 500 grs appliquée pendant 15s.

L’ensemble des résultats relatifs aux essais réalisés est présenté dans le tableau III.10.

Echantillons	Microduretés (HV 0.5) des échantillons élaborés par	
	Frittage	CIC
WC-11%Co	1294	1310.8
WC-20%Co	1042	1158.2

**Tableau III. 10 :** Microduretés des deux types d’alliages élaborés [32].

Les résultats obtenus montrent que le processus d'élaboration par C.I.C permet l'obtention de carbure cémenté WC-Co avec des propriétés mécaniques améliorées. En effet, la dureté moyenne dans les échantillons élaborés par C.I.C à 1350°C est supérieure à celle des échantillons obtenus par frittage simple à la même température.

L'amélioration de la dureté est certainement dû à la morphologie de la phase liante qui se présente sous forme dispersé dans les échantillons élaborés par compression isostatique à chaud.

### **III.3. Discussion des résultats expérimentaux**

Le but visé dans ce travail est de mettre au point un procédé d'élaboration de carbure cémenté WC-Co avec des propriétés mécaniques améliorées à partir de mélange de poudres de carbure de tungstène et de cobalt. La méthode utilisée est la densification par C.I.C. les propriétés des matériaux élaborés ont été comparées à celles des échantillons similaires élaborés par frittage en phase liquide.

La compression isostatique à chaud (CIC) est un puissant procédé de densification des mélanges de poudre de WC-Co totalement dure et dotés de propriétés mécanique améliorées. Elle est utilisée aussi bien dans les domaines industriels pour l'élaboration de matériaux nouveaux à propriétés spécifique 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. L'analyse par diffraction des rayons X a permis de montrer que la densification par C.I.C ne provoque pas la décarburation des grains de WC. On note que la décarburation des grains de WC apparaît généralement dans les échantillons élaborés par frittage en phase liquide à faible teneur en cobalt [30].

Les observations en microscopie électronique à balayage nous ont permis de constater que les échantillons élaborés par C.I.C sont plus homogène que ceux obtenus par frittage en phase liquide.

La microdureté est nettement plus élevée dans les échantillons élaborés par C.I.C, cela est certainement dû à la morphologie de la phase liante qui se présente sous forme dispersée.

## **Conclusion générale**

### Conclusion

Dans le cadre de ce travail, quatre échantillons de carbure cémentés ont été élaborés à partir de mélanges de poudres de carbure de tungstène et de cobalt. Deux échantillons ont été fabriqués en utilisant la technique de compression isostatique à chaud et les deux autres par frittage conventionnel. L'objectif visé est de mettre au point le procédé le mieux adapté pour l'obtention de carbures cémentés à propriétés mécaniques améliorées.

Le frittage avec phase liquide est un procédé d'élaboration de matériaux à partir de mélange de poudres composé au moins de deux constituants. A la température de frittage, l'un des constituants fond et la phase liquide qui en résulte permet d'assurer la densification du système. Le frittage avec phase liquide est utilisé pour élaborer des carbures cémentés qui allient la dureté du carbure à la ténacité apportée par le liant cobalt. Ce pendant la qualité de la nuance à produire dépend largement du soin avec lequel le mélange des deux poudres est réalisé.

Les forces motrices du frittage avec phase liquide ne permettent pas de corriger les défaillances du processus de réalisation du mélange. Les produits obtenus par frittage avec phase liquide sont d'autant plus homogènes que le mélange des poudres de base approche de l'idéalité. Le travail consiste à chercher à optimiser l'homogénéité des carbures cémentés en procédant à la densification des mélanges de base par compression isostatique à chaud. Ce puissant procédé est utilisé dans le cadre de ce travail pour fabriquer des carbures cémentés WC-Co totalement dense et dotés de propriétés mécaniques performantes. Quatre échantillons de carbures cémentés contenant 11% et 20% en masse de cobalt ont été élaborés par frittage en phase liquide.

Dans le cadre de ce travail l'objectif visé est de mettre au point le procédé le mieux adapté pour l'obtention de carbures cémentés à propriétés mécaniques améliorées.

L'analyse par diffraction des rayons X a permis de mettre en évidence la présence des deux phases habituelles : la phase de carbure de tungstène (WC) et la phase de cobalt (Co) dans les deux types d'échantillons obtenus par frittage avec une phase liquide et par compression isostatique à chaud. Un excès de carbone donne lieu à des précipités de graphite est un défaut de celui-ci engendre des carbures mixtes sous stœchiométriques en carbone. L'exploitation des profils des raies des spectres de diffraction des RX par les échantillons élaborés nous a permis d'évaluer la taille moyenne des cristallites de WC et leur taux de microdéformations et ce par

application de la méthode de Wagner & Halder. La compression isostatique à chaud C.I.C conduit à l'obtention de carbures cémentés WC-Co avec une taille moyenne des cristallites inférieure à celles relevé dans les échantillons élaborés par frittage conventionnel. Par contre le taux de microdéformations est nettement plus élevé dans les produits densifiés par C.I.C.

La caractérisation microstructurale est décrite à partir d'observations en microscopie électronique à balayage.

Les grains de carbure de tungstène dans les échantillons densifiés par C.I.C sont répartis de façon homogène. Lorsque la teneur de liant est faible, certains grains de WC sont soudés entre eux par brassage diffusion sous l'effet de la force pression appliquée durant le palier de traitement par C.I.C. tant dis que pour le frittage conventionnel les échantillons sont caractérisés par une répartition non homogène de la phase carbure.

L'exploitation des profils des raies des spectre de diffraction des RX des quatre types d'échantillon élaborés nous a permis de déterminé la taille moyenne des cristallites de WC et le taux de micro déformation et ce pat application de la méthode Wagner-Halder.

Les résultats obtenus montrent que le procédé C.I.C permet l'élaboration d'alliages de WC-Co avec une taille moyenne des cristallites beaucoup plus petite que celle relevé dans les alliages obtenus par frittage en phase liquide. Quant au taux de micro déformation il est plus élevé dans les échantillons élaborés par C.I.C.

La caractérisation microstructurale par microscopie à électronique à balayage nous a permis de comparer les microstructures des échantillons élaborés par frittage avec phase liquide, avec celles des échantillons élaborés avec C.I.C. La phase de cobalt présente une structure ouverte dans les alliages obtenus par frittage en phase liquide et une structure obtenue pratiquement fermée dont ceux élaborées par C.I.C. Quant à la phase de carbure de tungstène elle se présente sous forme d'une phase constituée de grains difficile à distinguer.

Une étude comparée des propriétés mécaniques des deux types d'échantillons a été effectuée.

Les résultats expérimentaux obtenus mettent en évidence une nette amélioration des propriétés mécaniques des échantillons élaborés par compression isostatique à chaud (C.I.C). On conclure que le procédé de compression isostatique à chaud peut conduire à l'obtention de carbures cémentés à haut performance mécanique. A l'avenir il sera intéressant d'optimiser les paramètres des cycles C.I.C pour élaborer des alliages de WC-Co en diminuant la température de traitement de 1350°C à 1250°C.

## **Références bibliographiques**

## Références bibliographiques

- [1] A. EVANS, C. SAN MARCHI, A. MORTENSEN, Metal Matrix Composites in Industry: An Introduction and a Survey, Kluwer Academic Publishers, 2003.
- [2] PHILIP BOCH, Propriétés et applications des céramique, matériaux pour la coupe le forage et la tribologie, p76. Mécanique et ingénierie des matériaux.
- [3] H.PASTOR : Propriétés du tungstène et de ses alliages. M570. Technique de l'ingénieur.
- [4] H.PASTOR ; métallurgie des poudres, fabrication et propriétés des cermets carbure detungstène-cobalt. Prospective dans le domaine de la coupe. Matériaux et techniques. 433-443.Décembre (1984).
- [5] Propriétés du tungstène et de ses alliages, ibid, M570, ibid, 1985.
- [6] H. OKAMOTO, "C-W (Carbon-Tungsten)," J. Phase Equilibria Diffus., vol. 29, no. 6,pp. 1-2, 2008.
- [7] M.Khechba. Caractérisation de la réaction interfaciale entre une couche mince de tungstène et un substrat d'acier. université de constantine - magister 2008.
- [8] S. Krantz B. Christensson Sahle, W. and I. Laszlo. Preliminary data on hard metal workers exposure to tungsten oxide fibres ; sci. total. environ. 191.
- [9] 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.
- [10] A.Djermoune. Caractérisation d'un carbure cimenté wc-co élaborés par compression isostatique a chaud : Etude de la réactivité de la graine avec les composants wc et co, université de béjaia,2008.
- [11] S.Roure. Densification des mélanges de poudres wc-co : de la compression au frittage», thèse de doctorat, inpggrenoble, décembre 1996.
- [12] J.M. a house, « Le frittage en phase liquide, in chimie physique du frittage ». Hernes, Paris, p.251-283, 1993.
- [13] N.J. Schaw, « Densification and coarsening during solid. State of ceramics, a reviw of models III coarsening», powder metal.int, v. 21(5), p.3-31, 1986.
- [14] N.J. Schaw, « Densification and coarsening during solide. State of ceramics, a reviw of models III coarsening», powder metal.int, v. 21(6), p.9-25, 1986.

- [15] R.L. Coble, Sintering Crystalline Solids. I. Intermediate and Final State Diffusion Models, *Journal of Applied Physics*. 32 (1961) 787–792.
- [16] R.M.German, Sintering theory and practice, Wiley Interscience publication, ed. John Wiley & Sons, New York, Etat Unis d'Amérique, 1996.
- [17] 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.
- [18] S. Boudrahem H.Rabouhi. Influence du taux de cobalt sur l'évolution de la taille des grains dans les alliages wc-co, conférence internationale sur le génie des procédés (cigp'07) université a/mira-béjaia, 2007.
- [19]:H.Rabouhi et S.Boudrahem, Caractérisation microstructurale des frittés WC-Co. 2ème conférence internationale sur les matériaux et l'environnement CIME 2010, Université Badji Mokhtar-Annaba 2010.
- [20]: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. Univ A-MIRA de Bejaia.
- [21] 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.
- [22] 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.
- [23]: H.Rabouhi et S.Boudrahem, Caractérisation microstructurale des frittés WC-Co. 2ème conférence internationale sur les matériaux et l'environnement CIME 2010, Université Badji Mokhtar- Annaba 2010.
- [24]: 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. Univ A-MIRA de Bejaia.
- [25] : <https://clemes.com>.
- [26] : K.KHELOUI, thèse d'Elaboration de l'intermétallique Fe Al utilise comme RENFORT particulaire dans les matériaux composites TIZI OUZOU ; 2010-2011.
- [27] A. DESCHANVRES J. L. CHERMANT, M. COSTER. Etude de la cinétique de croissance de systèmes carbure-métal", *journal of the less-common metals*, 52(1977)177-196.



[28] M Braden. Characterization of the setting process in dental polysulfiderubbers. j dentres 1966.

[29] X.B. Zhu W.H. Song W.J. Lu, Y.P. Sun and J.J. Du. Low-field magnetoresistance composite system

[30] S.Roure, « Densification des mélanges de poudres WC-Co : de la compression au frittage», Thèse de Doctorat, INPG Grenoble, Décembre 1996.

[31] H. Rabouhi et S. Boudrahem, Effet de la taille des grains de WC sur la microstructure et les propriétés des cermets WC-Co. 6<sup>ème</sup> conférence internationale sur la science des matériaux (CSM6), université Libanaise (Beyrouth-Liban) juillet 2008.

[32] Hassiba Rabouhi études comparative des alliages WC Co élaborés à partir du frittage siple et de la compression isostatique à chaud.

[33] C.Bpollock and H.H.stadelmaier, Métallurgical Tansaction, Vol.1(1970)p.767.

[34]

[35] J.S. Benjamin, T. E. Volin, Metall. Trans, Vol.5 (1974) p.1929.

# Résumé

Les carbures cémentés WC-Co sont constitués de deux phases : une phase liante, solution solide à base de Co, et une phase de WC, majoritaire présentant généralement des grains facettés. Ils sont préparés par métallurgie des poudres.

Dans le cadre de ce travail, nous avons procédé à l'élaboration par compression isostatique à chaud et par frittage en phase liquide deux types de carbure de tungstène contenant 11 et 20% en masse de cobalt. Une densification obtenue par compression isostatique à chaud, permet d'élaborer des pièces totalement denses avec des structures parfaitement homogènes, les microstructures observées après C.I.C sont généralement fines grâce à la suppression de défauts tels que les porosités. Il en résulte des propriétés mécaniques plus élevées par rapport au procédé de frittage en phase liquide.

Des observations en microscopie électronique à balayage permet de constater que le traitement C.I.C introduit un changement significatif sur la microstructure. En effet l'étude de la microstructure des quatre échantillons élaborés montre que l'augmentation du pourcentage massique en cobalt est à l'origine de l'apparition d'hétérogénéités sous forme de zone riche en cobalt et très pauvres en carbures de tungstène. Ces hétérogénéités engendrent une diminution de la dureté.

## Abstract

WC-Co cemented carbides consist of two phases: a binding phase, solid solution based on Co, and a WC phase, majority usually having faceted grains. They are prepared by powder metallurgy.

As part of this work, two types of tungsten carbide containing 11 and 20% by weight of cobalt were produced by hot isostatic pressing and liquid phase sintering. A densification obtained by hot isostatic pressing, it allows to develop totally dense parts with perfectly homogeneous structures, the microstructures observed after H.I.P are generally fine thanks to the removal of defects such as porosities. This results in higher mechanical properties than in the liquid phase sintering process.

Scanning electron microscope observations have shown that H.I.P treatment introduces a significant change in the microstructure. Indeed, the study of the microstructure of the four samples shows that the increase of the mass percentage of cobalt is at the origine of the appearance of heterogeneities in the form of zone rich in cobalt and very poor in tungsten carbides. These heterogeneities lead to a decrease in hardness.