

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE ABDERRAHMANE MIRA BEJAIA

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du diplôme de

MASTER

Filière : Génie Mécanique

Spécialité : Construction Mécanique

Par :

AMEUR Lina

Thème

**Caractérisation Mécanique et Microstructurale d'un Matériau a
base WC-Co Elaboré par Frittage**

Soutenu le 03/07/2023 devant le jury composé de :

Mr. KHELFAOUI Youcef

Professeur Univ.de Bejaia

Encadrant

Mr. AMARI Djamel

M.C.B Univ.de Bejaia

Président

Mme. RABOUHI Hassiba

M.C.A Univ.de Bejaia

Examinatrice

Année Universitaire 2022-2023

Remerciement

William. A. W a dit : Le bon professeur explique. Le meilleur professeur démontre. Le grand professeur inspire.

*Je tiens à exprimer ma profonde gratitude et reconnaissances à Monsieur le Professeur **KHELFAOUI Youcef** d'avoir accepté de me guidé tout au long de ce travail, de m'avoir donnée l'opportunité d'apprendre ce qui m'était inconnu auparavant, Ses explications, ses conseils, ainsi que ses méthodes pédagogiques inspirent certainement le courage et la persévérance de mener un travail jusqu'au bout, quelles que soient les difficultés auxquelles on doit faire face, la soif d'apprendre et de ne point cesser de le faire, et une inébranlable confiance en soi. Tous mes respects pour sa patience, sa sagesse, et son érudition.*

*J'exprime également mes profonds remerciements aux membres du jury, **Mr AMARI Djamel** et **Mme RABOUHI Hassiba**, pour avoir consenti de discuter le contenu de mon travail. J'ai eu cette chance inouïe de les avoir comme enseignants. Je leur serai toujours reconnaissante.*

*Je remercie également Monsieur **NECHICHE Mustapha**, Maitre de conférences à l'université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou, pour son aide en traitement thermique avec four de frittage.*

*Je tiens à remercier toute l'équipe du **HALL TECHNOLOGIE**, plus particulièrement **Mr R. YOUSFI** chef d'atelier.*

*Je tiens à remercier toute l'équipe du **Centre de Recherche d'Analyse Physico-Chimique CRAPC**. De m'avoir aidé à préparer mes échantillons.*

*Mes sincères reconnaissances à tous **les enseignants** du département de génie mécanique de l'Université **ABDERRAHMANE MIRA de Bejaia**, en particulier ceux qui ont contribué de près ou de loin par leurs conseils et leurs aides.*

Mes tendresses les plus profondes à ma très chère famille pour leur soutien tout au long de cette étude.



Dédicace



Je dédie le fruit de mes 19 années d'études

*A mes très chers parents ma source de vie **ZAHIR** et **AKILA** pour leurs sacrifices et leur soutien, Je leur serai éternellement reconnaissante.*

*A mon cher frère **AMEUR**, à qui j'adresse ma profonde gratitude pour son soutien et ses encouragements tout au long de mon parcours.*

*A mes chères sœurs **TINHINANE**, **DYHIA** et ma petite sœur **FATIMA**.*

*A ma chère Grand-Mère **HADDA** que dieu la protège.*

*A la mémoire de mon Grand-Père **SAID** que dieu l'accueille dans son vaste paradis.*

*Plus particulièrement à Mes très chères amies **Thiziri**, **Manel**, **Latifa**, **Kanza**, **Sarah** et **Sissa** pour leur amour et disponibilité.*

*A Mes amis **Sadek**, **Massi**, **Bahi**, **Lamine** et **Zikou** pour leurs encouragements.*

A toute ma famille et mes amis que tous ceux qui me connaissent.

Enfin à tous ceux que j'aime et tous ceux qui ont une place particulière dans mon cœur.



Table des Matières

Table des Matières

Table des matières

Introduction Générale.....	i
-----------------------------------	----------

Chapitre I : Généralités sur les aciers et des métaux de transition

I.1 Introduction	1
I.2 Définition de l'acier	1
I.3 Classification des aciers.....	2
I.3.1 Aciers au carbone.....	2
I.3.1.1 Aciers à faible teneur de carbone.....	2
I.3.1.2 Aciers à moyenne teneur de carbone	2
I.3.1.3 Aciers à forte teneur de carbone	2
I.4 Diagramme de phases fer-carbone.....	3
I.4.1 Différentes phases du système Fer-Carbone.....	4
I.4.2 Structures des aciers.....	5
I.5 Généralités sur des métaux de transition	7
I.5.1 Définition	7
I.5.2 Propriétés mécaniques	7
I.5.3 Alliage a bases des métaux de transition	8
I.6 Les carbures	8
I.6.1 Les carbures des métaux de transition	9
I.6.2 Propriétés mécaniques	9
I.6.3 Structure cristalline	9
I.7 Carbure de tungstène	10
I.7.1 Le tungstène	10
I.7.1.1 Propriétés du tungstène	11
I.7.1.2 Elaboration des poudres tungstène.....	11
I.7.2 Le carbure de tungstène	12
I.7.2.1 Diagramme W-C	12
I.7.2.2 Propriétés du carbure de tungstène	13
I.7.2.3 Elaboration des poudres carbure de tungstène.....	14
I.7.2.4 Domaine d'application.....	15
I.8 Le cobalt	15

Table des Matières

I.8.1 Propriétés du cobalt.....	15
I.8.2 Elaboration des poudres de cobalt	16
I.9 Les éléments d'addition et leurs rôles.....	16
I.9.1 Le titane	16
I.9.2 Le molybdène.....	18
I.9.3 Le manganèse.....	19
<u>Chapitre II :La métallurgie des poudres</u>	
II.1 Introduction.....	22
II.2 La métallurgie des poudres	22
II.3 Domaines d'application de la métallurgie des poudres	23
II.4 Les avantages de la métallurgie des poudres.....	24
II.5 Les inconvénients de la métallurgie des poudres	24
II.6 Élaboration et caractérisation des poudres	25
II.6.1 Procédés mécaniques	25
II.6.1.1 Broyage.....	25
II.6.1.2 Atomisation	26
II.7 Morphologie des particules	26
II.7.1 Distribution du taille des particules	27
II.7.2 Densité	27
II.7.3 Surface spécifique.....	27
II.7.4 Coulabilité	27
II.7.5 Mélange de poudres.....	27
II.7.6 Mise en forme	28
II.8 Procédés de mise en forme à partir des poudres.....	28
II.8.1 Compression uni-axiale	28
II.8.2 Compression isostatique à froid	29
II.8.3 Compression isostatique à chaud.....	29
II.9 Frittage.....	29

Table des Matières

II.9.1 Théorie du frittage	30
II.10 Paramètres du frittage	31
II.10.1 Atmosphère du frittage	31
II.10.2 Température et durée du frittage	31
II.11 Différents type du frittage	31
II.11.1 Frittage en phase solide	32
II.11.2 Frittage en phase liquide.....	33
II.12 Les avantage du frittage	34
II.12.1 Les avantages économiques.....	34
II.12.2 Les avantages techniques.....	34
II.13 Les stades du frittage	35
II.14 La diffraction des rayon X	35
II.14.1 Principe général de DRX et loi de Bragg	35

Chapitre III : Matériaux et techniques d'experimentales

III.1 Introduction	39
III.2 Matériaux Utilisés.....	39
III.3 Préparation des échantillons.....	40
III.3.1 Composition chimique	40
III.3.2 Malaxage	41
III.3.3 Compaction isostatique à froid.....	41
III.4 Frittage	42
III.5 Polissage.....	44
III.6 Microscope Optique (MO).....	45
III.7 Essai de micro-dureté	46
III.8 Analyse par diffraction des rayons X (DRX)	47
III.9 Profile de la rugosité.....	48
III.9.1 Définition de paramètre Ra de rugosité étudié.....	49

Table des Matières

III.10 Tests de corrosion	50
---------------------------------	----

Chapitre IV :Résultats et discussions

IV.1 Introduction.....	52
------------------------	----

IV.2 Traitement Thermique	52
---------------------------------	----

IV.3 Observation microscopique	53
--------------------------------------	----

IV.4 Diffraction des Rayons X	54
-------------------------------------	----

IV.5 Taille des cristallites microdéformations.....	56
---	----

IV.6 Résultats de profile de la rugosité	58
--	----

IV.7 Résultats des tests de micro dureté	60
--	----

IV.8 Résultats de tests de corrosion	61
--	----

Conclusion Générale	65
---------------------------	----

Références Bibliographiques

Liste des figures et Tableaux

Liste des Figures

Chapitre I : Généralités sur les aciers et des métaux de transition

Figure I.1 : Mailles élémentaires des structures cristallines (C.C et C.F.C).....	1
Figure I.2 : Diagramme d'équilibre fer-carbone	4
Figure I.3 : Microstructure d'un acier hypoeutectoïde	5
Figure I.4 : Structure perlitique.....	6
Figure I.5 : Microstructure d'un acier hypereutectoïde	6
Figure I.6 : La passerelle des métaux de transition.....	7
Figure I.7 : Poudre de carbure	9
Figure I.8 : Présente quelques structures cristallines des carbures des métaux de transition .	10
Figure I.9 : Diagramme binaire W-C	12
Figure I.10 : Les structures cristallines des carbures de tungstène	13
Figure.I.11 : Diagramme binaire Ti-C	18

Chapitre II : La Métallurgie des poudres

Figure II.1 : Les différents processus de la métallurgie des poudres	23
Figure II.2 : Les domaines d'application de la métallurgie des poudres	24
Figure II.3 : Le broyage mécanique.....	25
Figure II.4 : Morphologie des particules	26
Figure II.5 : Distribution des phases dans un mélange de poudres (importance de cas ordonné)	28
Figure II.6 : Les différentes phases d'obtention du comprimé.....	28
Figure II.7 : Évolution de la croissance des ponts durant le frittage	30
Figure II.8 : Les différents types de frittage	32
Figure II.9 : Représentation graphique des différents stades du frittage en phase solide en partant d'une poudre compactée avec des particules sphériques de même taille	32

Liste des Figures

Figure II.10 : Trois principaux stades du frittage en phase liquide : réarrangement, dissolution précipitation et frittage de squelette solide	33
Figure II.11 : Représentation schématique d'un ménisque liquide Formé entre deux grains	34
Figure II.12 : Évolution de la forme du port durant le frittage et schématisation des 3 stades de frittage	35
Figure II.13 : Diffraction de rayons X par les plans (A-A et B-B).....	36
Figure II.14 : Principe du diffractomètre dans la géométrie de Bragg-Brentano	37

Chapitre III : Matériaux et techniques expérimentales

Figure III.1 : Les poudres pure	39
Figure III.2 : Balance analytique	40
Figure III.3 : Malaxeur	41
Figure III.4 : a) La presse utilisée pour l'élaboration des pastilles, b) Le moule utilisé	42
Figure III.5 : Représentation des pastilles des trois mélanges utilisés	42
Figure III.6 : Schéma du four de frittage	43
Figure III.7 : Cycle de traitement thermique	44
Figure III.8 : Polisseuse de marque METASERV 2000.....	45
Figure III.9 : a) Polisseuse de finition, b) Pate diamantée utilisé.....	45
Figure III.10 : Microscope Optique.....	46
Figure III.11 : a) Machine micro-duromètre Vickers de marque ZWICK / ZHV 10. b) Principe de l'indentation Vickers.....	47
Figure III.12 : Un diffractomètre de type Panalytical X'pert Pro.	48
Figure III.13 : Rugosimètre utilisé pour études l'état de la surface.	49

Liste des Figures

Figure III.14 : Schéma explicatif des paramètres de mesure pris en compte lors d'un essai de rugosité. 49

Figure III.15 : La solution à base l'acide nitrique HNO₃ utilisée 50

Chapitre IV : Résultats et Discussions

Figure IV.1 : Les courbes de traitement thermique pour trois les échantillons à des températures. a) 1100°C, b) 1150°C, c) 1220°C 52

Figure IV.2 : Les échantillons après le traitement thermique 53

Figure IV.3 : Structures métallographiques pour les trois échantillons. a) WC-13%Co après traitement à 1150°C. b) WC-13%Co-10%TiC après traitement à 1220°C. c) WC-13%Co-10%(Mo-Mn) après traitement à 1100°C 53

Figure IV.4 : Spectre DRX pour l'échantillon WC-13%Co. 54

Figure IV.5 : Spectre DRX pour l'échantillon WC-13%Co-10%TiC 55

Figure IV.6 : Spectre DRX pour l'échantillon WC-13%Co-10%(Mo-Mn). 55

Figure IV.7 : Courbe de Williamson-Hall (W-H) pour l'échantillon WC-13%Co. 56

Figure IV.8 : Courbe de Williamson-Hall (W-H) pour l'échantillon WC-13%Co-10%TiC. 57

Figure IV.9 : Courbe de Williamson-Hall (W-H) pour l'échantillon WC-13%Co-10%(Mo-Mn). 57

Figure IV.10 : Diagramme du profil de la rugosité (WC-13%Co) 58

Figure IV.11 : Diagramme du profil de la rugosité (WC-13%Co-10%TiC) 58

Figure IV.12 : Diagramme du profil de la rugosité (WC-13%Co-10%(Mo-Mn)) 59

Figure IV.13 : Les résultats du profil de la rugosité 59

Figure IV.14 : Les empreintes de la micro-dureté HV pour les trois échantillons 60

Liste des Figures

- Figure IV.15 :** Les résultats de la micro-dureté HV..... **61**
- Figure IV.16 :** Images des différents immersion des pastilles dans un solution à base d'acide nitrique (HNO₃). **61**
- Figure IV.17 :** Les courbes de pertes de masse des trois composés immergées dans une solution à base d'acide nitrique (HNO₃). **62**

Liste des tableaux

Chapitre I : Généralités sur les aciers et des métaux de transition

Tableau I.1 : Les compositions typiques des aciers au carbone	3
Tableau I.2 : Les propriétés physique et mécanique du tungstène et du carbure de tungstène	14
Tableau I.3 : Les propriétés du cobalt	15
Tableau I.4 : Les propriétés du carbure de titane.....	17
Tableau I.5 : Les propriétés mécaniques du molybdène-manganèse	20

Chapitre III : Matériaux et techniques expérimentales

Tableau III.1 : Les compositions chimiques.	41
Tableau III.2 : Les différentes températures utilisées	43
Tableau III.3 : Les mesures qu'on a obtenues.....	50

Chapitre IV : Résultats et Discussions

Tableau IV.1 : Les résultats de la perte de masse des échantillons	62
---	-----------

Nomenclatures et symboles

Nomenclatures et symboles

Symbole	Désignation
C.C	Cubique centrées
C.F.C	Cubique faces centrées
Fe-C	Fer-carbone
MPa	Méga pascale
MDP	Métallurgie des poudre
W	Tungstène
Co	Cobalt
TiC	Carbure titane
Mo	Molybdène
Mn	Manganèse
g	Gramme
CIF	Compression isostatique à froid
CIC	Compression isostatique à chaud
DRX	Diffraction des Rayons X
HV	Dureté Vickers
µm	Le micromètre
W-H	Williamson-Hall
H	Heure
cm ²	Centimètre carrés
VC	Carbure de vanadium
TaC	Carbure de tantale
CrC	Carbure de chrome
ZrC	Carbure de zirconium
NbC	Carbure de niobium

Nomenclatures et symboles

D	Diamètre
F	La charge
CCD	Composé chimique défini
MO	Micro optique
GPa	Giga pascalle
Ti	Titane
Ni	Nickel
Cr	Chrome
C	Carbone
Ra	Rugosité
°C	Degré Celsius
R	Resistance
A	L'allongement
Rm	Resistance mécanique
hcp	Husqvarna construction Product
APT	Ammonium paratungestate
mm^2	Millimètre carré
Kg	Kilogramme
KV	Kilovolt
θ	Thêta
mA	Milliampère
L	Litre
V	Volume
s/cm	Siemens par centimètre

Introduction générale

Introduction générale

Les matériaux métalliques sont des substances chimiques qui sont composés principalement d'atomes métalliques arrangés dans une structure cristalline. Les métaux présentent plusieurs caractéristiques distinctives, telles que leur conductivité électrique et thermique élevée, leur ductilité, leur malléabilité et leur brillance. Ils ont également tendance à être solides à température ambiante.

La métallurgie des poudres englobe des procédés de mise en forme des matériaux ayant comme constituants de base des poudres. Bien que son utilisation remonte à l'antiquité, néanmoins ses procédés se sont développés depuis quelques décennies, et leurs avantages par rapport aux autres procédés de mise en forme des matériaux métalliques ont permis à la MDP de prendre un grand essor dans le secteur industriel.

Parmi les principaux matériaux fabriqués par la MDP, nous pouvons citer les matériaux composites à base de carbures tungstène WC, qui possèdent une dureté très élevée et une excellente tenue à l'usure. Utilisé surtout sous forme de carbure et d'aciers spéciaux, pour des outils de coupe pour l'usinage des pièces automobile, dans l'industrie pétrolière et minière pour la fabrication des outils de forage, les aubes de turbine dans l'industrie aérospatiale, Il convient de noter que le carbure de tungstène a de nombreuses autres applications.

Dans cette perspective, nous avons focaliser notre travail sur l'élaboration de trois composites à basse de carbure de tungstène WC à s'avoir WC-13%Co, WC-13%Co-10%TiC, WC-13%Co-10%(Mo-Mn), on utilise la technique de frittage. Le problème des alliages utilisés confrontés aux problèmes d'usure, de corrosion et de fissuration. Pour cela nous avons structuré notre mémoire en quatre (04) chapitre.

Le premier chapitre s'attache, au travers d'une étude bibliographique, à poser les bases scientifiques de notre étude. Cette étude bibliographique englobe une présentation des aciers et quelques métaux de transition et leurs domaines d'application. Dans le deuxième chapitre, nous avons présentées les différentes étapes du processus d'élaboration d'alliages à base de carbure de tungstène par la technique de métallurgie de poudres. Le troisième chapitre est dédié aux techniques de caractérisation mécanique et microstructurale des matériaux élaboré.

Dans le quatrième chapitre, nous avons rapporté les résultats obtenus. Ainsi les observations et les discussions qui en découlent.

En dernier, une conclusion générale qui résume les résultats obtenus dans cette recherche ainsi que les perspectives envisageables



Chapitre I

Chapitre I : Généralités sur les aciers et des métaux de transition



I.1 Introduction

Les matériaux métalliques constituent la base du développement technologique. Qui sont indispensables dans la fabrication d'une multitude des outils, des machines, des installations, des véhicules et des appareils médicaux, ainsi que dans les domaines de l'aéronautique et de l'aérospatial, les alliages contenant de fer, tels que l'acier et la fonte, sont particulièrement prisés en raison de leurs caractéristiques structurelles exceptionnelles.

Les aciers sont parmi les alliages métalliques les plus utilisés dans les applications industrielles en raison de leur grande variété de nuances et de la possibilité de réaliser des traitements thermomécaniques qui présentent leurs propriétés mécaniques. Cette flexibilité permet de répondre à une grande diversité de besoins dans un large éventail d'applications industrielles.

I.2 Définition de l'acier

L'acier est un alliage de fer contenant moins de 2 % de carbone. Il peut être répertorié selon cette teneur en carbone qui fixe son niveau de dureté maximale à l'état trempé. Un acier de haute teneur en carbone sera employé pour sa grande dureté alors qu'un acier de teneur plus faible est moins dur et plus malléable. Il contient généralement de petites quantités d'autres éléments que le fer et le carbone, incorporés, volontairement ou non, au cours de son élaboration. On peut également y ajouter des quantités plus importantes d'éléments d'alliage ; il est considéré alors comme un acier allié [1]. La figure I.1 présente les mailles élémentaires des structures cristallines (C.C et C.F.C).

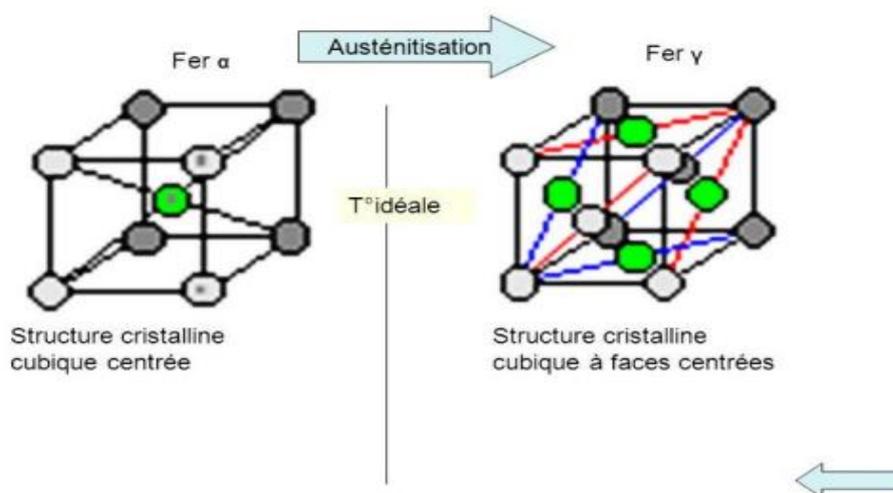


Figure I.1 : Mailles élémentaires des structures cristallines (C.C et C.F.C) [1].

I.3 Classification des aciers

I.3.1 Aciers au carbone

L'acier est un mélange de fer et de carbone contenant moins de 2 % de carbone par masse. Cette limite est due à la capacité limitée du carbone à se dissoudre dans la phase cubique à faces centrées (CFC) du fer, appelée austénite, à haute température. Des éléments d'alliage sont souvent ajoutés à l'alliage Fe-C pour améliorer les propriétés mécaniques et les caractéristiques des aciers [2].

I.3.1.1 Aciers à faible teneur de carbone

Ces matériaux sont renforcés par écrouissage, une technique qui améliore leur résistance et grâce à une déformation plastique. Leur résistance à la traction se situe entre 415 et 550 MPa, tandis que leur allongement à la rupture peut atteindre jusqu'à 25%. De plus, ils sont faciles à usiner et à souder, et sont utilisés dans diverses applications telles que les éléments de construction (poutres, profilés, cornières), les carrosseries de voitures, les boîtes de conserve, etc. [3]. Ces aciers sont produits en grande quantité et à moindre coût et se caractérisent par une grande ductilité et une grande ténacité mais une faible résistance.

I.3.1.2 Aciers à moyenne teneur de carbone

Les aciers cités présentent des caractéristiques améliorées en termes de résistance et de ductilité lorsqu'ils sont soumis à des traitements thermiques tels que l'austénitisation, la trempe, le revenu et le recuit. L'ajout d'éléments tels que le chrome, le nickel et le molybdène facilite ces traitements. Ces types d'aciers sont couramment utilisés dans la production de composants tels que des vilebrequins, des engrenages, des roues et des rails, ainsi que d'autres pièces de structures nécessitant des niveaux élevés de résistance et de ductilité.

L'austénitisation consiste à chauffer au cours de l'élaboration l'alliage à une température comprise entre 750 et 900°C pour obtenir la structure austénite CFC (ou fer gamma) [3].

I.3.1.3 Aciers à forte teneur de carbone

Ces aciers se distinguent par leur dureté élevée, leur résistance exceptionnelle et leur ductilité limitée. En raison de leur capacité à résister à l'usure, ils sont couramment utilisés pour la production d'outils de coupe, de lames de scies et de matrices. Des éléments d'addition tels que le chrome, le vanadium et le tungstène sont souvent incorporés à ces aciers pour former des composés de carbureurs, ce qui améliore encore leur ardeur [3].

- Les propriétés mécaniques dépendent à la fois de la teneur en carbone et du traitement thermique, les aciers et les fontes ont ainsi un très vaste domaine d'application (voir tableau I.1).

Tableau I.1 : Les compositions typiques des aciers au carbone [4].

Métal	Composition typique	Utilisation
Aciers doux à faible teneur de carbone	Fe + 0.04 - 0.3C (+ - 0.8 Mn)	Faibles contraintes (aciers de construction, bonne soudabilité)
Aciers à moyenne de teneur en carbone	Fe + 0.3 - 0.7C (+ - 0.8 Mn)	Contraintes moyennes (pièces mécaniques, boulons, écrous, arbres, engrenages)
Acier à forte teneur en carbone	Fe + 0.7 - 1.7C (+ - 0.8 Mn)	Fortes contraintes (ressorts, outils de coupe, de filage)
Acier faiblement allié	Fe + 0.2 C 0.8 Mn 1 Cr 2 Ni	Fortes contraintes : réservoirs de pression, aéronautique...
Acier fortement allié (inoxydable)	Fe + 0.1 C 0.5 Mn 18 Cr 8 Ni	Usage à haute température et anticorrosion, usines chimiques.

Nous nous limiterons dans notre étude des aciers, aux aciers au carbone, or nous connaissons un peu les transformations qui se produisent dans les aciers et les microstructures qu'elles génèrent.

Donc, nous essaierons de regrouper ces connaissances et les utiliser pour conférer aux aciers des propriétés mécaniques déterminées [4].

I.4 Diagramme de phases fer-carbone

Le système d'alliages binaires le plus crucial est sans doute celui composé de fer et de carbone. Les aciers et les fontes, qui sont des matériaux structuraux indispensables dans toute société technologiquement avancée, sont principalement constitués d'alliages fer-carbone. Cette section se concentre sur l'analyse du diagramme d'équilibre de ce système ainsi que sur la création de diverses microstructures possibles.

La figure I.2, illustre les températures critiques de l'acier et de la fonte, qui sont d'une grande importance dans les processus de production, de formage, de soudage et de traitement thermique de ces matériaux. Il est essentiel de comprendre chaque zone de ce diagramme avant de l'utiliser.

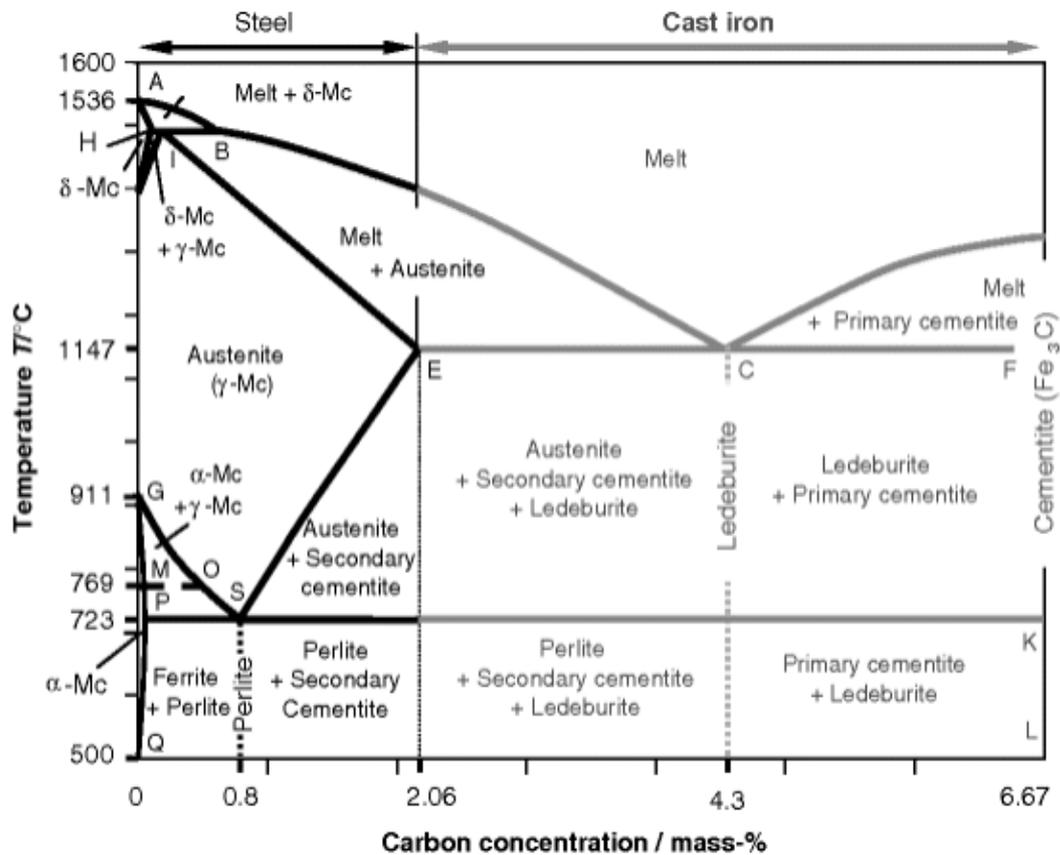


Figure.I.2 : Diagramme d'équilibre fer-carbone [5].

I.4.1 Différentes phases du système Fer-Carbone.

➤ La ferrite α :

Solution solide d'insertion de carbone dans le Fer α , à structure cubique centrée. Elle possède un faible pouvoir de dissolution du carbone (0.006% C à température ambiante). Elle est relativement tendre ($\text{HB} \approx 80$), peu tenace ($R \approx 300 \text{ MPa}$), mais très ductile ($A \approx 35\%$), et très sensible aux basses températures.

➤ La ferrite δ :

Solution d'insertion de quelques atomes de carbone dans le fer δ . Sa structure est cubique centrée. Elle occupe le domaine restreint de température : (1394-1538 °C) et renferme au maximum 0.11% de carbone.

➤ **L'austénite γ :**

Solution solide d'insertion d'atome de carbone dans le Fer γ , à structure cubique à face centrée, la quantité de carbone atteint $\approx 2\%C$ à $1145^\circ C$. Ce constituant n'existe pas à la température ordinaire. Il est stable qu'à haute température. L'austénite est très ductile.

➤ **La cémentite (Carbone de fer Fe_3C) :**

La cémentite est un composé chimiquement défini CCD. Sa composition égale à $6,67\%$ en masse de carbone, en état métastable. La maille cémentite contient 12 atomes de fer et 4 atomes de carbone. D'un point de vue morphologique, la cémentite se présente sous forme de lamelles ou de globules dans la perlite ou d'aiguilles dans les fontes blanche. Elle est très dure et très fragile.

➤ **La perlite :**

Agrégat eutectoïde ayant une structure de lamelles alternées de ferrite et de cémentite, provient de la décomposition de l'austénite. Ce constituant contient $0,8\%C$, il offre une dureté usinable et une bonne résistance. La perlite est dure ($HB \approx 200$), résistante ($R_m \approx 850$ MPa) et assez ductile ($A\% \approx 10$).

I.4.2 Structures des aciers

On distingue trois types d'aciers, selon la teneur en carbone :

- **L'acier du type hypoeutectoïde :** ($\%C$ compris entre $0,002\%$ et $0,85\%$) formé de perlite (ferrite α + cémentite Fe_3C) caractérisée par une structure en lamelles enveloppée dans une phase ferritique.

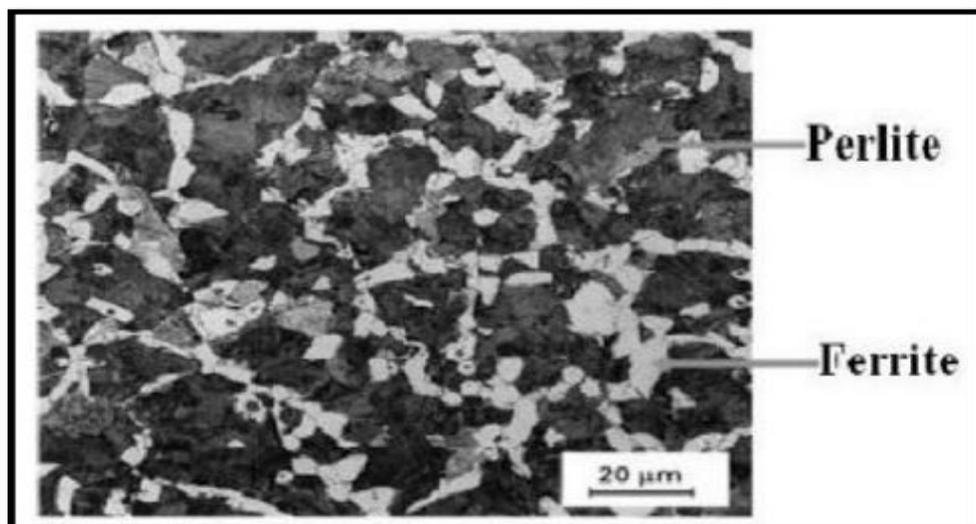


Figure I.3 : Microstructure d'un acier hypoeutectoïde [6].

- **L'acier du type eutectoïde** : (%C = 0,85%) formé de 100% perlite (ferrite α + cémentite Fe₃C) caractérisée par une structure en lamelles.

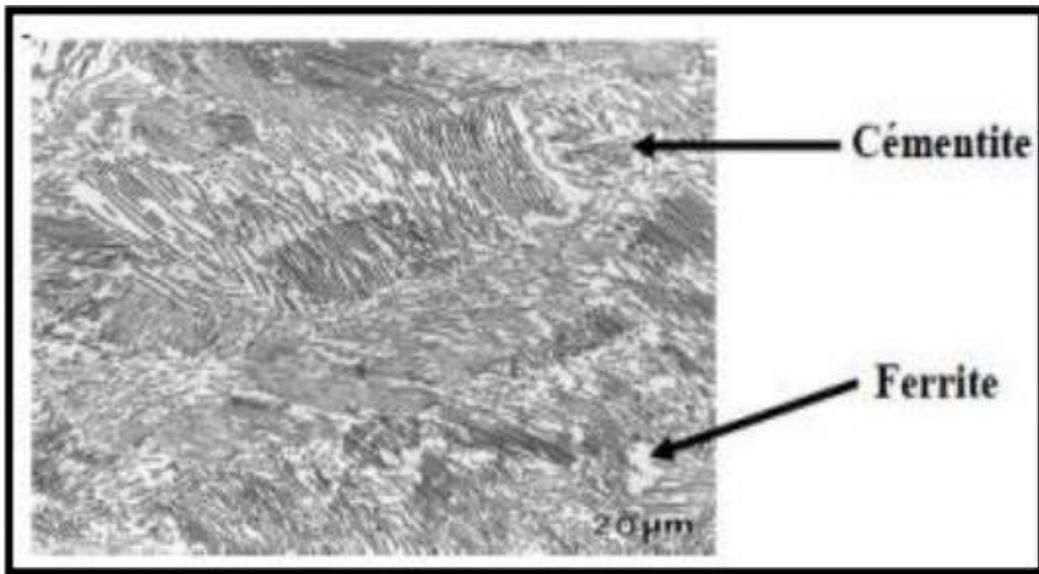


Figure I.4 : Structure perlitique [6].

- **L'acier du type hypereutectoïde** : (%C = [0.85% - 2.1%]) formé de perlite (ferrite α + cémentite Fe₃C) caractérisée par une structure en lamelles enveloppée dans de la cémentite.

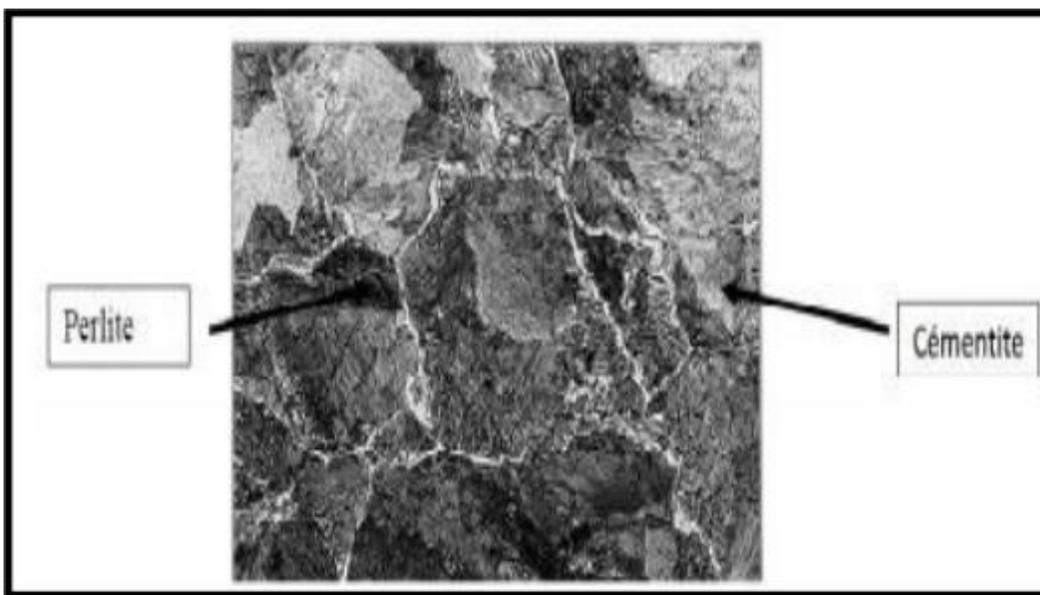


Figure I.5 : Microstructure d'un acier hypereutectoïde [6].

I.5 Généralités sur des métaux de transition

I.5.1 Définition

Les éléments des métaux de transition présentent une sous-couche incomplète, ce qui les rend presque tous durs et renvoient une haute température de fusion et d'ébullition. Cette propriété est liée à la force de liaison qui existe entre les noyaux au sein du métal, et plus cette force est élevée, plus la fusion est difficile. Ils conduisent bien la chaleur et l'électricité. Certains sont des aimants (fer, cobalt, nickel). Ils forment de nombreux alliages entre eux et avec d'autres métaux. Ils possèdent des propriétés intéressantes pour l'industrie, la construction et la vie quotidienne, ils ont une chimie extrêmement riche, de multiples degrés d'oxydation, de nombreux types de liaison, des complexes moléculaires de structures très variables. Ils sont très utilisés pour leur réactivité en catalyse.

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12										13 14 15 16 17 18													
s Elements										p Elements													
H											He												
Li	Be	d Elements : transition										B	C	N	O	F	Ne						
Na	Mg	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr						
K	Ca	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe						
Rb	Sr	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn						
Cs	Ba																						
Fr	Ra																						
										f Elements													
										Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu
										Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr

44,956	47,867	50,942	51,996	54,938	55,845	58,933	58,693	63,546	65,39
Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn
21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
88,906	91,224	92,906	95,94	98,906	101,07	102,91	106,42	107,87	112,41
Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd
39	40	41	42	43	44	45	46	47	48
138,91	178,49	180,95	183,84	186,21	190,23	192,22	195,08	196,97	200,59
La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg
57	72	73	74	75	76	77	78	79	80

Figure I.6 : La passerelle des métaux de transition [7].

I.5.2 Propriétés mécaniques

On a vu que les métaux de transition offrent d'excellentes propriétés mécaniques car ils sont solides et se déforment bien, contrairement aux métaux classiques. Pour comparer les propriétés mécaniques des métaux, on utilise plusieurs tests qui permettent de déterminer des caractéristiques du métal.

- **Essais de dureté :**

L'objectif de cet essai est d'exercer une certaine force sur une surface métallique en utilisant un pénétrateur de forme variable selon l'essai. Le choix de la méthode employée dépend de la fois du matériau à tester et du degré de rapidité souhaité. [8]

Il existe trois principales méthodes :

Brinell : consiste à imprimer dans la pièce à essayer une bille en acier ou en carbure de tungstène de diamètre D sous une charge F , et à mesurer le diamètre d de l'empreinte laissée sur la surface après enlèvement de la charge.

Rockwell : consiste à imprimer en deux temps dans la couche superficielle de la pièce à essayer, un pénétrateur de type normalisé (cône ou bille) et à mesurer l'accroissement rémanente de la profondeur de pénétrateur.

Vickers : consiste à imprimer dans la pièce à essayer un pénétrateur en forme de pyramide droite à base carrée d'angle au sommet 136° sous une charge F et à mesurer la diagonale d et l'empreinte laissée sur la surface après enlèvement de la charge.

I.5.3 Alliage à bases des métaux de transition

Dans la plupart des domaines de la technologie moderne. Les améliorations dans le rendement des systèmes sont souvent limités par les propriétés des matériaux disponibles. Pour comprendre et prévoir les propriétés de ces matériaux, il est nécessaire de relier leur propriété macroscopique à la structure élémentaire de la matière. Les matériaux purs ont souvent des propriétés technologiques peut intéressantes, l'incorporation d'autre éléments dans leurs structures, donne lieu à la formation de nouveau matériaux appelé alliages. Ils sont des mélanges d'atomes ou de molécules de nature différente. Le matériau contient alors plusieurs phases de composition et structures distinctes. La juxtaposition de plusieurs phases différentes, produit différentes microstructures qui influencent considérablement les propriétés et les caractéristiques techniques des matériaux [9].

I.6 Les carbures

Les carbures sont des composés chimiques constitués d'atomes de carbone et d'un ou plusieurs autres éléments. Présentent plusieurs propriétés intéressantes telles qu'un point de fusion élevé, une température élevée, une résistance remarquable ainsi qu'une conductivité thermique et électrique exceptionnelle. Cependant, leur fragilité est un inconvénient majeur et de

nombreux carburateurs réfractaires sont sensibles à l'attaque de l'atmosphère. Les carbures métalliques tels que le WC, le VC, le TaC et le TiC sont souvent utilisés comme outils de coupe et pour la fabrication de composants résistants à haute température dans les domaines de l'aéronautique et du nucléaire. [10]



Figure I.7 : Poudre de carbure [10].

I.6.1 Les carbures des métaux de transition

Les éléments métalliques généralement forment des carbures et des nitrures ; ils peuvent être divisés en plusieurs types avec différentes structures et caractéristiques physico-chimiques

Les carbures des métaux de transition des groupes 4B et 6B sont souvent produits par la diffusion d'atomes de carbone dans le métal : c'est la façon la plus simple de préparer les carbures des métaux de transitions [11].

I.6.2 Propriétés mécaniques

Les carbures ont des propriétés mécaniques qui permettent divers types d'applications [12].

- Une très grande résistance à l'abrasion, ils sont souvent utilisés en traitement de surface, comme couches de protection d'outils spécialement d'outils de coupe (CrC, ZrC, TiC, TaC, ...). Plus généralement, ils constituent des revêtements de protection (TiC, ZrC, VC, NbC...).
- La micro dureté, les carbures sont aussi largement utilisés pour le renforcement ou l'amélioration des propriétés mécaniques des composites à matrice métallique (comme NiAl - AlN) (la micro dureté est comprise entre 2000 et 3000Kg/mm²).

I.6.3 Structure cristalline

Les carbures de métaux de transitions sont des composés qui existent à l'état pur. Ils sont généralement obtenus par frittage à chaud de poudre. Ils cristallisent le plus souvent, mais pas

toujours, dans la structure cubique à face centré de type NaCl [13]. Tableau (I.8) présente quelques structures cristallines des carbures des métaux de transition.

Toutefois l'une des propriétés essentielles de ces composés est leurs grands écarts possibles à la stœchiométrie. La structure cristalline présente de nombreux défauts, la composition stœchiométrique existant rarement.

Des structures plus complexes se forment. Il est à noter que la structure adoptée par les carbures des métaux de transition n'est jamais celle du métal pur. C'est à dire, si le métal a une maille hcp, son carbure a une maille métallique fcc.

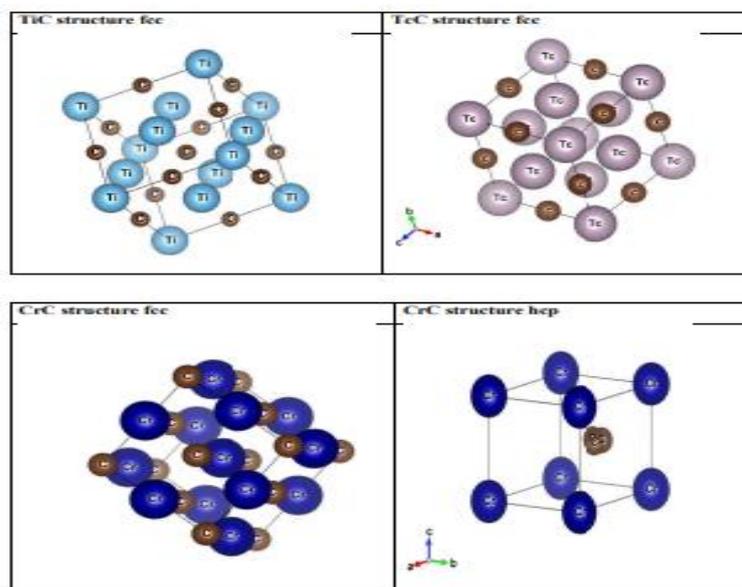


Figure I.8: Présente quelques structures cristallines des carbures des métaux de transition (CrC. TiC. TaC) [13].

I.7 Carbure de tungstène

I.7.1 Le tungstène

Le tungstène de symbole W se cristallise dans un réseau cubique centré, c'est un métal très dur 360 Kg/mm^2 , dense 19.3 g/cm^3 et réfractaire, utilisé surtout sous forme de carbure et d'aciers spéciaux, pour des outils de coupe, d'usinage, et des pièces résistantes à la chaleur. C'est un métal dur, très réfractaire (température de fusion et d'ébullition sont données respectivement 3422 et 5555°C), et très résistant à la traction même à haute température, avec un très faible coefficient de dilatation thermique $4,5 \times 10^{-6} \text{ m/m. K}$ à 20°C . Le tungstène résiste à la corrosion aux acides et à l'oxydation, jusqu'à 400°C [14].

I.7.1.1 Propriétés du tungstène

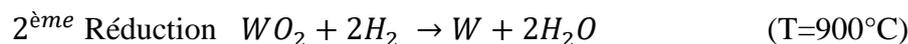
- Le tungstène est un métal très dense qui possède le point de fusion le plus élevé de tous les métaux, qui est 3410 °C. C'est le plus dur des métaux réfractaires et un de ses composés est le carbure de tungstène l'une des substances les plus dures qui existent.
- Une grande résistance à la traction à des températures élevées, une grande résistance à la corrosion et une bonne conductivité thermique et électrique.
- Résistance à l'usure, tenue à la micro-fatigue, Résistance à la cavitation, à l'abrasion et à la corrosion en milieu liquide il constitue les Pièces de pompes Rouleaux d'imprimerie et corps de pompes.
- Pas de corrosion constatée même à température élevée. [15]

I.7.1.2 Elaboration des poudres tungstène

Plusieurs étapes sont nécessaires pour obtenir de la poudre de tungstène W. Dans un premier temps, le wolframite subit un traitement sous pression avec du carbonate de sodium pour oxyder complètement le fer et le manganèse. Ensuite, le tungstène est récupéré sous forme de tungstate (Na_2WO_4) par recristallisation, qui est ensuite converti en scheelite artificielle ($CaWO_4$), ou sous forme monohydratée $WO_3 \cdot H_2O$ par précipitation. Pour obtenir une solution d'iso poly-tungstate d'ammonium, la scheelite est attaquée par l'acide chlorhydrique concentré. Cette solution se transforme ensuite en para-tungstate d'ammonium (APT) par cristallisation.

En procédant à la calcination de l'APT à une température inférieure à 750°C, on peut produire une poudre d'oxyde de bleu composée de mélanges de sous-oxydes $W_{20}O_{58}$ et $W_{18}O_{49}$. Cette opération se déroule dans un quatre rotatif légèrement incliné par rapport à l'horizontale. Une deuxième calcination de la poudre d'oxyde bleu à l'air permet de transformer en trioxyde de tungstène (WO_3).

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



Les nacelles contenant la poudre de trioxyde de tungstène sont translattées mécaniquement ou manuellement et l'hydrogène introduit doit être parfaitement séché. La granulométrie des poudres de tungstène obtenues dépend d'un grand nombre de facteurs dont les plus importants sont :

- La granulométrie de l'oxyde de départ.
- La température de réduction et le débit d'hydrogène.
- La réduction s'effectue par absorption et diffusion des molécules d'hydrogène par les surfaces des grains de trioxyde de tungstène.
- La vitesse de réaction dépend alors de la vitesse de formation et d'évacuation de la vapeur d'eau. [16].

I.7.2 Le carbure de tungstène

Le carbure de tungstène est un composé chimique inorganique qui se compose de tungstène (W) et de carbone (C). Il est souvent désigné sous sa formule chimique WC. Le carbure de tungstène est extrêmement dur et présente une résistance exceptionnelle à l'usure, ce qui en fait un matériau très prisé dans de nombreuses applications industrielles. Il est un composé inorganique dur et résistant à l'usure, composé de tungstène et de carbone. Il est largement utilisé comme matériau de coupe et d'usure dans diverses applications industrielles, en raison de sa résistance exceptionnelle à l'usure, à la chaleur et à la corrosion. [17].

I.7.2.1 Diagramme W-C

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

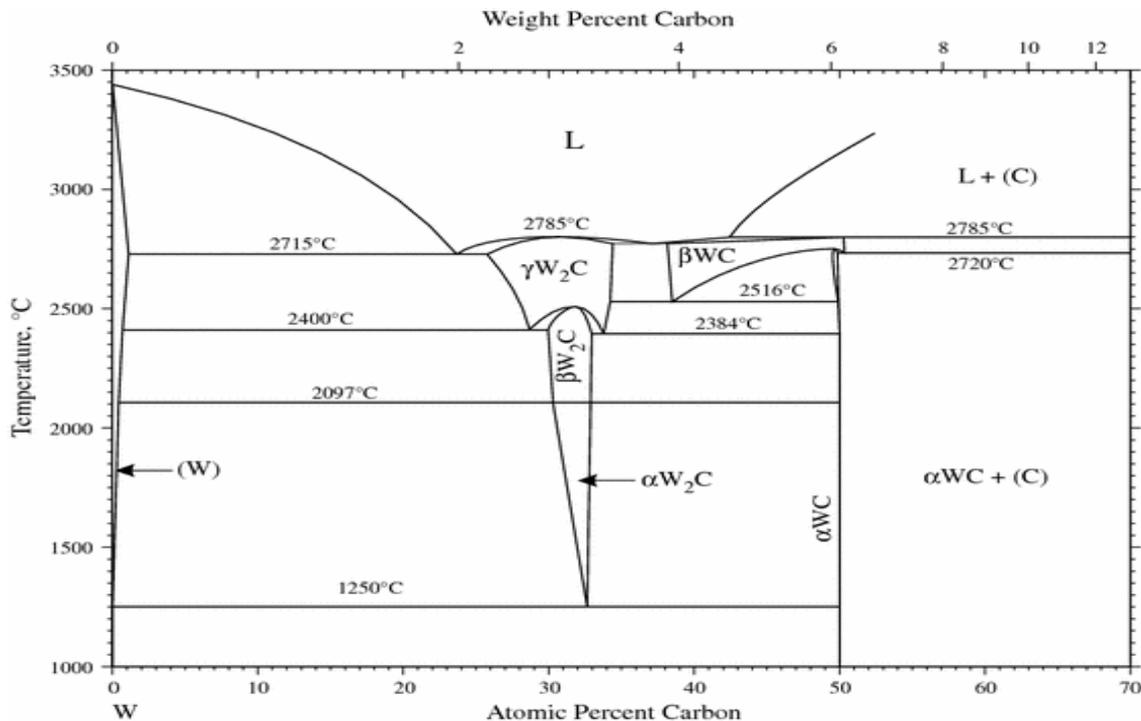


Figure I.9 : Diagramme binaire W-C. [18].

Le W_2C possède une structure hexagonale compacte.

Bien que ces deux carbureurs présentent une grande dureté et une résistance à l'usure, leur fragilité les empêche d'être utilisés comme matériaux de structures. Toutefois, en les associant à certains métaux ou alliages, on leur confère la ductilité requise.

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

La métallurgie des poudres reste incontestablement la technique adéquate pour l'obtention de tels matériaux.

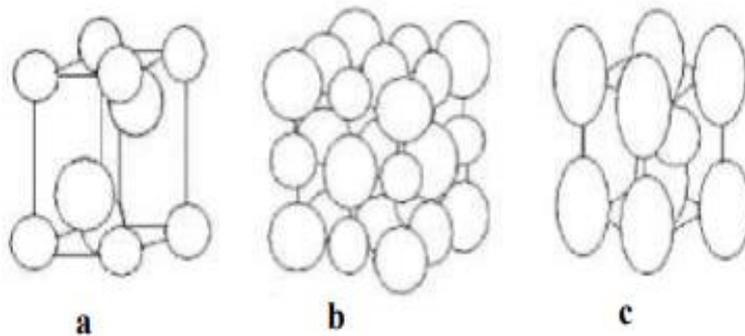


Figure I.10 : Les structures cristallines des carbures de tungstène.

a) W_2C ; b) WC_{1-x} ; c) WC [18].

I.7.2.2 Propriétés du carbure de tungstène

D'après ce que nous avons vu au-dessus, les carbures de tungstène ont des propriétés mécaniques remarquables [17] :

- Une dureté élevée atteignant environ 3000kg/mm^{-2} , ils peuvent garder leur dureté élevée même à haute température.
- La micro dureté dépend de plusieurs facteurs : le substrat, le plasma de déposition comme la montre le RBS, l'épaisseur de la couche du revêtement, les paramètres de dépôt, la polarisation du substrat.
- Les carbures de tungstène gardent sa grande dureté même à haute température.
- La dureté des carbures de tungstène dépend de la concentration du carbone dans le substrat, la concentration et la vitesse du gaz réactif.

Tableaux I.2 : Les propriétés physique et mécanique du tungstène et du carbure de tungstène.

Propriétés	Tungstène	Carbure de tungstène
Formule moléculaire	W	WC
Structure cristalline	Cubique centré	Hexagonale simple
Dureté (Kg/ mm ²)	360	2200
Point de fusion (°C)	3680	2870
Module de Young (GPa)	407	720
Conductivité thermique (W/m.k)	174	84.02
Coefficient dilatation thermique ($\frac{10^{-6}m}{m.K}$)	4.59	5.2
La densité (g/cm ²)	19.3	15.8
Résistivité (µm.cm)	5.39	22

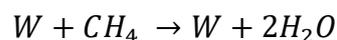
I.7.2.3 Elaboration des poudres carbure de tungstène

La méthode utilisée pour obtenir des poudres de carbure de tungstène consiste en la carbonisation de la poudre de tungstène. Tout d'abord, la poudre de tungstène est mélangée avec du noir de carbone dans des proportions stœchiométriques rigoureusement contrôlées (WC à 6,12% de carbone combiné). Ce mélange est réalisé en utilisant un broyeur à billes en acier pour un broyage à sec. Ensuite, le mélange est disposé dans des nacelles de graphite, qui sont transportées dans un four tubulaire en graphite sous courant d'hydrogène, où la température varie entre 1300°C et 1400°C [16].

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



- Ou bien par l'intermédiaire d'une phase gazeuse (méthane CH_4) formée par réaction de l'hydrogène avec le carbone de la charge ou du four, selon la réaction :



- Le carbure obtenu est par la suite dés agglomérés par broyage. Il est impératif de contrôler de manière très précise le contenu en carbone En tenant compte du taux d'oxygène existant dans le tungstène et de la pureté du noir de carbone.

I.7.2.4 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 [18] :

- 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.8 Le Cobalt

Le cobalt (symbole Co, numéro atomique 27), il fait partie de la famille des métaux de transition et se situe dans le tableau périodique. Le cobalt est un métal dur, il est souvent utilisé dans les nombreuses application industrielles et technologique en raison propriétés physique et chimiques particulières. Possède une bonne résistance à la corrosion et une excellente conductivité électrique, notamment dans la fabrication d'outils de coupe haute performance, des pièces d'avion, des turbines à gaz, des réacteurs nucléaires et d'électrodes pour les batteries rechargeables [19].

I.8.1 Propriétés du cobalt

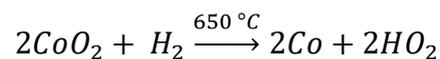
Tableau I.3 : Les propriétés du cobalt [19].

Etat ordinaire	Solide (ferromagnétique)
Masse atomique	58,9332 g mol ⁻¹
Masse volumique	8,9 g.cm ⁻³ à 20°C
Température de Fusion	1495 °C
Température d'ébullition	2900 °C
Potentiel standard	- 0,28 V (Co ²⁺ /Co) ; +1,84 V (Co ³⁺ /Co ²⁺)
Conductivité thermique	100 W m ⁻¹ .K ⁻¹
Conducteur électrique	17.2 × 10 ⁶ s.m ⁻¹
Energie de fusion	16.19 KJ. mol ⁻¹
Densité	8,9 à 20°C
Resistance mécanique	250 MPa
Module de Young	210915 MPa

I.8.2 Elaboration des poudres de cobalt

Une fois la poudre de cobalt fabriquée, elle peut être soumise à d'autres traitements, tels que la purification, la classification granulométrique ou le revêtement de surface, en fonction de l'application spécifique visée. Il est important de noter que le processus d'élaboration de la poudre de cobalt peut varier en fonction des exigences de qualité, de taille de particules et d'autres spécifications spécifiques à chaque application.

En ce qui concerne le composant cobalt, les minéraux les plus importants utilisés sont l'hétérogénéité (oxyde de cobalt hydraté), la linnaéite (sulfure de cobalt et de nickel) et la smaltine (arséniure de cobalt). Ces produits minéraux sont d'abord transformés par fusion en d'autres intermédiaires. Ensuite, un traitement est effectué pour éliminer les autres métaux et pour obtenir du dioxyde de cobalt. Ce dioxyde de cobalt est ensuite réduit sous hydrogène à une température de 650°C [16]. Selon la réaction suivante :



I.9 Les éléments d'addition et leurs rôles

I.9.1 Le titane

Le titane (Ti) est un métal de transition, de symbole Ti, du numéro atomique 22 de la classification périodique, il est également le 9eme élément le plus abondant sur terre. Cet élément se trouve dans de nombreux minerais mais ses principales sources sont le rutil et l'anatase (TiO₂), ce métal présente une excellente résistance à la corrosion jusqu'à 500°C. possède de bonne propriété mécanique à basse température, sa faible densité en fait un matériau de choix par rapport aux superalliage base nickel et aux aciers, l'ensemble de ces propriété explique son large domaine d'application, il est employé dans l'industrie aérospatiale (cadre d'avions, moteur, etc.) [20].

➤ Le carbure de titane

Le carbure de titane est un matériau céramique composé de titane et de carbone, il est représenté par la formule chimique TiC, le carbure de titane est un matériau extrêmement dur, connu pour sa grande résistance, sa résistance à l'usure, sa stabilité à des températures élevées, son excellente conductivité thermique, et une résistance à la corrosion. Il est utilisé dans diverses applications industrielles et dans la fabrication d'outils de coupe, les forêts, les fraise et les lames de scie [21].

➤ **Domaine d'application**

Le carbure de titane, TiC est bien connu comme matériau réfractaire possédant un faible nombre atomique, une grande dureté, une bonne résistance à l'usure et un faible coefficient de friction, cependant il présente une faible résistance à la fissuration.

Compte tenu de ses propriétés, il a été utilisé comme revêtement ultra dur pour la protection des outils de coupe, pour divers composants du réacteur de fusion Tokamak (par exemple parois primaires, limiteurs du plasma) [22] et comme barrière de diffusion. Les applications les plus courantes sont énumérées ci-dessous :

- Barrière de diffusion pour les carbures cémentés (WC-Co).
- Barrière thermique.
- Revêtement pour les outils de coupe et pour les moules (outils de préforme).
- Revêtement pour des applications dans les réacteurs nucléaires (parois du réacteur, dispositifs confinant le plasma, etc.).
- Revêtement pour les outils de moulage dans la fabrication des plastiques.

➤ **Leurs propriétés**

Tableau I.4 : Les propriétés du carbure de titane [21].

Température de fusion	30670°C
Densité mesurée	4.93 à 20°C
Dureté très élevé	Entre 28 et 35 GPa
Module d'élasticité élevé	410 - 510 GPa
Conductivité thermique	21 W m ⁻¹ . K ⁻¹
Conducteur électrique	50 ± 10 μΩ.cm
Coefficient de dilatation thermique	7.4 × 10 ⁻⁶ . C ⁻¹ à 20°C
Résistance à l'oxydation	Jusqu'à 500°C dans l'air
Masse moléculaire	59.91 g. mol ⁻¹
Coefficient de poison	0.3

➤ Le système Ti-C

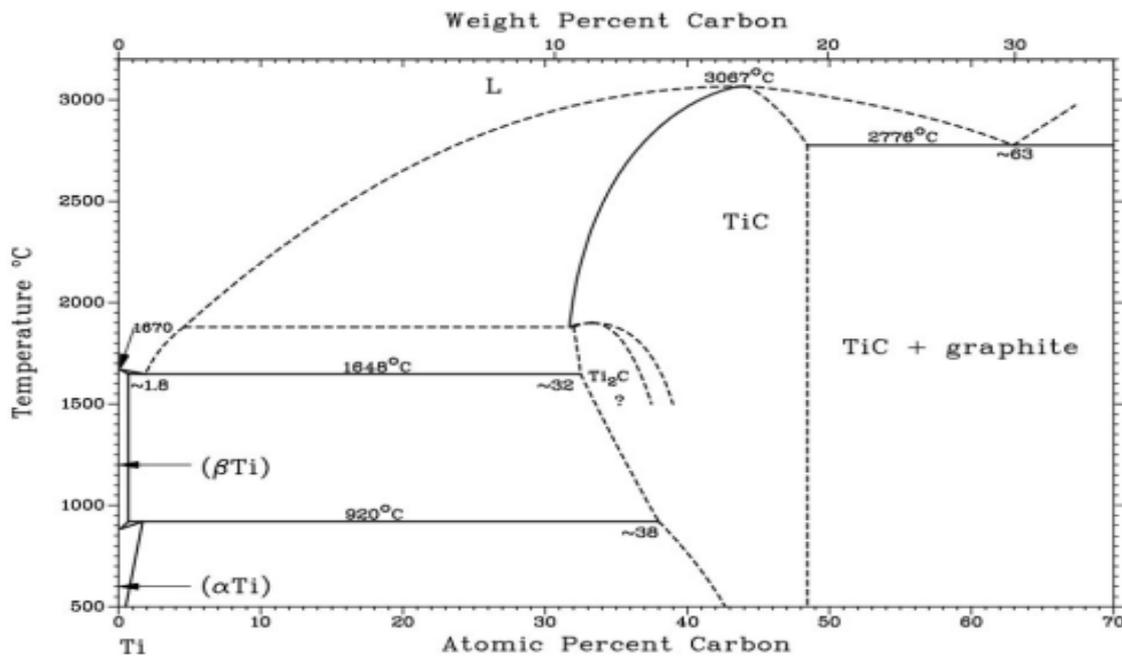


Figure I.11 : Diagramme binaire Ti-C. [21].

I.9.2 Le molybdène

Le molybdène est un élément chimique du tableau périodique, représenté par le symbole Mo et le numéro atomique 42. Il appartient au groupe des métaux de transition et est connu pour ses propriétés physiques et chimiques uniques. Il est un métal argenté avec une haute résistance à la chaleur et une excellente résistance à la corrosion. Il possède également une grande capacité à résister à l'oxydation et à maintenir sa stabilité chimique à des températures élevées. En raison de ces caractéristiques, il est couramment utilisé dans des applications nécessitant des matériaux résistants à la chaleur, tels que les alliages d'acier utilisés dans les industries de l'aérospatiale, de l'énergie et de la construction [23].

➤ Utilisations :

Le molybdène est utilisé dans de nombreuses applications en raison de ses propriétés mécaniques, physiques et chimiques avantageuses.

- Alliages d'acier : Le molybdène est utilisé comme additif dans les alliages d'acier pour améliorer leur résistance à la chaleur, leur résistance à la corrosion et leur capacité à supporter les contraintes mécaniques. Ces alliages sont utilisés dans la construction d'avions, de turbines à gaz, de tuyaux résistants à la corrosion, de chaudières, de pièces automobiles et de structures nécessitant des matériaux résistants à des températures élevées.

- Industrie de l'aérospatiale : En raison de sa résistance à la chaleur et de sa légèreté, le molybdène est utilisé dans la fabrication de composants aéronautiques tels que les moteurs d'avion, les turbines à gaz, les aubes de turbine, les aérostructures et les systèmes de propulsion spatiale.

- Applications électroniques : Le molybdène est utilisé dans l'industrie électronique pour la fabrication de fils et de films minces. En raison de sa conductivité électrique et de sa résistance à la chaleur, il est utilisé dans les applications de microélectronique, les contacts électriques, les cathodes pour tubes à vide et les fils de liaison.

I.9.3 Le manganèse

Le manganèse est un élément chimique, représenté par le symbole Mn et le numéro atomique 25. Il appartient au groupe des métaux de transition et est connu pour sa grande diversité de propriétés et d'applications. Le manganèse est un métal gris-blanc avec une structure cristalline. Il est relativement dur et fragile, mais il peut être rendu plus malléable et ductile en le chauffant. Également un bon conducteur de l'électricité et de la chaleur. Sur le plan chimique, le manganèse réagit avec l'oxygène de l'air pour former une couche d'oxyde de manganèse à sa surface, ce qui lui confère une certaine résistance à la corrosion. Il réagit également avec de nombreux acides et bases.[24].

➤ Utilisations :

Le manganèse est utilisé dans divers domaines et industries en raison de ses propriétés et de ses applications. Voici quelques-unes de ses utilisations courantes :

- Alliages : Le manganèse est utilisé comme élément d'alliage dans la production d'acier pour améliorer ses propriétés mécaniques, notamment sa résistance, sa dureté et sa capacité à résister à l'usure. Il est essentiel dans la fabrication d'acier au manganèse, utilisé dans la construction, l'automobile, les chemins de fer, les équipements de levage et les pièces d'usure.

- Métallurgie : Le manganèse est utilisé dans l'industrie métallurgique comme agent de désoxydation et de désulfuration. Il est ajouté aux métaux ferreux et non ferreux pour éliminer les impuretés indésirables et améliorer leurs propriétés.

Ces utilisations du manganèse ne sont que quelques exemples parmi de nombreuses autres applications dans différents secteurs industriels. Sa polyvalence en fait un élément essentiel pour de nombreux processus et produits.

➤ Leurs propriétés

L'alliage de molybdène-manganèse possède plusieurs propriétés mécaniques, physiques et chimiques importantes :

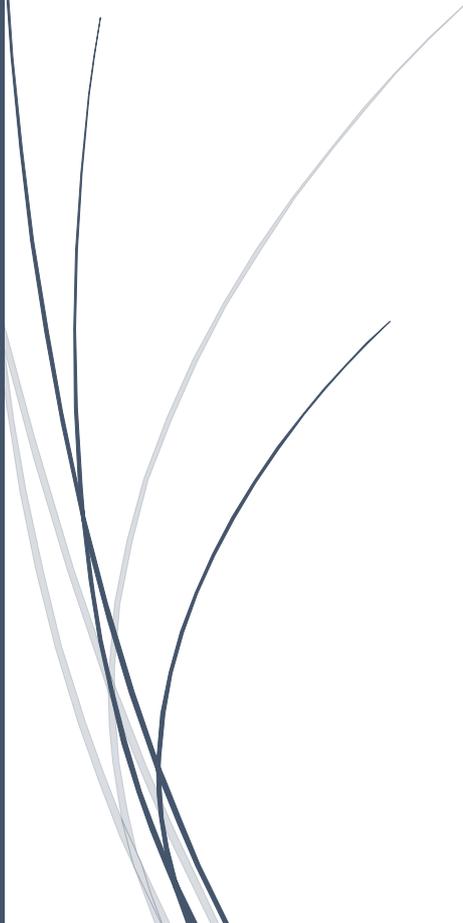
Tableau I.5 : Les propriétés mécaniques du molybdène-manganèse.

Éléments	Mn	Mo
Etat de la matière	Solide (ferromagnétique)	Solide (ferromagnétique)
Température de fusion	1 246°C	2 623 °C
Température de vaporisation	2 061 °C	4 639 °C
Volume molaire	73.5 m ³ /mol	93,8 m ³ /mol
Pression de la vapeur	121 Pa à 1 243,85 °C	0,075 5 Pa
Conductivité électrique	0,695 ×10 ⁶ s/m	18,7×10 s/m
Conductivité thermique	7,82 W m ⁻¹ .K ⁻¹	138 W m ⁻¹ .K ⁻¹



Chapitre II

La métallurgie des poudres



II.1 Introduction

Dans ce chapitre consiste d'abord une études bibliographiques sur la métallurgies des poudre (MDP), elle permet de la réalisation et de la production des pièces mécanique de différent forme, ces avantage et les domaine d'utilisation, nous présentons aussi les diverses méthodes utiliser pour l'élaboration des poudres métallique aussi que les technique de mise en forme des poudre subit par procédé de frittage qui est un traitement thermique ayant pour répondre aux exigence des condition de travail de la pièce.

II.2 La métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres est une technique utilise pour la fabrication des pièces métallique à partir de ces poudres, ainsi selon le grand dictionnaire terminologie comme étant le domaine de la métallurgie traitant de la production des poudres de métaux ou alliage [25]. Il s'agit d'un procédé technologique qui utilise des poudres (métalliques, céramiques ou composites) dont la granulométrie et la composition sont contrôlées pour produire des composants avec des formes prédéfinies. Pour ce faire, une matrice est utilisée pour donner la forme du composant, avec possibilité de démoulage. Selon le procédé, différents paramètres interviennent comme la vitesse, la température, les liants. Le composant obtenu est densifié par frittage dans un four. Le composant final ainsi réalisé présente la forme, les tolérances dimensionnelles et les propriétés mécaniques désirées.

La métallurgie des poudres est utilisée principalement en vue de l'obtention de pièces dont les propriétés ne peuvent être obtenues que par ce moyen figure (II.1). Une deuxième raison d'utilisation des méthodes spécifiques de la métallurgie des poudres est d'obtenir des pièces frittées avec des propriétés correspondantes, dans les conditions où il y a un avantage économique par rapport aux méthodes classiques de mise en forme.

Au cours des années 30 et 40, certaines applications spécifiques ont été développées comme les brosses Cu-graphite pour les moteurs électriques, les cermets WC-Co pour les matrices et les outils de coupe et les coussinets autolubrifiants de bronze et d'aciers.

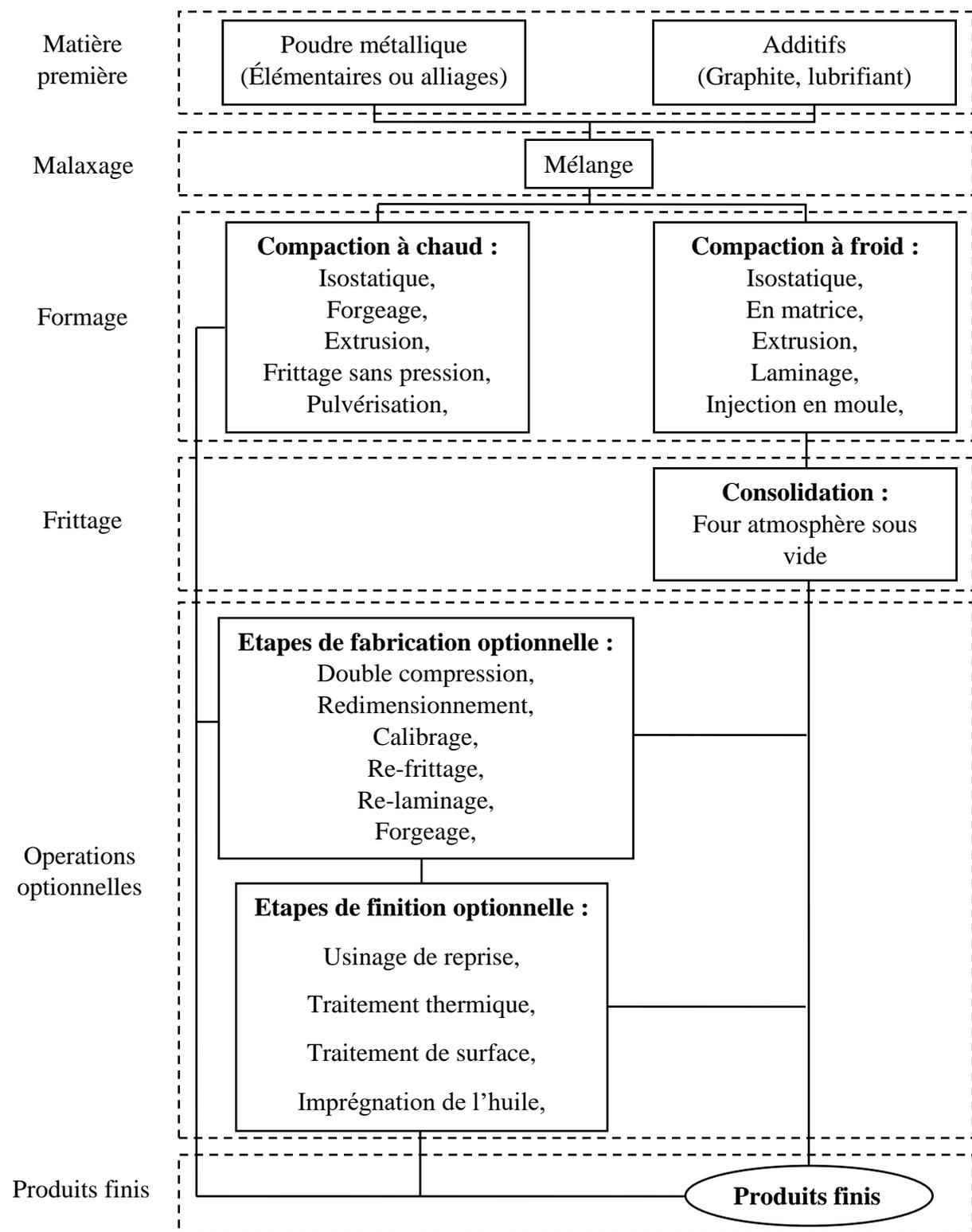


Figure II.1 : Les différents processus de la métallurgie des poudres [25].

II.3 Domaines d'application de la métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres, une technique qui implique la manipulation du métal sous forme de poudre plutôt que de le faire fondre, suscite un regain d'intérêt. Elle concerne en effet la

fabrication de pièces pour la plupart des secteurs industriels, L'utilisation de poudres dans le domaine de la métallurgie des poudres se concentre dans le domaine de l'automobile, qui représente une part de 74 %. Pour les autres utilisations, on trouve 13 % dans les domaines conjoints des transports et de l'espace et 13 % pour les loisirs.

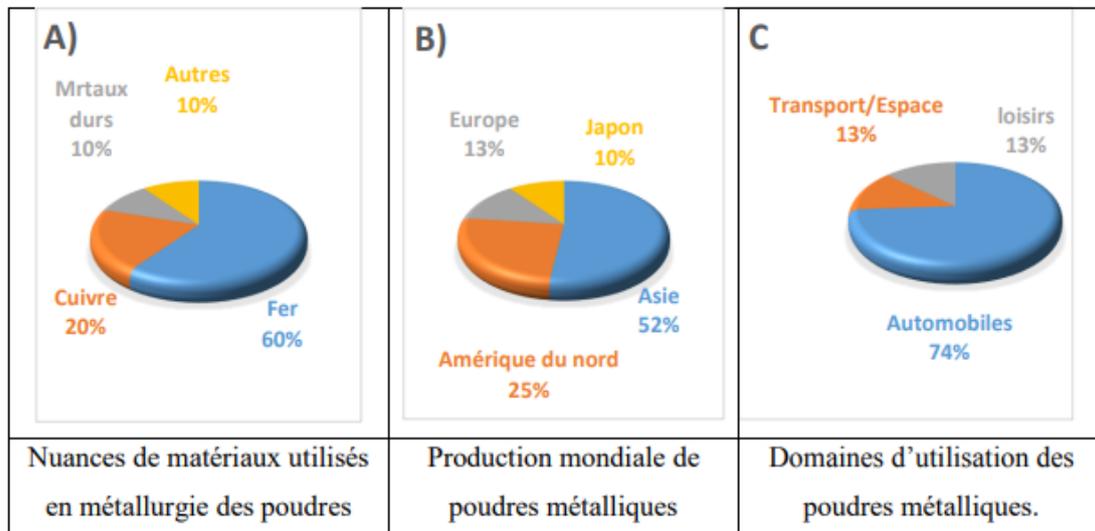


Figure II.2 : Les domaines d'applications de la métallurgie des poudres [26].

II.4 Les avantages de la métallurgie des poudres

Les avantages de la fabrication de pièces par le procédé de la métallurgie des poudres sont nombreux. Les autres avantages du procédé sont décrits ci-dessous [27].

- Diminution des pertes de matières premières.
- Diminution ou élimination de l'usinage.
- Contrôle précis de la composition et des propriétés physiques et mécanique.
- Contrôle précis des dimensions et du fini de surface.
- Fabrication de pièces complexes.
- Possibilité de combiner des matériaux qui ne peuvent l'être par d'autres méthodes.
- Possibilité de remplacer des assemblages de plusieurs pièces par une seule pièce.

II.5 Les inconvénients de la métallurgie des poudres

Il existe bien sûr certaines limitations associées au procédé. Parmi celles-ci, signalons certaines contraintes quant à la forme et à la géométrie des pièces. Il est impossible, par exemple, de faire des trous filetés, des ressorts ou des pièces avec des trous transversaux en utilisant le procédé de la métallurgie des poudres. De plus, dans le cas de certaines pièces à géométrie complexe, il est parfois difficile d'obtenir une densité distribuée de façon

homogène dans la pièce. Cette non-uniformité de la distribution de la densité peut amener des problèmes de formes finales et de faiblesses dans certaines parties de la pièce, Finalement, il est à noter que la taille maximale des pièces qu'il est possible de faire par métallurgie des poudres est directement liée à la pression maximale que les presses sont capables d'appliquer, [27].

II.6 Élaboration et caractérisation des poudres

La poudre peut être définie comme un ensemble de particules dont les dimensions sont habituellement inférieures à 1mm. Pour l'élaboration des poudres métalliques, plusieurs techniques sont utilisées on cite principalement trois catégories. Elles sont présentées sur la Figure (II.1) : procédés mécaniques, chimiques et atomisation [28]. Généralement, le choix de la méthode dépend de la nature du métal, les caractéristiques des poudres, du coût de fabrication, et du domaine de l'utilisation.

II.6.1 Procédés mécaniques

Les méthodes mécaniques consistent à broyer un métal par un moyen approprié, ces techniques sont basées sur le choc, l'attrition, le cisaillement et la compression.

II.6.1.1 Broyage

C'est une méthode très utilisée pour fabriquer des poudres. La taille de la poudre dépend essentiellement du temps de broyage. Le matériau est placé dans un récipient en rotation contenant des billes dures, qui fragmentent les particules par impact et ainsi diminuent la taille moyenne de la poudre. Ce broyage peut être réalisé par voie sèche ou humide. Cette méthode permet aussi de fabriquer des alliages à partir de mélanges des poudres de différentes caractéristiques (mécano synthèse) [26]. (La figure II.3) ci-dessous montre une machine de broyage.



Figure II.3 Le broyage mécanique [28].

II.6.1.2 Atomisation

L'atomisation consiste à pulvériser un filet de métal ou d'alliage fondu par un jet de gaz ou d'eau sous pression. Car il permet d'obtenir des poudres avec une haute pureté et, dans le cas d'atomisation au gaz, les poudres sont sphériques. La centrifugation d'un jet de métal liquide sous vide permet de disperser les gouttelettes qui refroidissent dans sa trajectoire. La poudre obtenue par cette méthode a besoin de traitements subséquents comme par exemple un calibrage pour contrôler sa distribution de taille de particule ou des éventuels traitements thermiques (recuit) pour la diffusion des éléments d'alliage [28].

II.7 Morphologie des particules

La forme de particules observée par microscopie. Selon la taille des particules (submicronique, nanométrique, etc.) on utilise un microscope plus ou moins puissant, les plus utilisés sont :

- Le microscope électronique à balayage (MEB).
- Le microscope électronique optique.

Actuellement, grâce à la micro-tomographie aux rayons X, il est envisageable d'établir la morphologie d'une particule de quelques microns avec une précision accrue et des informations en 3D. Toutefois, la résolution spatiale offerte par la TEM est la plus performante pour les particules de taille nanométrique. Les formes schématisées de particule les plus fréquentes sont montrées dans la figure (II.4).

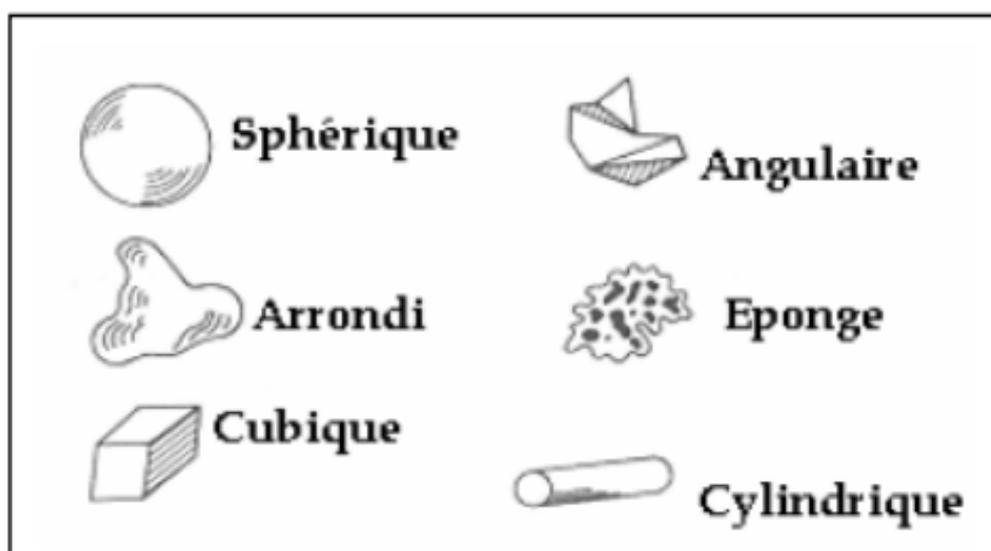


Figure II.4 : Morphologie des particules [28].

II.7.1 Distribution du taille des particules

La taille de particules est un critère crucial qui influence le comportement du matériau lors du frittage et qui détermine également les propriétés finales de la pièce. En effet, les particules de petite taille et de grande surface spécifiques peuvent accélérer le processus de frittage en produisant une force motrice plus élevée, ainsi que les temps et les températures nécessaires pour atteindre une densification complète. Pour évaluer la distribution de tailles des particules, plusieurs méthodes sont disponibles telles que le tamisage, la sédimentation et la diffraction laser, mais là plus couramment utilisée est le tamisage [28].

II.7.2 Densité

Cette caractéristique fournit des renseignements sur la porosité interne de la poudre. Pour déterminer la densité de la poudre, on utilise un pycnomètre [28].

II.7.3 Surface spécifique

La propriété essentielle de la surface spécifique de la poudre est déterminée par l'aire de la surface des particules par rapport à la masse de la poudre, et exerce une influence significative sur l'énergie de surface d'un compact [28].

II.7.4 Coulabilité

Le terme « coulabilité » est utilisé pour décrire la propriété mesurée par le temps nécessaire à l'écoulement d'une quantité de poudre donnée à travers un entonnoir standard [28].

II.7.5 Mélange de poudres

Si l'échantillon est mélangé de manière plus homogène, il aura plus de points de contact entre ses composants, ce qui favorisera une configuration initiale plus optimale pour le frittage. Cela est particulièrement crucial pour les systèmes frittés contenant une phase liquide, où la distribution de cette phase par rapport aux autres dans le compact peut varier. Dans la plupart des cas, l'arrangement aléatoire est le plus approprié. Cependant, d'autres arrangements peuvent être utiles pour obtenir des caractéristiques spécifiques. Comme la montre sur la figure (II.5), [28].

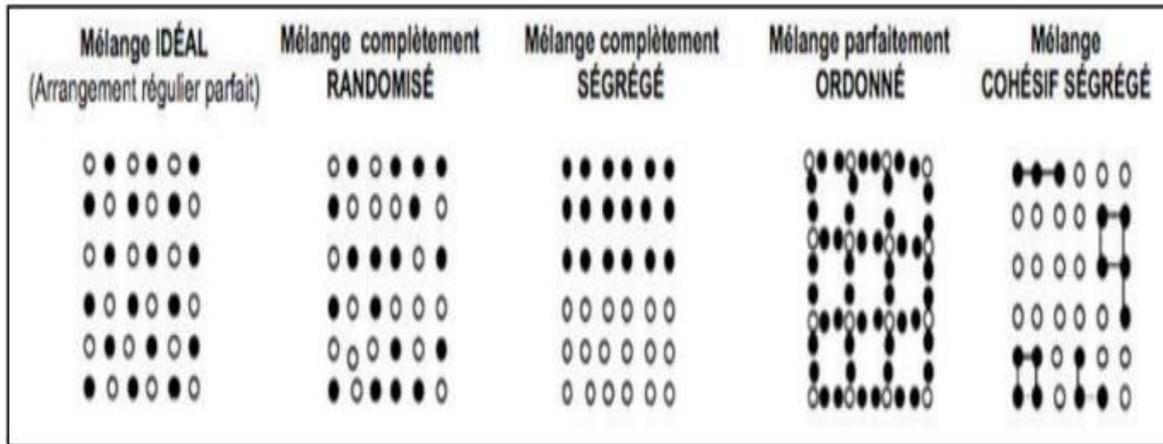


Figure II.5 : Distribution des phases dans un mélange de poudres (importance de cas ordonné) [28].

II.7.6 Mise en forme

L'objectif de la mise en forme des poudres est de créer un compact suffisamment résistant pour être manipulable, avec une forme similaire à la forme finale et une porosité réduite par rapport à un simple empilement de particules. Cette opération est généralement réalisée en compactant la poudre dans une matrice [28].

II.8 Procédés de mise en forme à partir des poudres

II.8.1 Compression uni-axiale

La phase de compression vise deux buts qui sont la densification par rapprochement et déformation des grains solides à l'aide d'une pression externe et l'obtention de comprimés ayant la forme et les dimensions désirées. La méthode de compression la plus utilisée est uni-axiale à froid. Le cycle de compaction est décrit par la figure (II.6) [29].

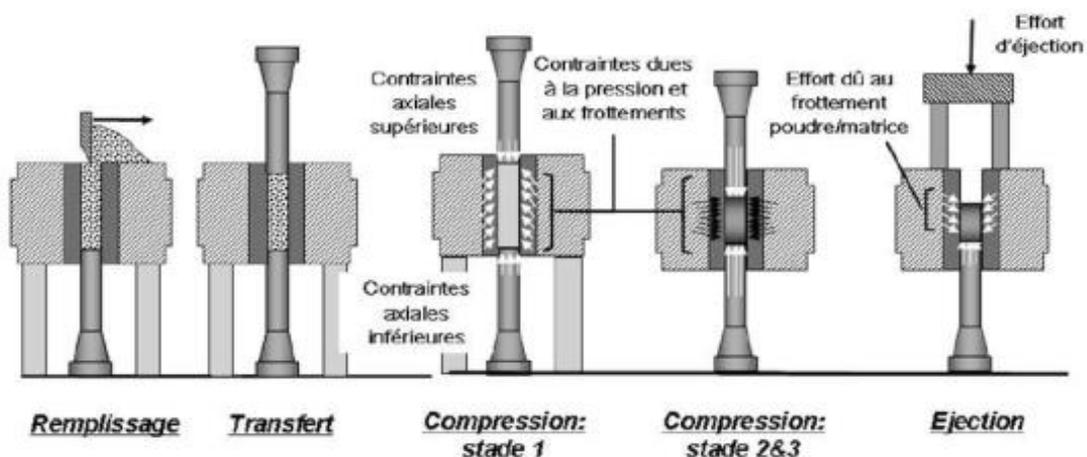


Figure II.6 : Les différentes phases d'obtention du comprimé [29].

Après le remplissage et suite à la phase de transfert, intervient la phase de compression de la poudre avec le rapprochement des différents poinçons (Fig. II.6).

Pendant la phase de compression, la poudre se densifie sous l'action de trois phénomènes qui permettent de scinder la phase de compression en trois stades ordonnés [29] :

- Le réarrangement des grains se traduit par des déplacements des particules accompagnés d'éventuelles fracturations ou fragmentations.
- La déformation locale des grains se traduit par un écrasement en surface des grains suite à l'augmentation de la compacité. Cette déformation locale des grains est visible sur les zones de contact et entraîne l'apparition de surfaces planes sur les grains.
- La déformation plastique de grande amplitude de chaque grain qui intervient pour les hautes compacités atteintes par les poudres métalliques ductiles.

II.8.2 Compression isostatique à froid

Le principe de ce procédé, consiste à immerger un conteneur souple rempli de poudre dans un liquide, habituellement de l'eau, qui est comprimé à une haute pression. La poudre ainsi compactée par une pression uniforme dans toutes les directions. Ce qui nous amène à une bonne uniformité de la densité. Le compactage à froid est toujours suivi d'un frittage afin de le consolider. Ce procédé se distingue par sa capacité à produire des pièces très élancées telles que les barres [29].

II.8.3 Compression isostatique à chaud

Ce procédé combine des sollicitations mécaniques et thermiques, le principe consiste à exercer une pression élevée, isotrope sur une poudre contenue dans une matrice déformable à une température proche de la température de fusion de la poudre. La conjugaison de la sollicitation mécanique et de l'apport thermique permet d'effectuer une soudure des grains sous pression. Les pièces obtenues par ce procédé ont des propriétés physiques et mécaniques isotropes avec une porosité minimale, en particulier pour les pièces massives [29].

II.9 Frittage

Le frittage est une méthode de traitement thermique qui permet de fusionner des particules de poudre en un ensemble cohérent. Ce processus se produit à l'échelle atomique, grâce au mouvement des atomes via des mécanismes de diffusion, ce qui permet d'améliorer les propriétés d'ingénierie. En somme, il s'agit d'un procédé de "micro-soudage" applicable à tous les matériaux. Les particules de poudre utilisées ont un diamètre d'environ 10 microns.

II.9.1 Théorie du frittage

Les mécanismes en jeu et les stades dépendent du type de frittage :

- Frittage en phase solide.
- Frittage activé.
- Frittage en phase liquide.
- Frittage sous pression.

Durant le frittage, des liaisons interarticulaires se forment et croissent aux contacts entre les poudres [28]. Ces liaisons sont appelées soudures ou ponts métallurgiques (Figure II.7).

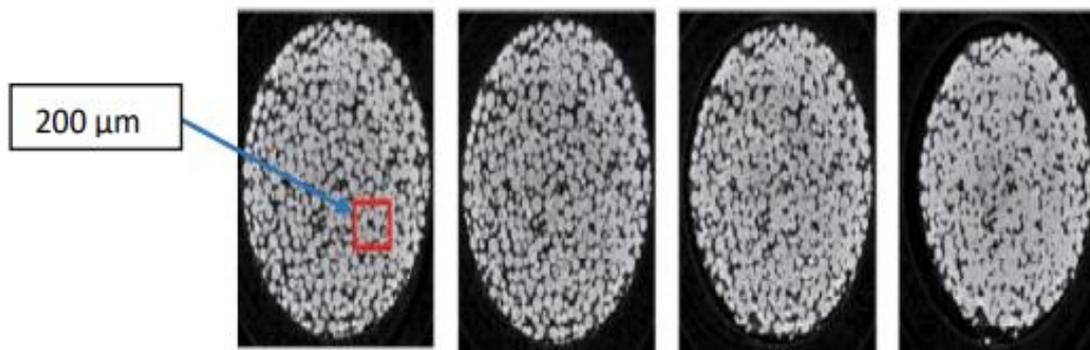


Figure II.7 : Évolution de la croissance des ponts durant le frittage [28].

La densification des particules de poudre se produit lors du processus de frittage, qui entraîne une réduction du nombre de vides entre les particules. Bien que le volume et la masse de la poudre restent constants, le volume de porosité diminue, ce qui conduit à une augmentation de la densité globale. En même temps, une contraction dimensionnelle se produit en raison de l'élimination de la porosité à l'intérieur de l'agglomération de poudre. Cette relation peut être exprimée par la formule suivante [30] :

$$P = 1 - p \quad (\text{II.1})$$

Où P est la densité relative et p est la porosité.

Le retrait dimensionnel est défini comme la variation de longueur $\Delta L = L - L_0$ divisée par la longueur initial L_0 . Si le retrait dimensionnel est isotopique, c'est-à-dire le même dans toutes les directions, la relation entre la densité et le retrait dimensionnel est [30].

$$R = \frac{p_0}{\left(1 + \frac{\Delta L}{L_0}\right)^3} \quad (\text{II.2})$$

Où p_0 est la densité relative initiale.

II.10 Paramètres du frittage

II.10.1 Atmosphère du frittage

Le frittage peut être effectué sous différentes atmosphères et chacune d'elle influe sur la qualité du produit final [29].

Les pièces frittées sous air sont exposées à l'oxygène et à la vapeur d'eau ce qui altère considérablement les propriétés physico-chimiques des produits frittés par l'inclusion des oxydes qui sont souvent fragiles et altèrent les propriétés mécaniques. Par contre une atmosphère neutre (ex : azote ou argon) protège la composition d'une corrosion à haute température durant le frittage mais les oxydes existant avant le frittage restent dans le fritté.

II.10.2 Température et durée du frittage

La température fait augmenter rapidement la vitesse du frittage que l'on peut caractériser par la valeur du retrait. Cependant, les températures très élevées, par rapport à la température de fusion, ne sont pas toujours utilisées car elles provoquent des déformations des pièces par fluage.

La durée de l'opération de frittage comprend la montée et le maintien en température ainsi que le refroidissement. La montée en température est assez lente pour permettre l'évacuation du lubrifiant puis un maintien à la température maximale tel que la durée de parcours dans le four est de 2 à 4 h.

La durée du processus de frittage représente le temps nécessaire pour atteindre une densification complète du matériau. Elle dépend de plusieurs paramètres, mais elle est dominée par la fraction volumique du liquide et de la température de frittage [29].

II.11 Différents type du frittage

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

D'un point de vue physico-chimique, on distingue deux types de frittage : frittage en phase solide et frittage en phase liquide.

Si le matériau après frittage a la même composition chimique que la poudre initiale, on parle de frittage non réactif. Dans certains cas, la poudre initiale peut être composée d'un mélange de deux (ou plusieurs) composés chimiques ; le traitement thermique permet de former un

nouveau composé chimique et de densifier ce nouveau matériau ; on parle alors de frittage réactif. La figure (I.8), présente les différents types de frittage [29].

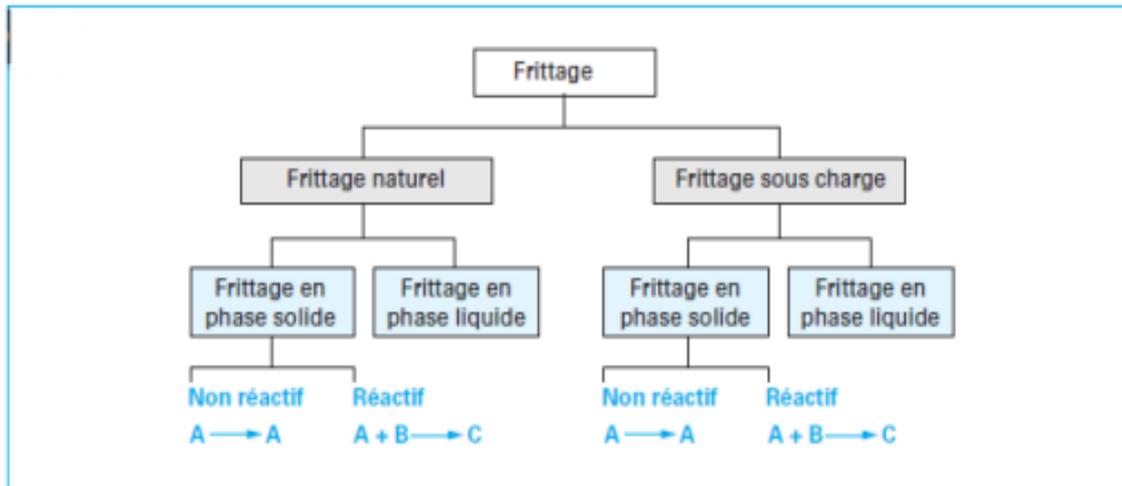


Figure I.8 : Les différents types de frittage [29].

II.11.1 Frittage en phase solide

Le traitement se déroule à des températures où tous les composants de la poudre restent à l'état solide. La consolidation est réalisée par le grossissement des contacts entre les particules par diffusion de matière. Comme le système tend à évoluer vers un état de moindre énergie, les interfaces le plus énergétiques comme les interfaces solide – gaz se réduisent au bénéfice des interfaces moins énergétiques de type solide – solide. A l'équilibre thermodynamique, le système se réduirait à une seule particule sphérique et monocristalline, comme on le montre pour deux sphères en contact sur la figure (II.9) [28].

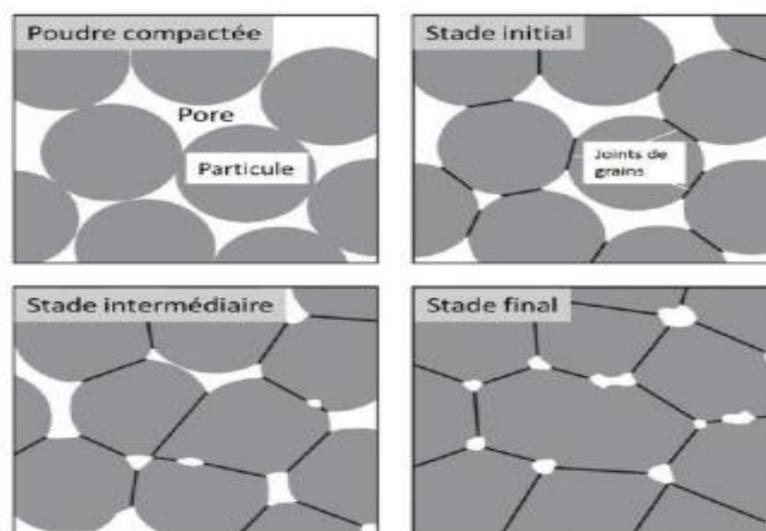


Figure II.9 : Représentation graphique des différents stades du frittage en phase solide en partant d'une poudre compactée avec des particules sphériques de même taille. [28].

Localement, la force qui entraîne le système à éliminer la porosité entre les particules de poudres pour diminuer son énergie totale est la courbure des surfaces. L'équation de Laplace (II.3) donne l'énergie libre associée à une surface courbée [30] :

$$\Delta G = Y \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \quad (\text{II.3})$$

Où ΔG est l'énergie libre de Gibbs, Y est l'énergie de surface et R_1 et R_2 sont les rayons de courbure dans les deux plans perpendiculaires.

II.11.2 Frittage en phase liquide

Dans ce procédé de frittage l'un des constituants du mélange de poudres passe en phase liquide. La propriété de mouillage de la phase solide par la phase liquide est importante pour réaliser le frittage [28]. La densification durant le frittage en phase liquide se déroule en 3 étapes :

- Le stade initial : réarrangement des particules.
- Le stade intermédiaire : dissolution-précipitation.
- Le stade final : frittage du squelette solide

Une fois que la phase de plus bas point de fusion devient liquide, l'étape de réarrangement de grains est activée. Ensuite il y a un ajustement de forme des grains qui conduit à une élimination de pores importante. Finalement pendant la dernière étape une croissance microstructurale est observée, au cours de laquelle la taille moyenne des grains et des pores augmente continuellement [28].

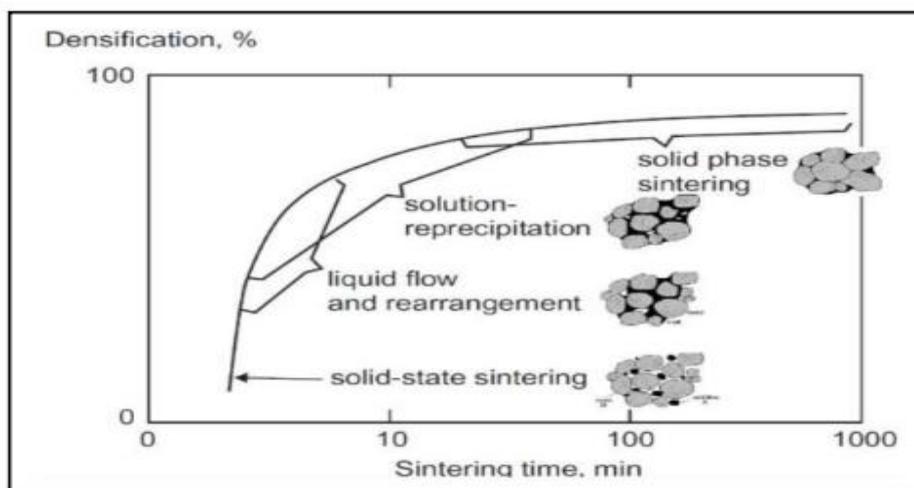


Figure II.10 Trois principaux stades du frittage en phase liquide : réarrangement, dissolution précipitation et frittage de squelette solide [28].

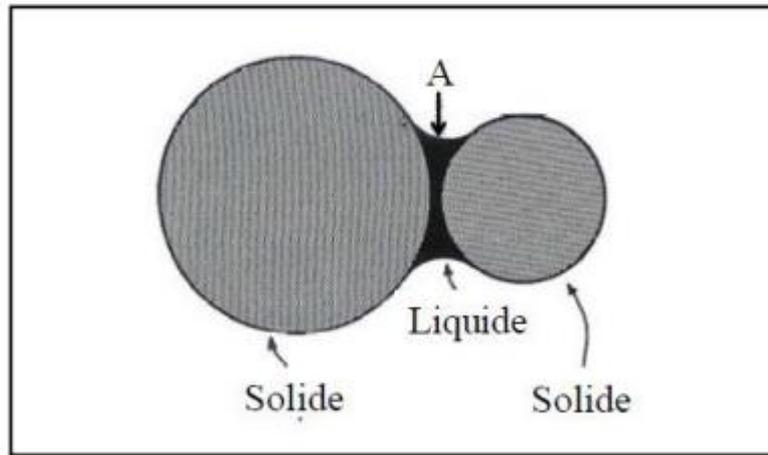


Figure II.11 : Représentation schématique d'un ménisque liquide Formé entre deux grains [31].

II.12 Les avantages du frittage

II.12.1 Les avantages économiques

Les pièces frittées revendiquent deux avantages principaux :

- La diminution des coûts de matière première : La métallurgie des poudres permet de remplacer le cycle complexe d'élaboration de pièces usinées, (demi-produit, ébauches, gamme d'usinage) par une gamme simple (élaboration de la poudre métallique, compression, frittage) sans perte notable de matière.
- La réduction très importante des investissements : Le fait que la production de pièces mécaniques frittées peut être sous-traitée à des entreprises disposant des équipements nécessaires permet de réduire considérablement les investissements tant en machine outils d'usinage qu'en locaux industriels. Précisons également que cette industrie est non polluante. Aucun stade de la fabrication, il n'y a d'émission de fumées ou de produits nocifs

II.12.2 Les avantages techniques

La métallurgie des poudres offre plusieurs avantages pour la réalisation de pièces mécaniques, notamment des avantages techniques comme :

- Des tolérances semblables à celle des pièces usinées, une précision bien meilleure pour les dimensions situées dans des plans perpendiculaires au sens de compression.
- L'obtention de formes complexes sans répercussion sensible sur les coûts.
- La réalisation de formes et de profils irréalisables industriellement par d'autres méthodes.

- Une très bonne reproductibilité quelle que soit la série.
- Une très bonne résistance à l'usure, un faible coefficient de frottement, un bon état de surface, et leur corollaire : une réduction du temps de rodage.
- Une possibilité de lubrification à vie.

En conclusion on remarque que les pièces mécaniques frittées permettent une réduction pouvant atteindre 50 % sur les prix de revient par rapport aux autres modes d'élaboration.

II.13 Les stades du frittage

Selon la forme de la porosité, le frittage a été divisé en trois stades, la croissance des ponts, la diminution de la porosité et les contacts ponctuels.

Les trois stades du frittage montrés sur la figure (II.12). Le premier stade du frittage correspond à la formation et la croissance des cous entre les particules. Au cours du deuxième stade il existe un réseau de pores interconnectés de forme à peu près cylindrique dont le volume se réduit progressivement. Finalement, durant le troisième stade, les pores sphériques et isolés sont éliminés [28].

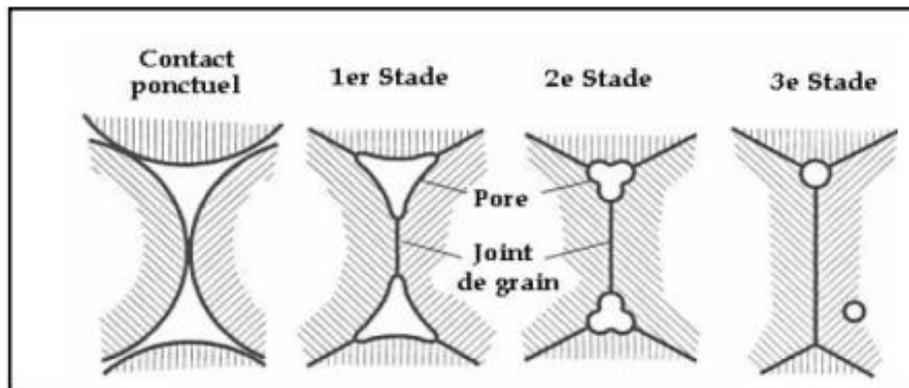


Figure II.12 : Évolution de la forme du pore durant le frittage et schématisation des 3 stades de frittage [32].

II.14 La diffraction des rayon X

II.14.1 Principe général de DRX et loi de Bragg

Les rayons X, comme toutes les ondes électromagnétiques, provoquent un déplacement du nuage électronique par rapport au noyau dans les atomes, ces oscillations induites provoquent une réémission d'ondes électromagnétiques de même fréquence ; ce phénomène est appelé diffusion cohérente ou dite de Rayleigh.

La diffraction des rayons X est une méthode universellement utilisée pour identifier la nature et la structure cristalline d'un matériau cristallin ou semi-cristallin. Cette méthode permet

d'obtenir des informations à l'échelle de l'atome. En effet, elle résulte de l'interaction d'une onde électromagnétique, avec le milieu périodique de la matière cristallisée.

Cette méthode permet une analyse qualitative et quantitative. Elle permet de déterminer la nature de chaque phase cristalline au sein d'un échantillon mais aussi de remonter à la structure du système analysé (paramètres de maille, positions atomique). Les positions et les intensités des raies de diffraction de la plupart des matériaux ont été étudié et son répertoriés dans des bases de données. La composition d'un diffractomètre expérimentales avec ces données permet de retrouver la nature de chaque phase constitutive de l'échantillon.

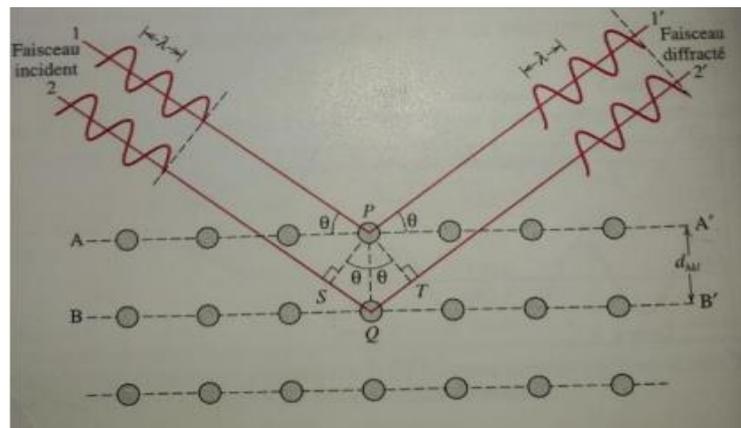


Figure II.13 : Diffraction de rayons X par les plans (A-A et B-B).

La figure (III.13), contient deux plans parallèles A-A et B-B qui ont les mêmes indices de Miller, h, k et l, et qui sont séparés par l'espace inter planaire d_{hkl} . Un faisceau de rayon X parallèle, de longueur d'onde λ , avec un angle d'incidence θ . Deux rayons, 1 et 2, de ce faisceau sont dispersés par les atomes p et q. l'interface positive des rayons dispersés 1' et 2' se produit également à un angle θ par rapport aux plans, lorsque la différence entre les longueurs des parcours de 1-p-1' et de 2-q-2' représente un nombre entier, n, de longueurs d'onde. L'équation (II.4) est connue sous le nom de loi de Bragg.

$$2 d_{hkl} \sin \theta = n \lambda \quad (\text{II.4})$$

La figure (III.14) présente le schéma de montage Bragg-Brentano. Le rayonnement incident est monochromatique. La source S est linéaire et perpendiculaire au plan d'incidence. L'échantillon (E) est tel que son plan de référence passe par l'axe du diffractomètre. La fenêtre F du compteur se déplace également sur le cercle (C), à une vitesse angulaire double 2ω . On réalise ainsi un balayage $(\theta, 2\theta)$.

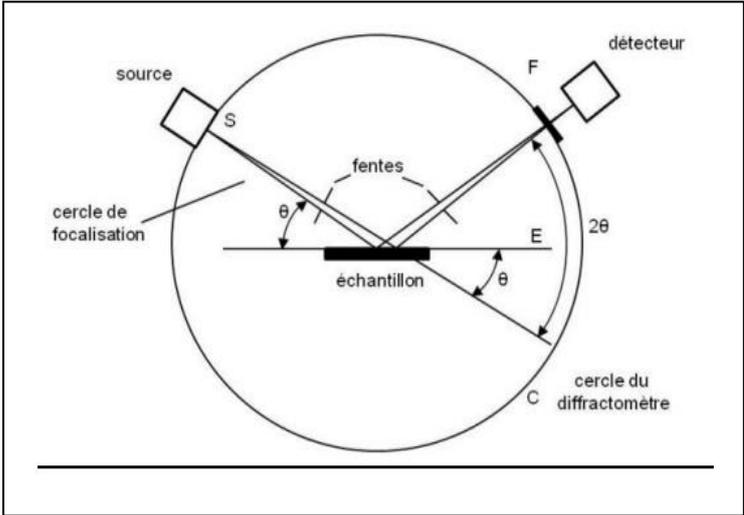
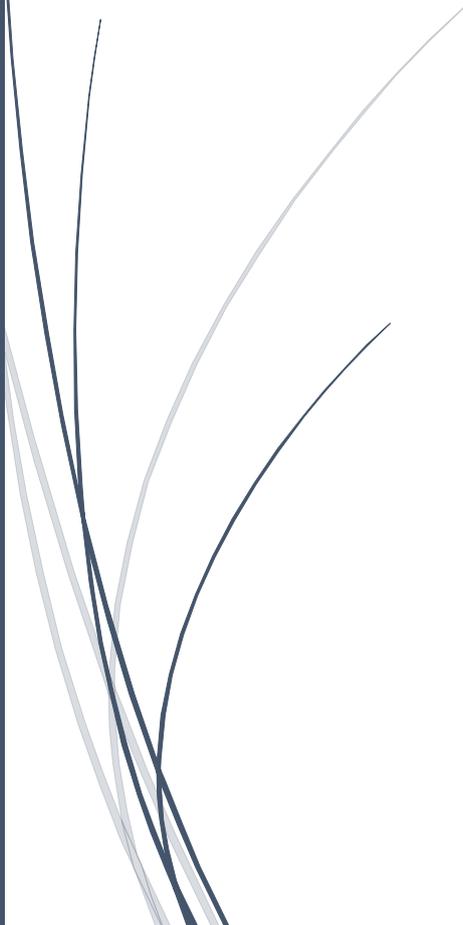


Figure III.14 : Principe du diffractomètre dans la géométrie de Bragg-Brentano.



Chapitre III

Matériaux et techniques expérimentales



III.1 Introduction

Dans ce chapitre, on a présenté les matériaux étudiés, composition chimique, ainsi que les méthodes d'élaboration et les techniques expérimentales de caractérisation utilisées. A savoir la préparation des poudres, l'élaboration des pastilles, les traitements thermiques du frittage. Suivi l'étude métallographique, l'observation microscopique, la diffraction des rayons X, le profil de la rugosité, enfin nous terminons avec les tests micro-dureté et les pertes de masse en corrosion.

III.2 Matériaux Utilisés

Dans le cadre de ce travail, on va procéder à la caractérisation de plusieurs composants, notamment la poudre de carbure de tungstène (WC), de cobalt (Co), de carbure de titane (TiC) et l'alliage de molybdène-manganèse (Mo-Mn) voir la figure (III.2). On va décrire également les différentes techniques employées pour fabriquer trois types de carbures cémentés, en lien avec ce projet.



Figure III.1: Les poudres pure.

III.3 Préparation des échantillons

Pour la partie expérimentale on commence par la préparation des poudres nécessaire pour l'élaboration des pastilles. Pour cela, on a suivi les étapes suivantes :

Nous avons utilisé les quatre compositions de mélanges WC, TiC, Co et (Mo-Mn) pour l'élaboration des pastilles. Pour cela, nous avons procédé d'abord par la pesée des quantités de poudres nécessaires à l'aide d'une balance analytique (voir la figure III.2), avant de passer au malaxage.



Figure III.2 : Balance analytique.

Comme première composition nous avons procédé au mélange de WC-13%Co, pour Le deuxième mélange il s'agit de combiné (WC-13%Co-10%(Mo-Mn)). Enfin, le troisième alliage comprend un mélange de poudre de carbure de tungstène, de cobalt et de carbure de titane (WC-13%Co-10% TiC).

III.3.1 Composition chimique

On a préparé trois types d'alliages à base de WC, à savoir WC-Co, WC-TiC-Co et WC-Co-(Mo-Mn) dont les compositions chimiques sont regroupées dans le tableau suivant :

Tableau III.1 : les compositions chimiques.

Les éléments	Le première mélange		Le deuxième mélange			Le troisième mélange		
	WC	Co	WC	TiC	Co	WC	Mo-Mn	Co
La masse (g)	7.2	1.08	6.38	0.82	1.08	6.83	0.82	1.08
La composition massique (%)	86.95	13.05	77.05	9.90	13.05	77.05	9.90	13.05
La composition atomique (%)	50.27	49.73	33.33	33.32	33.35	33.33	33.32	33.35

III.3.2 Malaxage

Après la pesée et la préparation des mélanges, on passe à l'étape de malaxage pour cela, nous avons suivi la procédure suivante (figure III.3) :

**Figure III.3:** Malaxeur.

III.3.3 Compaction isostatique à froid

Après avoir réussi la préparation des différents mélanges, on passe à la première étape d'élaboration des pastilles par compaction isostatique à froid.

La réussite de l'élaboration des pastilles dépend de certains paramètres tel que, la pression, le diamètre du moule et la nature chimique des alliages utilisés.

Pour ce travail, on a utilisé une presse hydraulique au niveau de laboratoire Centre d'Analyse Physico-Chimique CRAPC (voir la figure III.4).

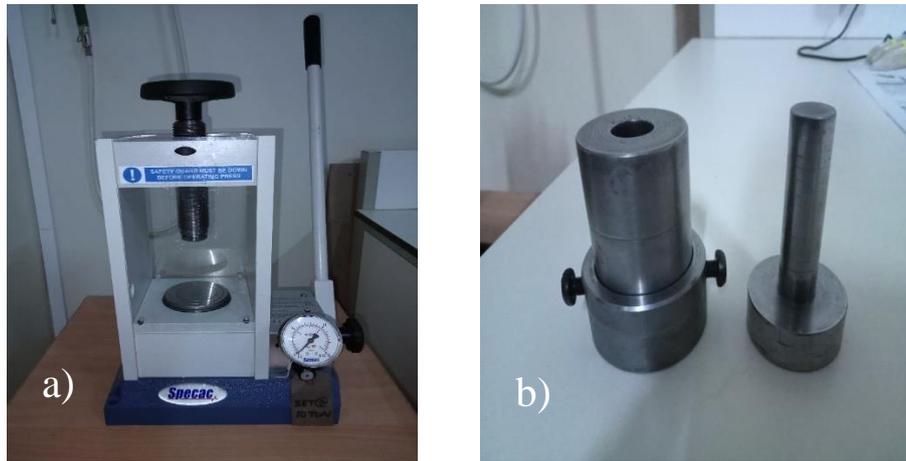


Figure III.4: a) La presse utilisée pour l'élaboration des pastilles.
b) Le moule utilisé.

La masse des poudres et du moule utilisés nous ont permis d'obtenir des pastilles d'épaisseur $h=3\text{mm}$ et du diamètre $d=15\text{mm}$, en utilisant une pression $P=12\text{ Tonnes}$ (117.68 KN). Comme s'est illustrée dans la figure (III.5).



Figure III.5: Représentation des pastilles des trois mélanges utilisés, (WC-13%Co, WC-10%TiC-13%Co, WC-13%Co-10%(Mo-Mn).

III.4 Frittage

Le traitement thermique d'un matériau est un procédé industriel utilisé pour modifier les propriétés physiques, mécaniques et parfois chimiques de ce dernier.

Pour le frittage de nos pastilles on a utilisé le four tubulaire du frittage fabriqué au laboratoire SDM du département de Génie mécanique (Université Mouloud MAMMARI de Tizi-Ouzou). La figure (III.6), montre le schéma du four de frittage, qui permet de réaliser des cycles de traitement thermique jusqu'à 1400°C sous atmosphère contrôlée (vide, gaz neutre ou air).

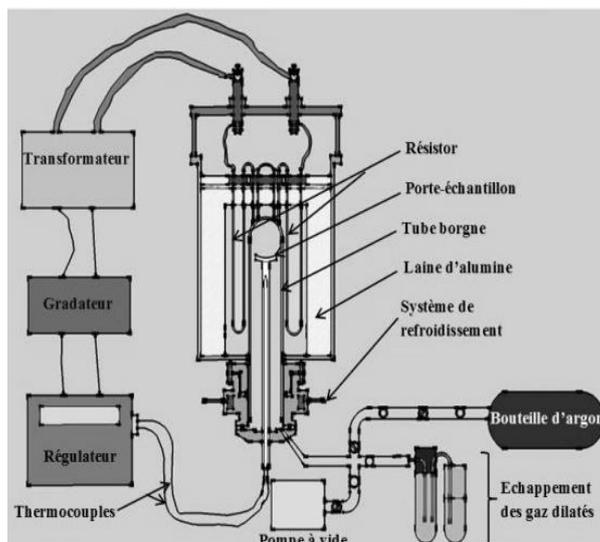


Figure III.6 : Schéma du four de frittage.

L'opération de frittage est menée en procédant comme suit :

- ✓ On met la pastille sur le porte échantillon.
- ✓ On met en action la pompe à eau pour lancer le système de refroidissement.
- ✓ On met en marche la pompe à vide pour faire le vide (en continu) dans le four.
- ✓ On saisit les données du cycle thermique sur le régulateur (température de frittage, vitesse de chauffe, durée de frittage et vitesse de refroidissement) puis on lance le programme.

Dans notre travail, on a effectué des traitements thermiques de frittage en fonction du temps de maintien isotherme et de la température de chauffage avec une vitesse de chauffage de 15°C/min.

Tableau III.2 : Représente les différentes températures utilisées

	Les composantes	Température de frittage °C	Le temps de maintien (heur)	Le refroidissement
Test 1	WC-Co	1150 °C	1 h	Dans le four
Test 2	WC-Co-TiC	1220 °C	2 h	Dans le four
Test 3	WC-Co-(Mo-Mn)	1100 °C	1 h	Dans le four

Selon le cycle de traitement thermique ci-dessous (figure III.7).

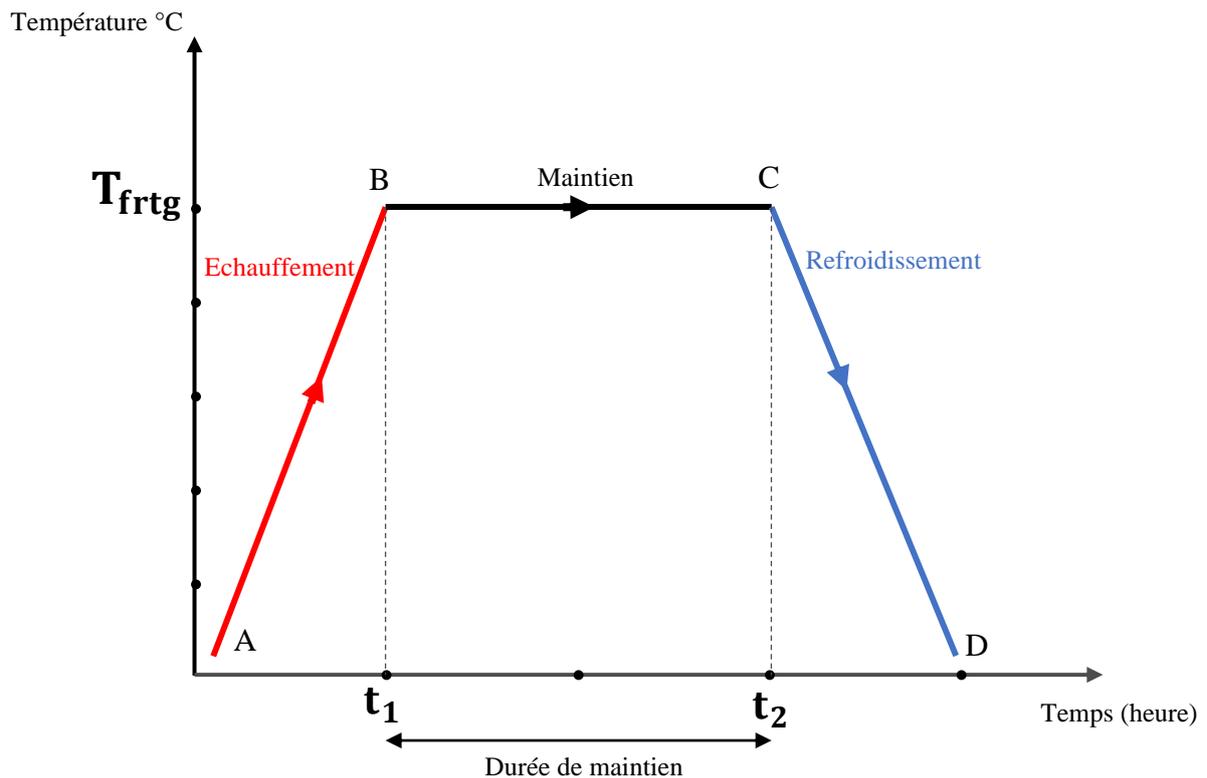


Figure III.7 : Cycle de traitement thermique (Frittage).

Avec :

AB : l'échauffement à des températures de frittage.

BC : maintien à une température définie.

CD : Refroidissement avec une vitesse donnée. (Lente dans le four, vide, gaz neutre ou air).

III.5 Polissage

Afin d'observer nos pastilles au microscope, il est indispensable d'effectuer un polissage. La surface à examiner doit être plane et exempte de toute rayure qui pourrait entraver cette observation.

Pour cela, on a utilisé une polisseuse dont les disques supportent des papiers abrasifs. On a utilisé la série de papier SiC de granulométries 800, 1000, 1200 et 2000.

Le polissage s'effectue sous arrosage d'eau, afin d'éviter l'échauffement de nos échantillons. L'échantillon subit à chaque fois une rotation de 90 degrés afin de croiser à chaque fois les rayures produites par le papier précédent.



Figure III.8 : Polisseuse de marque METASERV 2000.

Le polissage de finition consiste à frotter les pastilles sur un feutre humidifié sur lequel on dépose une pate diamantée de granulométrie de 1 micron.



Figure III.9 : a) Polisseuse de finition, b) Pate diamantée utilisé.

III.6 Microscope Optique (MO)

L'observation de la microstructure a été réalisé à l'aide d'un microscopie métallographique doté d'une caméra reliée à un ordinateur permettant d'enregistrer directement les micrographies et les traiter en utilisant un logiciel approprié, La pastille est posée sur la platine avec une orientation vers l'objectif qui va focaliser un faisceau lumineux sur la zone à examiner. La lumière est réfléchié par la surface du métal puis transmise à travers l'objectif pour être déviée vers l'oculaire par un miroir semi transparent. Il est possible de changer l'objectif afin de varier le grandissement de 40 à 400 fois.



Figure III.10 : Microscope Optique.

Le but principal de l'examen métallographique est de mettre en évidence la structure des pastilles et des différentes inclusions susceptibles d'apparaître, par une observation au microscope optique. À partir de cette méthode, il est possible de déterminer différents éléments tels que la taille et la forme des cristallites, la répartition des phases et même la direction des lignes de glissement, dans le cas d'un échantillon déformé.

L'observation simple d'un objet métallique ne donne pas de renseignement particulier hormis l'état de surface (aspérités, fissures). Pour avoir des informations sur la microstructure, il faut en général une soignée préparation.

III.7 Essai de micro-dureté

La dureté caractérise la résistance qu'un matériau oppose à la pénétration d'un corps dur.

L'essai de micro-dureté est effectué à l'échelle microscopique sur les différentes phases de l'échantillon. Le micro-duromètre utilisé est semi-automatique de type ZWICK ZHV10 constitué d'un microscope permettant d'avoir une image agrandie à 20 fois et d'un système d'indentation. Le pénétrateur utilisé est en diamant de forme pyramidale à base carrée en diamant d'angle au sommet 136° (Vickers).

$$HV = 1854.4 \frac{p}{d^2} \quad (\text{III.1})$$

Après avoir fixé les paramètres dans le programme (valeur de la charge 200g), la phase à indenter est localisée par le système de microscopie puis positionnée au niveau du point d'indentation. La charge est appliquée graduellement par un micromoteur en appuyant sur

START. Le pénétrateur est alors enforcé pendant 10 à 15 secondes dans la phase laissant après son retrait une empreinte mesurable (les deux diagonales) par déplacement de deux droites. L'appareil affiche les mesures effectuées et le programme calcule alors la valeur de la micro-dureté correspondante.

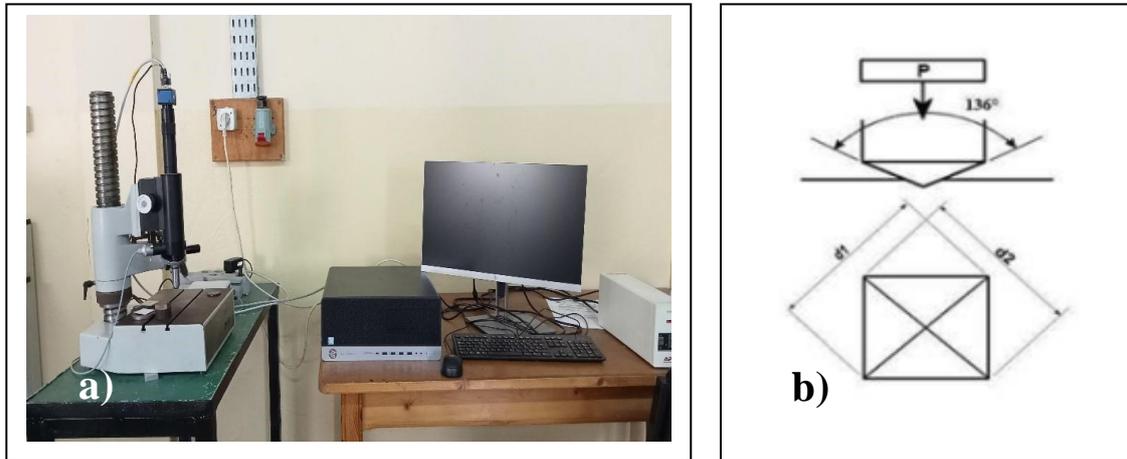


Figure III.11 : a) Machine micro-duromètre Vickers de marque ZWICK / ZHV 10.

b) Principe de l'indentation Vickers.

III.8 Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

Dans notre travail l'enregistrement des spectres ont été effectuée à l'aide d'un diffractomètre de type Panalytical X'pert Pro (figure III.12). Selon les conditions suivantes :

- Une source de rayon X est produite par une anticathode cuivre Cu et avec une longueur d'onde de $\lambda_{Cu}=1,5418\text{\AA}$, et qui est séparé à l'aide d'un monochromateur alimentée par une génératrice de tension 45KV et un courant de 40 mA.
- L'échantillon est placé sur porte échantillon de massif.
- Les spectres de DRX des échantillons ont été enregistrés pour 2θ compris entre 07° à 120° avec un pas de $0,01^\circ$.
- Le dépouillement des spectres de DRX est fait en utilisant des fiches ASTM, via le logiciel High Score Plus.



Figure III.12 : Un diffractomètre de type Panalytical X'pert Pro.

III.9 Profile de la rugosité

La rugosité (R_a) est la représentation des motifs géométriques élémentaires à caractère répétitif. Ces motifs correspondent, généralement, aux traces d'outils générées par l'usinage. La mesure de rugosité permet de quantifier la grandeur des écarts géométriques par rapport à la surface théorique. Les paramètres d'état de surface sont obtenus au moyen d'appareils dont le plus utilisé est le rugosimètre à palpeur, ou profilomètre, qui délivre, à partir de l'exploration suivant une ligne de contact une valeur moyenne des écarts géométriques compris entre 2 et 500 à 800 microns [34].

Les expériences de la rugosité ont été réalisées sur des différents échantillons dans le but d'avoir une idée sur l'état de surface des pastilles après le frittage. L'appareil utilise pour cet effet est un rugosimètre de type DEKTAK 150, figure (III.13), c'est un appareil électrique qui traite, selon de modalité précisée dans cette norme, les signaux électriques transmis par un capteur explorant mécaniquement la surface de l'échantillon, l'usage d'enregistreur reproduisant les signaux issus du capteur, procurer éventuellement une information supplémentaire. Nous avons pris les paramètres suivants :

- Résolution : $0.111 \mu\text{m/s}$
- Rayon de la tête diamantée : $12,5 \mu\text{m}$
- La force appliquée : $3,00 \text{ mg}$
- Durée de teste pour chaque surface : 60 secondes
- Pas : $524 \mu\text{m}$

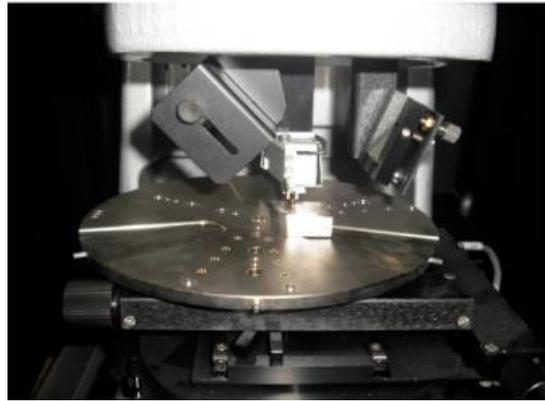


Figure III.13 : Rugosimètre utilisé pour étudier l'état de la surface.

III.9.1 Définition de paramètre Ra de rugosité étudié

Le paramètre Ra est la moyenne arithmétique des valeurs absolues de toutes les ordonnées du profil de rugosité à l'intérieur d'une longueur d'évaluation. La définition du paramètre Ra est donnée par la relation suivante :

$$Ra = \frac{1}{L} \int_0^L |Z(x)| dx \quad (\text{III.2})$$

Avec

L : Longueur d'évaluation

Z(x) : Hauteur du profil évalué dans une position quelconque de x.

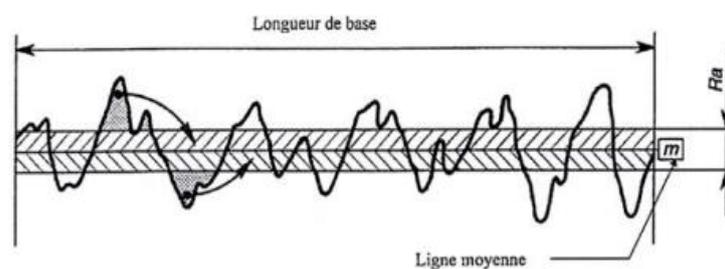


Figure III.14 : Schéma explicatif des paramètres de mesure pris en compte lors d'un essai de rugosité.

III.10 Tests de corrosion

Concernant les tests de corrosion nous avons procédé par des émersions de nos pastilles dans une solution à base d'acide nitrique (HNO_3) d'une concentration de 0.5mol/L, concentré a 65% (pureté) a $\text{pH} = 0.5$ avec une conductivité électrique de 175 s/cm, dans d'eau distillée. L'acide nitrique est couramment utilisé pour simuler la corrosion de nombreux processus industriels et expérience de laboratoire.

Pour notre travail, la solution a été préparé dans un flacon en verre propre, résistant à l'acide nitrique pour contenir la solution du volume ($V = 250\text{ml}$), après l'émerison des pastilles nous avons procédé à des mesures de perte de masse, chaque 24h. Voir la figure (III.15).

Tableau III.3 : Les mesures qu'on a obtenues.

	La masse (m_0)	PH (μm)	CE (s/cm)
Echantillons (1) WC-13%Co	4.478 g	0.5	175
Echantillons (2) WC-13%Co-10% TiC	5.217 g	0.5	175
Echantillons (3) WC-13%Co-10%(Mo-Mn)	7.803 g	0.5	175

La figure (III.15), représente la solution utilisée pour nos échantillons. (1) WC-13%Co, (2) WC-13%Co-10%TiC, (3) WC-13%Co-10%(Mo-Mn).

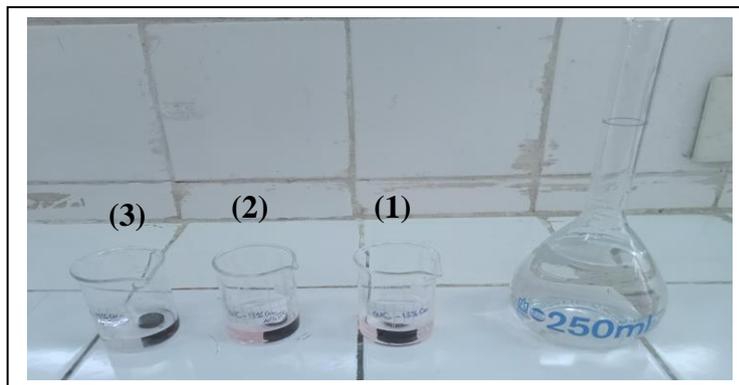


Figure III.15 : La solution utilisée.



Chapitre IV

Résultats et Discussions



IV.1 Introduction

Dans ce dernier chapitre, on va présenter les résultats expérimentaux correspondant aux différentes techniques de caractérisation utilisées et leurs discussions.

IV.2 Traitement Thermique

Après avoir effectué un traitement thermique des différents pastilles (échantillons), on a obtenu les courbe caractérisation de ses derniers $f(t) = T(^{\circ}\text{C})$. La figure (IV.1). Représente les courbes de traitement thermique des échantillons (WC-13%Co, WC-13%Co-10%TiC, WC-13%Co-10%(Mo-Mn)), La figure (IV.2), représente les trois échantillons après le frittage (traitement thermique).

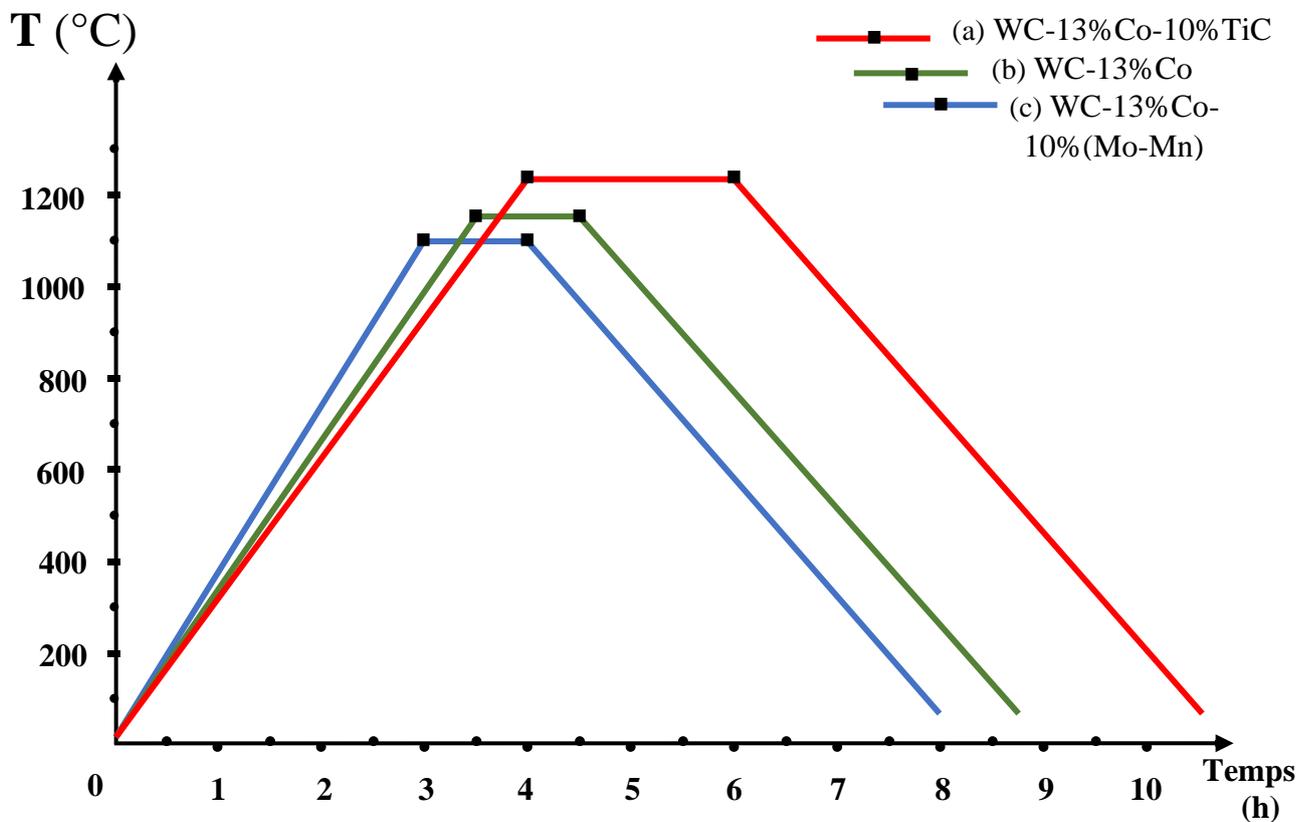


Figure IV.1 : Les courbes de traitement thermique pour trois les échantillons à des températures. a) 1100°C, b) 1150°C, c) 1220°C

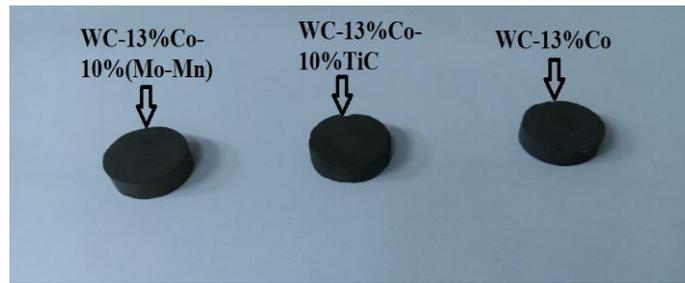


Figure IV.2 : Les échantillons après le traitement thermique par le frittage.

IV.3 Observation microscopique

Les différentes morphologies sur les surfaces transversales observées par un microscope optique au niveau du substrat sont illustrées par les figures ci-dessous.

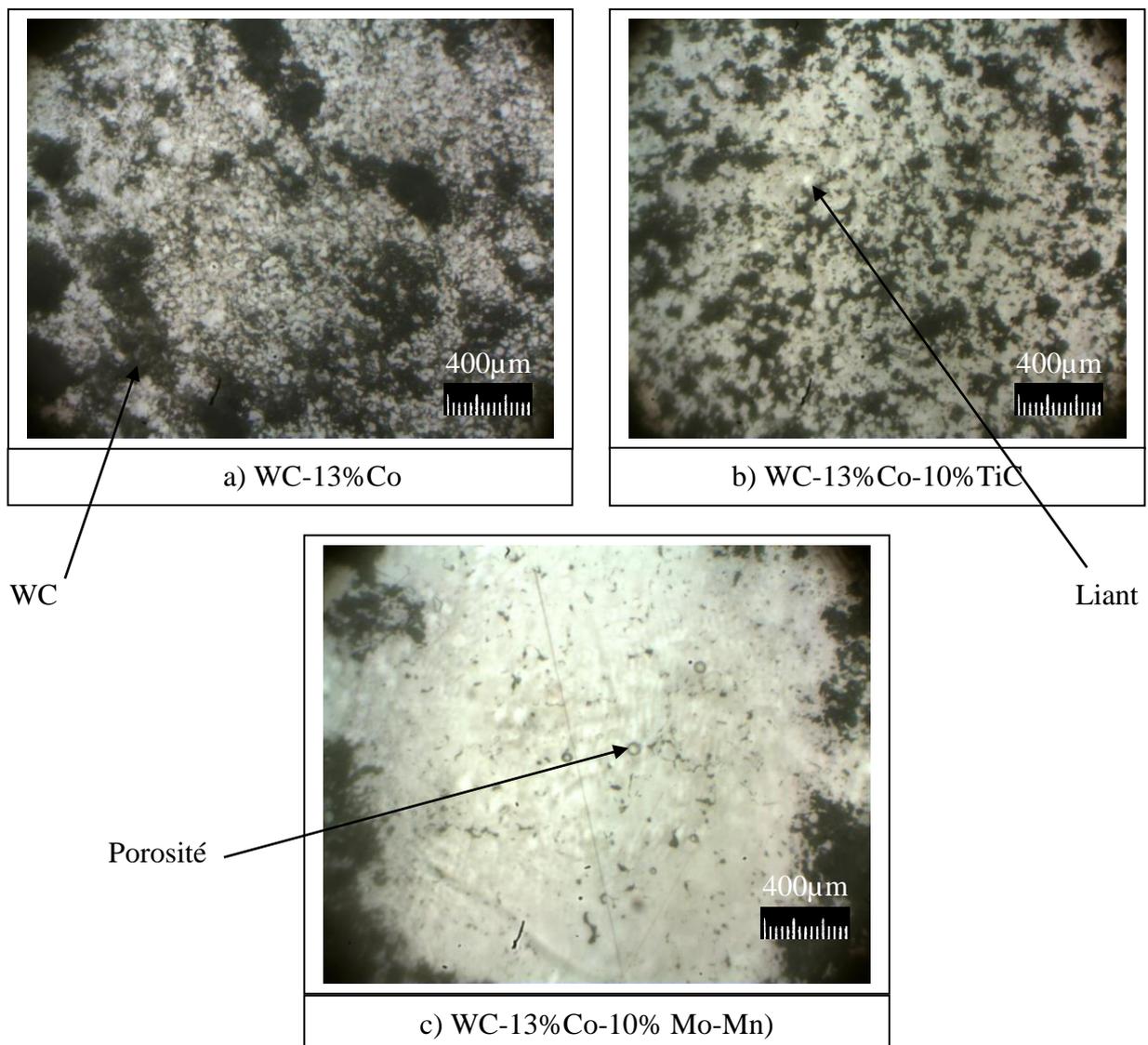


Figure IV.3 : Structures métallographiques pour les trois échantillons. a) WC-13%Co après traitement à 1150°C. b) WC-13%Co-10%TiC après traitement à 1220°C. c) WC-13%Co-10% (Mo-Mn) après traitement à 1100°C.

La morphologie de notre échantillon a été observée à l'aide d'un microscope optique, équipé d'une caméra CCD avec différents objectifs de grossissements. La figure IV.3, nous montre la microstructure de l'échantillons (WC-13%Co, WC-13%Co-10%TiC, WC-13%Co-10%(Mo-Mn)) à l'état brut, après le polissage avec la pâte diamantée. On observe bien que la répartition des phases n'est pas homogène. On suppose que les zones claires représentent le liant, et les zones sombres correspondent aux particules de carbure de tungstène, en présence de petite plage qui peuvent être des pores repartis d'une manière plus en moins uniformes.

IV.4 Diffraction des Rayons X

Les figures (IV.4.5.6), représente le spectre de diffraction des échantillons après élaboration. Ce spectre nous donne l'intensité des pics en fonction de la position 2θ (l'angle de diffraction) des différentes phases constituantes de notre échantillon élaboré.

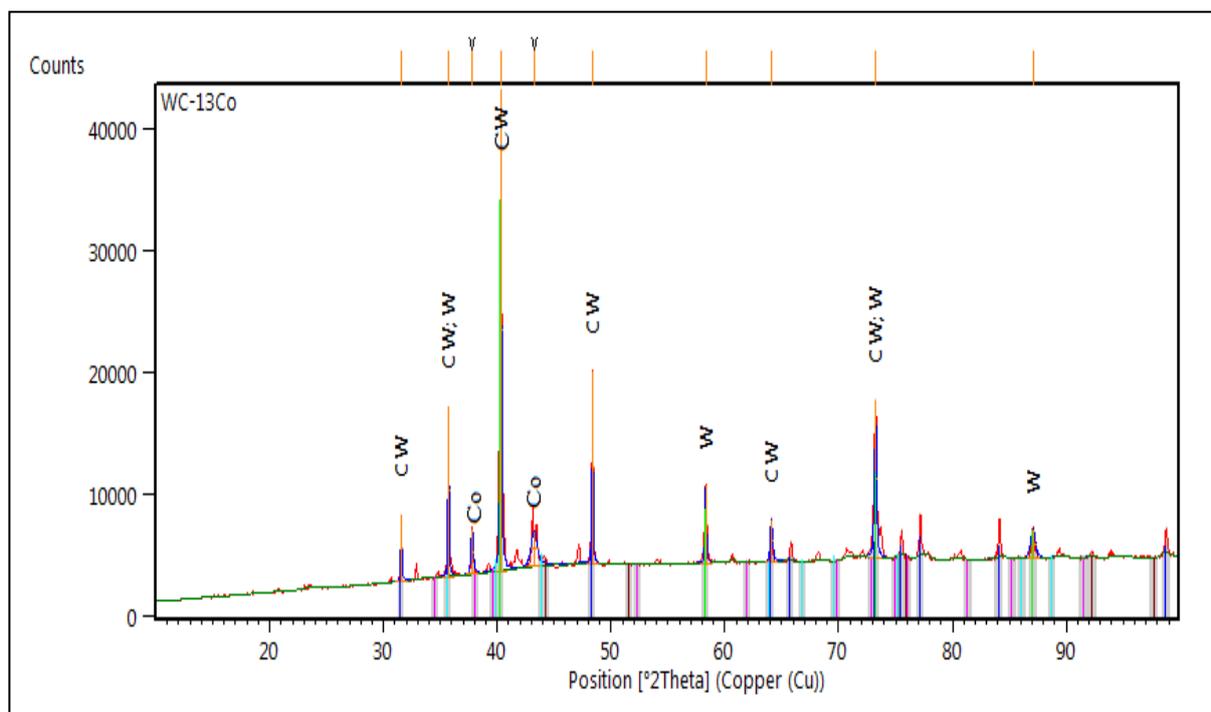


Figure IV.4 : Spectre DRX pour l'échantillon WC-13%Co.

D'après les différents spectre obtenus le pic correspondant à la plus haute intensité se trouve à $2\theta=41$ (voir la figure IV.4) pour l'alliage WC-13%Co suivi du pic de la phase Mn-Mn à $2\theta=43$ (voir la figure IV.6) de l'alliage WC-13%Co-10%(Mn-Mo). Apres nous avons aussi les deux pics successivement à $2\theta= 41$ et $2\theta=48$ (voir la figure IV.5) des phase Ti-W et WC de l'alliage WC-13%Co-10%TiC.

Cette constatation montre bien que pour les trois nuances d'alliage, le frittage à engendre la germination des phases dense de Mn-Mo, TiC et Co, dans la phase WC.

IV.5 Taille des cristallites microdéformations

Les courbes illustrés sur les figures (IV.7, IV.8, et IV.9), représente le tracé de Williamson-Hall (W-H). Ces courbes montrent l'évolution de la taille des cristallites en fonction de $\sin\theta$, et nous remarquons que pour les deux alliages WC-13%Co et WC-13%Co-10%(Mo-Mn) voir figure (IV.7.9), la taille des cristallites augmente linéairement en fonction de $\sin\theta$, par contre pour troisième composé WC-13%Co-10%TiC (voir figure IV.8) la taille des cristallites diminue linéairement avec $\sin\theta$.

Ces résultats sont cohérents avec spectre de DRX étant donné que nous avons deux pics plus intenses au niveau du composé WC-13%Co-10%TiC, cela nous donne une idée sur bonne condensation pour cet alliage.

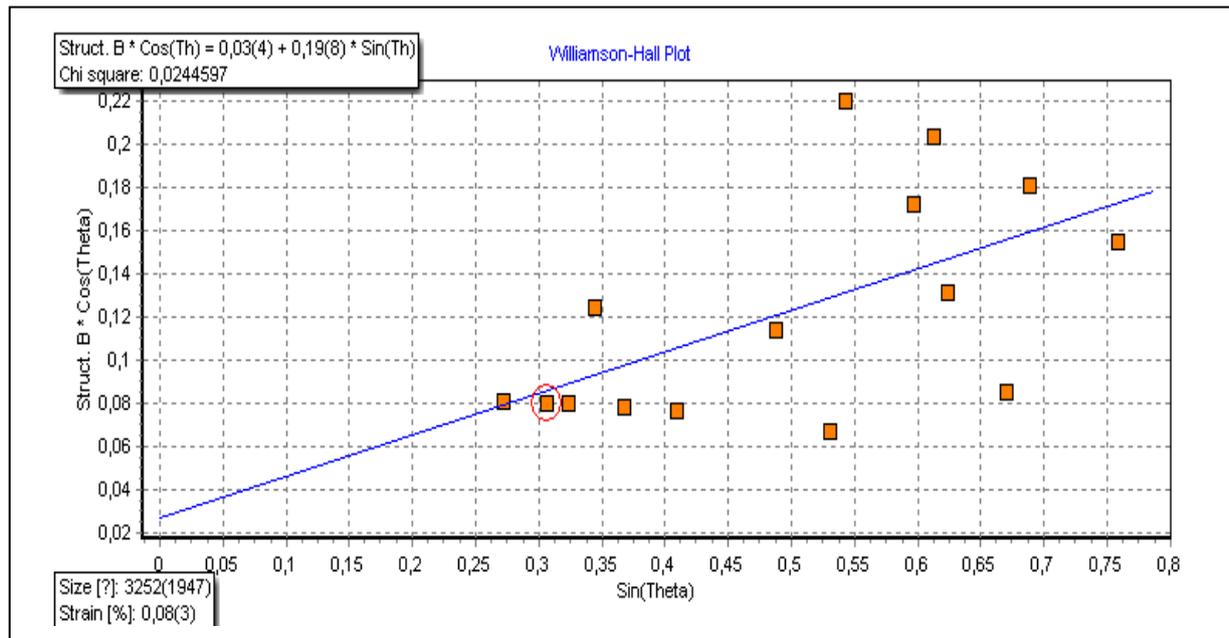


Figure IV.7 : Courbe de Williamson-Hall (W-H) pour l'échantillon WC-13%Co.

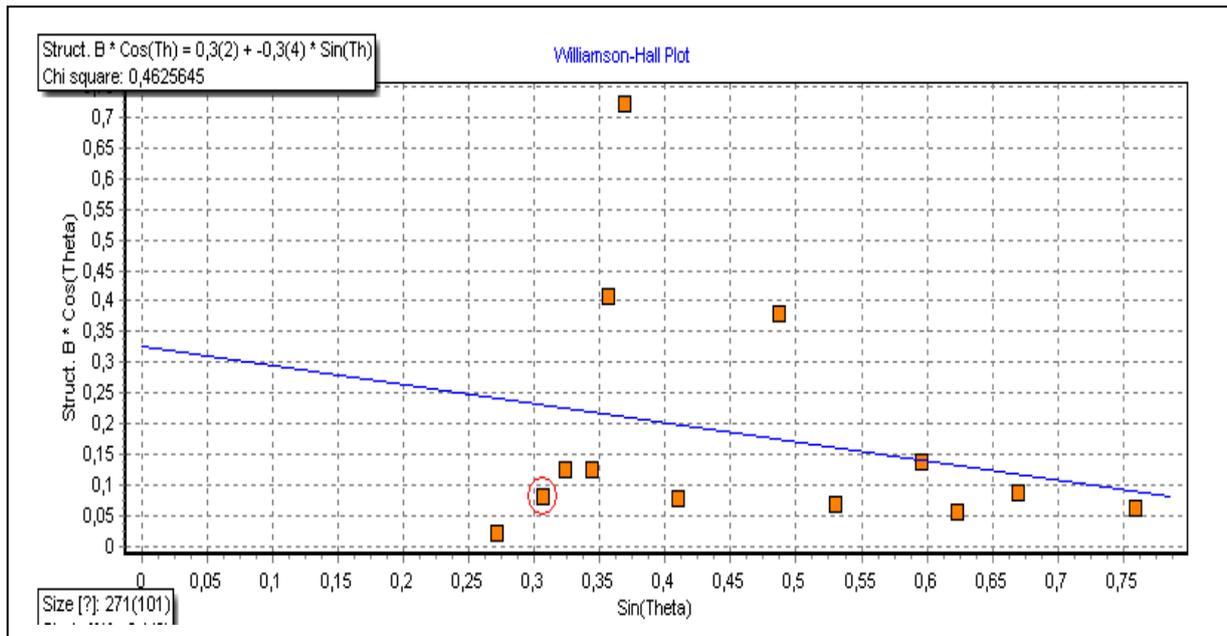


Figure IV.8 : Courbe de Williamson-Hall (W-H) pour l'échantillon WC-13%Co-10%TiC.

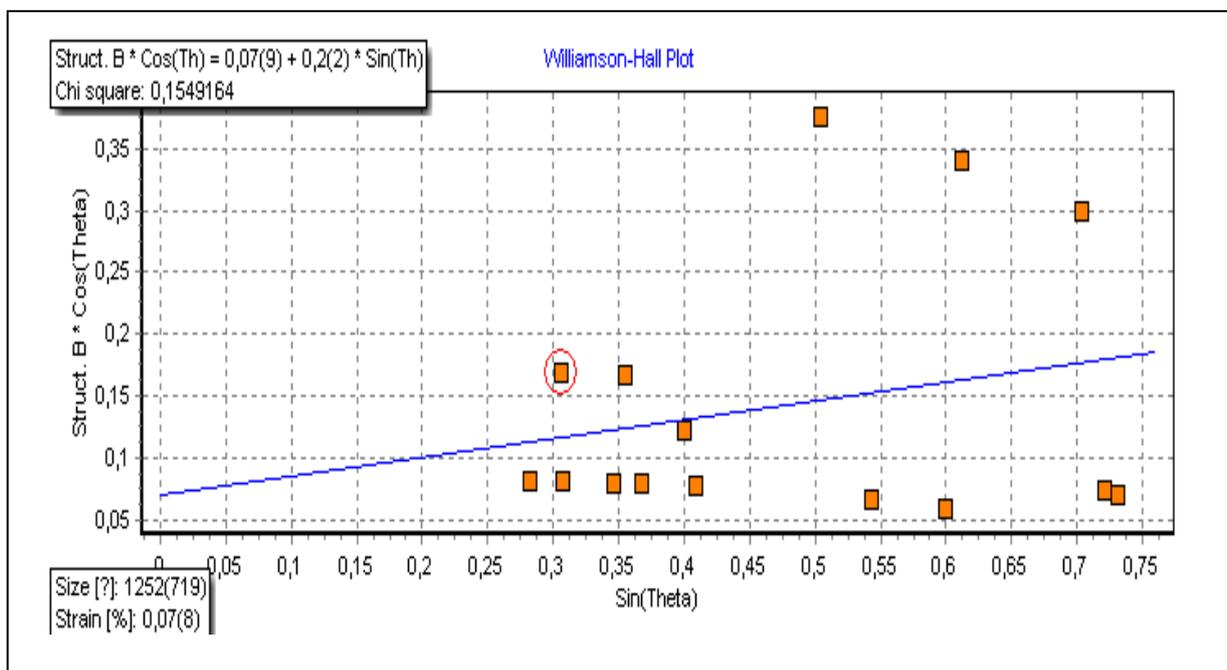


Figure IV.9 : Courbe de Williamson-Hall (W-H) pour l'échantillon WC-13%Co-10%(Mo-Mn).

IV.6 Résultats de profil de la rugosité

Afin d'obtenir les profils ci-dessous, on a recueilli les informations résultants des tests de rugosité au profilomètre, les résultats ont été obtenus avec le logiciel micro-cal Origin.

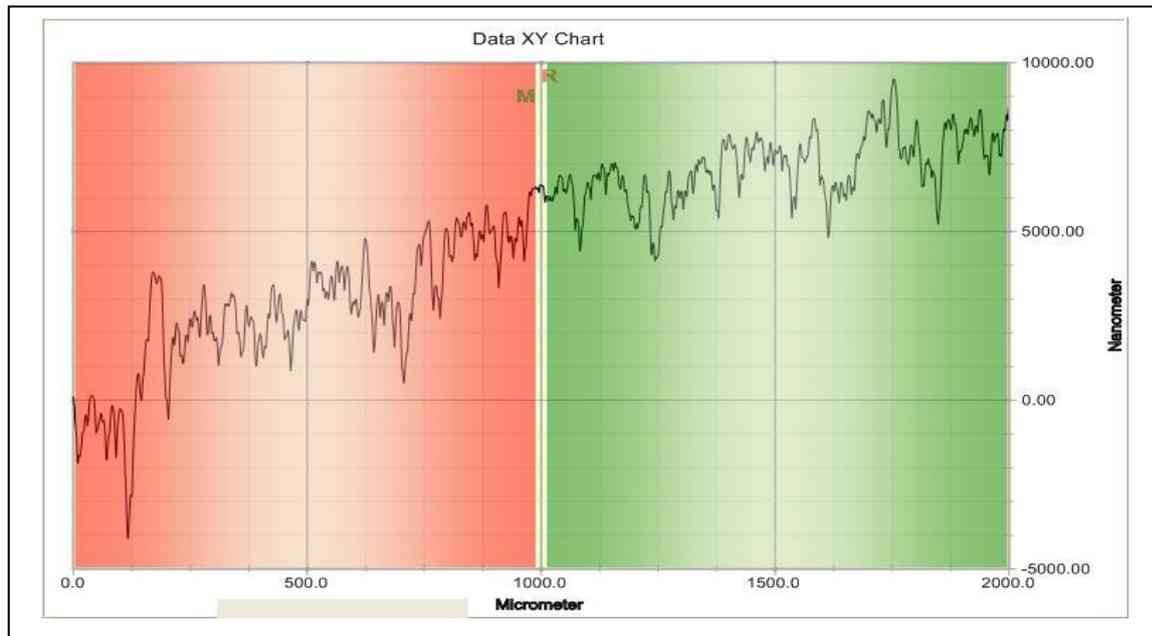


Figure IV.10 : Diagramme du profil de la rugosité (WC-13%Co).

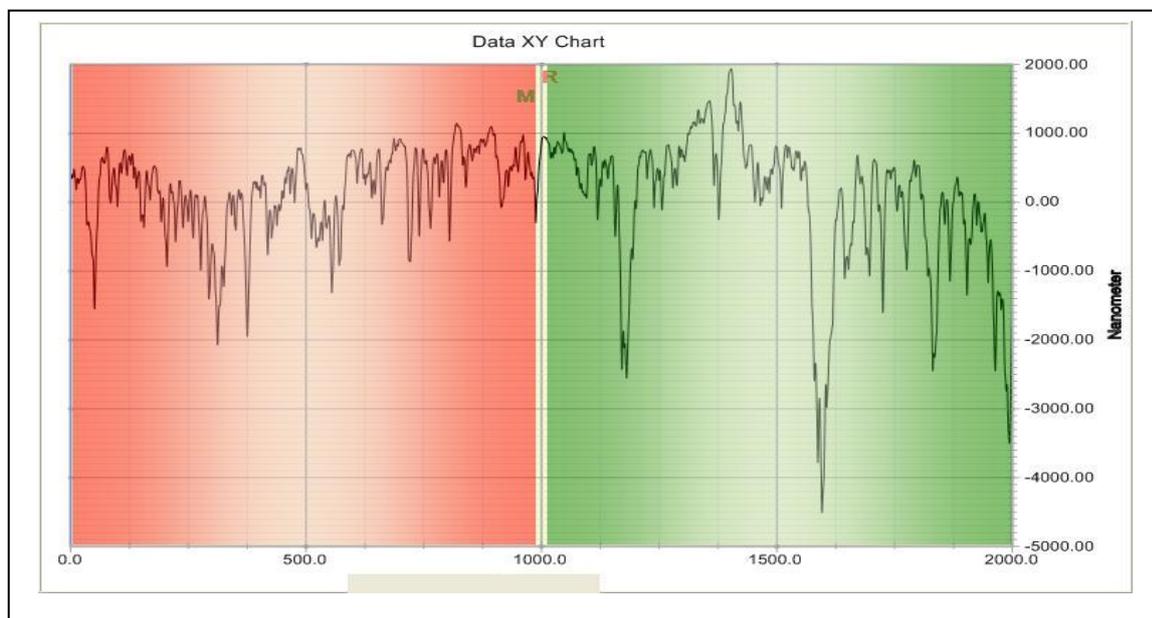


Figure IV.11 : diagramme du profil de la rugosité (WC-13%Co-10%TiC).

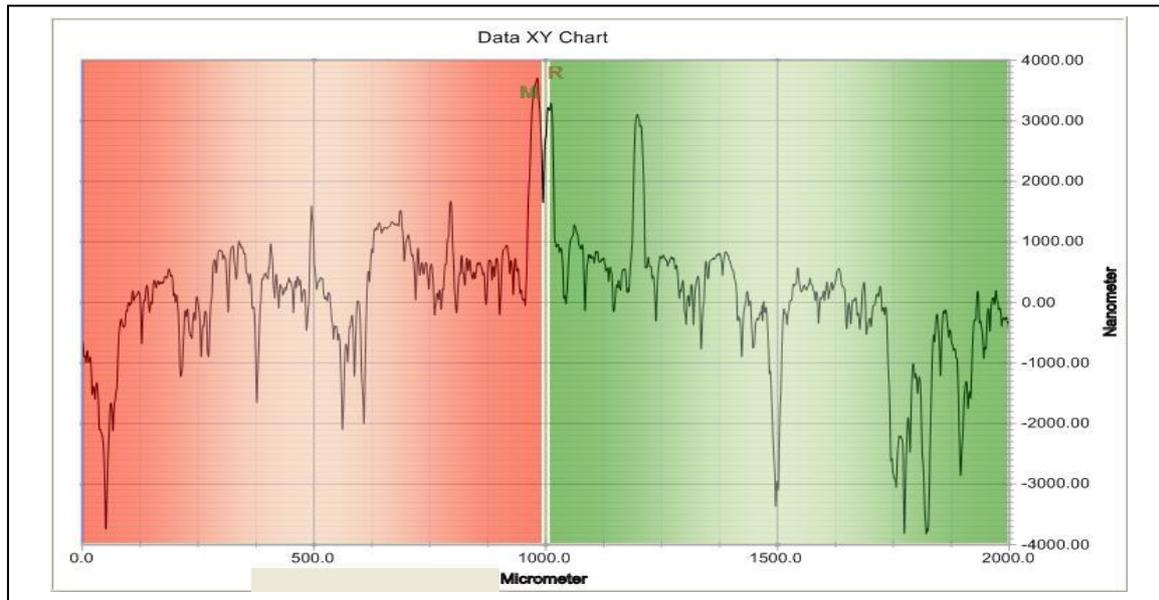


Figure IV.12 : Diagramme du profil de la rugosité (WC-13%Co-10%(Mo-Mn)).

Les figures IV.4.5 et 6, illustre l'analyse de profil de la rugosité Ra après frittage et polissage. On remarque que le profil de rugosité se compose de différents pics conformément à ceux d'une surface lisse. Cependant il est à noter la présence de certains pics négatifs qui peuvent être expliqués par la présence de porosité dans l'échantillon et d'autres pics dans le sens positif qui peuvent être également dus à des aspérités de surface qui se sont formés dans les échantillons lors de l'opération de procédé de projection thermique.

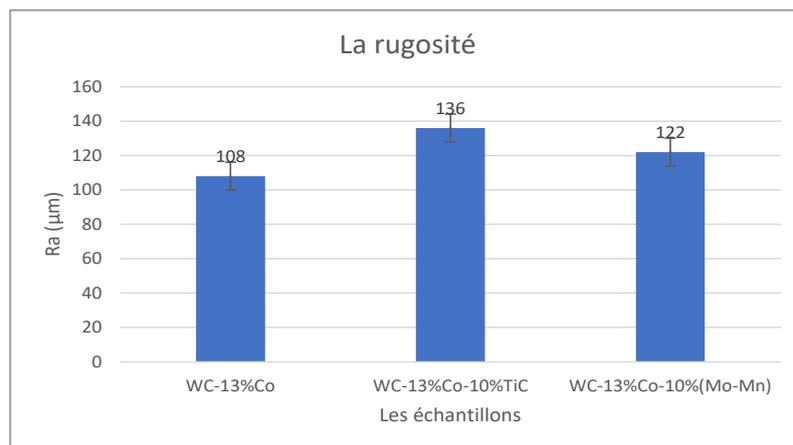


Figure IV.13 : Les résultats du profil de la rugosité.

D'après les résultats de mesure de profils de la rugosité représentés sur l'histogramme de la figure (IV.13), on constate que le WC-13%Co nous donne le meilleur état de surface (plus basse rugosité).

IV.7 Résultats des tests de micro dureté

La figure (IV.14) montre des empreintes de dureté Vickers effectuées sur la surface des échantillons. On constate visuellement via l'observation à la microscopie optique, que les empreintes sont presque identiques de taille et de forme. Ce qui confirme l'homogénéité des propriétés mécaniques.

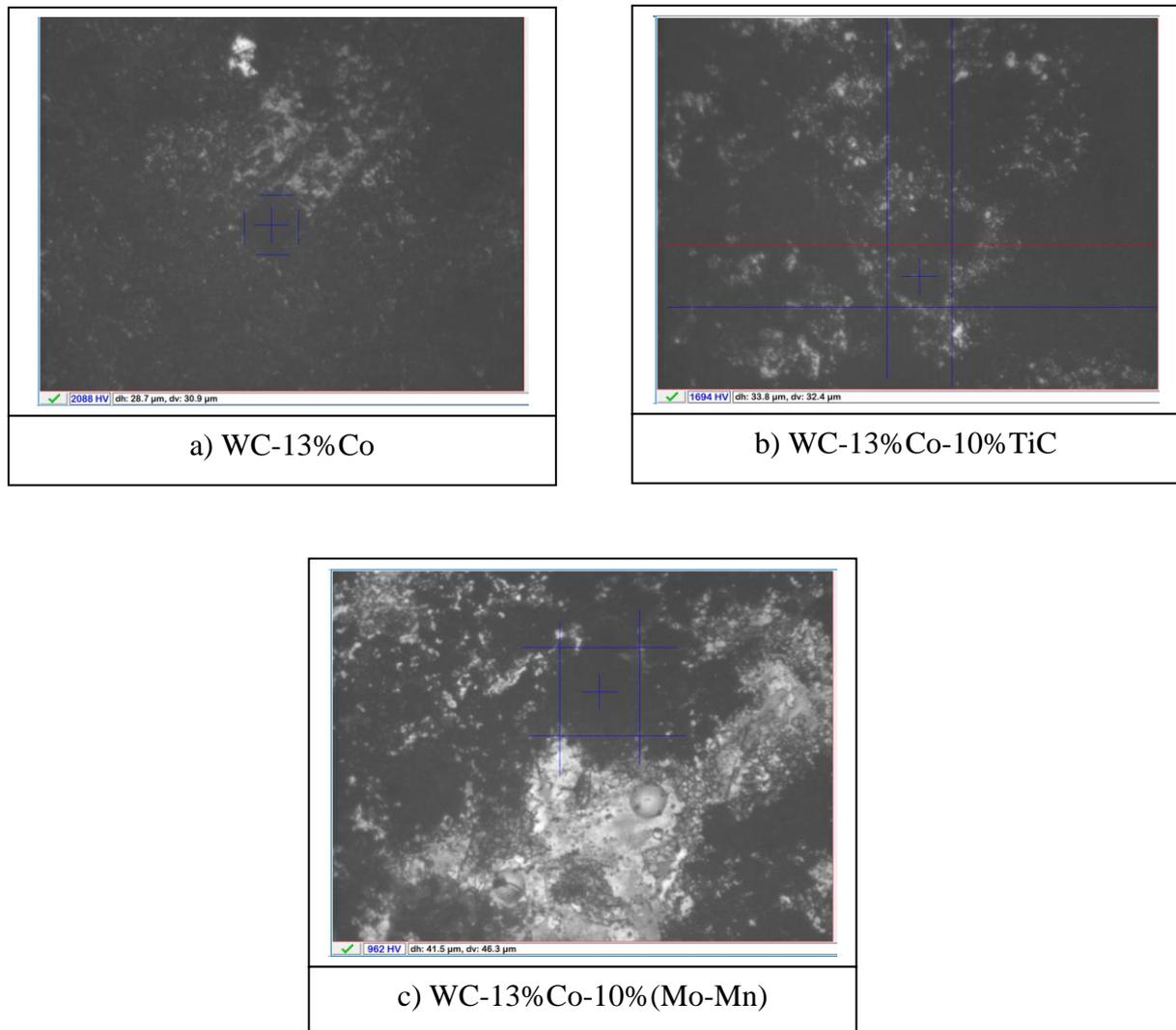


Figure IV.14 : Les empreintes de la micro-dureté HV pour les trois échantillons.

Concernant les résultats des mesures de micro dureté HV. L'histogramme de la figure (IV.14) illustre bien l'évolution de la micro dureté qui passe de 868HV pour le composé WC-13%Co-10%(Mo-Mn), à 1109HV pour le composé WC-13%Co-10% TiC et à 2019HV pour l'alliage WC-13%Co. Soit un gain de près de 50% (voir la figure IV.15), cela explique la bonne condensation et la réussite d'opération de frittage pour cet alliage.

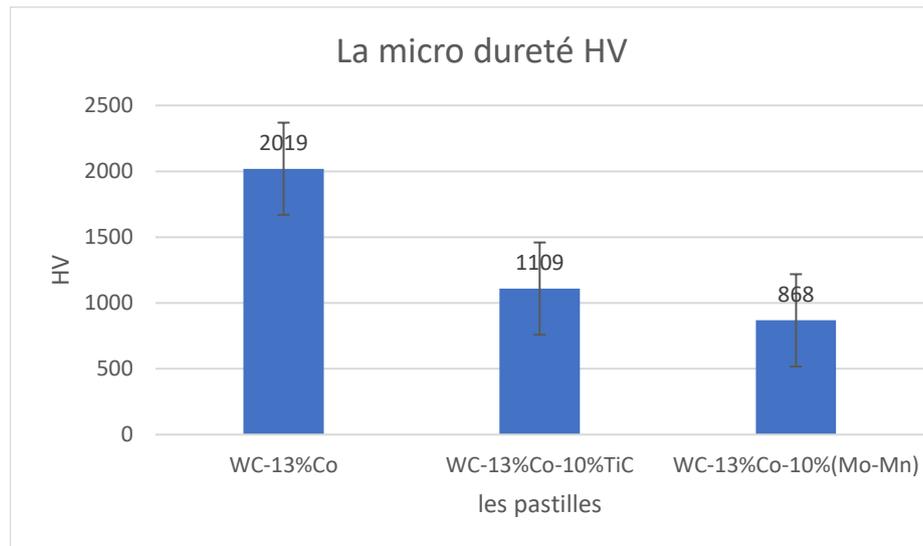


Figure IV.15 : les résultats de la micro-durezza HV.

IV.8 Résultats de tests de corrosion

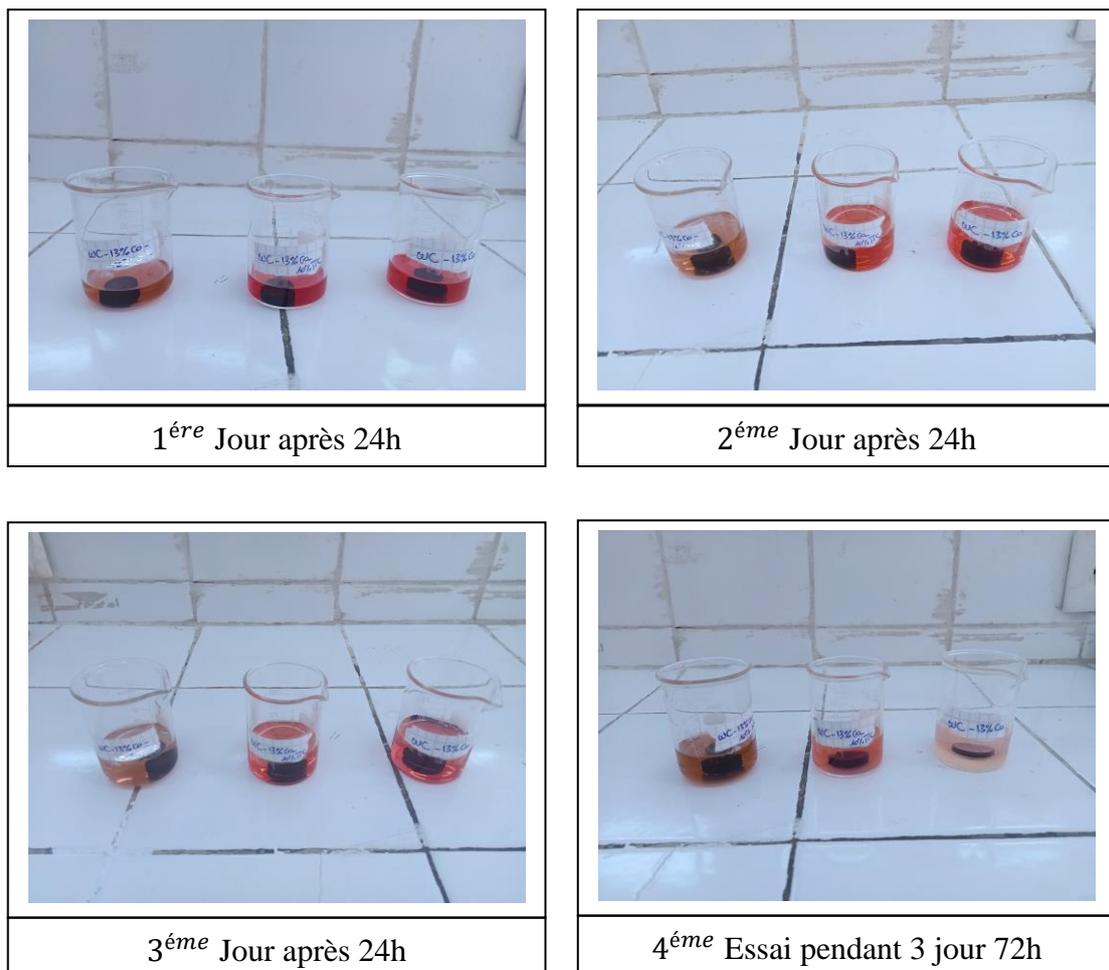


Figure IV.16 : Images des différents immersion des pastilles dans un solution à base d'acide nitrique (HNO_3).

Après avoir effectué la pesée des échantillons à chaque occasion (voir le tableau IV.1), nous avons obtenu la masse de perte en utilisant la formule suivante :

$$\Delta m = m_0 - m_f \quad (\text{IV.1})$$

Tableau IV.1 : Les résultats de la perte de masse des pastilles

	Echantillons (1) WC-13%CO		Echantillons (2) WC-13%Co-10%TiC		Echantillons (3) WC-13%Co-10%(Mo-Mn)	
m_0 (g)	4.478 g		5.217 g		7.803 g	
1 ^{ère} Jour	$m_1 = 4.331$ g	$\Delta m_1 = 0.147$ g	$m_1 = 5.101$ g	$\Delta m_1 = 0.116$ g	$m_1 = 7.741$ g	$\Delta m_1 = 0.062$ g
2 ^{ème} Jour	$m_2 = 4.144$ g	$\Delta m_2 = 0.187$ g	$m_2 = 4.958$ g	$\Delta m_2 = 0.143$ g	$m_2 = 7.668$ g	$\Delta m_2 = 0.073$ g
3 ^{ème} Jour	$m_3 = 3.876$ g	$\Delta m_3 = 0.268$ g	$m_3 = 4.737$ g	$\Delta m_3 = 0.221$ g	$m_3 = 7.539$ g	$\Delta m_3 = 0.129$ g
4 ^{ème} Essai après 72h	$m_4 = 3.862$ g	$\Delta m_4 = 0.014$ g	$m_4 = 4.507$ g	$\Delta m_4 = 0.230$ g	$m_4 = 7.196$ g	$\Delta m_4 = 0.343$ g

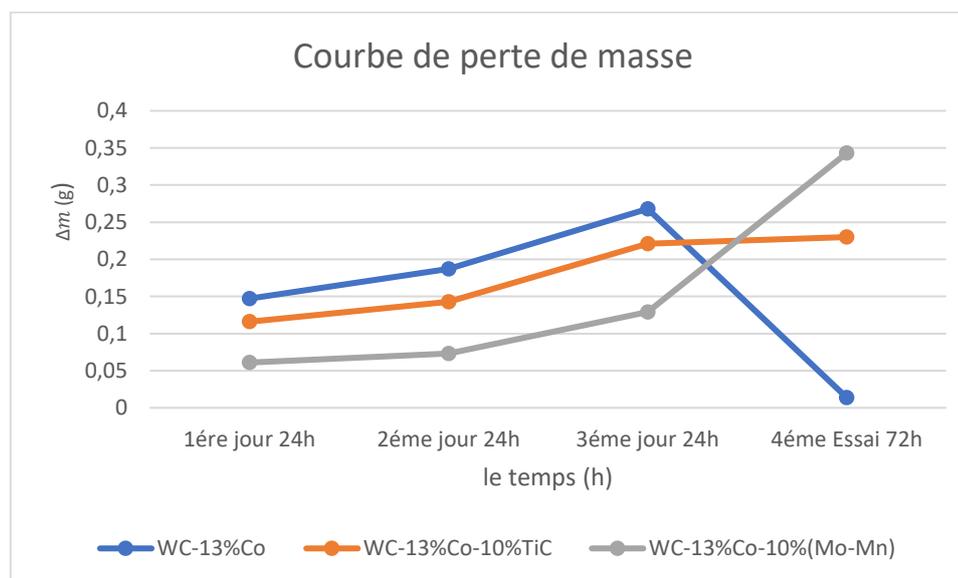


Figure IV.17 : Les courbes de pertes de masse des trois composés immergées dans une solution à base d'acide nitrique (HNO₃).

Pendant différents périodes (24h et 72h), ces courbes montrent bien que l'alliage WC-13%Co-10%(MO-Mn) le plus résistant à la corrosion 72h, au-delà de cette période le composé WC-13%Co-10%TiC possède une meilleure stabilité à la perte de masse.

Ces résultats sont en bonne concordance avec les pics du diagramme de diffraction des rayons X, ou nous remarquons que les meilleures intensités correspondent à l'alliage WC-13%Co-10%TiC. Cela peut être expliquer par une meilleure condensation donc moins de porosité et de perte de masse.

Conclusion générale

Conclusion Générale

Ce travail se situe dans le cadre de l'élaboration et de la caractérisation des poudres métalliques à base de carbure de tungstène, en particulier des alliages (WC-13%Co, WC-13%Co-10%TiC, WC-13% Co-10 % (Mo-Mn)). Nous avons réalisé la fabrication et la caractérisation de ces mélanges afin de déterminer leurs propriétés mécaniques et microstructurales. Nous avons utilisé la technique du frittage pour évaluer leurs effets sur les propriétés mécaniques et microstructurales.

Après frittage obtenu les différents caractérisation mécanique et microstructurale nous sommes arrivés aux conclusions suivantes.

Les résultats d'obtenu après diffraction des rayon X, montre bien l'existence de phase WC-13%Co, WC-13%Co-10%TiC, WC-13%Co-10%(Mo-Mn), ce qui prouve la réussite de l'opération de frittage.

Le test du profile de la rugosité observer un meilleur état de surface pour le composé WC-13%Co.

Les résultats de test micro-dureté, montre une meilleure dureté HV (2019) pour le composé WC-13%Co soit un gain près de 50% par rapport au composite WC-13%Co-10%TiC et 70% par rapport au composite WC-13%Co-10%(Mo-Mn).

Les tests de corrosion par immergée dans une solution à base d'acide nitrique possède une meilleure résistance en termes de perte de masse du composé WC-13%Co-10%(Mo-Mn) jusqu'à 72h par contre au délai de cette période le composé WC-13%Co-10%TiC possède une meilleure stabilité.

En perspective de ce travail, il serait intéressant de faire des expériences et des tests tribologiques approfondi, pour avoir l'influence sur les propriétés microstructurales, et les propriétés mécaniques des matériaux.

Références Bibliographiques

- [1] A. ROOS, « Précis De Métallurgie Appliquée ». Edition Technique Et Documentation-Lavoisier (1982).
- [2] M. Hantcherli « Influence d'éléments d'addition sur les transformations de la martensite revenue dans les aciers faiblement alliés », thèse de doctorat, école nationale supérieure des mines Saint Étienne 2010
- [3] [http://cte.univ-setif.dz/cours en ligne/hamidouche1/metaux.html](http://cte.univ-setif.dz/cours%20en%20ligne/hamidouche1/metaux.html).
- [4] J.BARRALIS & G.MAEDER « Précis de métallurgie (élaboration, structure / propriétés et normalisation) » 5^{ème} édition Nathan année 1990.
- [5] G. MURRY, « Généralités Sur Aciers », Techniques De L'ingénieur, Centre Français D'exploitation, (2002).
- [6] A. BOUBAKER, « Effet de traitement de recuit sur les caractéristiques structurales et mécaniques d'un acier faiblement allié de type BS2 soudé : Cas de bouteille à gaz (BAGBatna) », mémoire de master, Université Mohamed khider –Biskra, (2019).
- [7] B Cordero, V Gómez, A. E. Platero-Prats, M. Revés, J. Echeverría, E. Cremades, F. Barragán, S. Alvarez, « Covalent radii revisited », Dalton Transactions, 2008.
- [8] Stéphanie Buisine, Jean-Claude Martin, L'étude de Corpus par Analyse en Composantes Principales.
- [9] KHETTAL Habib, « Etude théorique des propriétés catalytiques des surfaces d'alliage à base de métaux de transition : Dissociation du méthane sur les surfaces W-Cu (100) et Ru-Cu (100) », Thèse Doctorat, UNIVERSITÉ FERHAT ABBAS - SETIF1, (2021).
- [10] C.A.R.M.A. Centre d'Animation Régional en Matériaux Avancés, Les Céramiques industrielles applications industrielles et développements potentiels dans les Alpes-Maritimes, octobre 1999.
- [11] S. T. Oyama "The Chemistry of Transition Metal Carbides and Nitrides", Academic and Professiond : Glasgow, 1996.
- [12] Journal de physique IV487.Colloque C9, supplément au Journal de Physique III, Volume 3, décembre 1993.
- [13] Rapport, les Céramiques Industrielles. Etude réalisée par le CARMA octobre 1999
- [14] H. Pastor: Propriétés du tungstène et de ses alliages M570. Technique de l'ingénieur.

- [15] La Société Française de Métallurgie et Matériaux Section Ouest, Colloque SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers 2005
- [16] A. Djermoune, Caractérisation d'un carbure cémenté WC-Co élaboré par compression isostatique à chaud : Etude de la réactivité de la gaine avec les composants WC et Co, Mémoire, Université A. Mira de Bejaia, Algérie.
- [17] J.E.Sundgren, H.T.G. Huntzell, J. Vac. Sci. Technol. A, 2259-2279 (1986).
- [18] H. OKAMOTO, "C-W (Carbon-Tungsten)," J. Phase Equilibria Diffus., vol. 29, no. 6, pp. 1-2, 2008.
- [19] Propriétés du cobalt et de ses alliages techniques de l'ingénieur m505.
- [20] D. Knittel et J. B. Wu, « Titanium and Its Alloys », Mech. Eng. Handb., p. 1-18, 1998.
- [21] julien NGUYEN, « STOCKAGE ELECTROCHIMIQUE D'HYDROGENE DANS LE CARBURE DE TITANE », Thèse doctorat, UNIVERSITE DE LIMOGES, ECOLE DOCTORALE (2013).
- [22] javier-arture montes de oca-valero. « ELABORATION DU CARBURE ET DU NITRURE DE TITANE PAR DES PROCEDES CHIMIQUES ET PHYSIQUES EN PHASE VAPEUR : CARACTERISATION DE LA MICROSTRUCTURE », thèse doctorat, L'UNIVERSITE BORDEAUX I ECOLE DOCTORALE DES SCIENCES CHIMIQUES (2002).
- [23] Zerari, I. & Bradai, M. (2018). Comportement Mécanique Et Tribologique D'un Contact Glissant D'un Couple De Dépôt Molybdène/graphite. [Mémoire de Master, Université Abderrahmane Mira - Bejaia].
- [24] R. BERGER, « Le Manganèse, élément d'addition dans les alliages austénitiques chimiquement stables en milieux ionisés », in Métallurgie, vol. XIV, no 2, 1974.
- [25] Le grand dictionnaire terminologique, office Québécois du langage français, Québec
- [26] W.B. JAMES « Consideration in the development of ferrous P/M alloys for sinter hardening applications » industrial heating.1999
- [27] H. CHTOUROU « Modélisation par élément finis du procédé de compression des poudres métallique de l'acier inoxydable 316-L » Thèse, 1996

Références Bibliographiques

- [28] OLMOS NAVARRETE, Luis Rafael L. Thèse de doctorat 2009, l'école Doctorale « Ingénierie - Matériaux, Mécanique, Energétique, Environnement, Procédés, Production (IMEP2) ». Discipline sur HAL Id : tel-00521859 <https://tel.archives>.
- [29] Meziani Hakima, « Elaboration d'un composite WC/CU par infiltration » mémoire de magister, université MOULOUD MAMMERI de Tizi-ouazou, 2012-2013.
- [30] MICHAËL STE-MARIE. Étude et modélisation du frittage de pièce moulées par injection poudres métallique d'acier inoxydable et de superalliage de Nickel thèse de doctorat 2009. Département de génie mécanique : école de Polytechnique Montréal.
- [31] MALINGE M, Antoine A. Etude de frittage de poudre carbure de silicium de taille nanométrique. Thèse de doctorat 2011. L'université de Bordeaux 1.
- [32] German, R. M. (1996). Sinteringtheory and practice : A Wiley-Interscience Publication
- [34] Cartier, M. Guide d'emploi des traitements de surfaces appliqués aux problèmes de frottements. 2000, pp. 1-398

Résumé

Des poudres métalliques (WC, Co, TiC, Mo-Mn) ont été élaborées par la métallurgie des poudres, puis caractérisées.

Dans le cadre de ce travail, nous avons utilisé différentes techniques pour élaborer trois types de matériaux à base de carbures tungstène (WC-13%Co, WC-13%Co-10%TiC, WC-13%Co-10%(Mo-Mn)) par compression isostatique à froid, caractérisés par la technique de frittage à phase liquide (traitement thermique). Suivie par l'étude métallographique, l'observations microstructurales, diffractions des rayons X, des mesures de la rugosité, puis nous terminons avec les teste micro-dureté ainsi que les pertes de masse en corrosion.

En fin, en comparant les résultats après traitement thermique (frittage), pour voir l'influence sur les propriétés microstructurales et les propriétés mécaniques. Le WC-13%Co donne une meilleure dureté (2019HV) et une meilleure résistance à la corrosion.

Abstract

Metal powders (WC, Co, TiC, Mo-Mn) were produced by powder metallurgy and then characterized.

In this work, we used different techniques to produce three types of tungsten carbide-based materials (WC-13%Co, WC-13%Co-10%TiC, WC-13%Co-10%(Mo-Mn)) by cold isostatic pressing, characterized by the liquid phase sintering technique (heat treatment). This is followed by a metallographic study, microstructural observations, X-ray diffraction and roughness measurements, then we conclude with micro-hardness tests and corrosion mass losses.

Finally, we compare the results after heat treatment (sintering), to see the influence on microstructural and mechanical properties. WC-13%Co gives better hardness (2019HV) and corrosion resistance.