

République algérienne démocratique et populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université a. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie
Département de Génie des procédés

Mémoire EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Science et Technologie Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie des Procédés des matériaux

Présenté par

MEDKOUR Menana

MEZIANE Sarah

Thème

**Teneur en W dans la phase liante de Co pendant le frittage des alliages
de WC-Co.**

Soutenue le 19/06/2022

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade		
Mme HAMAIDI Nassima	M.C.A	Université de A.MIRA	Présidente
Mr BEDJAOUI Abdelhak	M.C.B	Université de A.MIRA	Examineur
Mme RABOUHI Hassiba	M.C.A	Université de A.MIRA	Encadrant

Année Universitaire : 2021/2022

Remerciements

En premier lieu, nous tenons à remercier le bon dieu le tout puissant de nous avoir donné le courage, la volonté et la patience pour achever ce travail.

Nous avons l'honneur de présenter notre profonde gratitude et nos sincères remerciements à notre promotrice Madame RABOUHI Hassiba pour sa disponibilité, son aide précieuse et pour le temps qu'elle nous a accordé pour notre encadrement.

Nos remerciements les plus sincères aux membres de jury pour l'honneur qu'ils nous fassent d'examiner notre travail.

Merci à toutes celles et tous ceux qui, de près ou de loin nous ont généreusement offert leurs aides et attention pour réaliser ce travail.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail

A celle qui a attendu avec patience les fruits de sa bonne éducation et de ses dévouements

A ma chère mère.

A celui qui s'est changé la nuit en jour pour m'assurer les bonnes conditions

A mon cher père.

A mes chers frères pour leur encouragement permanent et leur soutien moral

A ma famille qui m'a toujours soutenue.

A ma collègue : Sarah

A tous mes collègues et amis.

MEDKOUR MENANA.

Dédicace

Je dédie ce travail

A mes chers parents, pour leurs sacrifices, leur amour, leurs tendresses, leurs soutiens, et leurs prières, tout au long de mes études et qui sont l'origine de cette réussite.

A mes chères sœurs Kattia, Roza et Yasmina pour leurs encouragements et leurs soutiens moral.

A mes frères Zazak et Rayane pour leur appui et leur encouragement.

A mes nièces et neveux Aléya, Ilyane, et Elyne

A la mémoire de ma grand-mère et mon grand-père.

A mon binôme Menana pour son soutien moral, sa patience et sa compréhension tout au long de ce travail.

A tous mes amis.

MEZIANE SARAH.

Table des matières

Introduction générale.....	2
I.1 Elaboration et densification des mélanges de poudres de carbure de tungstène et de cobalt	5
I.1.1 Généralité sur le tungstène et le carbure de tungstène	6
I.1.2 Préparation de la poudre de carbure de tungstène.....	8
I.1.2.1 production de la poudre de tungstène W.....	8
I.1.2.2 carburation de tungstène	9
I.1.3 Généralité sur le cobalt	11
I.1.3.1 Préparation de la poudre de cobalt	11
I.1.4 Préparation des mélanges de WC-Co	11
I.1.4.1 Broyage.....	12
I.1.4.2. Séchage	13
I.1.5 Techniques de fabrication des poudres	14
I.1.5.1 Procédés mécaniques	14
I.1.5.2 Procédé physico-chimique.....	17
I.1.6 Principales caractéristique des poudres	18
I.1.6.1 Morphologie des poudres.....	18
I.1.6.2 analyses granulométriques.....	19
I.1.6.3 Densité apparente	20
I.1.6.4 Densité à vert	20
I.1.6.5 Aptitude à l'écoulement	20
I.1.6.6 Compressibilité.....	20
I.1.7 Procédé de densification des poudres.....	21
I.1.7.1 La consolidation des mélanges	22
I.1.7.2 Le Frittage.....	25
II.1.ELABORATION DES CARBURES CEMENTES WC-Co	42
II.1.1 Préparation des poudres de carbure de tungstène et de cobalt	42
II.1.2 Mélange des poudres de WC-Co	43
II.1.3 Densification des mélanges	43
II.1.3.1 Consolidation des mélanges	43
II.1.3.2 Frittage en phase liquide	44
II.2 TECHNIQUES D'ANALYSE DES MATERIAUX ELABORES	45
II.2.1. Analyse par diffraction des rayons X (DRX).....	45
II.2.2. Microscope électronique à balayage (MEB)	46

II.2.3	Caractérisations mécaniques	48
II.2.3.1	Essai de microdureté	48
II.2.3.2	Essai de flexion	50
I I I .1	Caractérisation des poudres de base utilisées	53
I I I .1.1	composition chimique	53
I I I .2	conditions expérimentales	54
I I I .3	caractérisation des différents matériaux élaborés	54
I I I .3.1	analyse par diffraction des rayons X	54
III.3.2	Microscopie électronique à balayage	58
III.3.3	caractérisation mécanique	60
III.3.3.1	Essai de microdureté	60
III.3.3.2	Essai de flexion	61
III.3.4	discussion des résultats	62
CONCLUSION	65
Référence :	67

Liste des figures

Figure I. 1: Voies classique de production de la poudre de carbure de tungstène	10
Figure I. 2 : Exemple de broyeur mécanique	13
Figure I. 3 : Exemple d'atomisation par gaz	16
Figure I. 4 : Les formes des grains de poudres métalliques	19
Figure I. 5: Évolution de la densité relative au cours des étapes de densification	21
Figure I. 6: Les différentes phases d'obtention du comprimé.	23
Figure I. 7: Compression uniaxiale	24
Figure I. 8 : Section isotherme à 1260C° du diagramme de phase ternaire W-C-Co d'après Urhenius	27
Figure I. 9: Les différents types de frittage.	28
Figure I. 10: Grossissement d'un pont de raccordement entre deux particules (mécanisme sans retrait).....	30
Figure I. 11: Grossissement du pont de raccordement dans un Mécanisme avec retrait.	30
Figure I. 12 : Représentation schématique des trois grandes étapes du frittage en	31
Figure I. 13: influence de la courbe de la phase A sur l'équilibre A-B	33
Figure I. 14: Réarrangement des particules	34
Figure I. 15: géométrie du pont qui se forme entre deux particules sphérique	35
Figure I. 16 : Changements de microstructures au cours du Frittage en phase liquide sous l'action des forces capillaires exercées par les ponts de liquide entre particules	36
Figure I. 17 : Evolution de la densité en fonction de la fraction volumique du liquide dans un système biphasé en frittage avec phase liquide	37
Figure I. 18: Angles de mouillage Θ et Ψ	40
Figure II. 1: Schéma de principe d'un four de frittage conventionnel	45
Figure II. 2: diffractomètres de type XRG 3000.	46
Figure II. 3: principe de fonctionnement de microscope électronique à balayage (MEB).	47
Figure II. 4: Microscope électronique à balayage JEOL 5600LV.	48
Figure II. 5: Le microduromètre SHIMADZU HMV 2000.	49
Figure II. 6: schéma de principe de l'essai de flexion.	50
Figure II. 7: machine d'essai de flexion.	51
Figure III. 1: Spectre de diffraction X de l'échantillon WC-20% Co élaboré par frittage en phase liquide.....	55
Figure III. 2: Spectre de diffraction X de l'échantillon WC-25% Co élaboré par frittage en phase liquide.....	56
Figure III. 3: Spectre de diffraction X de l'échantillon WC-30% Co élaboré par frittage en phase liquide.....	57
Figure III. 4 : Microstructures observées dans les échantillons obtenus par frittage en phase liquide à 1450°C.	59
Figure III. 5: cartographie de l'échantillon WC-25%Co élaboré par frittage en phase liquide.	60

Liste des tableaux

Tableau I. 1 : Propriétés physiques et mécaniques de tungstène et de carbure de tungstène	7
Tableau I. 2 : Comparaison de l'atomisation à l'eau avec l'atomisation par gaz	15
Tableau I. 3 : Séparation des grains	20
Tableau III. 1: composition chimique des mélanges de poudre de carbure de tungstène et de cobalt.	53
Tableau III. 2 : conditions de traitement des trois échantillons élaboré par frittage en phase liquide.	54
Tableau III. 3: Microduretés des trois types d'alliages élaborés.	61
Tableau III. 4: Résultats des essais de flexion effectués sur les trois types d'échantillons.	62

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

La métallurgie des poudres (MDP) est une technique qui est de plus en plus utilisée à la place de la métallurgie classique, et c'est un procédé d'élaboration direct sans fusion de pièces métalliques, mais qui est plus développée, elle apporte un intérêt qui provient du fait qu'elle permet la fabrication de pièces mécaniques à moindre coût. Il existe différentes techniques de la métallurgie des poudres pour la production de pièces et de composants tels que l'encapsulation des poudres, l'extrusion à chaud, le frittage avec ou sans phase liquide, la compression isostatique (à chaud et à froid).

La métallurgie des poudres englobe des procédés de mise en forme des matériaux ayant comme constituants de base des poudres. Les 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 carbures cémentés, communément appelés les cermets. Ce sont des matériaux composites à matrice métallique ayant comme renforts des céramiques tels que les carbures de tungstène WC, qui possèdent une dureté très élevée et une excellente tenue à l'usure, quoique leur fragilité et très grande température de fusion fassent qu'ils ne sont jamais utilisés pour produire des pièces imposantes. Ainsi, l'ajout d'un liant métallique leur confère d'excellentes propriétés mécaniques globales.

La métallurgie des poudres comprend trois opérations essentielles :

a) L'élaboration de poudres métalliques : les poudres peuvent être des métaux purs ou des alliages.

b) La compression : cette opération donne des pièces de forme et de dimensions précises, elle peut être à froid, comme elle peut être à chaud.

c) Le frittage : il consiste à chauffer une poudre à une température élevée mais nettement inférieure à la température de fusion du métal pur ou de l'alliage obtenu.

La métallurgie des poudres permet de fabriquer des pièces de formes complexes non réalisables par les autres processus de transformation des métaux. Cette technologie offre une quantité de découpes réduite, une meilleure efficacité de la main d'œuvre et une économie des coûts de production. Le procédé assure l'uniformité des dimensions et des propriétés des pièces, vu que la compression et le frittage sont des opérations répétitives, identiques pour les grandes séries. Ce procédé d'élaboration des alliages par le frittage est en plein développement, car il

est généralement plus simple que les autres techniques. Elle présente également l'avantage d'une grande souplesse d'utilisation et conduit à la formation de structure de haute qualité. Dans cette perspective, le frittage en phase liquide a été choisi comme méthode alternative pour la synthèse de nos alliages.

Au cours de ce travail, nous avons mis en œuvre les techniques de la MDP pour élaborer des carbures cémentés à partir de mélanges de poudre de carbure de tungstène et de cobalt contenant 20% , 25% et 30% en masse de cobalt. Les trois mélanges de poudres ont été densifiés par frittage en phase liquide.

Le premier chapitre est consacré à des rappels bibliographiques sur les techniques d'élaboration des mélanges de poudres de WC et Co. ainsi que les procédés de leur densification. Nous aborderons le problème de la modélisation ainsi que le mécanisme du frittage en phase liquide.

Dans le deuxième chapitre, nous présentons la technique utilisée pour l'élaboration des carbures cémentés (le frittage en phase liquide) et également la description des différentes techniques d'analyse des matériaux élaborés (diffraction des rayons X (DRX), microscopie électronique à balayage (MEB), essai de la microdureté et essai de flexion).

Le troisième chapitre sera consacré à la présentation et à l'interprétation de l'ensemble des résultats expérimentaux obtenu par frittage avec phase liquide. Nous étudierons les différentes propriétés des carbures cémentés élaborés.

Enfin, nous terminons par une conclusion générale, perspective et par les références bibliographiques qui ont été un support de base de notre travail.

Chapitre I

RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES

Dans ce chapitre, nous décrivons d'abord une étude bibliographique sur les diverses méthodes utilisées pour l'élaboration des poudres, ainsi que les procédés de leur densification et les techniques de mise en forme des poudres (frittage en phase liquide).

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

Le carbure cémenté est composé d'un métal dur réfractaire (phase dure), qui est généralement un carbure, et d'un liant métallique (phase de liaison) obtenu par la méthode de la métallurgie des poudres. En tant qu'alliage dur pour les outils de coupe, les carbures couramment utilisés sont le carbure de tungstène (WC), le carbure de titane (TiC), le carbure de tantale (TaC), le carbure de niobium (NbC), etc. Le liant le plus utilisé est le Co. le carbure cémenté dépend principalement de la teneur en cobalt. La phase liante représente 3 à 30 % du poids total du carbure cémenté. La taille moyenne des grains facettés de WC se situe entre 0.3 et 20 μm .

Le carbure de tungstène WC est utilisé dans différents domaines industriels en raison de sa grande tenue à l'usure et de sa bonne stabilité thermique. Il entre notamment dans la fabrication des outils de coupe [1] et de forage. Cependant, son utilisation comme matériau de structure reste limitée en raison d'une grande fragilité intrinsèque. Il est généralement densifié en présence de métaux comme le cobalt, le nickel, le fer, ... qui jouent le rôle de liants [2].

Le procédé par lequel les particules de carbure sont combinées au liant est appelé frittage ou pressage isostatique à chaud (HIP). Le liant est mis en fusion en contenant des grains de carbure qui demeurent solides en raison de leur point de fusion sensiblement plus élevé ; en refroidissant, il incorpore les particules de carbure, ce qui forme un composite à matrice métallique aux propriétés particulières : le liant métallique est naturellement ductile, ce qui compense la fragilité du carbure et accroît la ténacité et la durabilité du cermet [3].

La préparation des poudres est la première étape du processus d'élaboration de matériaux à partir des techniques de la métallurgie des poudres. Les poudres préparées doivent satisfaire à des exigences techniques de fabrication dont les plus importantes sont la pureté, la granulométrie et la compressibilité.

I.1.1 Généralité sur le tungstène et le carbure de tungstène

Le tungstène est le matériau le plus adapté pour les applications à hautes températures, et ce, pour ses diverses qualités. En effet, d'une densité assez élevée ($D=19.3 \text{ g/cm}^3$), il est assez dur et se déforme très peu sous effort mécanique (à froid comme à chaud). Son caractère très réfractaire, et sa haute température de fusion située aux environ de 3683 K, attribuent à ce métal la plus haute résistance mécanique en haute température. Etant également un bon conducteur de chaleur et d'électricité, il a le même coefficient de dilatation que le verre. Ce qui le fait utiliser pour des liaisons avec ce matériau (passage de fils d'ampoules) dans une lampe électrique.

A cela s'ajoute d'autres avantages d'importance majeure :

- Un taux d'évaporation faible par rapport aux autres matériaux.
- Une rigidité thermomécanique à haute température [4].

Le carbure de tungstène est l'un de ces alliages, il est composé d'un alliage de tungstène et de carbone qui est obtenu par une suite de réaction chimique. Puisque son point de fusion est d'environ 2800 °C, il est impossible de mettre en forme par fusion.

Les propriétés mécaniques et physiques de tungstène et de carbure de tungstène sont présentées dans le tableau I.1 [5].

Propriétés	Tungstène	Carbure de tungstène
<i>Formule moléculaire</i>	W	WC
<i>Structure cristalline</i>	Cubique Centré	Hexagonale simple
Paramètre de maille : a(Å) ; c (Å)	a=3.165	a=2.9065 c=2.8366
<i>Dureté (kg/mm²)</i>	360	2200
<i>Point de fusion</i> <i>(°C)</i>	3680	2870
<i>Module de Young (GPa)</i>	407	720
Conductivité thermique (W·m⁻¹·K⁻¹)	174	84.02
Résistivité (μΩ.cm)	5.39	22
coefficient de dilatation thermique (10⁻⁶K⁻¹)	4.59	5.2
Densité (g/cm³)	19.3	15.8
Couleur	Gris acier au blanc étain	Gris-noir

Tableau I. 1 : Propriétés physiques et mécaniques de tungstène et de carbure de tungstène[5].

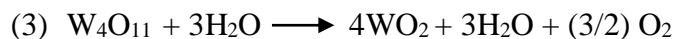
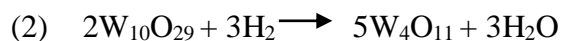
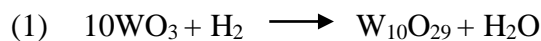
I.1.2 Préparation de la poudre de carbure de tungstène

I.1.2.1 production de la poudre de tungstène W

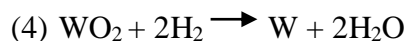
Le tungstène se trouve dans la nature sous deux formes : la wolframite (tungstate de fer et de manganèse) ou $(\text{Fe, Mn}) \text{WO}_4$ et la scheelite (tungstate de calcium) ou CaWO_4 [6-7].

Le tungstène est un élément naturel qui, dans la plupart des milieux est un solide. Dans la nature, il se produit dans la roche et le sol comme minerai. Les sels minéraux exploitables dont la scheelite CaWO_4 (Tungstate de Calcium) et la Wolframite $(\text{Fe, Mn}) \text{WO}_4$: Tungstate de Fer et de Manganèse. Le Tungstène peut être employé comme un métal pur ou mélangé à d'autres métaux pour faire des alliages [8].

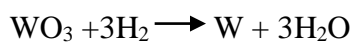
Le tungstène s'obtient par réduction de l'oxyde WO_3 par l'hydrogène, elle est réalisée progressivement selon les quatre réactions chimique suivantes:[7, 9].



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



Ainsi la réaction globale s'écrit



Techniquement, la réduction est effectuée dans un four à passage horizontal. Les nacelles contenant la poudre de trioxyde de tungstène sont translatées mécaniquement ou manuellement et l'hydrogène introduit doit être parfaitement séché.

La granulométrie de la poudre de tungstène obtenue dépend d'un grand nombre de facteurs dont les plus importants sont : [10]

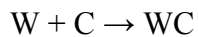
- La température de réduction.
- Granulométrie de l'oxyde de départ.
- Débit d'hydrogène.

I.1.2.2 carburation de tungstène

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

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

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



Les voies classiques de production de la poudre de carbure de tungstène sont résumées dans la figure I.1.

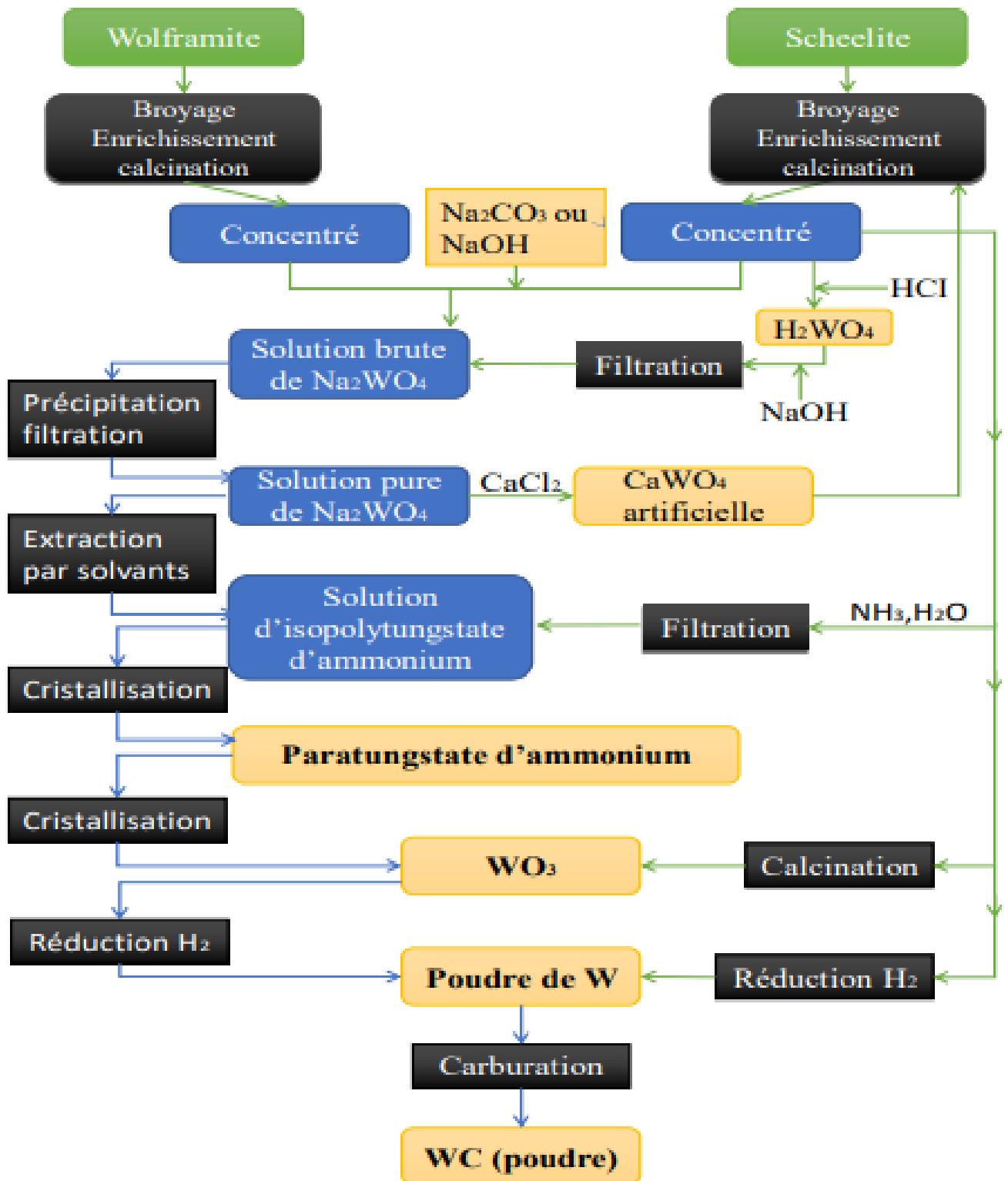


Figure I. 1 : Voies classiques de production de la poudre de carbure de tungstène [16].

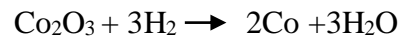
I.1.3 Généralité sur le cobalt

Le cobalt est l'élément chimique de numéro atomique 27, de symbole Co. Le cobalt est utilisé dans la préparation d'alliages magnétiques, résistants à l'usure et à haute résistance [11].

Le cobalt est un oligo-élément essentiel pour tous les organismes multicellulaires en tant que centre actif des coenzymes appelés cobalamines. Il s'agit de la vitamine B-12 qui est essentielle pour les mammifères. Le cobalt est également un nutriment actif pour les bactéries, les algues et les champignons, et peut être un nutriment nécessaire pour toute la vie [11].

I.1.3.1 Préparation de la poudre de cobalt

La poudre de cobalt est préparée industriellement par réduction des oxydes de cobalt par hydrogène. Selon la réaction chimique suivante à une température de 800°C :



La poudre obtenue est constituée de grain irrégulier et agglomérés. Elle est soumise à des opérations de tamisage par vibration pour récupérer ensuite les grains dont la taille est inférieure à 2 µm.

Application de poudre de cobalt :

- La poudre de cobalt est utilisée dans les adhésifs de carbure cimenté de bonne qualité, les matériaux de la batterie, les outils de diamant, les matériaux magnétiques, etc.
- Largement utilisé dans les produits métallurgiques des alliages durs [11].

I.1.4 Préparation des mélanges de WC-Co

Les carbures cimentés WC-Co sont des composites céramiques - métal, dont la phase dure est le carbure de tungstène et la phase liante le cobalt. Ces matériaux ont des propriétés mécaniques remarquables, qui leur permettent d'allier la résistance à l'usure et résistance en compression, à une excellente tenue au choc tant mécanique que thermique [12].

Les procédés de fabrication utilisés sont classés en : procédés mécaniques et procédés physico-chimiques. Généralement, le choix de procédé de fabrication des poudres dépend de la nature du métal, les caractéristiques des poudres, du coût de fabrication, et du domaine de l'utilisation.

I.1.4.1 Broyage

Les poudres de carbure de tungstène, de cobalt et d'autres constituants, s'il y a lieu, doivent être mélangées selon les proportions de la nuance de carbure cémenté à élaborer.

Les poudres de cobalt et de carbure de tungstène sont mélangées par broyage en milieu liquide. L'objectif de ce broyage n'est pas de diminuer la taille des grains, mais de casser les agglomérats et d'obtenir un mélange parfaitement homogène. On utilise des agents broyant en carbure cémenté afin d'éviter toute pollution.

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

- De permettre une étape ultérieure de granulation
- De protéger les poudres de l'oxydation
- De donner une tenue à crû satisfaisante aux comprimés afin de permettre leur usinage [14].

Plusieurs types de broyeurs peuvent être utilisés. On distingue les broyeurs à mâchoires, à boulets, à marteaux ou à cylindres. La finesse des grains de poudre obtenue dépend du choix du broyeur utilisé.

La figure I.2 montre un exemple de broyeur mécanique [15].

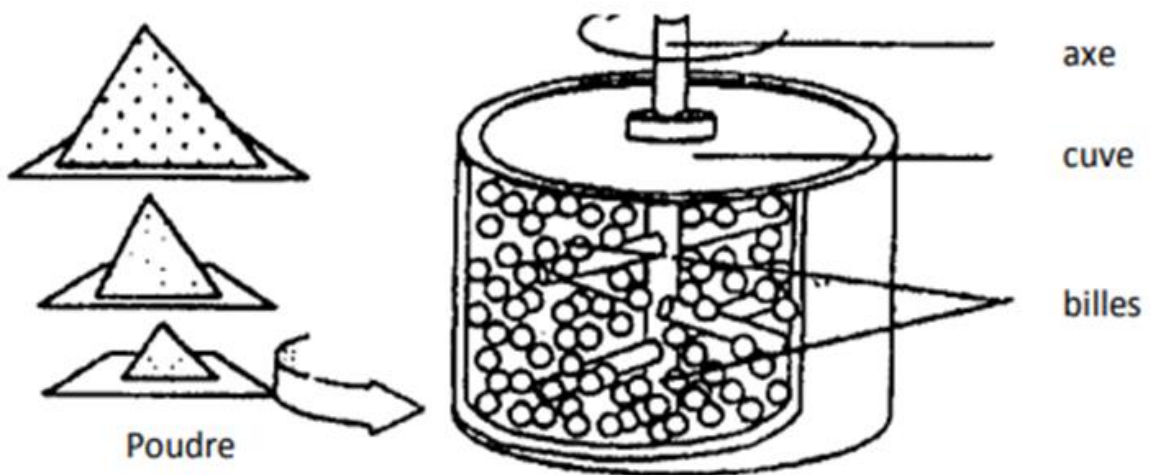
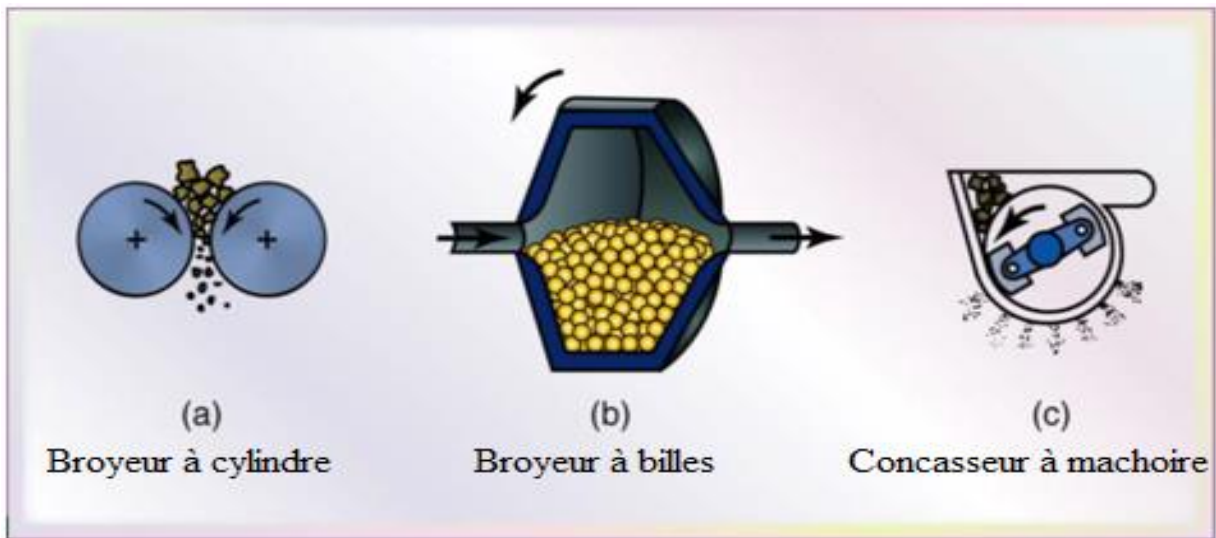


Figure I. 2 : Exemple de broyeur mécanique [15].

I.1.4.2. Séchage

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

Elle est réalisée en atmosphère non oxydante (azote ou argon) par la technique d'atomisation- séchage. Le liquide est pulvérisé en fines gouttelettes dans une chambre de séchage où circule de l'azote chaud (170°C - 210°C), Les gouttelettes sont séchées, et on

récupère des granulés de diamètre variant de 40 à 200 μm , dans lesquels les poudres WC et Co sont intimement liées par le liant organique [16].

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

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

La densité apparente des mélanges granulés varie de 2,8 à 3,5 g/cm^3 [14].

I.1.5 Techniques de fabrication des poudres

Les procédés utilisés sont classés en deux types : les procédés mécaniques et les procédés physico-chimiques

I.1.5.1 Procédés mécaniques

a) Atomisation

Ce procédé est basé sur la pulvérisation d'un écoulement vertical d'un métal ou alliage liquide. Sous l'action d'un jet violent d'eau ou de gaz sous pression, ce procédé peut être appliqué à la plus part des métaux et alliages dont le point de fusion est inférieur à 1600 °C.

Il permet l'obtention de poudre dont la taille varie entre 10 à 500 μm . En général, l'atomisation se fait par : air, azote, argon, eau; la vapeur d'eau sous pression de 50 bars [17].

Dans l'atomisation à l'eau, le filet de métal liquide est désintégré sous forme de gouttes lorsque le jet d'eau à haute pression entre en contact avec le flux de métal liquide. Du même coup, la goutte de métal liquide est rapidement refroidie et solidifiée par la vapeur d'eau. La taille finale des particules dépend principalement de la pression de l'eau qui entre en contact avec le métal liquide. Cette technique produit des particules de formes irrégulières et peut produire un maximum de 30 tonnes de particules de poudre par heure. Une particularité de l'atomisation à l'eau est l'inévitable couche d'oxyde qu'on obtient en surface des particules de poudre [18].

Dans l'atomisation par gaz, le flux de métal liquide est pulvérisé par l'insertion d'un gaz à haute vitesse (de subsonique à ultra sonique). Le gaz le plus fréquemment utilisé est l'air, l'argon et l'azote. Contrairement à l'atomisation à l'eau, la taille des particules ne dépend pas de la pression du médium qui désintègre le flux de métal liquide en gouttes. La taille des particules dépend plutôt de la proportion gaz/métal liquide. Plus cette proportion est grande, plus les particules sont petites. La taille des particules que l'on peut obtenir varie de 10 à 300µm dépendamment de la vitesse du gaz utilisée. L'utilisation de gaz inertes permet d'obtenir une poudre dont le taux d'oxygène ne dépasse pas significativement le taux d'oxygène du bain de métal liquide [18].

	Eau	Gaz
Coût de production	Moins couteux	Plus couteux
Productivité	Maximum 30 tonnes/h	Maximum 6 tonnes/ h
Niveau d'oxygène	Plus élevé (3000ppm)	Moins élevé (120ppm)
Forme	Irrégulière	Sphérique
Taille de particule	30 à 150 µm	10 à 300 µm

Tableau I. 2 : Comparaison de l'atomisation à l'eau avec l'atomisation par gaz [18].

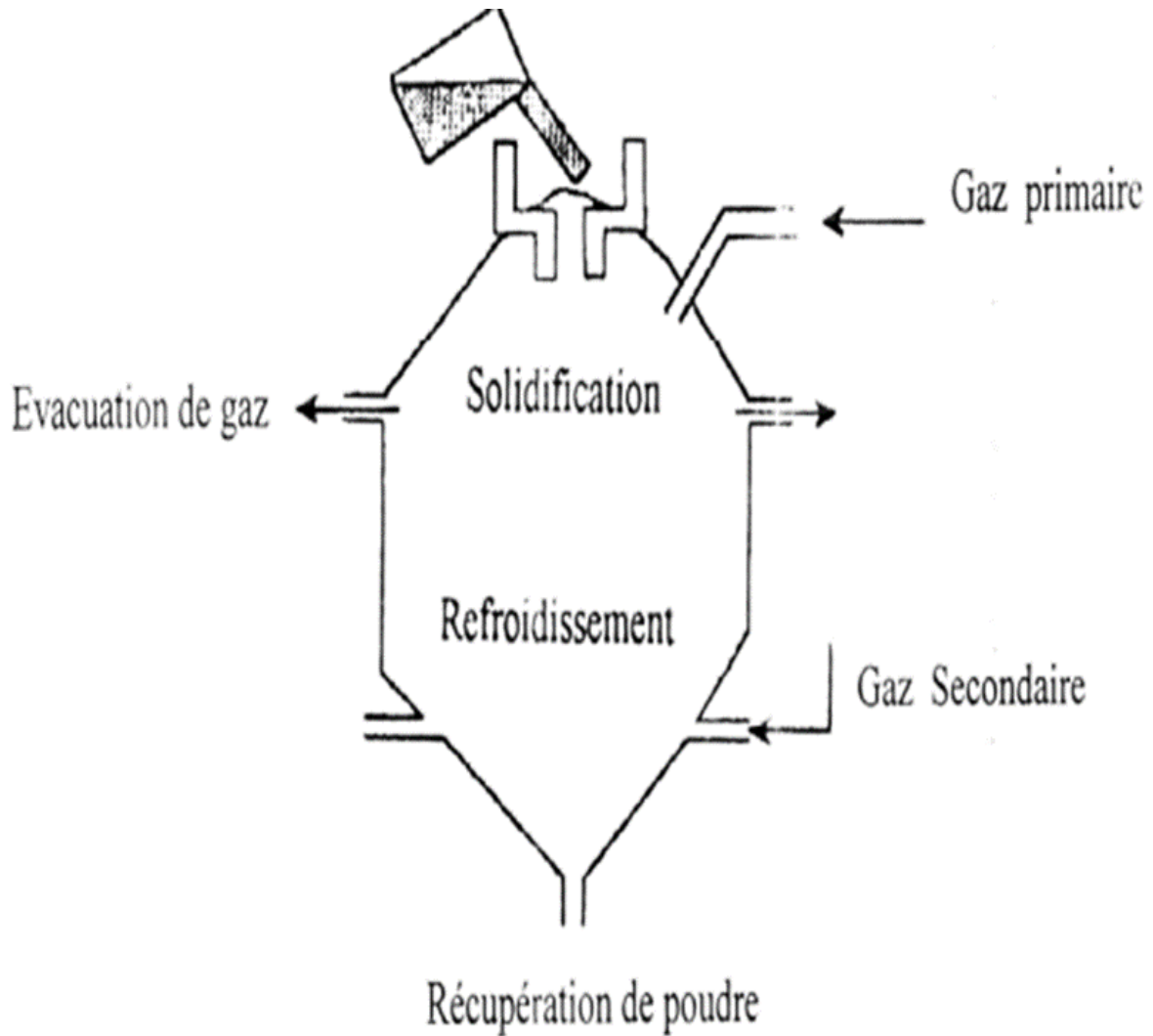


Figure I. 3 : Exemple d'atomisation par gaz [15].

b) Pulvérisation mécanique

C'est une technique qui permet de réduire tous les alliages dont le point de fusion n'excède pas 1000°C en poudre. Elle consiste à diviser une coulée d'alliage liquide sur un disque refroidi tournant à grande vitesse et pourtant sur sa périphérie des couteaux métalliques.

c) Broyage

Le broyage est une méthode mécanique utilisée pour réduire des fragments métalliques en poudre. Ce procédé s'applique aux métaux fragiles qui peuvent être réduits directement en poudre. Par contre les métaux ductiles s'agglutinent en boules ce qui empêchent toute désagrégation ultérieure, mais qui peuvent être réduit en poudre après les avoir rendus fragiles et cassant.

Les appareils utilisés sont essentiellement des broyeurs à mâchoires, à marteaux, à billes... Ils sont très employés pour les métaux fragiles (éléments purs tels que Mn, Sb, Bi Cr,... ou alliage Fe-Al, Fe-Si, ...).

I.1.5.2 Procédé physico-chimique

Ce sont des procédés qui permettent d'obtenir de la poudre après une réaction chimique ou une transformation de phase parmi ces procédés, on a :

a) Réduction des oxydes

Les oxydes métalliques sont en général fragiles et peuvent être facilement réduits en poudres fines par simple broyage. En réduisant les poudres d'oxydes à une température inférieure au point de fusion du métal correspondant. Le produit final est une poudre métallique dont la granulométrie dépend en grande partie de la finesse de l'oxyde utilisé.

b) Électrolyse

L'électrolyse de solution aqueuse de sel est utilisée pour la production de poudre de fer de cuivre de plomb de chrome et de manganèse.

Un dépôt électrolytique adhérent et continu est obtenu quand les conditions suivantes sont satisfaites :

- ✓ forte densité de courant.
- ✓ Forte concentration d'acide.
- ✓ Faible concentration des ions métalliques.
- ✓ Circulation rapide et température adéquate du bain.

Les poudres électrolytiques se présentent souvent sous forme de grains à structure dendritique. Par conséquent leur densité apparente est faible et leur facteur d'écoulement est assez médiocre.

c) Réduction en phase vapeur

Ce procédé consiste à amener un composé métallique sous la forme vapeur. Le réducteur utilisé est souvent l'hydrogène, dans un milieu réactionnel où la température est comprise entre 800°C et 1200°C.

d) Réduction associé à l'hydrométallurgie

L'action d'un gaz réducteur sous pression tel que l'hydrogène sur une solution d'un sel métallique permet de précipiter le métal en poudre. C'est un procédé bien adapté au traitement de minerai de cuivre, de nickel, et de cobalt permettant l'obtention de poudres métalliques très fines.

I.1.6 Principales caractéristique des poudres

I.1.6.1 Morphologie des poudres

L'observation en microscope montre que la forme des particules des poudres dépend du procédé mis en œuvre pour leur fabrication. [19]. Les différentes formes des particules ont une influence importante sur le comportement de la poudre. La particule qui a la forme sphérique n' a pas les mêmes propriétés que celle de forme irrégulière. Les différentes formes des particules les plus fréquentes sont schématisées sur la figure I.4 :

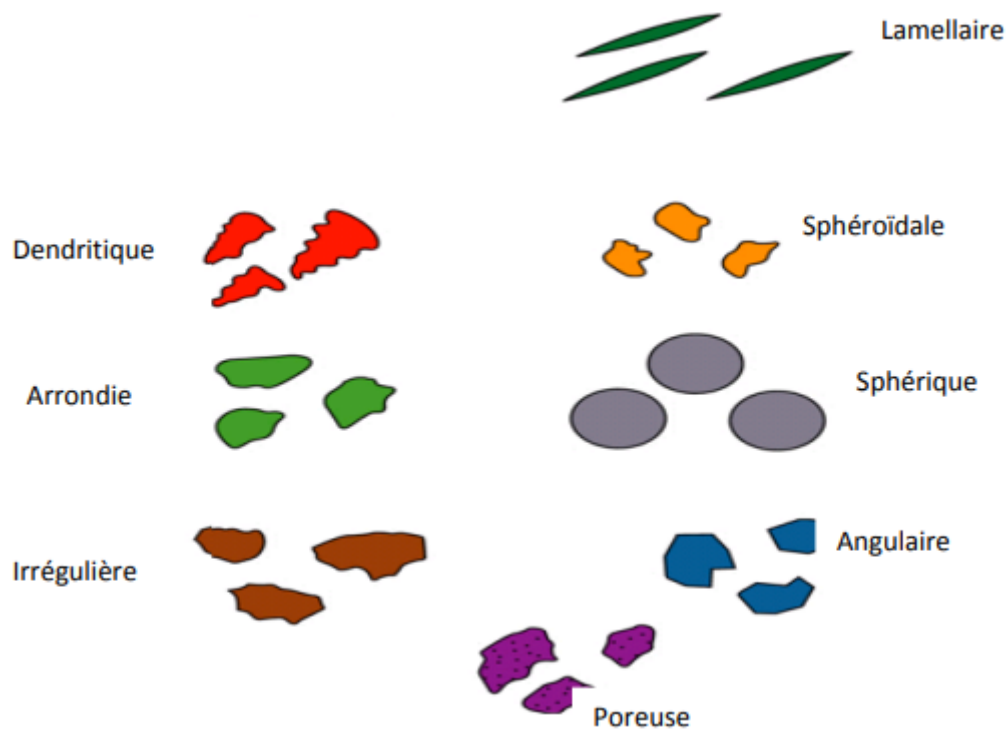


Figure I. 4 : Les formes des grains de poudres métalliques [19].

I.1.6.2 Analyses granulométriques

Quelque soit la technique de fabrication utilisée, la poudre obtenue est constituée de grains de tailles différentes. La grosseur des grains, leur formes et leur repartions granulométriques est une caractéristique importante pour l'utilisation des poudres. Pour cela il existe plusieurs méthodes d'analyse dans le but de séparer les poudres selon les tailles. Tableau 1.3 [20].

Méthode de séparation	Taille des grains
Tamis	60-100 μm
Microscope optique	0.5-100 μm
Sédimentation	1-80 μm

Microscope électronique	5-1000 μm
-------------------------	----------------------

Tableau I. 3 : Séparation des grains [20].

I.1.6.3 Densité apparente

La densité apparente représente la masse de la poudre par unité de volume après remplissage direct du container dans lequel elle est versée sans agitation et sans vibration.

La valeur de la densité apparente dépend de la morphologie des particules et de la granulométrie de poudre utilisée. Elle augmente lorsque la poudre représente un mélange de particules de différentes tailles. Ainsi les particules de petites tailles vont occuper les vides laissés par les grandes, ce qui contribue à faire augmenter la densité.

I.1.6.4 Densité à vert

La densité à vert représente la masse de poudre par unité de volume quand elle est tassée par vibration ou agitation. Elle dépend de la rugosité de la poudre et de sa morphologie.

La comparaison de la densité à vert et apparente donne une idée sur l'aptitude de la poudre au compactage.

I.1.6.5 Aptitude à l'écoulement

Cette grandeur, liée au temps d'écoulement d'une masse donnée de poudre dans un entonnoir détermine, permet d'évaluer la durée du remplissage de la matrice.

I.1.6.6 Compressibilité

Le comportement d'une poudre à la compression dépend de deux facteurs : variation de la masse volumique en fonction de la pression, et aptitude à la mise en forme.

D'une manière générale, le comportement se caractérise à la compression par une résistance croissante.

I.1.7 Procédé de densification des poudres

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

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

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

Cependant, on obtient un comprimé manipulable dont les extrémités sont plus denses que son centre. [21]. Comme cela est schématisé sur la figure I.5 :

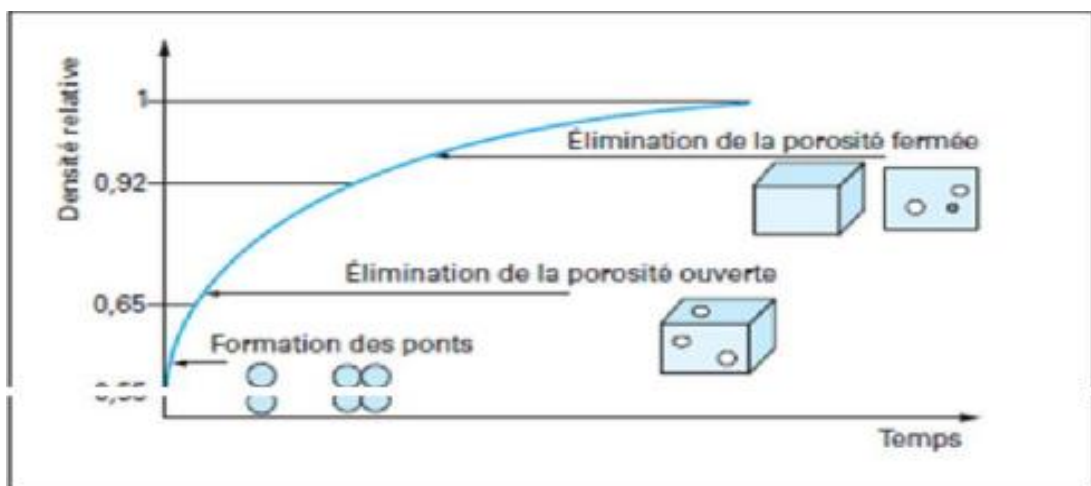


Figure I. 5: Évolution de la densité relative au cours des étapes de densification [22].

I.1.7.1 La consolidation des mélanges

Cette opération permet une mise en forme de pièces de dimensions et densités déterminées en leur conférant une cohésion suffisante pour qu'elles puissent être manipulées sans risques. Elle provoque aussi un rapprochement des grains qui facilite l'opération finale du frittage [11].

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

Les mélanges de WC-Co doivent être lubrifiés avant leur passage à la compression pour obtenir une densification du produit la plus homogène possible. Le but de lubrifiant est de diminuer les frottements des grains entre eux et sur la paroi de la matrice.

L'élimination du lubrifiant (liant) est réalisée à l'étape de pré-frittage en température entre 100 et 450 °C sous une température d'azote ou d'hydrogène selon le lubrifiant à éliminer. Pendant cette montée en température, le liant se décompose en sous-produits gazeux qui s'éliminent par la circulation des gaz.

D'autres techniques de consolidation de poudres peuvent être aussi mises en forme dans des cas particuliers, tels que la compression isostatique (à chaud et à froid), l'extrusion et le moulage par injection [10].

La compression des poudres se déroule en trois opérations successives qui sont :

1. Le remplissage de la matrice, se fait par écoulement sous l'effet de la gravité, les particules doivent être de faible taille pour assurer une bonne coulabilité et un remplissage satisfaisant, et dans le cas contraire des inclusions peuvent surgir dans la pièce finale.
2. Une fois que le remplissage de la matrice est achevé, l'étape de densification peut commencer, durant laquelle des forces de frottement naissent entre les particules de poudre et les parois du moule. Au tout début de la compression, la poudre peut encore s'écouler et les grains se réarrangent assez librement, car le volume de poudre présente encore un caractère pulvérulent (stade 1). Progressivement, ces réarrangements

deviennent plus difficiles et les formations de groupements de grains voisins se stabilisent. Ensuite, la densification continue jusqu'à ce que les particules se soient plastifiées dans le cas des poudres métalliques (stade 2 et 3). Cependant, on obtient un comprimé manipulable dont les extrémités sont plus denses que son centre.

3. La dernière phase du processus de mise en forme, consiste à éjecter le comprimé. Cette étape est également délicate à mener, car elle peut conduire à la fissuration de la pièce. Les paramètres favorables à la fissuration sont essentiellement : certains défauts, des efforts trop importants ou mal répartis à la surface de la pièce, un frottement entre la pièce et les outils trop élevé. A la sortie, la branche centrale doit rester dans le comprimé jusqu'à ce que celui-ci quitte définitivement et qu'il soit détendu élastiquement. Le cycle de compaction est décrit par la figure I.6.

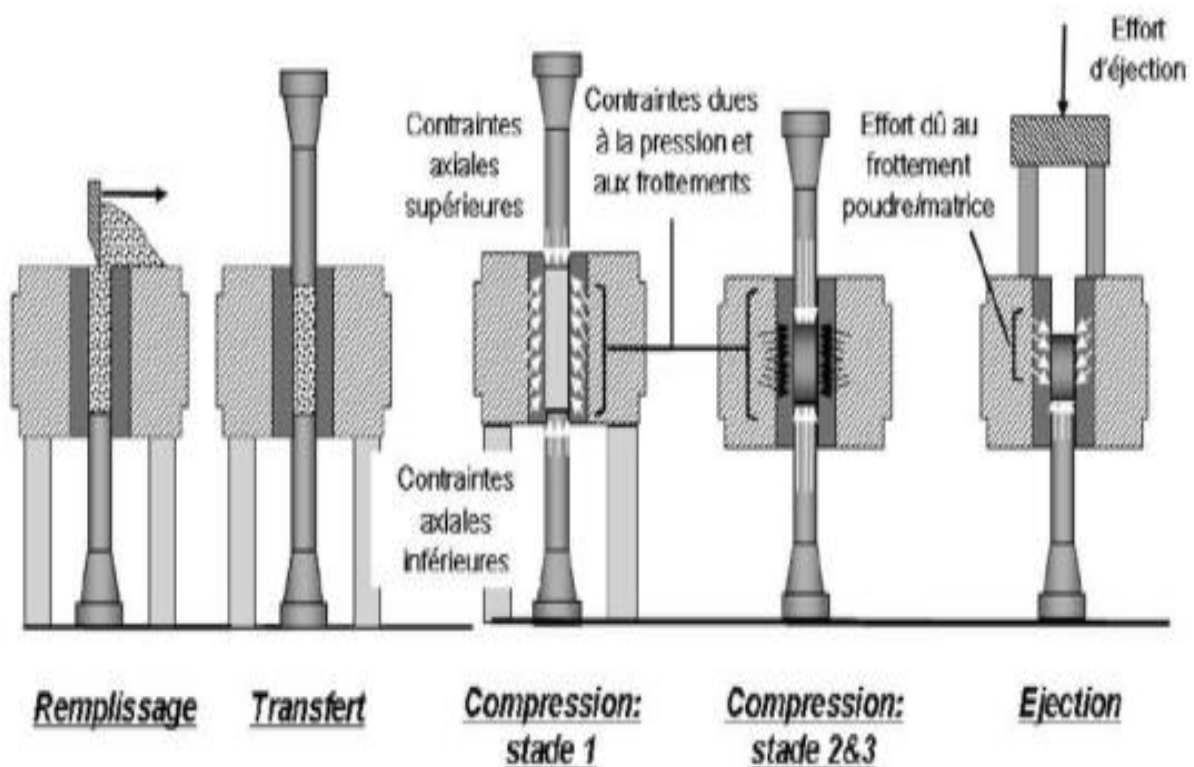


Figure I. 6: Les différentes phases d'obtention du comprimé.

I.1.7.1.1 Différents mode de la compression

L'obtention des comprimés peut s'effectuer en plusieurs modes, par conditions uniaxiales, la compression isostatique (à chaud à froid), ou par moulage par injection.

1. Compression uniaxiale

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 uniaxiale à froid (figure I.7).

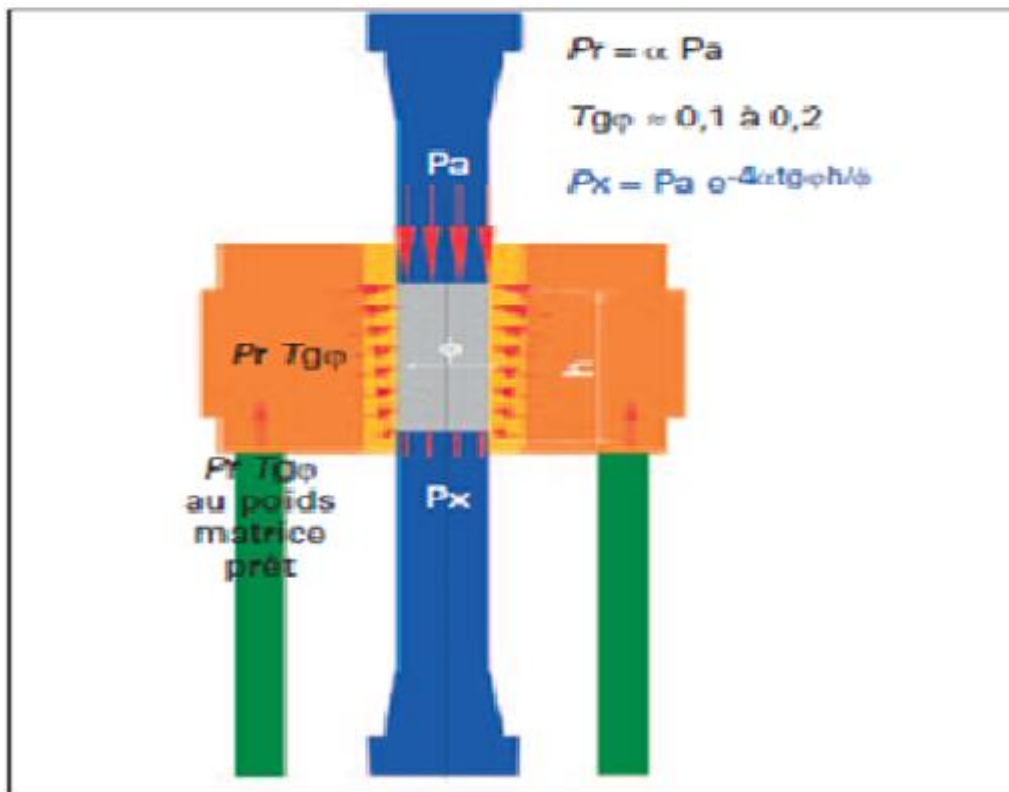


Figure I. 7: Compression uniaxiale [21].

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 [23].

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 contenu 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.

4. Moulage par injection

Ce procédé regroupe les techniques de l'injection plastique et celles de la métallurgie des poudres, la poudre métallique est mélangée à un liant organique (jusqu'à 50%) pour former une pâte ; celle-ci est injectée par la suite avec une grande pression, pour qu'elle adhère parfaitement l'empreinte du moule. Les pièces fabriquées par ce procédé, ont une densité très élevée 95%, et des formes très complexes, le problème de cette technique, est la façon d'éliminer le liant organique, sans générer des fissures dans la pièce.

I.1.7.2 Le Frittage

Le frittage est la dernière opération dans la production des matériaux par métallurgie des poudres. Le frittage peut se faire en phase solide ou en présence d'une phase liquide. Industriellement, le frittage en phase solide est le plus utilisé, surtout pour la fabrication de pièces métalliques, car le changement de dimensions est faible. Le frittage avec phase liquide est surtout utilisé pour la fabrication de composites de matrice métallique ou céramique. [24].

L'opération du frittage des mélanges WC-Co débute par une étape de déliantage qui se réalise entre 400 et 800 °C sous une atmosphère d'azote ou d'hydrogène selon le liant organique a éliminé. Pendant cette montée en température, le liant se décompose en sous-produit gazeux qui s'élimine totalement par la circulation des gaz pour éviter le claquage des comprimés. A la fin de l'étape de déliantage, un vide primaire est réalisé puis une montée en température jusqu'à l'apparition de la phase liquide comprise entre 1350 et 1450 °C suivant la teneur en cobalt des mélanges à densifier. Les oxydes de cobalt et de tungstène répartis à l'état de traces sont alors

réduits en consommant une partie du carbone libre disponible. Pendant la montée, le carbure de tungstène se dissout dans le cobalt jusqu'à atteindre la solubilité maximale et le système présente un eutectique à environ 1320 °C [25].

Bien qu'il n'est pas facile de donner une définition simple et complète du frittage, il peut être défini comme le processus de traitement thermique qui permet à un système pulvérulent d'évoluer vers un état de compacité maximale, c'est-à-dire vers un état de porosité presque nulle et de conférer ainsi au compact des propriétés mécaniques convenables. Au cours du frittage, la forme de la pièce est conservée contrairement à son volume qui diminue en général (phénomène du retrait).

Les carbures cémentés les plus performants sont ceux constitués uniquement de deux phases : la phase de carbure constituée de grains facettés de WC liés entre eux par la phase métallique avec l'assurance d'équilibre de carbone pour éviter la formation des phases nuisible aux propriétés mécaniques du produit final. Comme le montre la section isotherme du diagramme de phase W-C-Co de la figure I.8, le domaine biphasé WC-Co (W, C) est extrêmement étroit.

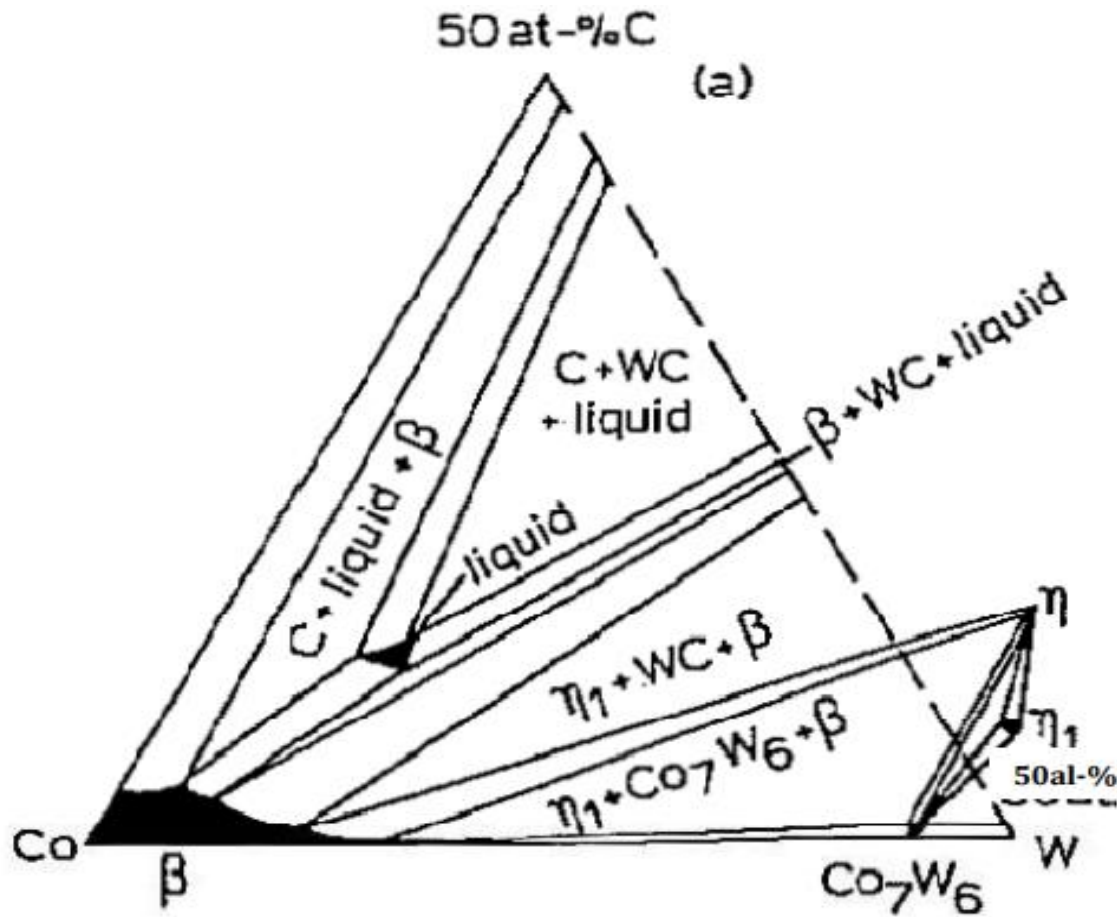


Figure I. 8 : Section isotherme à 1260°C du diagramme de phase ternaire W-C-Co d'après Urhenius [26].

I.1.7.2.1. Les Différents types de 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 à 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.9 présente les différents types de frittage [26].

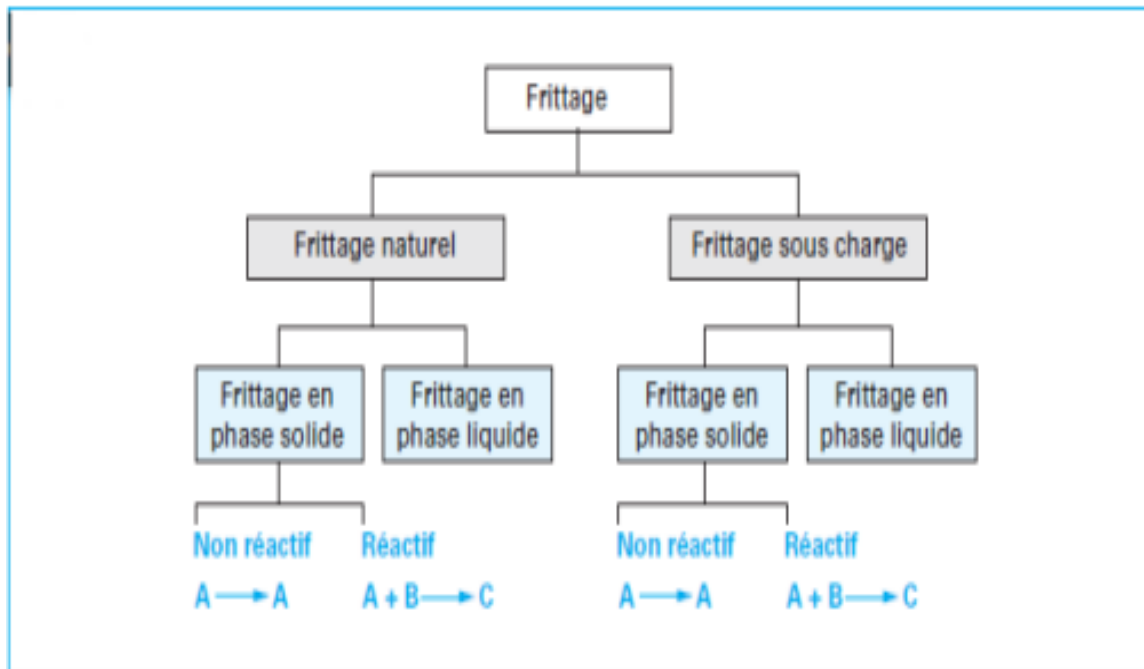


Figure I. 9: Les différents types de frittage.

I.1.7.2.1.1 Frittage en phase solide

Au cours du frittage en phase solide tous les constituants restent à l'état solide. La densification est produite par un changement de forme des grains. Ce frittage peut donc être monophasé à un constituant ou polyphasé. On peut, ajouter des additifs qui permettent, sans créer de phase liquide, d'accélérer la densification. Ce mode de frittage est particulièrement utilisé pour les céramiques techniques dont la pureté des joints de grains est importante pour les propriétés d'usage : thermomécaniques (outils de coupe, barrières thermiques, combustible nucléaire), électriques ou magnétiques (diélectriques, varistances, supraconducteurs), optiques, voire biologiques [26].

a) Etapes du frittage en phase solide

Le processus du frittage en phase solide se déroule suivant trois stades essentiels sont : la construction des ponts, leur croissance et le retrait.

• Construction des ponts

La formation des ponts se déclenche au niveau de points de contacts entre les particules, ce phénomène est dû aux forces électrostatiques ou à des liaisons chimiques entre les surfaces en contacts (création des soudures).

• Croissance des ponts

La croissance des ponts est en fonction des différents rayons de courbure, qui engendrent des gradients de contraintes et de pression, ces derniers activent la diffusion des atomes vers les surface concaves, dans ce cas l'origine de la matière diffusée est le centre des joints de grains ou les surfaces des grains.

• Retrait (élimination de la porosité)

Après la densification du compacté, on trouve 30% de porosité qui peut être ouverte ou fermée, l'élimination du premier type de la porosité s'effectue par la diffusion en surface, tandis que la porosité fermée, qui se caractérise par la présence des gaz s'élimine par l'application d'une force opposée au frittage (contre pression).

b) Mécanismes de frittage en phase solide

En étudiant la cinétique de frittage en phase solide, on constate qu'il existe deux mécanismes qui sont, le mécanisme sans retrait et le mécanisme avec retrait.

• Mécanisme sans retrait

Dans ce cas, le déplacement de la matière s'effectue par diffusion superficielle ou bien par évaporation-condensation, il résulte que, le pont de raccordement grossit en

augmentant son rayon, sans qu'il y est de rapprochement des centre de particules, de cette façon le compacté garde les dimensions initiales comme la montre la figure I.10.

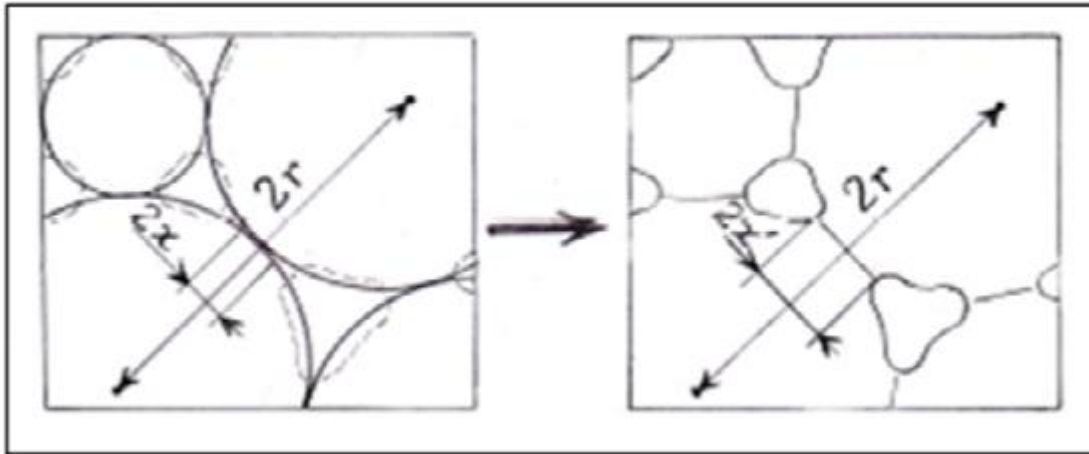


Figure I. 10: Grossissement d'un pont de raccordement entre deux particules (mécanisme sans retrait).

- **Mécanisme avec retrait**

Il se caractérise par le changement des dimensions initiales du compacté, causé par le rapprochement des centres de particule, ainsi que par le grossissement des ponts par la diffusion en volume et diffusion aux joints de grains, ces deux type de diffusion entraînent probablement une élimination de la porosité ouverte ou fermée [22]. (Figure I.11).

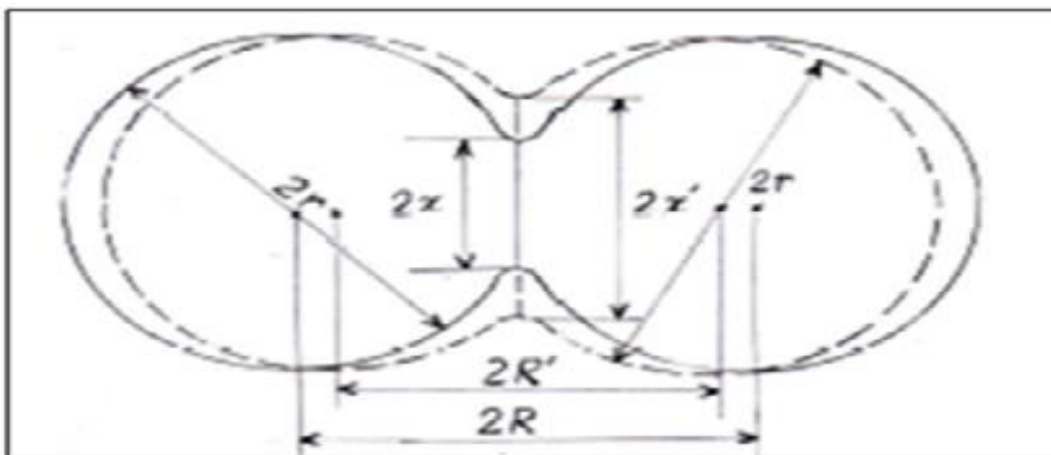


Figure I. 11: Grossissement du pont de raccordement dans un Mécanisme avec retrait.

I.1.7.2.1.2 Frittage en phase liquide

Procédé d'élaboration des matériaux à partir d'une poudre ayant au moins deux constituants. La température de fusion de l'un des deux doit être inférieure à la température de frittage, dans le but de permettre l'apparition de la phase liquide qui densifiera le comprimé. Les mécanismes mis en jeu font intervenir des phénomènes de fusion, de mise en solution, de diffusion, d'écoulement liquide par capillarité, de réarrangement des particules solides et l'élimination de la porosité. Lors du frittage en présence d'une phase liquide, on distingue trois étapes principales, correspondant successivement au réarrangement, à la dissolution-précipitation et à la coalescence des grains (Figure I.12) [25].

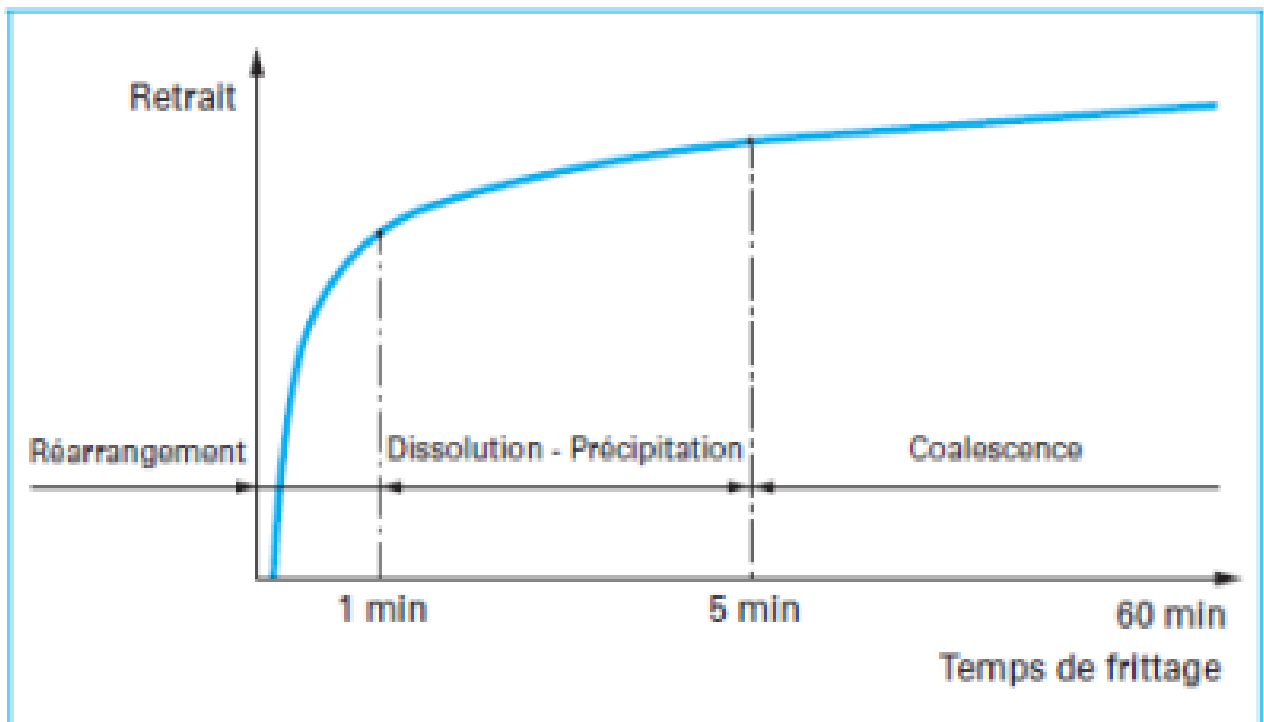


Figure I. 12 : Représentation schématique des trois grandes étapes du frittage en Phase liquide.

I.1.7.2.2 Modélisation du frittage avec la phase liquide

I.1.7.2.2.1 Equation de Laplace

Cette équation permet d'exprimer la différence de pression ΔP de deux phases A et B séparées par une surface courbée, elle est donnée par la relation I.1. Equation de Laplace

$$\Delta P = P_A - P_B = \gamma_s \left(\frac{1}{r} + \frac{1}{r'} \right) \quad (\text{I.1})$$

D'où

P_A et P_B représentent respectivement la pression dans les deux phases A et B.

r et r' sont les rayons principaux de courbure de l'interface.

γ_s c'est la tension superficielle de cette interface.

La différence de pression ΔP est dite nulle quand la surface de séparation est plane.

I.1.7.2.2 Application de l'équation de Laplace au frittage

Au cours de frittage en phase liquide, il existe un équilibre entre la phase solide, liquide et vapeur. A partir de l'équation de Laplace, on peut exprimer l'influence des changements de courbure des interfaces solide-liquide, solide-vapeur et liquide-vapeur sur cet équilibre [27]. L'état I est constitué de deux phases en équilibre à la pression P_0 ; sa transformation à l'état II conduit à l'apparition d'un gradient de pression dans deux phases.

Soit :

$$\Delta P_A = P_A - P_0 \text{ dans la phase A}$$

$$\Delta P_B = P_B - P_0 \text{ dans la phase B}$$

A la température constante, la différence entre deux équilibre représentés à la figure (I.13) se traduit par :

$$V_A \Delta P_A = V_B \Delta P_B \quad (\text{I.2})$$

Où V_A et V_B représentent respectivement les volumes de la phase A et la phase B.

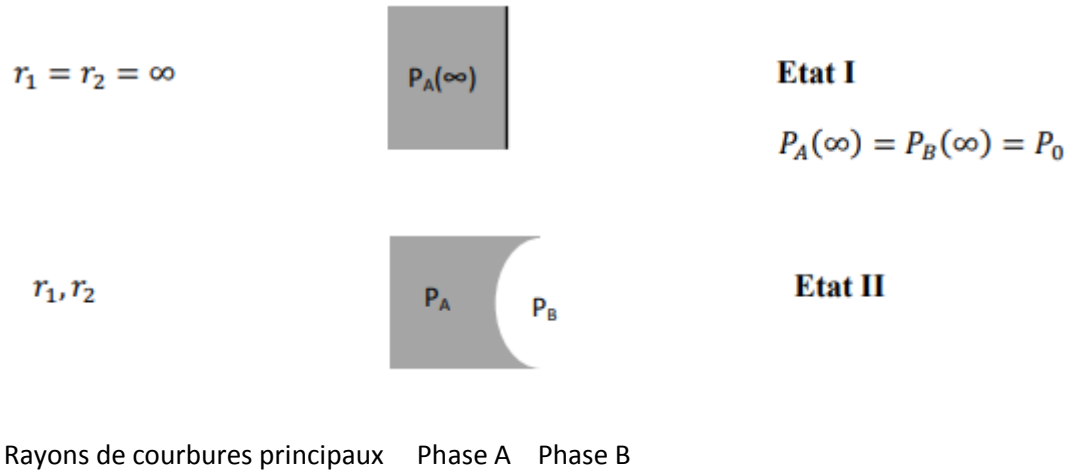


Figure I. 13: Influence de la courbe de la phase A sur l'équilibre A-B [27].

Si on applique l'équation de Laplace à l'état II, on peut écrire :

$$P_A - P_B = \Delta P_A - \Delta P_B = \gamma_s \left(\frac{1}{r} + \frac{1}{r'} \right) \quad (\text{I.3})$$

En combinant les équations (I.2) et (I.3), on obtient :

$$\Delta P_B = \frac{V_A}{V_B - V_A} \gamma_s \left(\frac{1}{r} + \frac{1}{r'} \right) \quad (\text{I.4})$$

$$\Delta P_A = \frac{V_B}{V_B - V_A} \gamma_s \left(\frac{1}{r} + \frac{1}{r'} \right) \quad (\text{I.5})$$

Ces relations peuvent être appliquées au cas précis du frittage avec phase liquide. Elles permettent de comprendre les mécanismes physiques qui sont activés au cours de ce processus et qui conduisent à la densification du système.

I.1.7.2.3 Mécanisme de frittage en phase liquide

En principe, le processus de frittage est un processus continu et non séparable, mais on le divise en trois stades, juste pour comprendre au moins en première approximation les

différents mécanismes cinétiques. Au cours de l'opération de frittage, plusieurs mécanismes ont lieu entre les grains de poudre agglomérés. Ces mécanismes sont habituellement étudiés en trois phases essentielles, une phase primaire, intermédiaire et une phase finale [28].

1. Stade de retrait rapide ou de réarrangement des particules

Pendant tout ce stade, le liquide qui s'est formé réunit les particules solides en un arrangement plus compact par action capillaire. La vitesse de ce réarrangement dépend en premier lieu de la vitesse à laquelle la phase liquide se forme. Le retrait sera d'autre plus grand que le liquide mouille totalement les particules de carbure, comme le montre la figure I.14

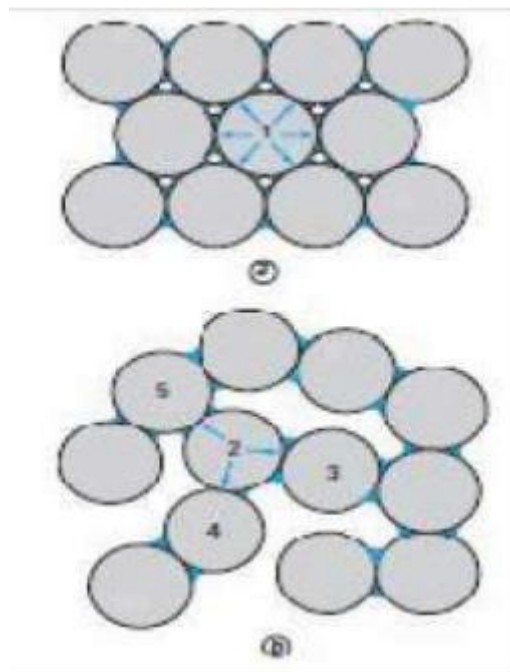


Figure I. 14: Réarrangement des particules [29].

Cette étape est activée par deux (2) principaux facteurs :

✓ Force motrice du frittage

La force motrice du frittage avec phase liquide d'un mélange est un processus qui conduit à une réduction de l'énergie (E) interfaciale totale dans un compact de poudre. Cette énergie découle de la contribution des aires interfaces solide-vapeur, liquide-vapeur, solide-liquide et solide-solide (A_{SV} , A_{LV} , A_{SL} , et A_{SS}) avec les facteurs γ_{SV} , γ_{LV} , γ_{SL} et γ_{SS} . L'énergie interfaciale totale E peut donc être exprimée par l'équation :

$$E = \gamma_{SV}A_{SV} + \gamma_{LV}A_{LV} + \gamma_{SL}A_{SL} + \gamma_{SS}A_{SS} \quad (\text{I.6})$$

A la température de frittage, le liquide se forme et reste présent jusqu'à la solidification lors du refroidissement pour servir de liant aux grains de poudre resté solide [16].

✓ Forces capillaires

Elles constituent la force motrice locale de cette étape du frittage en phase liquide. Lors de l'apparition du liquide et de son écoulement entre les particules solides, il y a aussi formation de ménisques. Ces derniers créent une différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur du liquide, et cela est dû aux forces capillaires qui maintiennent les grains au contact du liquide. Une illustration du pont qui se forme entre deux particules de même taille est montrée à la figure I.15.

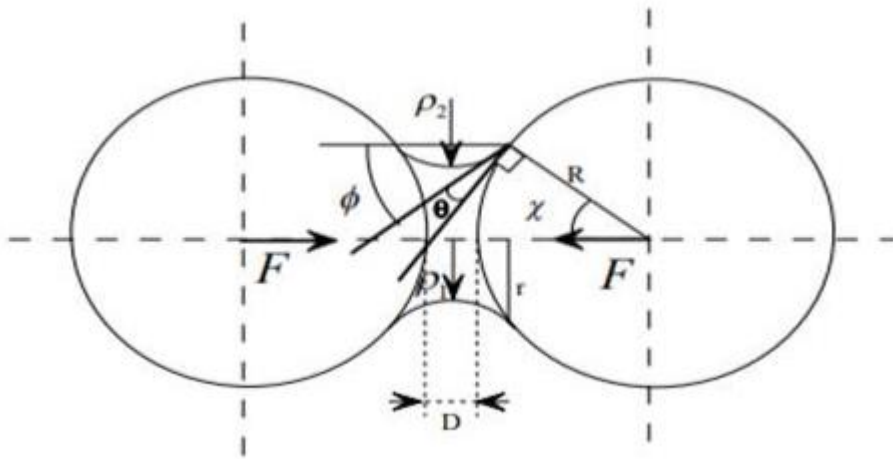


Figure I. 15: géométrie du pont qui se forme entre deux particules sphérique [10].

2. Stade de dissolution-précipitation

Le réarrangement n'est nullement suffisant pour la densification du matériau. La solubilité de la phase solide dans la phase liquide engendre l'apparition des phénomènes de dissolution et de précipitation qui permettent à la densification de se poursuivre. Aux points de contact entre les particules, les forces capillaires mettent le solide en compression, de sorte que la solubilité du solide dans le liquide y est plus élevée que dans les parties éloignées des

contacts. On observe donc une dissolution du solide aux contacts, une diffusion dans le liquide, et enfin une précipitation sur les surfaces libres.

3. Stade de Grossissement des grains (coalescence)

Le frittage en phase liquide s'accompagne d'un grossissement des grains dû à dissolution des petites particules et à leur précipitation sur les plus grosses. Cette coalescence par mûrissement d'Ostwald est régie par des lois cinétiques analogues à celles vues au frittage en phase solide. Dans la majorité des cas, le liquide se comporte comme une impureté qui ralentit la migration des joints (croissance contrôlée par la diffusion entre les grains). (Figure I.16).

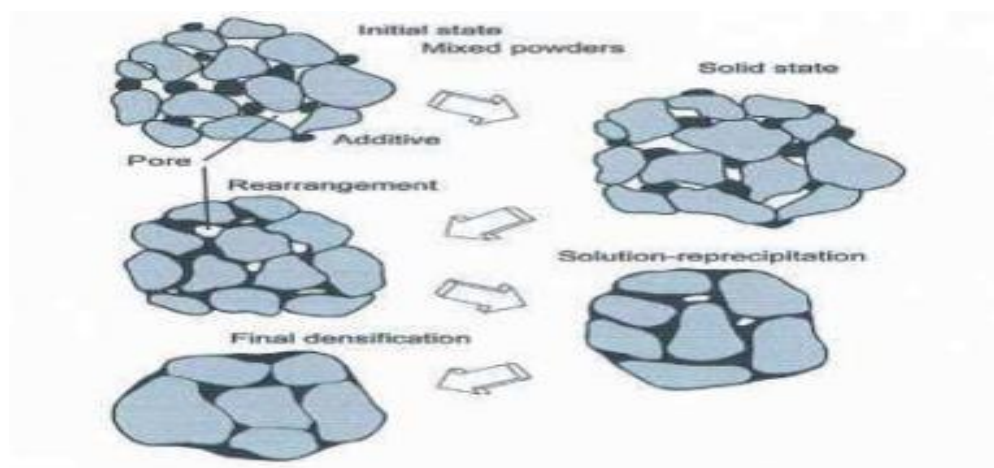


Figure I. 16 : Changements de microstructures au cours du Frittage en phase liquide sous l'action des forces capillaires exercées par les ponts de liquide entre particules [30].

I.1.7.2.4 Paramètres principaux du frittage avec phase liquide

1. Fraction volumique

La fraction volumique de liquide est définie comme le rapport du volume de phase liquide au volume total de matière. Si le volume de liquide est suffisant, il pourra remplir toute la porosité et on atteindra la densification totale. On peut évaluer la quantité nécessaire de

liquide en considérant que le réarrangement conduit à un empilement correspond, pour des sphères de distribution granulométrique unimodale à une porosité de l'ordre de 35%.

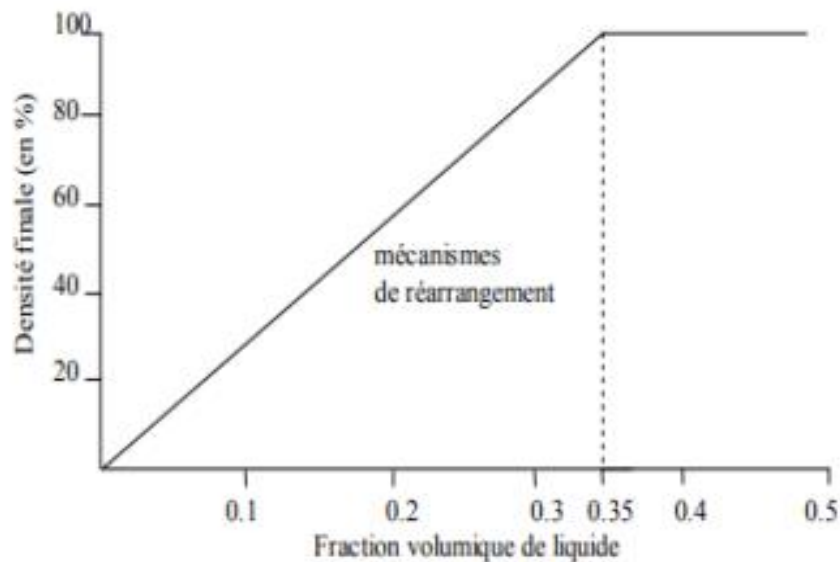


Figure I. 17 : Evolution de la densité en fonction de la fraction volumique du liquide dans un système biphasé en frittage avec phase liquide [31].

Dans le cas des carbures cémentés WC-Co, l'augmentation de la fraction volumique des particules obéit à un régime contrôlé par la diffusion, mais reste quand même négligeable. Dans la pratique, ce stade d'évolution microstructurale est à éviter dès que la densification est estimée suffisante, car cette croissance est préjudiciable aux propriétés des pièces frittées exigeant une microstructure à grains fins [31].

2. Atmosphère de frittage

Lors de frittage, il faut préserver la composition de l'alliage et particulièrement sa teneur en carbone, car une chute de la teneur en carbone, par exemple, entraîne une chute de la résistance mécanique. Toute oxydation doit être évitée, ainsi le frittage doit être effectué en atmosphère protectrice qui ne contient ni oxygène, ni humidité.

L'hydrogène ou le monoxyde de carbone peuvent être utilisés comme atmosphère protectrice. L'hydrogène doit être débarrassé de l'oxygène et de l'humidité, mais cet hydrogène

est encore capable de décarburer l'alliage WC-Co. Pour éviter cette décarburation, il faut que l'hydrogène contienne un peu d'hydrocarbures.

L'utilisation d'hydrogène dans la première étape du frittage (avant la température eutectique) est favorable, car il réduit les oxydes et facilite ainsi le mouillage (essentiel dans la deuxième étape). Par contre, à plus haute température, c'est un agent de décarburation dont il convient de se méfier.

Le frittage sous vide est intéressant, car il permet d'éliminer les gaz occlus dans le composé. Une précaution s'impose cependant, car un vide trop poussé peut aussi favoriser la perte de cobalt par évaporation.

3. La durée 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 [32].

4. La température de frittage

La température joue un rôle très important dans le processus de frittage avec phase liquide. La montée en température de frittage entraîne l'accélération de la solubilité et à une meilleure mouillabilité de la phase solide par le liquide, ce qui amène à une modification de microstructure du produit final. Dans le cas de carbure cémenté WC-Co une élévation de la température renforce la dissolution du tungstène et du cobalt et, de ce fait la phase liquide occupe un plus grand volume que la phase liante solide après frittage. Les forces capillaires deviennent alors fortes et permettent à la densification de s'opérer rapidement et atteindre la valeur maximale [33].

5. La Solubilité

La densification d'un mélange de poudre provoqué par les mécanismes de réarrangement et de dissolution-précipitation. Ces deux derniers extrêmement activés si le système à fritter est formé de constituants ayant une inter-solubilité importante. Par le fait, le liquide qui se construit alors à la température de frittage fait fondre les zones solides en cobalt et les aspérités de surface des particules. En conséquence, le réarrangement des particules se trouve alors facile et la densification par dissolution-précipitation est optimisée. Ce qui conduit à une densification totale du système [27].

6. Mouillabilité

Cette dernière est définie comme l'aptitude d'un liquide à mouiller la surface d'un matériau solide. Les liaisons chimiques fortes qui se forment à l'interface liquide-solide favorisent ce phénomène.

Si on considère une goutte de liquide déposée sur une surface solide plane ; Les tensions inter faciales γ_{sl} et γ_{sg} correspondent aux interfaces entre le liquide et le solide d'une part, et le gaz d'autre part. Aux points de contact entre le solide, le liquide et le gaz, l'équilibre entre les forces de tension inter faciale et la tension superficielle du solide (γ_{sg}) est réalisé lorsque cette égalité est respectée :

$$\gamma_{sg} = \gamma_{sl} + \gamma_{lg} \cdot \cos\theta \quad (I.7)$$

θ : Angle de raccordement, il caractérise la mouillabilité.

$\gamma_{sg} < \gamma_{sl}$: θ est supérieur à 90° , le liquide ne mouille pas le solide.

$\gamma_{sg} > \gamma_{sl}$: θ est inférieur à 90° , le liquide est dit mouillant. Lorsque θ avoisine 0° , le mouillage est dit parfait.

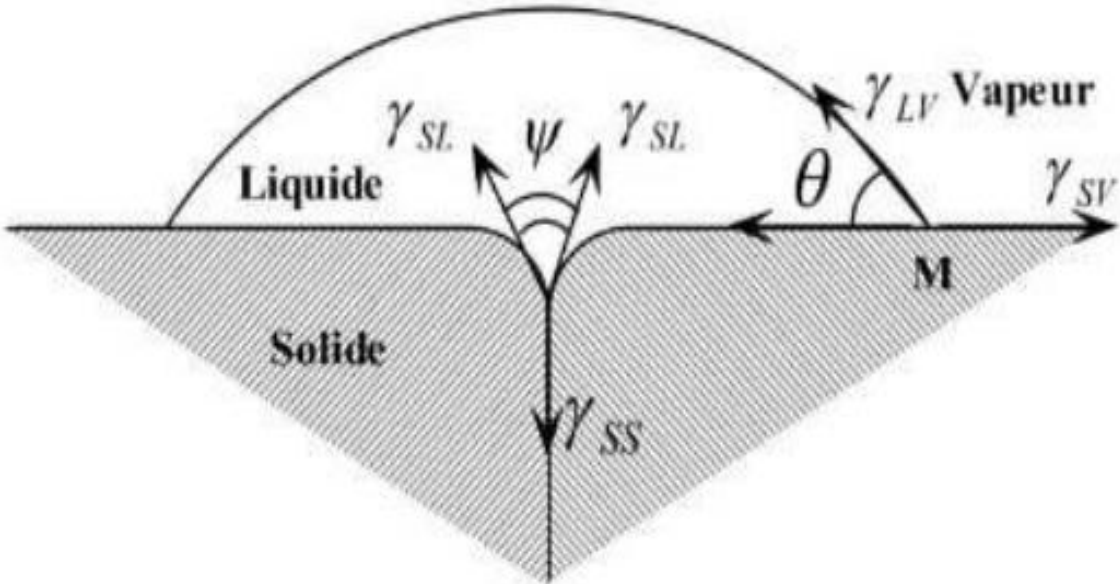


Figure I. 18: Angles de mouillage Θ et Ψ [10].

Chapitre II

Techniques expérimentales

L'objectif de ce chapitre est de présenter les poudres utilisées et l'ensemble techniques expérimentales pour l'élaboration des carbures cémenté WC-Co. Un aperçu est donné sur les méthodes de caractérisation utilisées dans le cadre de ce travail.

II.1. ELABORATION DES CARBURES CEMENTES WC-Co

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

La préparation des poudres est la première étape du processus d'élaboration de matériaux à partir des techniques de la métallurgie des poudres. Elle est réalisée dans le laboratoire de l'unité industriel ERIS de Batna.

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

La poudre de cobalt est préparée industriellement par réduction des oxydes de cobalt par hydrogène, à une température de 800°C. La poudre obtenue est constituée de grains irréguliers et agglomérés. Elle est soumise à des opérations de tamisage par vibration pour récupérer ensuite les grains dont la taille est inférieure à 2 μm .

Le tungstène se trouve dans la nature sous deux formes : la wolframite (tungstate de fer et de manganèse) ou $(\text{Fe}, \text{Mn}) \text{WO}_4$ et la scheelite (tungstate de calcium) ou CaWO_4 . De ce minerai est extrait le trioxyde de tungstène.

Afin de préparer la poudre de carbure de tungstène WC, on procède à l'obtention de la poudre de tungstène pur (W) par réduction à 750°C du trioxyde de tungstène WO_3 par l'hydrogène, la carburation des grains de tungstène est réalisée à l'aide d'une quantité prédéterminée de noir de carbone pour obtenir une poudre de WC de composition stœchiométrique. Le mélange W-C se fait dans un broyeur à billes. Il est ensuite disposé dans des nacelles de graphite qui passe dans un four à une température comprise entre 1350 et 1500°C, sous courant d'hydrogène sec circulant à contre-courant.

II.1.2 Mélange des poudres de WC-Co

Les poudres de cobalt et de carbure de tungstène sont mélangées en milieu humide par broyage. Le but de ce broyage est d'obtenir un mélange parfaitement homogène.

Le rajout d'un additif (l'alcool éthylique), facilite le mélange en améliorant l'écoulement des poudres et protège la poudre de WC-Co de l'oxydation.

Un bon mélange homogène, dépend essentiellement de quatre paramètres principaux tels que :

- Le volume relatif de la poudre dans le mélange.
- Le nombre de boulets.
- La durée de broyage.
- La vitesse de rotation de broyeur.

II.1.3 Densification des mélanges

II.1.3.1 Consolidation des mélanges

Avant l'opération de frittage, les mélanges de poudre passent par une compression pour l'obtention de pièces crues de formes et de dimensions déterminées.

Cette opération conduit à un produit cohérent qui peut être manipulé sans risque d'effritement.

Elle provoque un début de densification par rapprochement des grains de poudre ce qui permet de faciliter l'opération finale du frittage.

II.1.3.2 Frittage en phase liquide

Le frittage en phase liquide des carbures cémentés reste une technique attractive vu sa facilité de mise en œuvre.

Le frittage avec phase liquide des comprimés est élaboré sous atmosphère d'hydrogène dans un four où la température est variée de 20 à 1600°C. Le cycle de frittage comporte trois étapes (deux étapes de montée en température et une étape de refroidissement).

La première étape du cycle est une étape de déliantage. Elle correspond à une montée en température jusqu'à atteindre 800°C. Cette étape sert à éliminer, par évaporation, le lubrifiant rajouté à la poudre avant de procéder à sa compression. Cette opération de déliantage est d'une durée de quatre heures. La cinétique de déliantage est d'une grande importance, car sa durée et la température choisie doivent être optimisées afin d'éliminer complètement les restes organiques et les bulles de gaz résiduelles emprisonnées. Une élimination trop rapide du liant peut endommager les pièces en créant des fissures. L'utilisation d'un régulateur-programmateur permet de contrôler avec une grande précision la montée en température et le refroidissement progressif du four de manière à réduire les risques de fissuration des pièces.

La deuxième étape de la même durée que la première, sert à l'agglomération en phase liquide des particules réfractaires de WC. Une fois la température de fusion du liant métallique atteinte, elle est stabilisée à un palier dont la valeur peut varier entre 1320°C et 1450°C selon la teneur des pièces en carbure à traiter. Cette étape de densification provoque des déformations volumiques, sous forme de retrait, dont l'amplitude dépend de la composition de la poudre et de la densité locale de la pièce avant frittage.

La dernière étape du frittage correspond au refroidissement du comprimé est réalisé dans le four sous atmosphère d'hydrogène pour éviter son oxydation. Une grande stabilité atmosphérique dans l'enceinte de frittage, garantie une bonne reproductibilité des cycles de frittage. L'atmosphère protectrice prévient l'oxydation des pièces frittées comme elle permet la réduction de tout oxyde présent au sein de la poudre compactée. Elle sert également à prévenir la décarburation de matériaux contenant du carbone et d'empêcher la formation de carbone résiduel [10].

Les fours utilisés en trois zones mises sous un flux continu d'hydrogène. La figure II.1 représente les trois zones des fours utilisés.

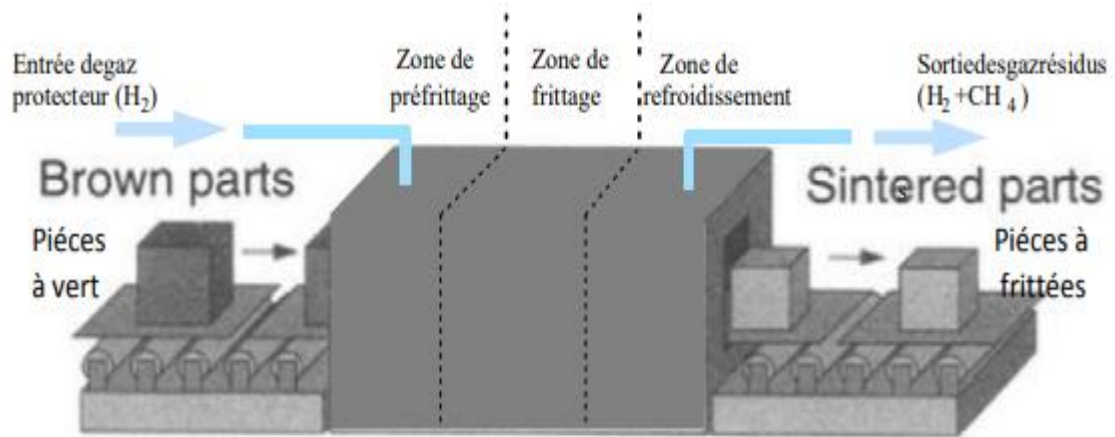


Figure II. 1: Schéma de principe d'un four de frittage conventionnel [10].

II.2 TECHNIQUES D'ANALYSE DES MATERIAUX ELABORES

II.2.1. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction aux rayons X est une technique intéressante permettant la caractérisation de l'alliage.

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

Les conditions d'acquisition des diagrammes de diffraction des rayons X ont été conservées : pas de 0.02 (en 2θ) et temps de comptage 10s. Les phases angulaires sont enregistrées dans l'intervalle angulaire 2θ compris entre 30° et 150° .

Les rayons X font partie des rayonnements électromagnétiques ayant une grande énergie et une faible longueur d'onde, qui est de l'ordre des espacements atomiques dans un solide. Une grande partie des connaissances en matière d'arrangements atomiques et moléculaires des solides provient d'études effectuées par diffraction aux rayons X (DRX).



Figure II. 2: Diffractomètres de type XRG 3000.

II.2.2. Microscope électronique à balayage (MEB)

Le Microscope électronique à balayage est un appareil de haute résolution, pouvant fournir rapidement des informations sur la morphologie et la composition chimique d'un objet solide. C'est le moyen le plus puissant et assez complet d'imagerie de surface.

Il est basé sur le déplacement contrôlé d'un faisceau d'électrons sur l'échantillon à caractériser l'interaction électrons-matière produit divers types de rayonnements exploitables pour l'étude de la topographie et de la composition de la surface de l'objet. Les électrons rétrodiffusés qui possèdent une énergie cinétique plus élevée permettent d'obtenir des informations liées à la chimie de surface du matériau, puisque les éléments avec un numéro atomique élevé conduisent à une réémission plus importante des électrons rétrodiffusés que les autres éléments. Les images obtenues en mode d'électrons secondaires permettent d'obtenir la topographie de l'échantillon. Ceci du fait que les électrons secondaires ont une faible énergie et proviennent de la surface de l'échantillon. Nous avons travaillé en mode électrons rétrodiffusé.

Le microscope électronique à balayage est schématisé sur la figure ci-dessous.

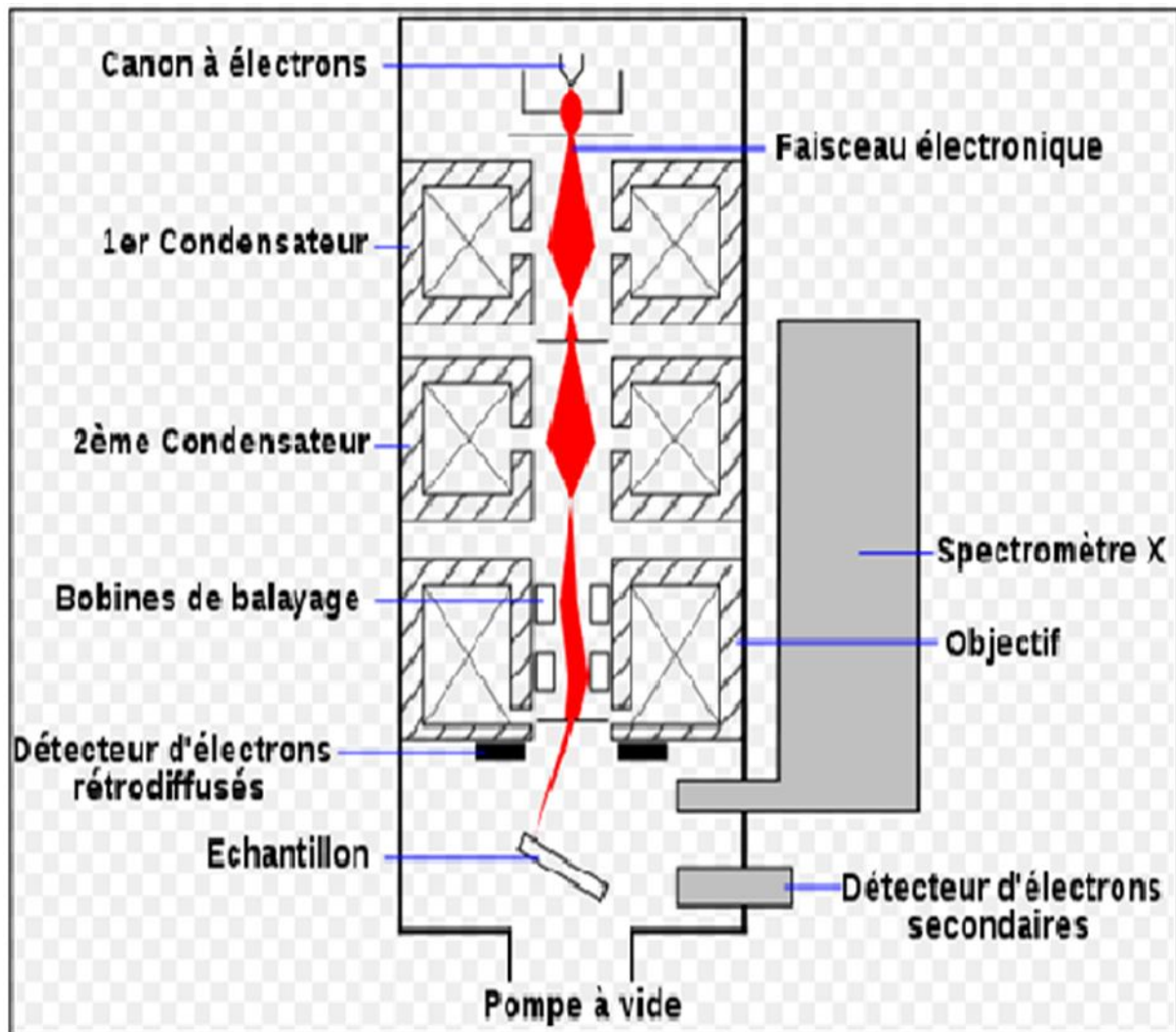


Figure II. 3: Principe de fonctionnement de microscope électronique à balayage (MEB).

L'analyse de nos échantillons a été effectuée en utilisant un microscope électronique à balayage de type JEOL 5600 LV à filament de tungstène, couplé à un système de microanalyse par dispersion d'énergie EDS (Energy Dispersive Spectrometer). Les surfaces des échantillons ont été préparées par des polissages mécaniques successifs au papier abrasif et à la pâte diamantée.

Une fois que le vide est assuré dans la colonne, on met le filament en tungstène sous tension appliquée de 20 KV, il résulte une production d'électrons primaires qui seront accélérés par une haute tension vers l'échantillon. Des lentilles électromagnétiques assurent l'orientation du faisceau d'électrons et le balayage de l'échantillon qui produit les électrons rétrodiffusés, les électrons secondaires éjectés de l'échantillon, ainsi que les rayons X caractéristiques des transitions électroniques.



Figure II. 4: Microscope électronique à balayage JEOL 5600LV.

II.2.3 Caractérisations mécaniques

II.2.3.1 Essai de microdureté

La dureté d'un métal est sa capacité à résister à la déformation. On la détermine au moyen d'essais normalisés (Brinell, Meyer, Vickers, Rockwell). Le principe est toujours identique : un pénétrateur indéformable laisse une empreinte dans le matériau à tester. On mesure les dimensions de l'empreinte et on en déduit la dureté [5].

Les essais mécaniques sont considérés comme étant une étape indispensable pour accéder aux grandeurs caractéristiques des matériaux. Les essais mécaniques réalisés sont des essais de microdureté Vickers. Ces essais ont été effectués sur un microduremètre de type SHIMADZU HMV 2000.

Avant de réaliser les essais, les échantillons sont polis mécaniquement au papier abrasif. Un polissage de finition est ensuite effectué en utilisant des pâtes diamantées, jusqu'à l'obtention d'une surface plane, brillante et dénuée de toute rayure, leur indentation est réalisée à l'aide d'un polygone en diamant sous une charge de 500 g pendant une durée de 15 s.

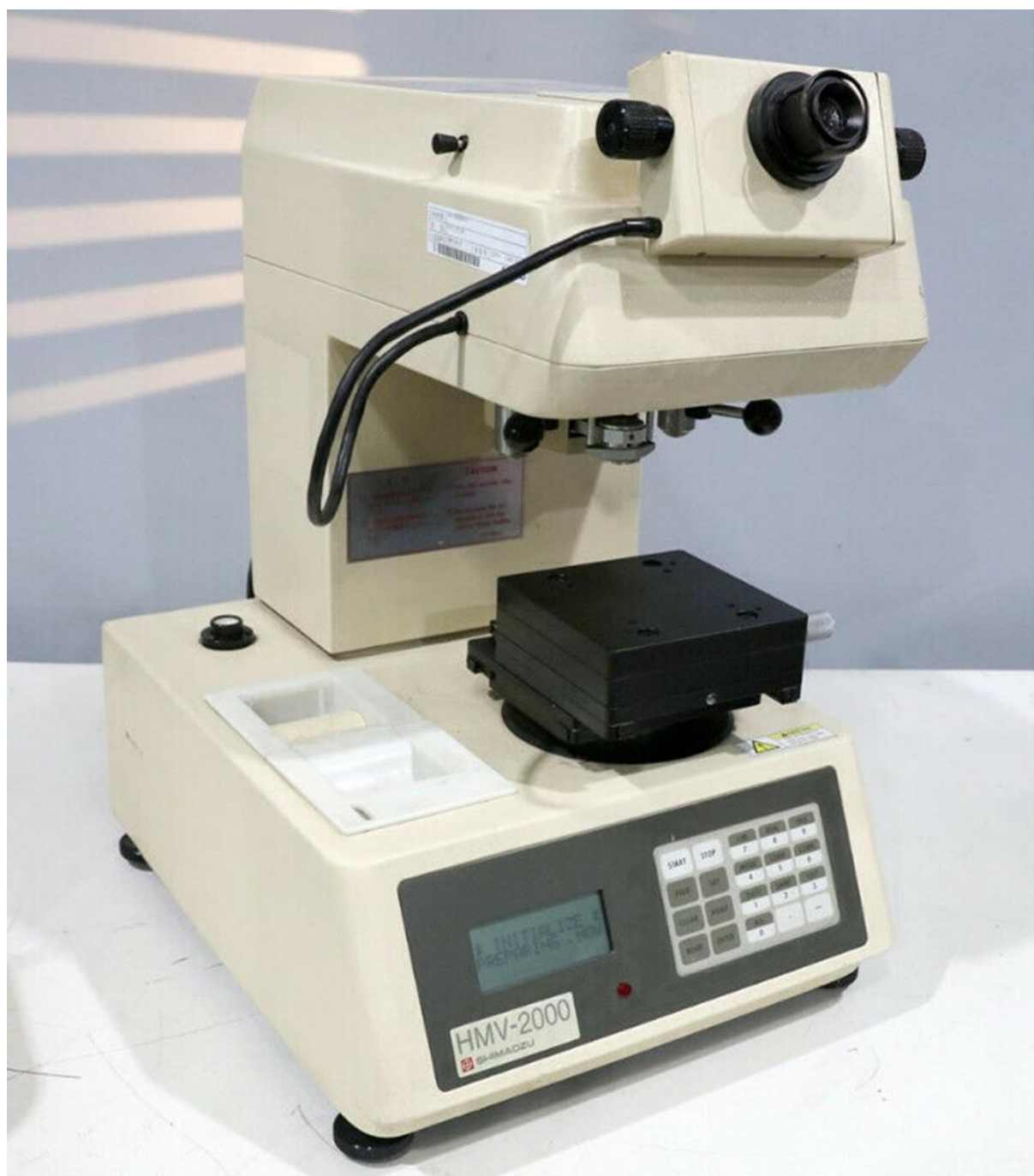


Figure II. 5: Le microduromètre SHIMADZU HMV 2000.

II.2.3.2 Essai de flexion

L'essai de flexion consiste à fixer les deux extrémités de l'éprouvette d'une dimension normalisées, puis d'appliquer en son centre une charge progressive jusqu'à la rupture. (Comme nous le montre la figure II.6)

L'essai de flexion est caractérisé par la simplicité du montage de l'éprouvette et sa géométrie simple. Lors du test, la partie supérieure est en compression et la partie inférieure en traction.

L'intensité d'effort est augmentée jusqu'à la rupture. Cette dernière en se développant, passe par deux étapes dont la première est la naissance d'une fissure et la seconde concerne sa propagation à travers toute la section de l'éprouvette. La rupture peut être ductile ou fragile. Une rupture ductile s'accompagne d'une déformation plastique importante (consommation d'énergie élevée), par comparaison à la rupture fragile où la déformation plastique est faible et donc la propagation rapide des fissures (consommation de faible énergie).

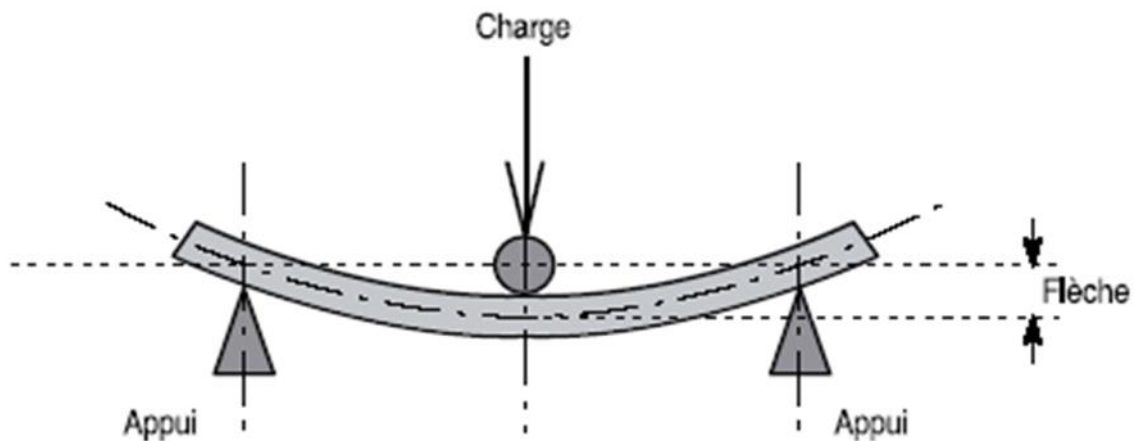


Figure II. 6: Schéma de principe de l'essai de flexion.

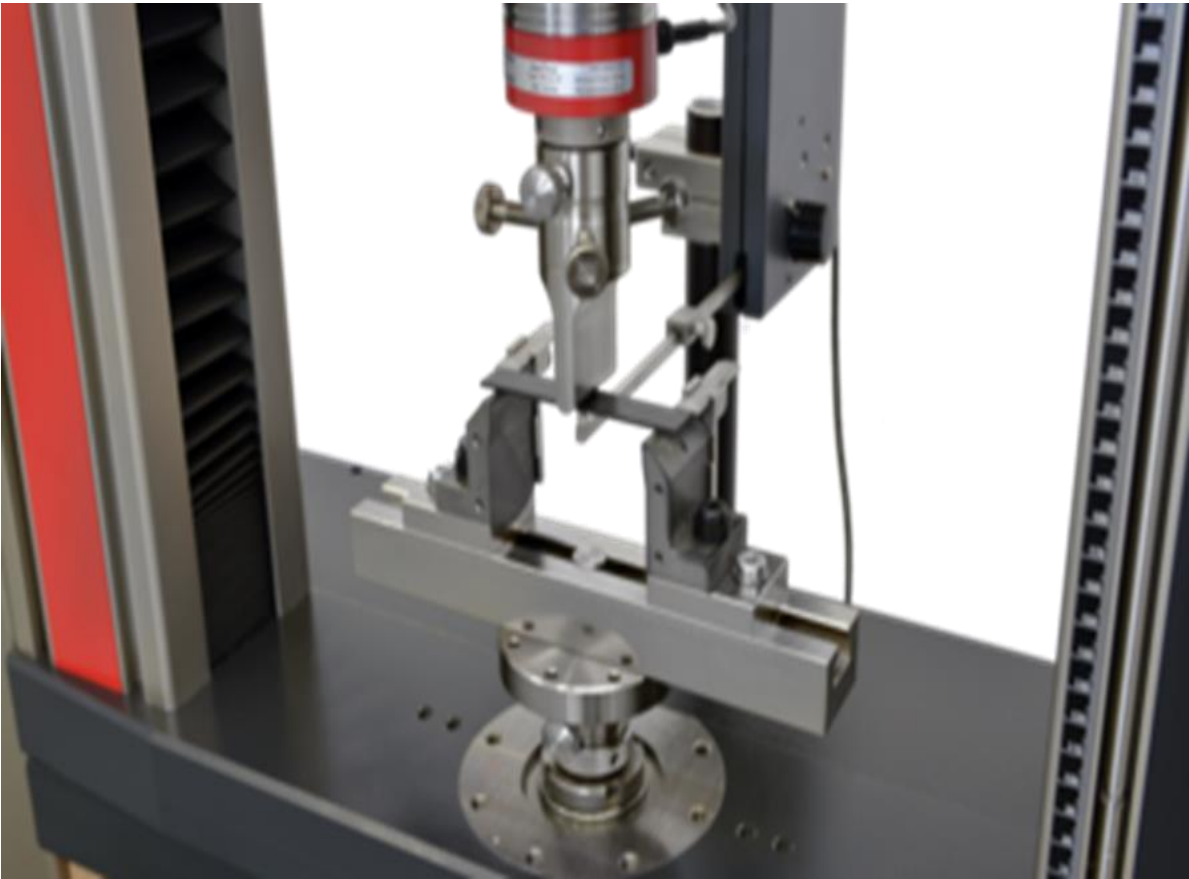


Figure II. 7: Machine d’essai de flexion.

Chapitre III

RESULTATS EXPERIMENTAUX

Nous présentons dans ce chapitre, les caractéristiques des mélanges de poudre de carbure de tungstène et de cobalt. Nous présentons également les caractéristiques des matériaux obtenus par frittage en phase liquide. Les résultats obtenus par cette méthode sont discutés.

I I I.1 Caractérisation des poudres de base utilisées

Les propriétés d'un produit élaboré par les techniques de la métallurgie des poudres dépendent des caractéristiques de la poudre de base. Par conséquent, il est nécessaire de bien caractériser la poudre de départ pour déterminer l'influence des paramètres, comme la teneur en carbone, la taille et la forme des particules et la pureté de la poudre sur son comportement aux différentes étapes de la fabrication du produit.

I I I.1.1 Composition chimique

Une série d'essais a été élaborée sur les mélanges de poudre de carbure de tungstène et de cobalt. Les mélanges de poudre ont été utilisés pour fabriquer les échantillons de WC-Co avec des pourcentages massiques en cobalt contenant 20, 25 et 30%. Les mélanges de poudre de WC et de Co ont été analysés chimiquement avant de procéder à leur densification par frittage avec phase liquide (Voir le tableau III.1).

Echantillons	WC-20% Co	WC-25% Co	WC-30% Co
Elément massique			
Cobalt (%)	19.17 %	25.32 %	29.81 %
Carbone total (%)	4.8 %	4.30 %	3.98 %

Tableau III. 1: Composition chimique des mélanges de poudre de carbure de tungstène et de cobalt.

Les pourcentages massiques obtenus en carbone dans les trois mélanges de base sont inférieurs à la teneur stœchiométrique qui est de 6.12% en masse de carbone. Les résultats montrent que la concentration en carbone diminue quand la teneur en cobalt augmente. Ceci montre que la décarburation des grains de WC est d'autant plus importante quand la teneur en Cobalt est plus élevée. Cependant, on note que le phénomène de décarburation se produit essentiellement dans de l'étape de broyage.

I I I.2 Conditions expérimentales

Trois échantillons à base de mélanges de poudres de carbure de tungstène et de cobalt ont été élaborés avec des différentes concentrations massiques en cobalt par frittage en phase liquide.

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

Mélange des poudres	Pré-frittage		Frittage	
	Température (°C)	Durée (h)	Température (°C)	Durée (h)
WC-20% Co	800	4	1450	2
WC-25% Co	800	4	1450	2
WC-30% Co	800	4	1450	2

Tableau III. 2 : Conditions de traitement des trois échantillons élaborés par frittage en phase liquide.

I I I.3 Caractérisation des différents matériaux élaborés

I I I.3.1 Analyse par diffraction des rayons X

L'analyse par la diffraction des rayons X de mélanges des poudres de cobalt et de tungstène nous a permis d'identifier les phases en présence dans tous les échantillons élaborés par frittage en phase liquide.

Sur les figures (III.1) et (III.2) et (III.3) sont rassemblés les diagrammes de diffraction des RX correspondant respectivement aux échantillons WC-20%Co, WC-25%Co et WC-30%Co élaborés par frittage en phase liquide.

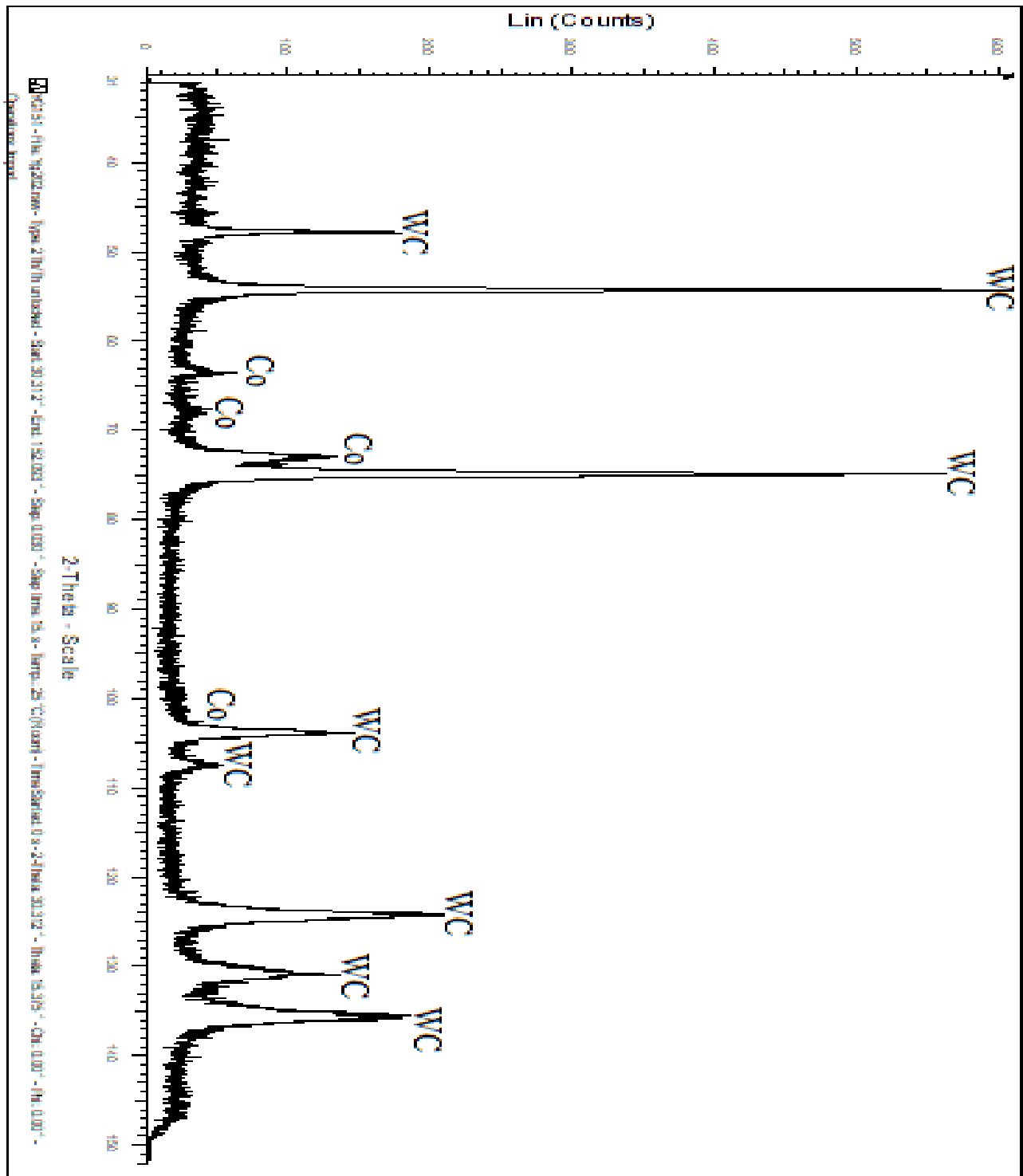


Figure III. 1: Spectre de diffraction X de l'échantillon WC-20% Co élaboré par frittage en phase liquide.

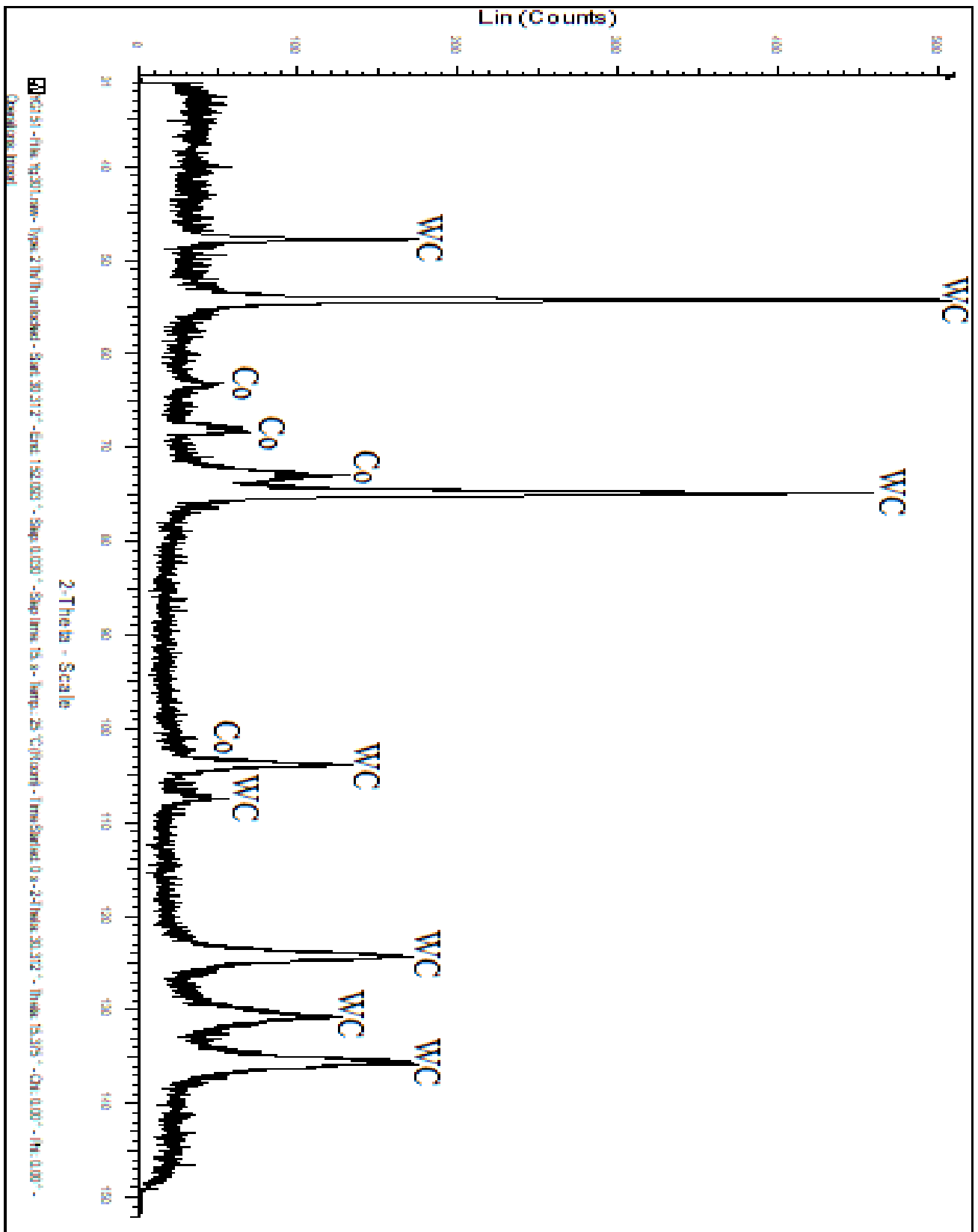


Figure III. 3: Spectre de diffraction X de l'échantillon WC-30% Co élaboré par frittage en phase liquide.

Les résultats de l'analyse montrent que les échantillons élaborés par frittage en phase liquide sont constitués uniquement de deux phases celles de WC et celles de Co. Cela montre probablement que la quantité de Co présente dans les trois échantillons est suffisante pour dissoudre tout le carbone libéré à travers la phase liquide de cobalt.

III.3.2 Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage permet d'obtenir des informations concernant les différentes phases qui composent les deux types de matériaux étudiés. L'étude est effectuée en mode électrons rétrodiffusé. Les surfaces des échantillons observées ont été préparées par des polissages mécaniques successifs à la pâte diamantée de 10 à 0.25 μm .

Les micrographies de la figure III.4 représentent les structures observées dans les échantillons élaborés par frittage avec phase liquide de mélanges de poudres de carbure de tungstène et de cobalt.

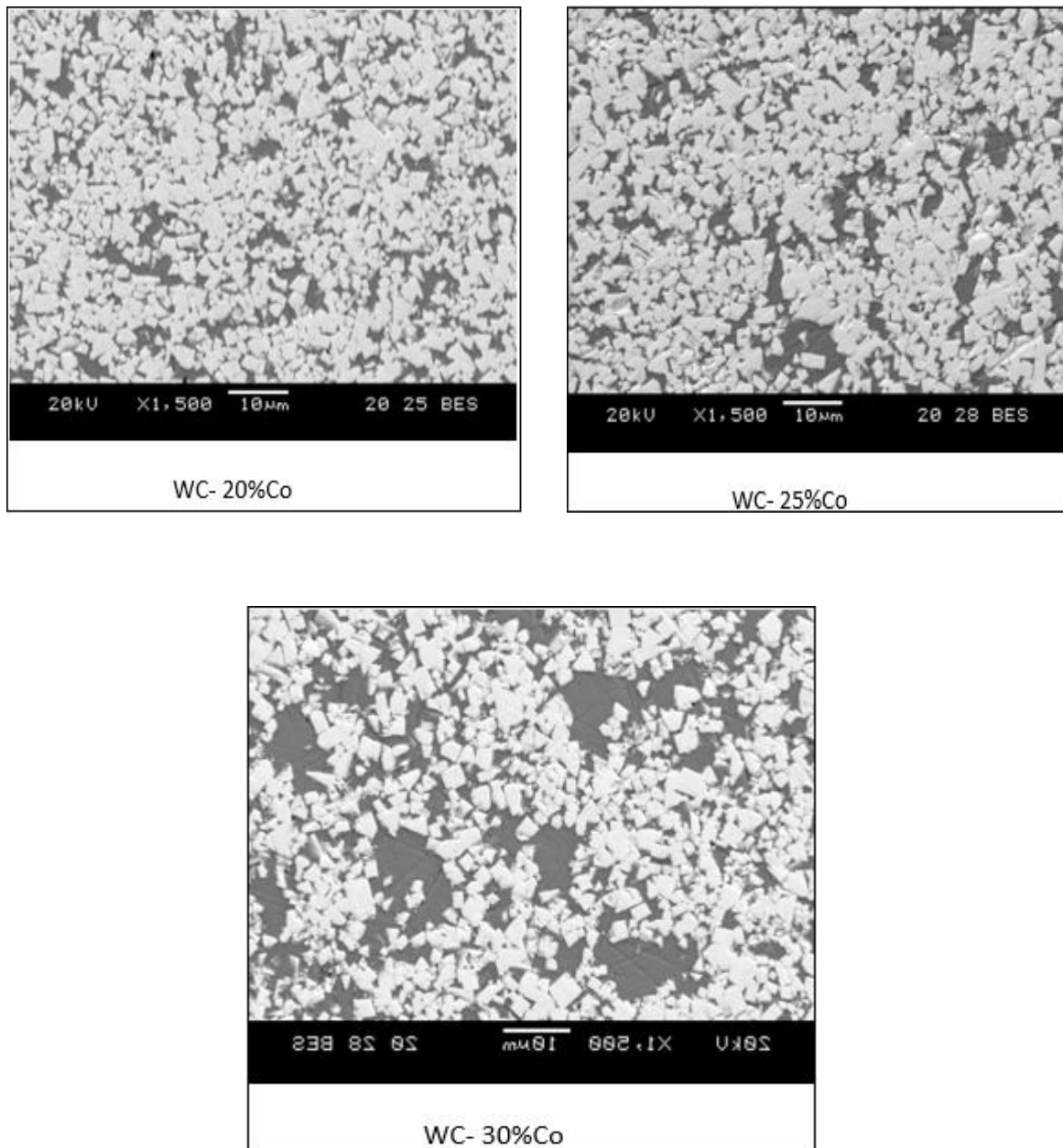


Figure III. 4 : Microstructures observées dans les échantillons obtenus par frittage en phase liquide à 1450°C.

On observe sur la figure III.4, les deux phases habituelles des alliages WC-Co : une phase claire constituée de grains facettés de WC insérés dans une phase liante de cobalt de couleur sombre.

On remarque que la phase de cobalt présente une structure ouverte dans les échantillons élaborés par frittage en phase liquide surtout quand la teneur massique en cobalt est élevée (WC-25%Co) et (WC -30%Co). Quant à la phase de carbure de tungstène, elle est constituée

de grains de WC anguleux et parfaitement distinguable les uns des autres. Et parfois on les trouve sous forme d'amas comme le montre la micrographie de la figure III.4 correspondant à l'échantillon contenant WC-20% en masse de Co

Une analyse par dispersion d'énergie est réalisée sur une zone de l'échantillon WC-25%Co élaboré par frittage avec phase liquide. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure III.5 sous forme de cartographie. Qui met en évidence la répartition géographique des éléments, tungstène (W) et cobalt (Co).

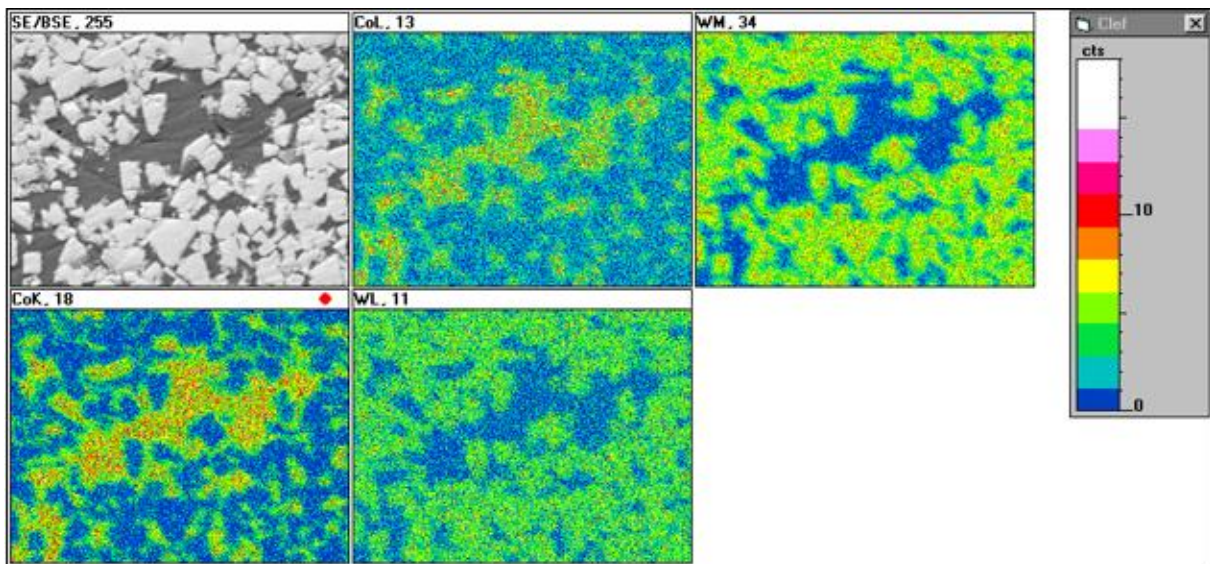


Figure III. 5: Cartographie de l'échantillon WC-25%Co élaboré par frittage en phase liquide.

III.3.3 Caractérisation mécanique

III.3.3.1 Essai de microdureté

Des essais de microdureté ont été réalisés sur les trois types d'échantillons élaborés par frittage avec phase liquide dans le but d'étudier les propriétés mécaniques du matériau.

C'est l'essai Vickers qui a été mis en œuvre pour déterminer la dureté des échantillons élaborés. Les tests ont été réalisés à l'aide d'une charge de 500 g appliquée pendant 15s. La dureté moyenne a été évaluée sur une dizaine de points effectués le long du segment de droite qui relie le bord au centre de l'échantillon.

L'ensemble des résultats relatifs aux essais réalisés sont présentés dans le tableau (III.3) suivant :

Echantillons élaborés par frittage en phase liquide	Dureté (HV 0,5)
WC-20%Co	1042.00
WC-25%Co	1007.00
WC-30%Co	972.00

Tableau III. 3: Microduretés des trois types d'alliages élaborés.

Les résultats obtenus montrent que la microdureté est nettement élevée dans les échantillons à faible taux de cobalt (WC-20%Co). L'amélioration de microdureté est certainement due à la morphologie de la phase liante qui se trouve sous forme dispersée dans le cas des échantillons à faible taux de cobalt.

III.3.3.2 Essai de flexion

La résistance à la flexion est souvent effectuée pour évaluer la résistance mécanique d'un carbure cémenté. Pour un matériau rigide et moins ductile, il est très difficile de le tester sans créer des contraintes internes.

Des essais de flexion ont été réalisés sur les éprouvettes évaluées sur des différents échantillons élaborés, dans le but d'étudier les propriétés mécaniques d'un matériau WC-Co[34].

Les résultats des contraintes à la rupture sont portés dans le tableau III.4.

Essai Eprouvettes	Moyenne (N /mm²)
WC-20%Co	2801,5
WC-25%Co	2702,91
WC-30%Co	2457,65

Tableau III. 4: Résultats des essais de flexion effectués sur les trois types d'échantillons [34].

On remarque que la contrainte appliquée augmente avec la diminution du taux de cobalt. Cela est dû à morphologie de la phase liante qui se trouve finement dispersée dans le cas des échantillons à faible teneur en cobalt (Co). Ceci engendre une augmentation de la microdureté de l'échantillon.

III.3.4 Discussion des résultats

Nous avons abordé dans le cadre de ce travail, un procédé d'élaboration de carbure cémenté WC-Co avec des propriétés mécanique amélioré à partir de mélange de poudre de carbure de tungstène et de cobalt. La méthode utilisée est la densification par frittage en phase liquide.

Les résultats obtenus par la technique de diffraction des rayons X (DRX) a permis d'identifier les deux phases présentes dans les échantillons. En effet, les spectres de diffraction obtenue sur les échantillons élaborés par frittage en phase liquide comporte que les raies de cobalt et de carbure de tungstène.

Les observations en microscopie électronique à balayage nous ont permis de constater que les échantillons à faible teneur en cobalt (WC-20%Co) sont plus homogènes que ceux des échantillons ayant un taux de cobalt élevé (WC-25%Co) et (WC-30%Co).

L'étude de la microdureté des trois types d'échantillons élaborés montre que les microdureté sont nettement améliorées dans les échantillons à faible teneur en cobalt (WC-20%Co). L'amélioration de la microdureté est due à la morphologie de la phase liante de cobalt qui se trouve dispersées.

Conclusion

CONCLUSION

Le but de ce travail est fixé sur l'élaboration de trois échantillons de carbure cimenté à partir de mélange de poudre de carbure de tungstène et de cobalt par le procédé du frittage en phase liquide. En utilisant deux poudres élémentaires Co, WC. L'objectif de l'étude est d'obtenir un carbure cimenté avec des propriétés mécaniques améliorées.

Tout d'abord, nous avons abordé une étude bibliographique générale sur les différentes techniques de la métallurgie des poudres ainsi que leur élaboration, consolidation et ses différents types de densification afin d'obtenir des informations de base, pour passer ensuite à des techniques expérimentales, concernant la caractérisation et l'élaboration des carbure cimente (WC-20%Co, WC-25%Co et WC-30%Co). Nous avons cherché à optimiser l'homogénéité des carbures cimentés par le frittage en phase liquide.

L'analyse qualitative des échantillons est réalisée par diffraction des rayons X. La caractérisation microstructurale des échantillons est décrite à partir d'observation en microscopie électronique à balayage (MEB). Des essais de microdureté et de flexion ont mis en évidence l'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques des alliages élaborés par les techniques de la métallurgie des poudres.

L'analyse par diffraction des rayons X a permis de mettre en évidence la présence de deux phases habituelles une phase de carbure de tungstène (WC) et une phase de cobalt (Co) dans les trois types d'échantillons obtenus par frittage en phase liquide. On constate que la quantité de Co présente dans les trois échantillons est suffisante pour dissoudre tout le carbone libéré à travers la phase liquide de cobalt.

Des observations en microscopie électronique à balayage (MEB) sont mises en œuvre pour obtenir des informations concernant les différentes phases qui composent les deux types de matériaux étudiés. Des opérations en mode électrons rétrodiffusé ont été effectuées pour analyser la microstructure des matériaux élaborés. On remarque que la phase de cobalt présente une structure fermée dans les échantillons à faible teneur en cobalt. Quant à la phase de carbure de tungstène, elle se présente sous forme d'amas et parfois difficile à distinguer.

On peut conclure que l'augmentation du pourcentage massique de cobalt est à l'origine de l'apparition d'hétérogénéités sous forme des zones riche en cobalt et pauvres en carbure de tungstène. Ces hétérogénéités engendrent une diminution de la micodureté.

On constate que la microdureté est plus élevée dans l'échantillon à faible taux de cobalt (WC-20%Co), une meilleure microdureté doit être due à la morphologie de la phase liante dans les échantillons élaborés par frittage en phase liquide.

D'après l'essai de flexion on remarque que le cobalt joue un rôle essentiel dans la résistance des matériaux.

On peut conclure que le procédé de densification des poudres par frittage en phase liquide à faible teneur en cobalt (WC-20%Co) a permis l'obtention d'un carbure cémenté (WC-Co) à propriétés mécaniques améliorées. A l'avenir, il sera intéressant de connaître les caractéristiques de chaque composé pour élaborer des carbures cémentés à faible teneur en masse de cobalt en utilisant des poudres nanométriques de carbure de tungstène et de cobalt.

Références :

- [1] H.E. Exner, Physical and chemical nature of cemente carbides. Int. Met. Reviews, p.149, 1979.
- [2] S.Azem, M.Grosbras, S.Yefsah, La Revue de Métallurgie-CIT/Science et Génie des Matériaux, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, Algérie, Mai 2004.
- [3] https://fr.wikipedia.org/wiki/Carbure_c%C3%A9ment%C3%A9.
- [4] N.Benghanem, thèse de doctorat, Contribution à la modélisation du comportement mécanique des filaments de tungstène sous diverses configurations d'enroulement. USTHB Alger, Juin 2010.
- [5] M.Khechba, Mémoire de magister, Caractérisation de la réaction interfaciale entre une couche mince de tungstène et un substrat d'acier. Université de Constantine, 2008.
- [6] H.Pastor, Métallurgie et recyclage du tungstène. Procédés, technique de l'ingénierie" M 2378, 12-2000.
- [7] Erik lassner and wolf –dieter schubert, "Tungsten properties chemistry technology of the element alloy and chemical compound ", kluwer academic /plenum publishers, New York, 1999.
- [8] N.Mechtoub, Mémoire de master, réalisation des matériaux composites en Carbure de Tungstène sur les Stabilisateurs de forage pétrolier, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, Algérie, 2019.
- [9] H.Pastor, Fabrication et propriétés d'utilisation des cermets WC-Co. Colloque organisé par la section sud-est de la société française de métallurgie, mars 1983.
- [10] A.Djermoune, mémoire de magister, Caractérisation d'un carbure cémenté WC-Co élaboré par compression isostatique à chaud : étude de la réactivité de la gaine avec les composant WC et Co. Université de Bejaïa, Algérie, 2008.
- [11] <http://www.tungsten-powder.com/french/Cobalt-Powder.html>.
- [12] S. Krantz B. Christensson Sahle, W. and I. Laszlo. Preliminary data on hard metal workers exposure to tungsten oxide fibres ; sci. total. environ. 191, 1996.
- [13] H.Pastor, Fabrication et propriétés d'utilisation des cermets carbure de tungstène cobalt -prospective dans le domaine de la coupe, matériaux et techniques, pp 433-450, décembre 1984.
- [14] : E.Pauty, « Intégrations des savoirs et savoir-faire » (*S. Mottin*) // sous licence CC-BY-NC-ND, 3e éd, p. 91, 2011.

- [15] M. Eudier «métallurgie des poudres », Technique de l'Ingénieur ; M866.
- [16] H.Rabouhi, Thèse de doctorat, étude comparative des alliages WC-Co élaborés à partir du frittage simple et de la compression isostatique à chaud. Université A.Mira de Bejaïa, 2009.
- [17] R. Cazaud « Métallurgie, mise en forme et traitement », Ed. Dunod, Paris, pp75-88, 1974.
- [18] Olivier sioui-latulipp, Diplôme de Maîtrise, Amélioration de la compressibilité d'une nouvelle poudre d'acier à outils pour l'amélioration de la résistance à l'usure à haute température de pièces automobiles, université de Montréal, Aout 2013.
- [19] R. Cazaud, et R. Leroux « Métallurgie, mise en forme et traitement », Ed. Dunod, Paris 1951.
- [20] L. Mebarki, thèse de doctorat, Elaboration et caractérisation d'un acier à outil résistant à l'usure obtenu par la métallurgie des poudres, université de Biskra 2019.
- [21] L. Aouchiche, mémoire de magister Frittage et caractérisation du mélange Co-(W, C), université de Tizi-ouzou, 2014.
- [22] J. Peyssou : le frittage, Paru dans l'industrie céramique, n°66, avril 1973.
- [23] A. Franchon : Métallurgie des poudres, Institut des Matériaux Industriels (IMI), canada ; Novembre 2002.
- [24] G. Nicolas; métaux et alliages non ferreux, chapitre 15 ; molybdène, tungstène et leurs alliages.
- [25] D. Bernache-assollant et J.Bonnet, frittage : aspects physico-chimique : partie 2 : frittage en phase liquide AF6621, 2010.
- [26] D. Bernache-assollant, J.BONNET, Frittage : aspect physico-chimiques, Partie 1 : frittage en phase solide, techniques de l'ingénieur, AF6620, 2005.
- [27] H.Rabouhi et S.Boudrahem, Caractérisation microstructurale des frittés WC-Co. 2ème conférence internationale sur les matériaux et l'environnement CIME 2010, Université Badji Mokhtar- Annaba 2010.
- [28] J. Curé, « Métallurgie appliquée », 24 édition, 1970.
- [29] D.Gendron : Etude numérique et expérimentale du frittage à l'échelle du grain. Thèse de doctorat de l'université de Bordeaux I, 2001.

- [30] D.Bernache-assollant : Frittage en phase liquide technique de l'ingénieur AF6621.
- [31] A. DESCHANVRES J. L. CHERMANT, M. COSTER. Etude de la cinétique de croissance de systèmes carbure-métal”, journal of the less-common metals, 52 177-196, 1977.
- [32] H.MEZIANI, Mémoire de magister, élaboration d'un composite WC/Cu par infiltration, Université mouloud mammeri de tizi-ouzou, 2013.
- [33] Y.Hassaini et K.Haroune, mémoire de master, Analyse de l'évolution de la distribution de la taille des grains dans les alliages de WC-Co, université de Béjaïa, 2021.
- [34] L.Lebbah, N.Allaoua , mémoire de master, élaboration par les techniques de la métallurgie des poudres d'alliages à base de WC, Fe₃C et de mélange de poudres de Cu et de Co, université de Bejaïa, septembre 2008.

Résumé

La métallurgie des poudres est un procédé de transformation de fines poudres métallique en produits denses, elle comporte deux grandes étapes : la compression de la poudre et le traitement thermique (frittage) qui permet de consolider et de densifier le matériau assurant ainsi les propriétés et les dimensions finales de la pièce.

Dans le cadre de cette étude, nous avons procédé à l'élaboration des carbures cimentés par frittage en phase liquide à partir de trois échantillons de mélange de poudre de carbure de tungstène et de cobalt contenant 20, 25 et 30% en masse de cobalt. L'analyse par diffraction des RX a permis de mettre en évidence la présence de deux phases habituelle une phase de carbure de tungstène (WC) et une phase de cobalt (Co). Les observations en microscopie électronique à balayage nous ont permis de constater que les échantillons à faible teneur en cobalt (WC-20%Co) sont plus homogènes que ceux des échantillons ayant un taux de cobalt élevé. Le procédé de densification des poudres par frittage en phase liquide à faible teneur en cobalt permet l'obtention d'un carbure cimenté à propriétés mécaniques améliorés.

Abstract

Powder metallurgy is a process of transformation of fine metallic powders into dense products, it includes two main steps: the compression of the powder and the thermal treatment (sintering) which allows to consolidate and densify the material thus ensuring the properties and the final dimensions of the part.

In this study, we proceeded to the elaboration of cemented carbides by sintering in liquid phase from three samples of mixture of tungsten carbide and cobalt powder containing 20, 25 and 30 % in mass of cobalt. X-ray diffraction analysis revealed the presence of two usual phases: a tungsten carbide (WC) phase and a cobalt (Co) phase. Scanning electron microscopy observations allowed us to observe that the samples with low cobalt content (WC-20%Co) are more homogeneous than those with high cobalt content. The powder densification process by liquid phase sintering at low cobalt content allows to obtain a cemented carbide with improved mechanical propertie.

