

Réf :

MEMOIRE DE FIN DE CYCLE

En vue d'obtention du diplôme de Master en Génie des Procédés

Option : Génie des Procédés des Matériaux

Thème

**Réarrangement et évolution du taux de porosités durant le
frittage des carbures cémentés WC-Co**

Présenté par :

M^{elle} DJETTANE Lynda

M^{elle} BOUKROUS Samira

Encadré par :

Mme RABOUHI Hassiba

Soutenue le : 11 /07/2021

Devant le jury composé de :

Mr LAHRACHE Abderrezak	MCB ., Univ A.Mira de BEJAIA	président
Mr KAHOUADJI Badis	MCB., Univ A.Mira de BEJAIA	Examineur
Mme RABOUHI Hassiba	M.C.A., Univ A.Mira de BEJAIA	Promotrice

Dédicaces

A mes très chers parents, source de vie, d'amour et d'affection

A mes chers frères : Sofiane et Arezki

A ma grande mère Dahbia, mes oncles : Ali et Mouhamed ainsi que leurs
épouses et enfants source de joie et de bonheur.

A toute ma famille, source de motivation

A tous mes amis (e), tout particulièrement Assia

A vous cher lecteur.

DJETTANE Lynda.

Dédicaces

Je dédie ce travail avec toute mon affection aux êtres qui me sont les plus très chers au monde « **Mes parents** »

Que dieu les garde et les protège.

Mes très chers grands parents.

Mes chers frères et soeurs, cousins et cousines, A tous les membres de Ma famille.

Mes professeurs.

Ainsi à tout mes amis(e) sans exception.

BOUKROUS Samira.

REMERCIEMENTS

En premier lieu, je tiens à remercier le bon Dieu le tout puissant qui m'a donné la force, le courage et la patience pour mener à bon terme ce travail.

Mes remerciements s'adressent également à ma promotrice, Madame RABOUHI Hassiba, d'avoir accepté de m'encadrer, d'être à l'origine du thème de ce mémoire de fin d'études de master en génie des procédés (génie des procédés des matériaux) et pour son aide précieuse dans la rédaction de ce modeste travail.

Je suis très reconnaissante aux membres de jury, pour l'honneur qu'ils me fassent d'examiner ce mémoire.

Je remercie tous mes enseignants, tous mes amis de classe ainsi que mes amies de la cité universitaire.

J'adresse également mes sincères remerciements à tout le personnel du département de génie des procédés (agents de sécurité, agents administratifs, techniciens...) pour leur gentillesse et leur incomparable savoir-faire.

Un immense merci pour mes parents, ma grand-mère et mes frères ainsi que tous les membres de ma famille pour m'avoir toujours soutenu et encouragé durant toutes mes années d'études.

Merci à tous ceux qui ont participé de près ou de loin à ce travail.

DJETTANE Lynda.

REMERCIEMENTS

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

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

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

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

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

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

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

Mes dames et messieurs, recevez mes remerciements meilleures.

BOUKROUS Samira.

Table des matières

INTRODUCTION.....	2
I.1 _ ELABORATION ET DENSIFICATION DES MELANGES DE POUDRES DE CARBURE DE TUNGSTENE ET DE COBALT	5
I.1.1-Préparation de la poudre de carbure de tungstène	6
I.1.1.1-L'obtention du tungstène.....	6
I.1.1.2-Carburation de tungstène (WC).....	7
I.1.2- Préparation de la poudre de cobalt.....	7
I. 1.3- Obtention des mélanges WC-Co.....	8
I.1.3.1- Le broyage.....	8
I.1.3.2-Le séchage	9
I.1.4- Les domaines d'application des composites WC-Co.....	Erreur ! Signet non défini.
I.1.5- Procédé de densification des poudres	10
I.1.5.1- La consolidation des poudres WC-Co.....	11
I.1.5.1.1- Pressage uniaxial à matrice fermé.....	12
I.1.5.2- Le frittage	13
I.1.5.2.1- Procédé de frittage.....	15
I.2-MODELISATION DU FRITTAGE AVEC PHASE LIQUIDE	17
I.2.1-Application de l'équation de Laplace au frittage.....	17
I.2.1.1-Equation de Laplace	17
I.2.2- Mécanisme du frittage en phase liquide.....	19
I.2.2.1- Réarrangement des particules (stade 1).....	19
I.2.2.1.1- Force motrice du frittage.....	20
I.2.2.1.2- Force capillaires.....	20
I. 2.2.2- Dissolution-précipitation (stade 2)	21
I.2.2.3- Grossissement des grains (coalescence ; stade 3)	22

I.2.3-Paramètres principaux du frittage avec phase liquide.....	22
I.2.3.1-Fraction volumique de la phase liquide.....	23
I.2.3.2- Atmosphère de frittage	24
I.2.3.3-La température de frittage	24
I.2.3.4- La Solubilité	24
I.2.3.5- La durée de frittage.....	25
I.2.3.6- La mouillabilité	25
I.3- INFLUANCE D'UNE CONTRAINTE EXTRNE SUR LE FRITTAGE AVEC PHASE LIQUIDE.....	27
II.1- ELABORATION DES CARBURES CEMENTES WC-Co	30
II.1.1- préparation des poudres de tungstène et de cobalt	30
II.1.2-Mélange des poudres	Erreur ! Signet non défini.
II.1.3- Densification des mélanges	31
II.1.3.1- Consolidation des mélanges.....	31
II.1.3.2- Frittage simple	32
II.1.4 - La compression isostatique à chaud	33
II.1.4.1-Principe de la compression isostatique à chaud	34
II.1.4.2-Description de la presse de C.I.C	34
II.1.4.3-Les étapes de la compression isostatique.....	36
II.1.4.4-Mode de fonctionnement automatique.....	37
II.1.4.5- Cycle de traitement automatique	38
II.2- ETUDE DES CARBURES CEMENTES ELABORES	39
II.2.1-Diffraction des rayons X	40
II.2.2-Microscope électronique à Balayage (MEB).....	40
II.2.3-Le Pycnomètre à Hélium	42
II.2.4- Essais de Microdurté.....	43
III.1-CARACTERISATION DES POUDRES DE WC, DE Co ET DE LEURS MELANGES	46

III.1.1-Composition chimique	46
III.2-CONDITION EXPERIMENTALES	Erreur ! Signet non défini.
III.3.-CARACTERISATION DES DIFFERENTS ECHANTILLONS ELABORES	48
III.3.1-Etude par diffraction des Rayons X	48
III.3.1.1-Diagrammes de diffraction	48
III.3.2 - Observation en microscopie électronique à balayage.....	50
III.3.3-Mesure du Taux de porosités	54
III.3.4-Characterisation mécaniques	55
CONCLUSION	58

INTRODUCTION

INTRODUCTION

A l'heure actuelle la demande en matériaux de qualité est très importante, notamment dans le domaine industriel. La métallurgie des poudres (M.D.P) est l'ensemble des procédés thermomécaniques et de mise en forme des pièces métalliques contrairement aux procédés de la métallurgie classique qui se caractérise par la solidification d'un métal ou alliage fondu [01]. La (M.D.P) permet la réalisation de composants de forme prédéterminée à partir des poudres dont la granulométrie et la constitution sont maîtrisées. L'élaboration des poudres fait appel à des différents procédés mécaniques ou chimiques qui permettent la fabrication des produits finis avec un minimum d'étapes à moindre coût. Il existe différentes techniques de la (M.D.P) pour la production de pièces et de composants telles que le frittage avec ou sans phase liquide, la compression isostatique à chaud (C.I.C)...etc.

Les techniques de métallurgie des poudres (M.D.P) sont retenues pour la production facile de métaux dotés de propriétés particulières, dans notre travail pour élaborer des carbures cémentés WC-Co à partir de poudre de carbures de tungstène et de cobalt. La phase carbures donne au WC-Co une grande dureté et une bonne ténacité [02]. Ces matériaux consistent en un réseau de grains de WC entourés d'une matrice de cobalt. La phase liante représente 3 à 30% du poids total du carbure cémentés .Le frittage conventionnel avec formation de phase liquide de cobalt reste le processus le plus souvent utilisé, Cependant, les produits obtenus ne sont pas toujours très denses et présentent deux types d'hétérogénéités, celle des porosités résiduelles et celle des constituants WC et Co [01].

Nous avons cherchés, dans le cadre de ce travail, à optimiser les propriétés mécaniques des carbures cémentés en procédant à la densification des mélanges WC-Co par compression isostatique à chaud (C.I.C). L'objectif recherché est la densification maximale et homogène des mélanges qu'ils soient de forte ou faible teneur en cobalt.

Les opérations de C.I.C (HIP) sont réalisées en collaboration avec le laboratoire de métallurgie Pprime de poitiers (France). Les mélanges de poudres sont mis sous vide

Introduction

pour éviter toute contamination au cours de leur densification dans l'enceinte de la presse utilisée ou la pression et la température peuvent atteindre 200Mpa et 2000°C [02].

Dans le cadre de ce travail, deux types de carbures cémentés ont été élaborés à partir de trois mélanges de poudres de WC et de Co contenant 3, 5, et 6% en masse de cobalt. Ces derniers ont été densifiés par frittage suivi d'une densification par compression isostatique à chaud. Une étude comparative des propriétés des deux types de carbures cémentés a pu être aussi réalisée.

Dans le premier chapitre, nous présentons une brève revue des techniques d'élaboration et de préparation des mélanges de WC et de Co ainsi que les procédés de leur densification. Nous aborderons le mécanisme du frittage en phase liquide ainsi que sa modélisation.

Dans le deuxième chapitre, nous décrivons l'ensemble des techniques expérimentales mises en œuvre, qu'il s'agisse de l'élaboration des matériaux ou de leur caractérisation.

Le troisième chapitre sera consacré à l'étude comparée des propriétés des carbures cémentés élaborés. Nous présentons et discutons les différents résultats des deux types d'échantillons élaborés par frittage en phase liquide et par frittage suivi d'une densification par compression isostatique à chaud.

Chapitre I

RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES

Dans ce chapitre, nous présentons les techniques de préparation des poudres de base de WC et de Co ainsi que les procédés de leur densification, Nous aborderons le mécanisme du frittage en phase liquide ainsi que sa modélisation.

I.1 _ ELABORATION ET DENSIFICATION DES MELANGES DE POUDRES DE CARBURE DE TUNGSTENE ET DE COBALT

Les carbures cémentés WC-Co sont des composites céramique-métal, dont la phase dure est le carbure de tungstène et la phase liante en cobalt associée à de faibles quantités de nickel, de chrome et même de cuivre. La phase liantes présente 3 à 30% du poids total du carbure cémenté. La taille moyenne des grains facettés de WC se situe entre 0.3 et 20 μ m. Ces matériaux ont des propriétés mécaniques remarquables, qui leur permettent d'allier résistance à l'usure et résistance en compression, à une excellente tenue au choc tant mécanique que thermique [03].

Les carbures cémentés WC-Co ont été utilisés avec beaucoup de succès dans l'industrie des outils de coupe. Des nuances ternaires WC-(W, Ti, Ta, Nb) C-Co ont été par la suite élaborées pour améliorer la dureté à chaud de ce type matériaux. La tenue à l'usure des carbures cémentés est améliorée par la mise au point de nuances revêtues de TiC, TiN, Ti(C,N), Al_2O_3 , par dépôt chimique (CVD) ou physique (PVD) en phase vapeur [02].

Dans cet alliage, produit généralement par frittages avec phase liquide, consistant en une agglomération des poudres sous pression suivie d'un chauffage à température de traitement qui ne dépasse pas 1500C°, permettant ainsi la présence d'une phase liquide qui assure la densification du matériau. Ce procédé ne conduit pas toujours à une densification maximale du produit final, surtout quand la teneur massique des liants est faible on peut utiliser un procédé de frittage sous charge qui consiste à réaliser simultanément deux opérations, la compression et le frittage en température.

Dans ce chapitre, nous présentons les techniques de préparation des poudres de base de WC et de Co ainsi que les procédés de leurs densification, plus précisément dans le cas du frittage en phase liquide, l'un des deux procédés mises en œuvre pour la fabrication des composites.

L'autre partie du chapitre sera consacrée pour une modélisation du mécanisme du frittage en phase liquide.

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

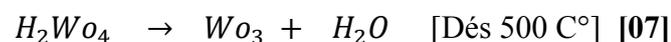
Le tungstène (diamant industriel) est un élément naturel qui dans la plupart des milieux est un solide. Dans la nature, il se produit dans la roche et le sol comme minerai [04]. Les sels minéraux exploitables sont la scheelite $CaWO_4$ (tungstène de calcium) et la WOLFRAMIE (Fe, Mn) WO_4 tungstène de fer et de manganèse. Le tungstène peut être employé comme un métal pur ou mélangé à d'autres métaux pour faire des alliages. [05]

I.1.1.1-L'obtention du tungstène (W)

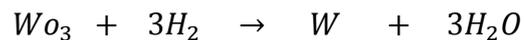
La Wolframite, après fusion avec du carbonate de sodium est placée sous un courant d'air continu afin d'oxyder complètement le fer et le manganèse (Fe, Mn). Le tungstène est alors récupéré par recristallisation sous forme de (Na_2WO_4) qui est ensuite convertie en scheelite artificielle ($CaWO_4$). [06]

La scheelite, attaquée avec une solution d'acide chlorhydrique permet d'obtenir une solution d'isopolytungstène qui se transforme en Apt par cristallisation.

On obtient WO_3 par calcination du paratungstate d'ammonium (APT) au dessus de 250 C° , L'action de l'acide chlorhydrique sur des solutions ou des suspensions aqueuses d'Apt permet de précipiter l'acide tungstique pur par calcination conduit aussi à WO_3



La poudre s'obtient par réduction de l'oxyde WO_3 par l'hydrogène, la réaction de réduction est :



La granulation de la poudre de tungstène obtenue dépend des facteurs qui sont [07] :

- La température de réduction.
- La granulométrie de l'oxyde de départ.
- Le débit d'hydrogène.

I.1.1.2-Carburation de tungstène (WC)

Afin d'obtenir les carbures de tungstène, la poudre de tungstène de granulométrie déterminée et du noir de carbone W + C sont mélangés dans un broyeur à billes suivant les proportions stœchiométriques de WC soigneusement contrôlées.

L'opération de carburation a lieu généralement dans des nacelles de graphite qui passent dans un four tubulaire (entre 1300 et 1400 C°) de graphite sous courant d'hydrogène circulant à contre courant. [07]

I.1.2- Préparation de la poudre de cobalt

Le cobalt est l'élément n° 27 du tableau de Mendeleïev, C'est un métal de transition voisin du fer et peu abondant de l'écorce terrestre (25 à 29 ppm).

La poudre de cobalt est fabriquée industriellement par la réduction d'hydrogène à une température variant entre 600 et 800 C° d'un mélange d'oxydes de cobalt (CoO, Co₂O₃ et Co₃O₄). On obtient des grains de poudre de forme irrégulière, d'une taille moyenne de 2 à 5 µm et qui ont une forte tendance à s'agglomérer.

Ces dernières années une autre voie de fabrication de la poudre de cobalt de grande pureté a eu lieu, elle se base sur la réduction d'hydroxyde de cobalt (Co(OH)₂) par un mélange d'éthylène et diéthylène glycol à une température de 210C°, Les grains de cette dernière ont une forme sphérique. L'utilisation de la poudre de cobalt obtenue par ce procédé conduit à

une meilleure répartition du liant et une forte réduction de la microporosité résiduelle dans les carbures cimentés.

I. 1.3- Obtention des mélanges WC-Co

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

I.1.3.1- Le broyage

La poudre de cobalt et de carbure de tungstène et d'autres substances s'il y a lieu, 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 obtenir un mélange parfaitement homogène. On utilise des agents broyant en carbure cimenté afin d'éviter toute pollution.

L'ajout d'un liant organique permet une étape ultérieure de granulation, de protéger la poudre de WC-Co de l'oxydation et facilite leur mise en forme. **[03]**

La réalisation de broyage est par rotation de la graine autour d'un axe horizontal. L'opération de broyage provoque la désagglomération de l'agrégat de poudre et conduit par la suite à une répartition de plus en plus homogène du cobalt dans le mélange. Pour réaliser un bon mélange des constituants, faudra 2 à 3 jours de broyage. La longue durée est l'inconvénient majeur du broyage.

I.1.3.2-Le séchage

Cette opération permet la granulation du mélange à l'issue du broyage, le liquide chargé des particules de cobalt et de carbure de tungstène dans lequel est dissous ce liant organique subit une opération de séchage-granulation.

Le liquide est pulvérisé en fines gouttelettes dans une chambre de séchage ou circule de l'azote chaud (170 – 210C°).

Après le séchage des gouttelettes, on récupère des granulés de diamètre variant de 0.3 à 4 μm dans lesquels les poudres WC et Co sont intimement liées par le liant organique.

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

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

La densité apparentes des mélanges granulés varie de 2.8 à 3.5 g/cm^3 . [03]



Figure I.1 – Les étapes d'obtention des poudres WC-Co. [03]

I.1.4- Les domaines d'application des composites WC-CO

Les matériaux obtenue par métallurgie des poudres ont été développés pour les applications de coupe, mais rapidement leur propriétés d'usure et d'abrasion pour les rendent également compétitifs dans des secteurs industriels variés, comme l'extraction minière, les hydrocarbures, les transports, les pièces de transport de fluide tels que buses, couteaux et lames..... ou encore l'usinage du bois et des métaux lorsque ni les alliages métalliques, ni les céramiques ne possèdent les qualités requises. Les domaines d'application de ces composites sont présenté dans le tableau I.1 [08].

Composition (%)		Taille de grain	Sollicitations		Applications typiques
WC	Co		abrasion	choc	
97-98	3-2	fin	extrême	aucun	Buses de grenailage ou de sablage, pièce de machines.
95-97	5-3	Fin ou fin moyen	Très sévère	Très bas	Buses, fils, billes de stylo.
94-95	6-5	moyen	sévère	bas	Rouleaux, défonceuse a bois, pièces de machines, joints mécaniques.
92-95	8-5	gros	Modéré à moyen	Moyen a sévère	Fers de robot et autres taillants pour le travail du bois.

Tableau I.1 : principales applications de WC-Co en fonction de leur composition.

I.1.5- Procédé de densification des poudres

La densification des poudres c'est une opération qui correspond à l'élimination des pores notamment par l'augmentation de la densité et le rapprochement des particules par

plusieurs procédés. Le choix des procédés se fait en fonction des propriétés mécaniques que l'on souhaite conférer au produit final.

Parmi ces procédés : La consolidation des mélanges et le frittage qui permet au produit d'acquérir une tenue mécanique satisfaisante.

I.1.5.1- La consolidation des poudres WC-Co

C'est l'opération qui donne aux pièces une forme avec une dimension et une densité déterminées en leur conférant une cohésion suffisante pour qu'elles puissent être manipulées sans risque. Elle provoque aussi un rapprochement des grains qui facilite l'opération finale de frittage.

Le procédé le plus utilisé pour la mise en forme de pièces à base de carbure de tungstène est la compression uniaxiale en matrice fermé.

Cette opération est réalisée sur des presses d'hydraulique mécaniques ou rotatives fabriquées en carbure de tungstène pour éviter la contamination du produit.

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 réalisé 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'élimine par la circulation des gaz.

D'autres techniques peuvent être utilisées pour la mise en forme de pièces et de composants à base de carbures cémentés, il s'agit de la compression isostatique à froid, le moulage par injection, l'extrusion à chaud et la compression isostatique à chaud.

I.1.5.1.1- Pressage Uniaxial à matrice fermé

La méthode de compression la plus utilisée .Le cycle de compaction est décrit par les étapes ci-dessous conformément a la figure I. 2.

- Une quantité contrôlée de la poudre est mise en place dans la matrice.
- Les poinçons supérieur et inférieur se déplacent l'un vers l'autre en appliquant une pression prédéterminée sur la poudre, générant ainsi un comprimé conforme à la forme et à la taille de la matrice et des poinçons.
- Le poinçon supérieur est retiré de la matrice et le poinçon inférieur se déplace vers le haut afin d'éjecter la pièce de la matrice.

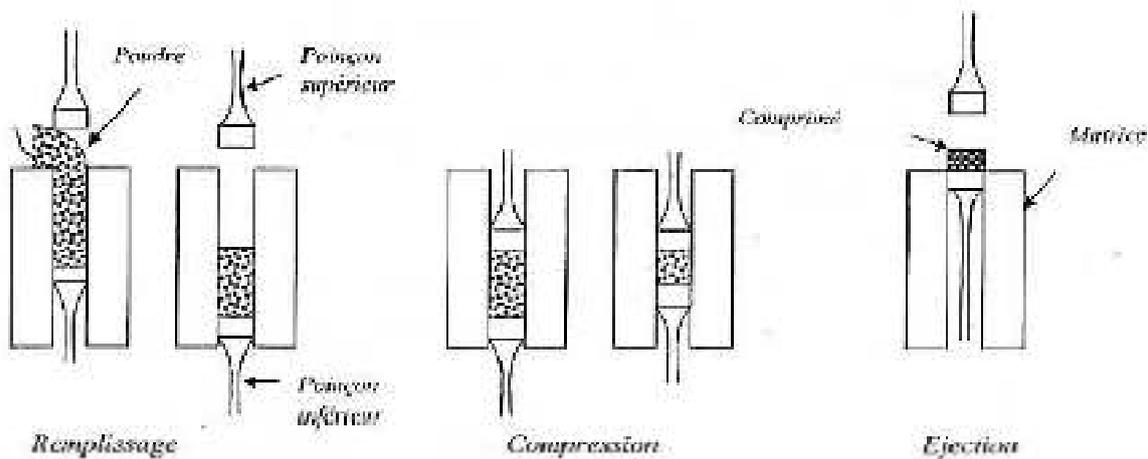


Figure I.2 : Les différentes étapes de compression d'une poudre.

Les pressions utilisées pour comprimer les poudres WC-Co peuvent aller de 138 à 827 Mpa en fonction de la densité et la taille de la pièce désirée. Pendant la phase de compression, la poudre se densifie sous l'action de trois phénomènes. Ces trois phénomènes physiques permettent de scinder la phase de compression en trois stades ordonnés [09]

- Le réarrangement ou le tassement des grains se traduit par des déplacements 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 la zone 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

I.1.5.2- Le frittage

Le frittage est l'opération fondamentale en métallurgie des poudres. Le frittage d'une poudre peut être réalisé en phase solide ou avec phase liquide. Il peut être libre ou contraint, quand la poudre est soumise simultanément à deux opérations : la compression et le frittage en température.

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'éliminent totalement par la circulation des gaz pour éviter le claquage des comprimés. A la fin 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 1320C° [10].

Les zones dont la composition de l'eutectique est atteinte commencent alors à fondre à la température de l'eutectique. Un squelette du WC qui se forme essentiellement par réarrangement des grains de WC et qui se renforce pendant le chauffage du comprimé jusqu'à la formation du liquide par fusion du cobalt.

Dès la fusion, un rapide retrait se produit, provoqué par le glissement et / ou la rotation des particules de WC les unes sur les autres et par l'effondrement des ponts liquides sous l'action de forces capillaires. Les mécanismes débutés en phase solide tels que le réarrangement et la dissolution-précipitation du WC conduisent à une densification importante dans un temps courts.

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 de produit final. Comme le montre la section isotherme du diagramme de phase W-C-Co de la figure I.3, le domaine biphasé WC-Co (W, C) est extrêmement étroit.

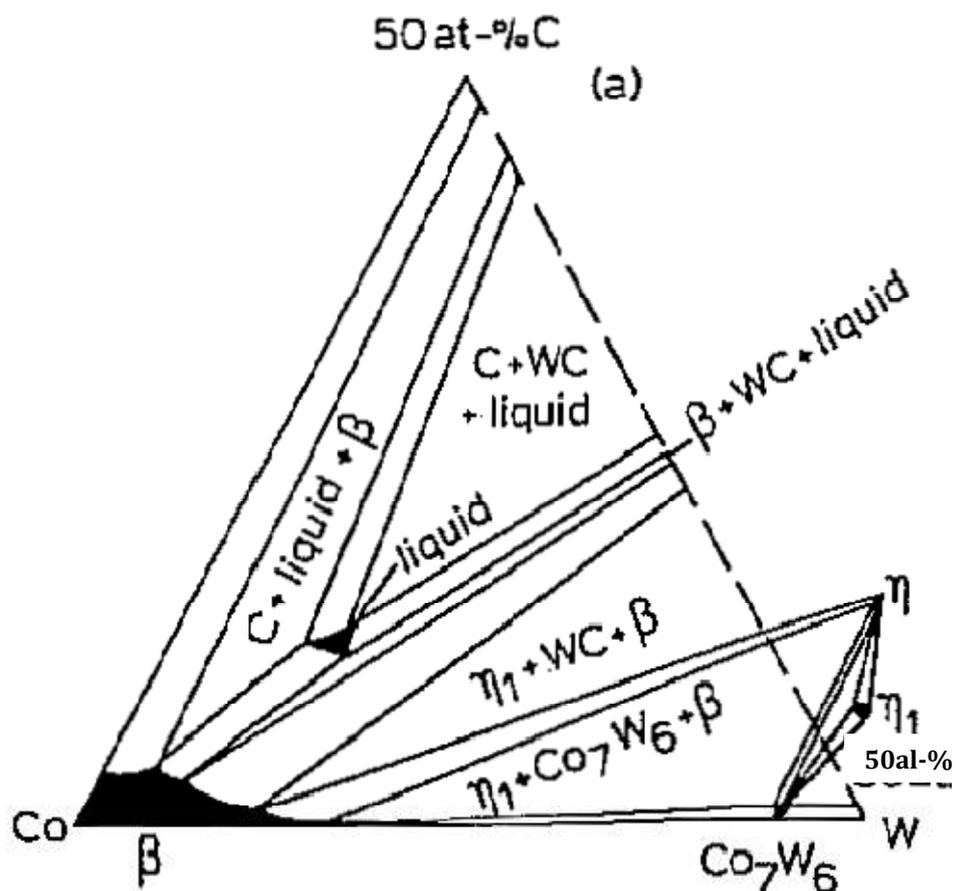


Figure I.3 : Section isotherme à 1260°C du diagramme de phase ternaire W-C-Co d'après Urhenius [11]

I.1.5.2.1- Procédés de frittage

Les différents procédés de frittage peuvent se diviser en trois familles : Le frittage naturel (sans charge), Le frittage sous charge effectuée en appliquant une pression extérieure simultanément au chauffage, Le frittage sous champ électromagnétique. La figure I.4 présente différents procédés regroupés selon les types de frittage.

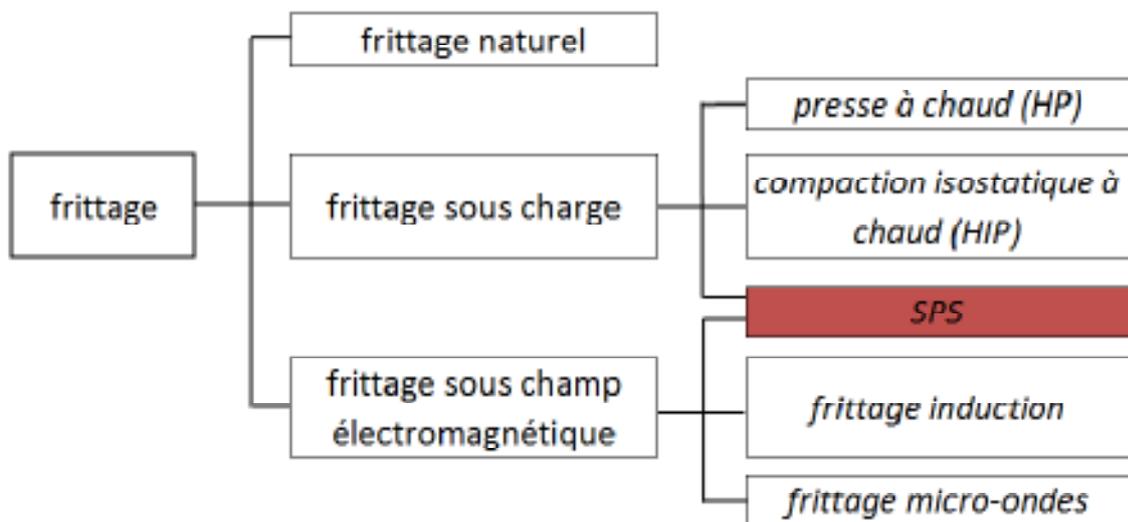


Figure I.4 : Les différents types de frittage

Le procédé Spark plasma Sintering (SPS) combine une charge uniaxiale et un champ électromagnétique.

I.1.5.2.1.1-Le frittage sans charge (naturel)

Le frittage naturel ou sans charge se caractérise par l'absence de contrainte mécanique au cours du traitement thermique. La poudre est préalablement mise en forme (pré compactée) pour former une pièce à cru. Il s'agit d'un procédé économique mais les matériaux ainsi frittés présentent souvent une porosité résiduelle.

I.1.5.2.1.2-Frittage sous charge

Plusieurs dispositifs de frittage conjuguent une pression et une montée en température. C'est le cas notamment du pressage à chaud (HP), du frittage-forgeage, de la compaction isostatique à chaud (HIP) et du frittage SPS (Spark plasma Sintering). La pression apporte de nombreux avantages :

- Accélération des cinétiques de frittage.
- Possibilité de fritter des matériaux réfractaires.
- Limitation de la croissance des grains et microstructures plus fines.

L'augmentation de la pression permet une diminution de la température de frittage pour atteindre une valeur de densité relative finale donnée. L'utilisation de températures plus faibles et de temps de frittage plus courts limite le grossissement des grains.

Une presse à chaud (HP) est la combinaison d'une presse uniaxiale et d'un four. Dans le cas d'un échantillon cylindrique présentant un rapport hauteur/diamètre faible, la charge uniaxiale entrainera une faible inhomogénéité de densité le long du barreau. La poudre est placée dans une matrice à l'intérieur de laquelle deux pistons permettent d'appliquer la pression. Dans la chambre du four, des éléments résistifs entourent et chauffent la matrice par rayonnement.

La matrice transmet la chaleur par conduction thermique à la poudre qui est chauffée depuis la surface en contact avec la matrice jusqu'au centre. Pour maîtriser la rampe de montée en température et éviter les surchauffes, les vitesses de montée en température sont relativement faibles (au plus une vingtaine de degrés par minute) et le refroidissement peut prendre plusieurs heures en raison de l'inertie thermique de l'ensemble [12].

Une presse isostatique à chaud (HIP) ou (hanche) combine des sollicitations mécaniques et thermiques, son 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 jonction 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 [04].

I.2-MODELISATION DU FRITTAGE AVEC PHASE LIQUIDE

I.2.1-Application de l'équation de Laplace au frittage

I.2.1.1-Equation de Laplace

Cette équation permet d'exprimer la différence de pression ΔP de deux phase A et B séparées par une surface courbée, elle est donnée par la relation

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

Ou

- 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.

❖ Application

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 [02]. 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 :

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

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

A la température constante, la différence entre deux équilibre représentés à la figure (I.5) se

traduit par :

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

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

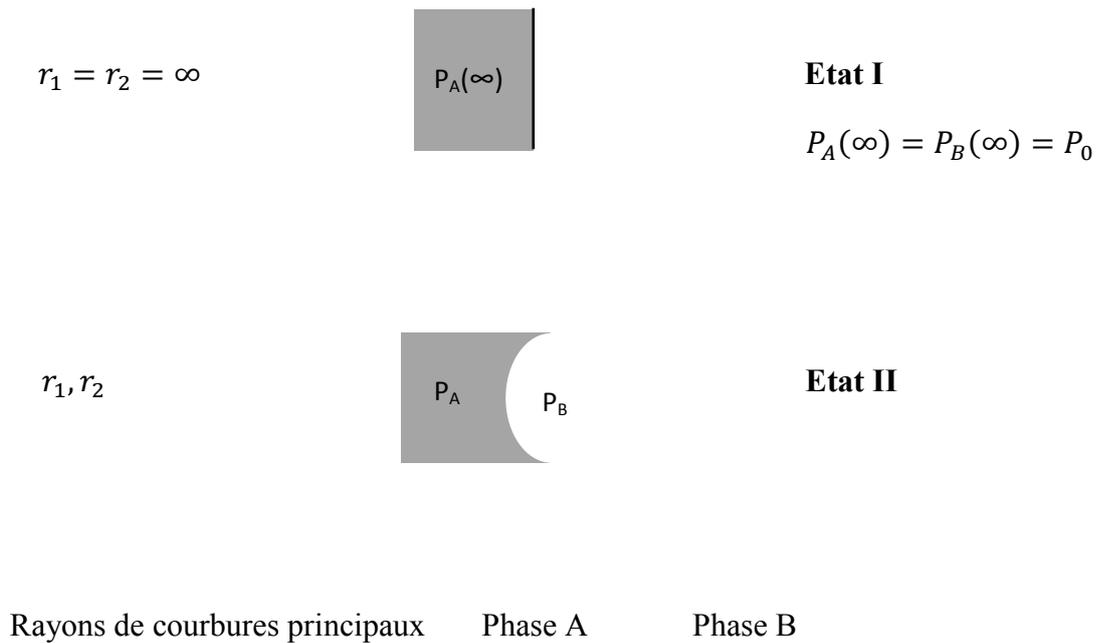


Figure I.5 : influence de la courbe de la phase A sur l'équilibre A-B [02].

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

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

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

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

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

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.2.2- Mécanisme du frittage en phase liquide

Les mécanismes mis en jeu lors du frittage en phase liquide font intervenir des phénomènes de fusion, de mise en solution, de diffusion, d'écoulement liquide par capillarité, de réarrangement des poudres WC-Co et l'élimination de la porosité dans un milieu géométrique tridimensionnel aléatoire [10].

Lors du frittage en phase liquide, trois stades sont observés. (Figure I.6)

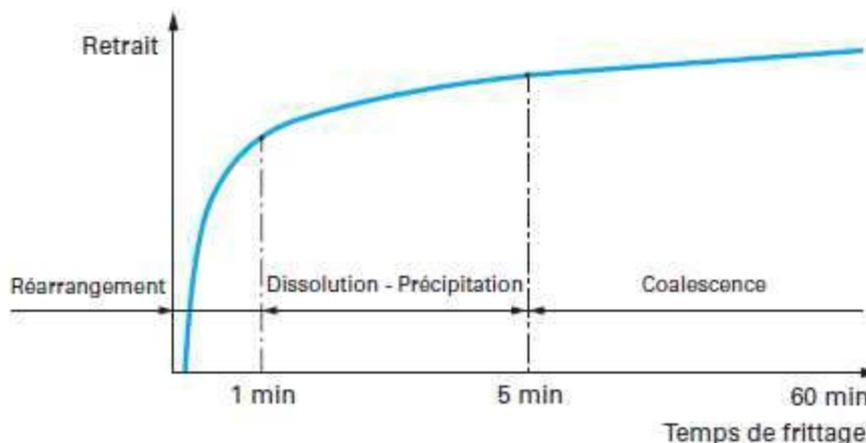


Figure I.6 : Représentation schématique des contributions respectives des trois grandes étapes du frittage en phase liquide [10].

I.2.2.1- Réarrangement des particules (stade 1)

Le cobalt commence à se répartir entre les grains de carbure alors qu'il est encore à l'état solide, permettant ainsi une diminution de l'énergie inter faciale du système (forces motrices) et un dépôt d'une couche de Co autour des grains de WC. Suite au chauffage du mélange, la formation de la phase liquide engendre une densification rapide du fait des forces capillaires exercées par le liquide sur les particules solides. La durée de ce phénomène est très rapide.

I.2.2.1.1- 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) inter faciale totale dans un compact de poudre. Cette énergie découle de la contribution des aires des interfaces solide-vapeur, liquide-vapeur, solide-liquide et solide-solide (A_{SV}, A_{LV}, A_{SL} et A_{SS}) avec les facteurs $\gamma_{SV}, \gamma_{LV}, \gamma_{SL}$ et γ_{SS} . L'énergie inter faciale totale E peut donc être exprimée par l'équation (I.6).

$$E = \gamma_{SV}A_{SV} + \gamma_{LV}A_{LV} + \gamma_{SL}A_{SL} + \gamma_{SS}A_{SS}$$

À la température de frittage, le liquide se forme et reste présent jusqu'à la solidification lors du refroidissement pour servir de liant aux grains de poudres restés solide [13].

I.2.2.1.2-Force capillaires

L'apparition d'une phase liquide dans un milieu granulaire provoque la formation de ponts liquides entre les grains. L'existence de ces ponts génère des forces dites capillaires entre les particules.

Le calcul de la force capillaire est dit facile quand en admettant que deux particules sphériques de même taille est reliées entre elles par un pont liquide comme le montre la figure I.7.

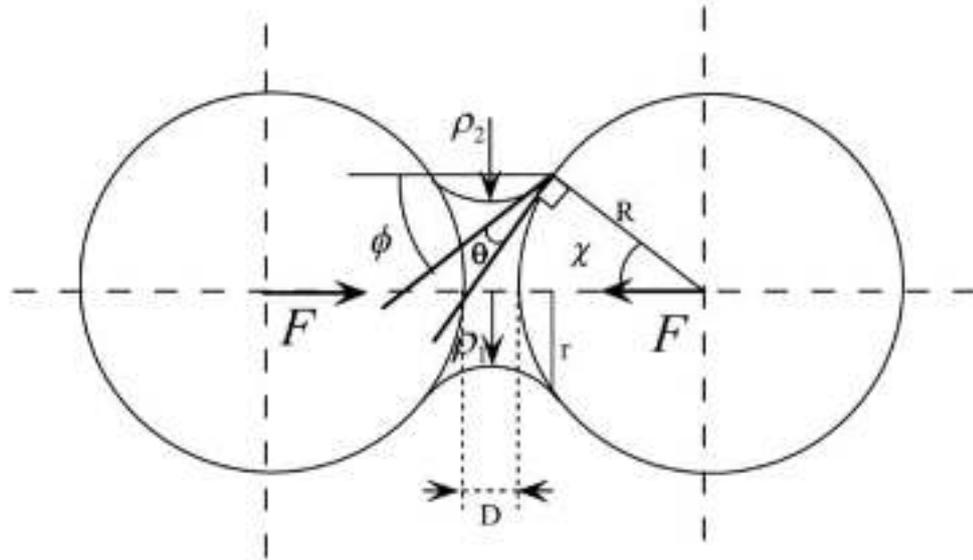


Figure I.7 : Géométrie du pont liquide qui se forme entre deux particules sphériques [14].

Dans ce cas, les paramètres principaux utilisés sont :

- θ : l'angle de contact du système liquide-solide-vapeur ;
- V : le volume du liquide ;
- R : le rayon des sphères ;
- $\gamma_{LV}, \gamma_{SV}, \gamma_{SL}$: énergies libres superficielles liquide-vapeur, solide-vapeur et solide-liquide respectivement.

On arrive à exprimer la force capillaire par :

$$F = 2 \pi r \gamma_{LV} \cos \theta - \pi r^2 \Delta P \quad (\text{I.6})$$

I.2.2.2- Dissolution-précipitation (stade 2)

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

Les forces de pression créées par la capillarité augmentent la contrainte au sein des particules. Les parties en contact sont dissoutes, diffusent dans le liquide et précipitent sur les surfaces libres. Après réarrangement, l'évolution de la densification est conditionnée par les phénomènes physiques et chimiques.

I.2.2.3- Grossissement des grains (coalescence ; stade 3)

Cette étape appelée aussi « évolution microstructural » est plus lente que les deux précédentes, elle est caractérisée par :

- La formation de grains plus gros : Le rapprochement des grains au niveau des interfaces conduit à la naissance de gros grains.
- La croissance des grains par dissolution-précipitation : Les petites particules dissoutes se précipitent sur les grandes particules et contribuent à leur grossissement.
- L'élimination de la porosité restante par diffusion vers la surface.

I.2.3-Paramètres principaux du frittage avec phase liquide

Pour densifier un mélange de poudres par frittage avec phase liquide, une liste de paramètres doivent être présents.

- Les paramètres expérimentaux (température et atmosphère de frittage).
- Les paramètres caractérisant les poudres (homogénéité des mélanges, tailles des particules,... etc.)
- Les paramètres liés à la phase liquide (mouillabilité, fraction volumique, viscosité et solubilité).

I.2.3.1-Fraction volumique de la phase liquide

La densification d'un agrégat de poudre par frittage avec phase liquide dépend de plusieurs paramètres. La fraction volumique du liquide, le facteur le plus important, qui correspond au rapport du volume de la phase liquide (liante et poreuse) sur le volume apparent initial du mélange.

L'augmentation du volume du liquide dans les ménisques engendre une croissance du rayon de carbure du liquide avec diminution de la force capillaire dès que l'effet de l'augmentation du volume des ménisques l'emporte sur l'effet de l'augmentation du nombre de ménisques. A

noté que la densification totale de milieux divisés peut être obtenue par le seul mécanisme de réarrangement. Il suffit que la fraction volumique de liquide dépasse le seuil de 35% comme le montre la figure I.8

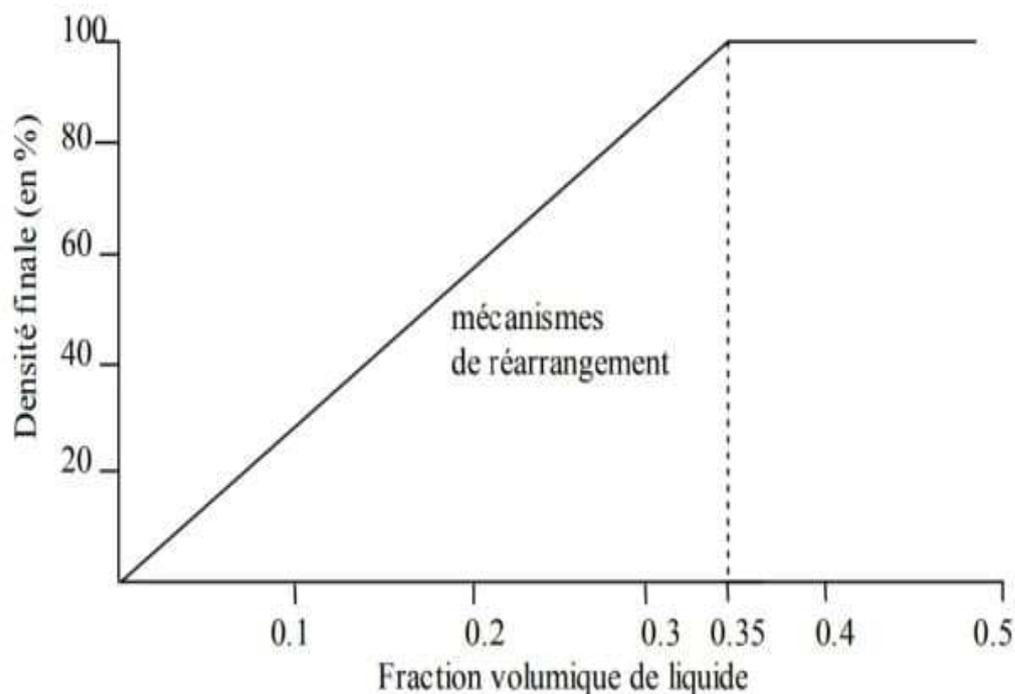


Figure I.8 : Evolution de la densité en fonction de la fraction volumique du liquide dans un système biphasé en frittage avec phase liquide [14].

I.2.3.2- Atmosphère de frittage

Le frittage peut être effectué sous différentes atmosphères et chacune d'elle influe sur la qualité du produit final. 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 ils modifient ainsi les propriétés mécaniques. Par contre une atmosphère neutre ou contrôlée (à titre d'exemple l'azote ou l'argon) protège la composition d'une corrosion à haute température durant le frittage mais les oxydes existant avant le frittage restent [10].

I.2.3.3-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 engendre l'accélération de la solubilité et à une meilleure mouillabilité de la phase solide par le liquide, ce qui conduit 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.

1.2.3.4- La Solubilité

La densification d'un agrégat de poudre s'opère essentiellement par les mécanismes de réarrangement et de dissolution-précipitation. Ces deux mécanismes sont fortement activés quand le système à fritter est constitué de composants présentant une intersolubilité appréciable. En effet, le liquide qui se forme à la température de frittage permet dans ce cas de dissoudre les zones solides en contact et les aspérités de surface des particules. Le réarrangement des particules se trouve alors facilité et la densification par dissolution-

précipitation est optimisée. Ces conditions de frittage peuvent conduire à une densification totale du système [02].

I.2.3.5- La durée de frittage

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 température de frittage. Pour une densification incomplète, un temps prolongé est bénéfique car il élimine la porosité résiduelle. Cependant un long frittage grossit la microstructure, augmente la taille des pores. La durée de frittage est fonction du matériau et peut varier de 15 minutes pour coussinets poreux à plusieurs heures pour les alliages au carbone [01].

I.2.3.6- La mouillabilité

C'est le phénomène intervenant dans les collages entre les particules solides par le liquide qui est à l'origine de la provocation de la densité par réarrangement capillaire.

La figure I.9 représente les trois interfaces possibles et leur tension superficielle du mouillage d'un solide par un liquide.

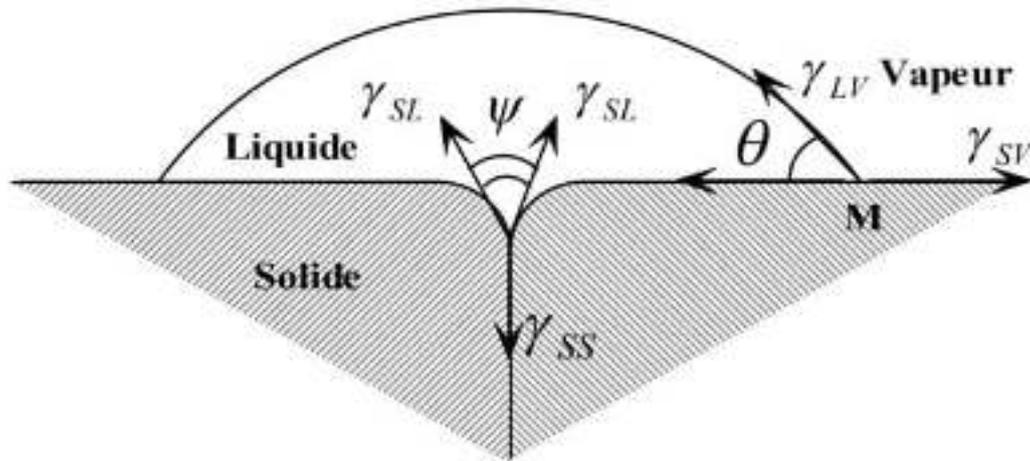


Figure I.9 : Angles de mouillage Θ et Ψ [14].

La mouillabilité d'un solide par un liquide est caractérisée par les deux angles Θ et Ψ . L'angle de mouillage Θ définit une ligne triphasée solide-liquide-vapeur dont l'équation d'équilibre est : [02]

$$\gamma_{sv} = \gamma_{sl} + \gamma_{lv} \cos\Theta \quad (I.7)$$

L'angle de mouillage Ψ définit aussi une ligne triphasée solide-solide-liquide dont l'équation d'équilibre est :

$$\gamma_{ss} = 2\gamma_{sl} \cos\frac{\Psi}{2} \quad (I.8)$$

L'angle de mouillage Θ joue un rôle très important au début de l'opération du frittage.

Si $\Theta = 0$ ou très petit, le liquide recouvre totalement la surface des particules et dans le cas contraire (Θ est grand), le mouillage est faible.

I.3- INFLUENCE D'UNE CONTRAINTE EXTRNE SUR LE FRITTAGE AVEC PHASE LIQUIDE

Le frittage avec phase liquide est un procédé utilisé lorsqu'une poudre fritte naturellement en absence d'une contrainte externe ou interne (frittage libre).

Lorsqu'on réalise simultanément le frittage de la poudre et la compression, le frittage devient contraint. Dans ce cas, une forte perturbation de retrait en frittage libre à été observée.

A partir de mesures expérimentales, Kingery et al. [15] ont montré que l'application d'une contrainte dans un système de frittage en phase liquide permet d'augmenter l'importance de la densification du compact par réarrangement, le taux de dissolution aux zones de contact entre les particules et aussi la déformation plastique. L'augmentation de l'un ou l'autre phénomène dépend des caractéristiques du système et de la pression appliquée. Les cinétiques de densification se retrouvent ainsi augmentées vu que le coefficient de diffusion de matière en phase liquide est plus élevé que celui de la phase solide.

Plusieurs travaux ont été consacrés à la simulation des mécanismes de déformation plastique et de fluage qui interviennent dans la densification d'agrégats de poudre par compression isostatique à chaud.

L'expression d'Ashby [15] utilisée pour évaluer la contribution du mécanisme de fluage à la densification d'agrégats de poudres par compression isostatique a chaud est donnée par l'équation (I.9)

$$\frac{dD}{dt} = \frac{3}{2} \dot{\epsilon}_0 \frac{D(1-D)}{[1-(1-D)^{1/n}]^n} \left(\frac{3}{2n} \frac{p}{\sigma_0} \right)^n \quad (I.9)$$

P : La pression appliquée.

D : La densité relative.

ϵ : La limite élastique du matériau de base des poudres.

σ_0, n : Des caractéristiques du matériau de base des poudres.

La technique de compression isostatique à chaud peut être avantageusement utilisée pour fabriquer des carbures cémentés WC-Co avec ou sans formation de la phase liquide.

L'application d'une contrainte lors du frittage augmente la pression de contact entre les particules, fournissant au système une énergie supplémentaire contribuant à la densification via des mécanismes de transport de matière par fluage et quelque fois avec des déformations plastiques.

La présence d'une phase liquide lors du frittage sous contrainte permet d'amplifier les cinétiques de densification et les retraits volumiques des matériaux grâce à des transports de matière rendus plus rapides par l'intermédiaire du liquide.

Chapitre II

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Dans ce chapitre, nous décrivons les techniques expérimentales utilisées pour la fabrication de carbures cémentés WC-Co et leurs caractéristiques.

II.1- ELABORATION DES CARBURES CEMENTES WC-Co

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

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

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

La poudre de tungstène est fabriquée par réduction (à 750C°) du trioxyde de tungstène dans un lit fluidisé d'hydrogène. La carburation des grains de tungstène est réalisée à l'aide d'une quantité prédéterminée de noir de carbone pour obtenir une poudre de WC de composition stœchiométrique.

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

Les mélanges W-C se fait dans un broyeur à billes. Il est ensuite disposé dans des nacelles en graphite balayées par un flux continu d'hydrogène dans un four où la température doit être comprise entre 1350 et 1500C°.

II.1.2-Mélange des poudres

Les poudres de cobalt et de carbure de tungstène sont mélangées en milieu liquide par broyage pour casser les agglomérats et pour obtenir un mélange parfaitement homogène avec utilisation des agents broyant en carbure cimenté.

L'ajout d'un liant organique (alcool éthylique) protège la poudre de WC-Co de l'oxydation et facilite leur mise en forme. Toute défaillance au cours de l'étape de mélange ne peut plus être corrigée par la suite. L'homogénéisation des mélanges dépend essentiellement des paramètres tels que le nombre de boulets, la durée du broyage et la vitesse de rotation de broyeur.

II.1.3- Densification des mélanges

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

II.1.3.1- Consolidation des mélanges

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

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

Elle génère un rapprochement des grains qui facilite l'opération finale de frittage des mélanges des poudres. L'utilisation de la compression en matrice pour les produits les plus

courants. D'autres techniques de consolidation de poudres telles que la compression isostatique à froid, l'extrusion et le moulage par injection peuvent être aussi mises en œuvre

dans des cas particuliers tels que la fabrication de pièces de formes complexes ou de matériaux à propriétés spécifiques.

II.1.3.2- Frittage simple

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

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

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

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

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

La dernière étape du frittage correspond au refroidissement de pièces frittées dans le four sous atmosphère d'hydrogène avant d'être mise à l'air pour éviter son oxydation [02][14].

Les fours utilisés en trois zones mises sous un flux continu d'hydrogène.

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

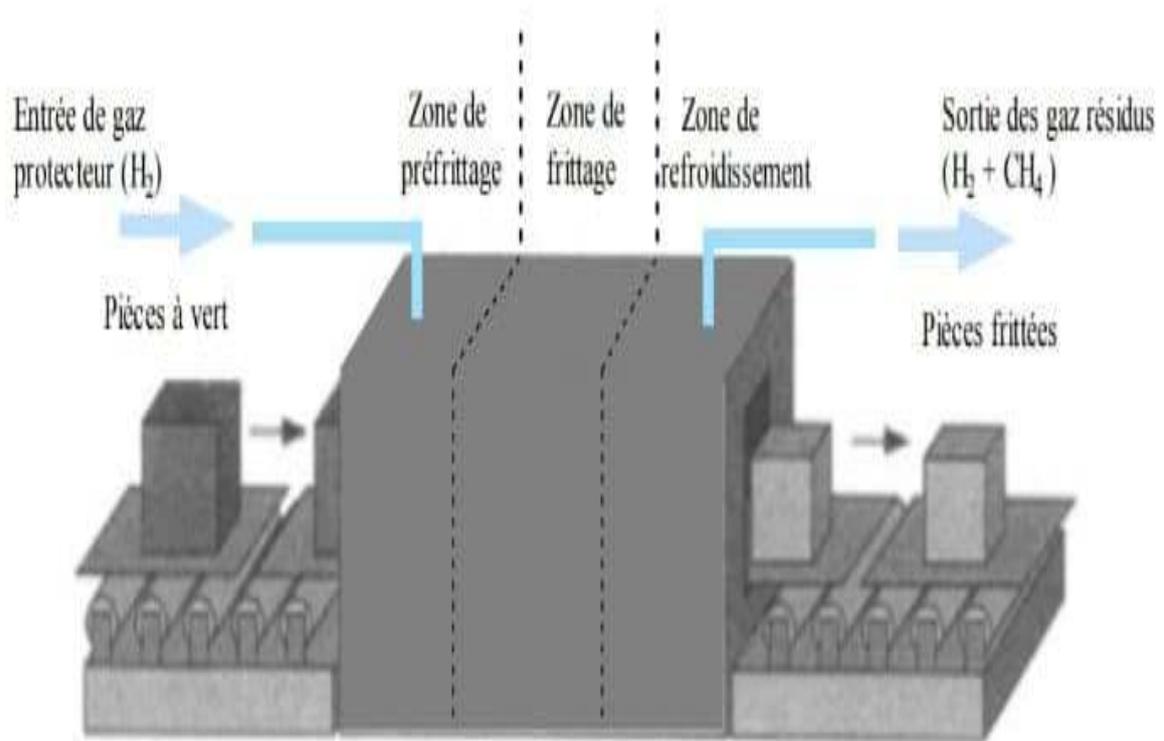


Figure II.1 : Schème de principe d'un four de frittage en phase liquide [14].

Le procédé de frittage en phase liquide est une technique de la métallurgie des poudres facile à mettre en œuvre et moins coûteuse.

L'obtention de certaines formes complexes s'avère impossible avec le procédé de frittage en phase liquide. Par exemple, les pièces comportant des trous ou des filetages transversaux ne peuvent pas être élaborées à l'aide de cette technique.

II.1.4 - La compression isostatique à chaud

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

II.1.4.1-Principe de la compression isostatique à chaud

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

La CIC consiste à soumettre une capsule remplie de poudre, à l'action simultanée d'un traitement thermique et d'une pression isostatique appliquée par l'intermédiaire d'un fluide gazeux et ceci à haute température. La pression isostatique résulte de l'interaction des molécules ou d'atomes de gaz qui se heurtent à la surface de l'objet à agglomérer. En effet, chaque atome de gaz agit autant qu'un micro-marteau frappant dans la direction normale de la surface de l'objet à agglomérer. En moyenne, le nombre d'atomes de gaz se déplaçant par unité de surface ainsi que leurs vitesses de déplacement sont identiques dans toutes les directions à l'intérieur de l'enceinte de pression, ce qui permet d'agir uniformément et indépendamment de la forme des pièces à agglomérer. L'intérêt de la compression isostatique à chaud est qu'elle assure une densification homogène de l'agrégat de poudres avec un retrait pratiquement isotrope.

Les pièces obtenues par la C.I.C ont des propriétés physiques et mécaniques isotropes avec une porosité minimale, en particulier pour les pièces massives [01][02][14].

Dans notre cas, on a élaboré des échantillons de poudres de WC-Co par frittage en phase liquide suivi d'une densification par compression isostatique à chaud(C.I.C).

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

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

- 1- Des parois de l'enceinte isolées du four par une cloche munie d'écrans multiples en graphite, en tôle métallique et fibres réfractaires.
- 2- L'alimentation électrique de la pression.
- 3- Une enceinte haute pression équipée d'un four de type graphite qui offre une possibilité de réaliser un chauffage sous vide ou sans pression.
- 4- Le circuit de haute pression qui sont eux même composés de :
 - Un compresseur de gaz de 200 Mpa à froid.
 - Une vanne d'admission de gaz (VAG) pour le remplissage d'enceinte de 80 bars.
 - Une vanne de détente automatique (VDA) avec une vanne de réglage manuel (VRM).
 - Une vanne de détente finale (VAF).
 - Une vanne de détente manuelle (VRM).
 - Un disque de rupture de sécurité qui ne peut résister à une pression supérieure à 250 Mpa.
- 5- Le circuit basse pression (vide et refroidissement).

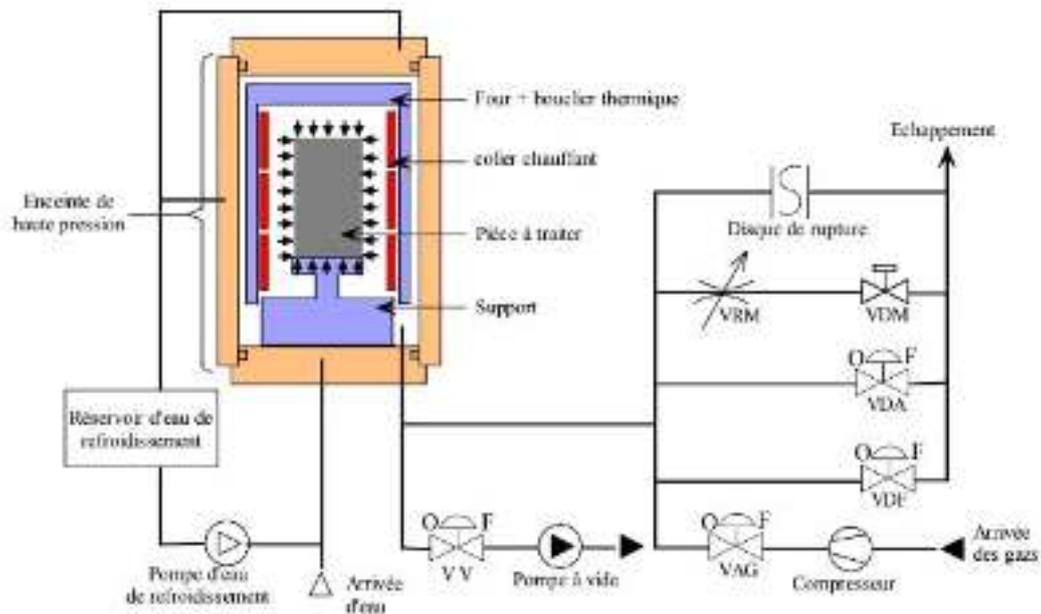


Figure II.2: Schéma de principe des circuits haute et basse pression de la presse HIP6 [14].

II.1.4.3-Les étapes de la compression isostatique

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

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

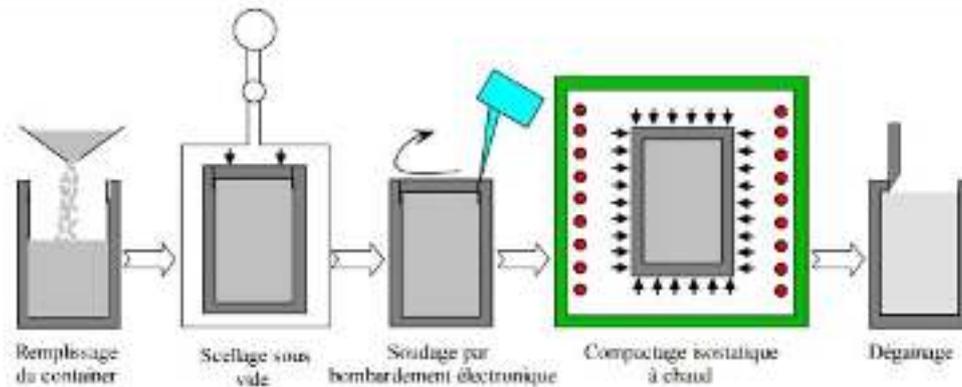


Figure II.3 : Etapes de processus de C.I.C [14].

Dans le cadre de cette étude, des échantillons en carbures cémentés WC-Co ont été élaborés via ce procédé avec l'utilisation des mélanges de poudres de carbure de tungstène WC et de cobalt Co contenant 3, 5, 6% en masse de cobalt. Ces échantillons ont été frittés puis densifiés par compression isostatique à chaud (C.I.C).

II.1.4.4-Mode de fonctionnement automatique

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

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

Les macro-commandes qui peuvent être ainsi activées sont :

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

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

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

II.1.4.5- Cycle de traitement automatique

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

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

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

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

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

[02][14]

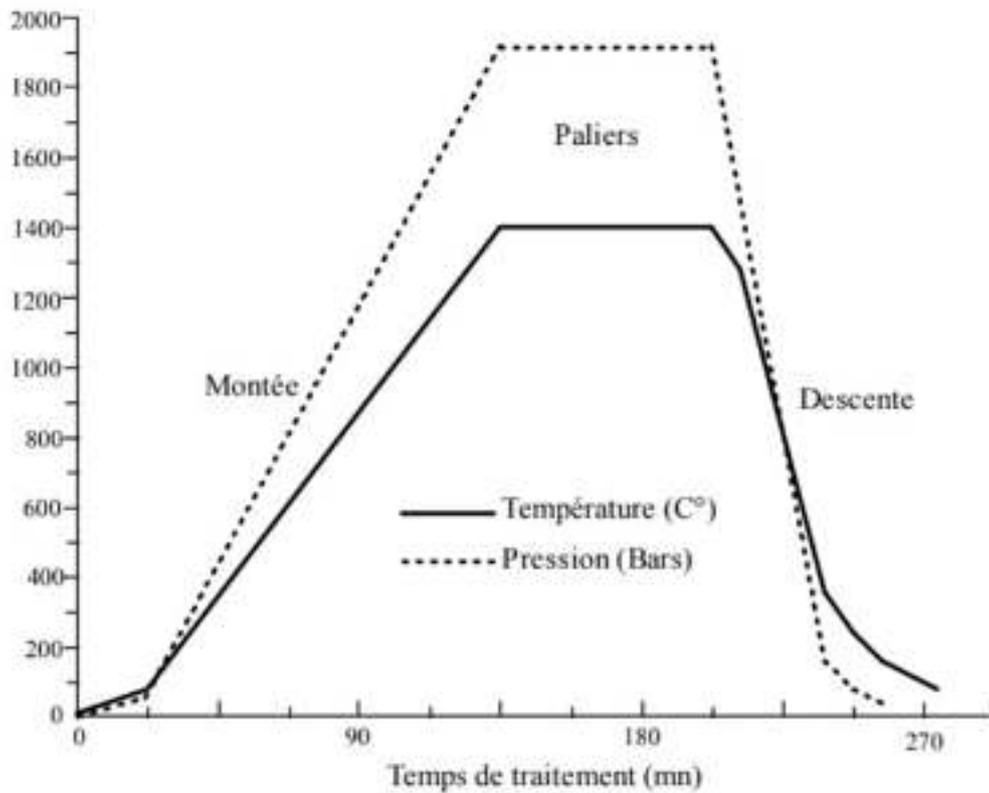


Figure II.4 : Cycle de traitement de compression isostatique à chaud [02].

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

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

II.2- ETUDE DES CARBURES CEMENTES ELABORES

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

L'objectif est de mettre en évidence l'influence des conditions expérimentales de la technique d'élaboration par C.I.C et plus particulièrement de l'encapsulation, sur les propriétés mécaniques des produits finis en carbure cémenté WC-Co.

II.2.1-Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est une méthode de caractérisation qui a eu un succès ces dernières années. Toutes les analyses ont été effectuées par un diffractomètre de rayons X de type XRG3000 avec une tension de 30 KV.

-La longueur d'onde utilisée est le raie K-de chrome $\lambda_{Cr} = 2.2897\text{\AA}$.

Les conditions habituelles sont :

-Un pas de $2\theta = 0.02$

-Temps de comptage 10s

-Les phases angulaires sont enregistrées dans l'intervalle angulaire 2θ compris entre 30° et 150° .

II.2.2-Microscope électronique à Balayage (MEB)

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

Le microscope électronique à balayage utilisé est de type JEOL 5600 LV.

Le filament est en tungstène et la tension généralement de 20 KV.

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

Les surfaces des échantillons ont été préparées par des polissages mécaniques successifs au papier abrasif et à la pate diamantée.

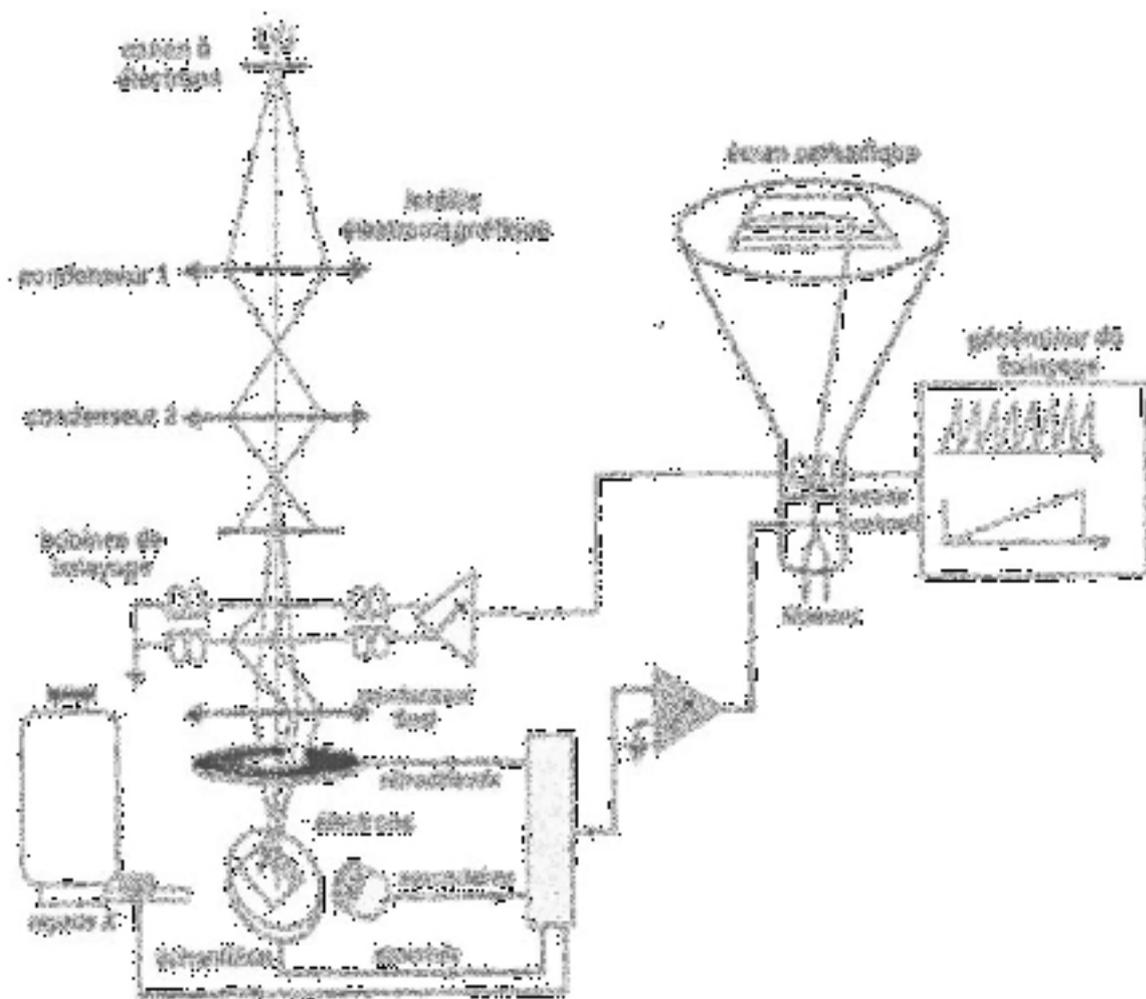


Figure II.5 : Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage.

II.2.3-Le Pycnomètre à Hélium

Un pycnomètre est un instrument «électronique » de laboratoire sert à mesurer, à une température bien déterminée la masse volumique et la densité d'un produit liquide, solide ou poudre. Celui-ci fonctionne avec une bouteille d'un gaz d'hélium en raison de petite taille de ses atomes qui lui permet de pénétrer de très petites cavités.

Le pycnomètre à hélium se compose de :

- Un petit écran numérique
- Un bouton marche / arrêt (on / off) et plusieurs boutons de réglages
- Deux bouchons sur sa partie supérieure

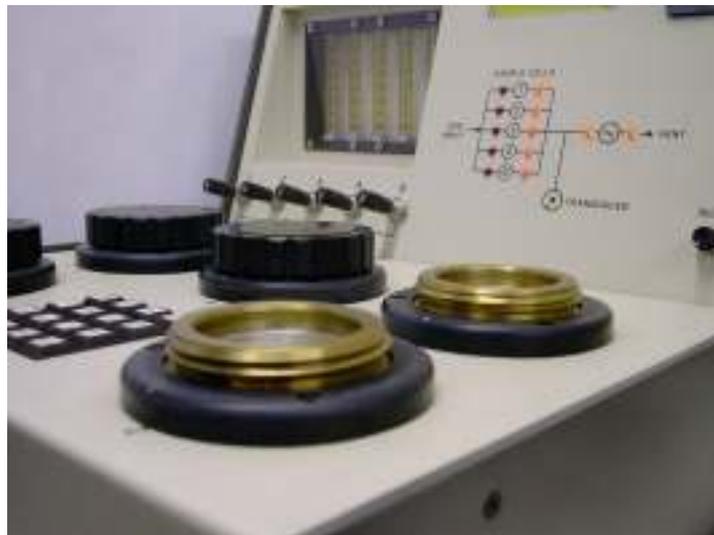


Figure II.6 : Pycnomètre à gaz d'Hélium.

Le principe de la mesure est d'injecter le gaz d'hélium à une pression donnée dans une enceinte de référence puis à détendre ce gaz dans l'enceinte de mesure contenant l'échantillon en mesurant la nouvelle pression du gaz dans cette dernière.

La densité théorique ρ_{th} des matériaux a été mesurée par pycnomètre d'hélium, à l'aide de l'appareil Micromeritics AccuPyc 1340 (cuve de 1cm^3).

Par la suite, la porosité ouverte ou fermée des composites (ouverte lorsque les pores sont reliés entre eux, fermée lorsque les pores ne sont pas reliés entre eux) a été calculée grâce à la relation suivante :

$$\varepsilon(\%) = 100 \cdot \frac{\rho_{th} - \rho_m}{\rho_{th}} \quad (\text{II.1})$$

ε = La porosité fermée ou ouverte.

ρ_{th} = densité théorique.

ρ_m = densité mesurée.

II.2.4-Essais de Microdurté

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

Plusieurs essais ont été réalisés sur les six échantillons (WC-6%Co, WC-5%Co, WC-3%Co). Ces derniers ont été polis mécaniquement au papier abrasif puis à la pate diamantée jusqu'à l'obtention d'une surface sans rayures. Leur indentation a été réalisée à l'aide d'un polygone en diamant sous une charge de 500g pendant une durée de 15s.

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



Figure II.7: Un microduromètre type SHIMADZU HMV 2000 [16].

Chapitre III

RESULTATS EXPERIMENTAUX

Nous présentons dans ce chapitre, les caractéristiques des mélanges de poudre de carbure de tungstène et de cobalt. On présente également les caractéristiques des matériaux obtenus successivement par les différentes méthodes d'élaboration : le frittage avec phase liquide et le frittage suivi d'une densification par compression isostatique à chaud. On discute les résultats obtenus à partir de chaque méthode et on détermine la méthode la mieux adaptée à la fabrication des composants WC-Co.

III.1-CARACTERISATION DES POUDRES DE WC, DE Co ET DE LEURS MELANGES

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

III.1.1-Composition chimique

Une série de six échantillons à base de carbure de tungstène ont été élaborés avec des différentes concentrations massiques de cobalt.

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

Deux types de carbures cémentés ont été élaborés à partir de six échantillons de poudres de WC et de Co contenant 3, 5 et 6% en masse de cobalt. Trois échantillons de ces mélanges ont été obtenus par frittage avec phase liquide et trois autres de mêmes compositions ont été fritté puis densifiés par compression isostatique à chaud (C.I.C) à une température de 1450 C°.

Les pourcentages massiques en carbone relevés dans les trois mélanges de base doivent être inférieurs à la teneur stœchiométrique qui est de 6.12 %. Un excès de carbone donne lieu à des précipités de graphite et un défaut de celui-ci engendre des carbures mixtes sous stœchiométrique en carbone.

III.2-CONDITION EXPERIMENTALES

Les six échantillons à base de mélanges de poudres de carbure de tungstène et de cobalt ont été élaborés par frittage avec phase liquide et par frittage suivi d'une densification par compression isostatique à chaud.

Le frittage avec phase liquide des mélanges est réalisé dans un four sous atmosphère d'hydrogène dans le but d'éviter l'oxydation des échantillons élaborés. Les conditions de traitement des trois mélanges utilisés ont été précisées dans le tableau III.1.

Mélanges de poudres	Pré-frittage		Frittage	
	Température (C°)	Durée (h)	Température (C°)	Durée (h)
WC-3%Co	800	4	1450	2
WC-5%Co	800	4	1450	2
WC-6%Co	800	4	1450	2

Tableau III.1 : condition de traitement des trois échantillons élaborés par frittage.

Une série de trois essais de compression isostatique à chaud (C.I.C) ont été réalisés sur trois mélanges de poudres WC-Co.

Les vitesses moyennes de montée en température et en pression durant les rampes de montée des cycles se fait respectivement à raison de 15 C° en moyenne par minute et de 20 Bars par minute.

Les conditions expérimentales utilisées sont regroupées dans le tableau III.2.

Mélange des poudres	Températures de traitement (C°)	Pression de traitement (Bars)	Durée du traitement (h)
WC-3%Co	1450	1950	1
WC-5%Co	1450	1950	1
WC-6%Co	1450	1950	1

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

On note que la durée de traitement par compression isostatique à chaud C.I.C est beaucoup moins élevée que celle correspondant au frittage en phase liquide. La réduction de la durée de traitement par CIC permet de limiter les effets du murissement d'Oswald (grossissement des grains) et du mécanisme de dissolution-précipitation sur les propriétés mécaniques du produit final.

III.3.-CARACTERISATION DES DIFFERENTS ECHANTILLONS ELABORES

III.3.1-Etude par diffraction des Rayons X

III.3.1.1-Diagrammes de diffraction

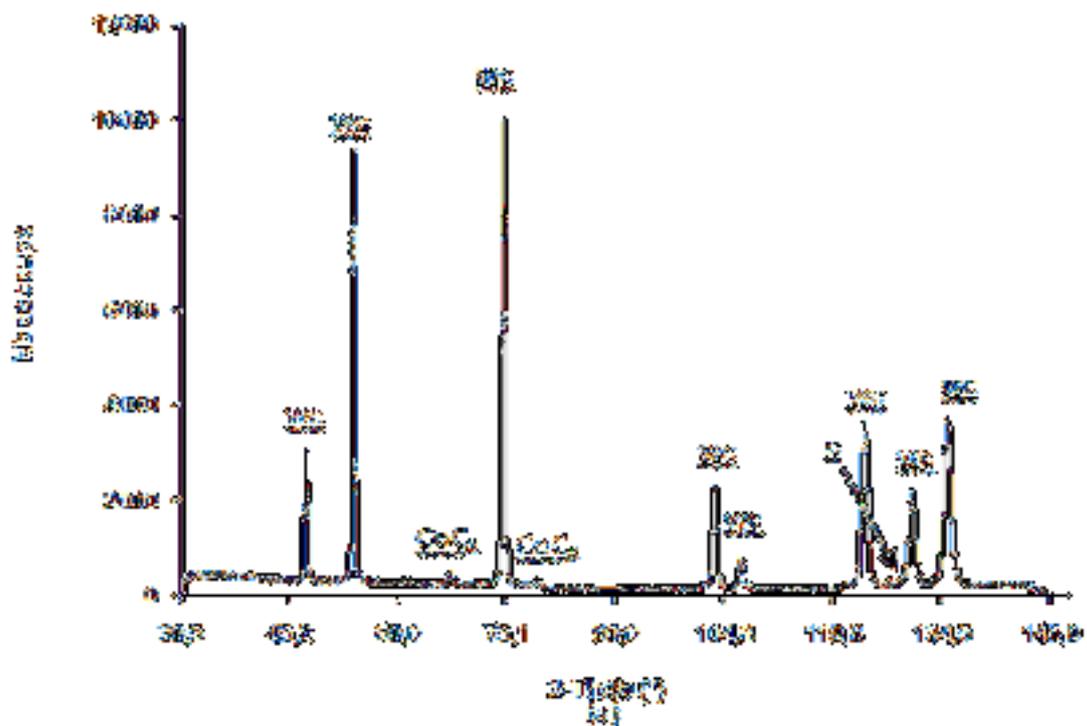
Les spectres caractéristiques des deux types d'échantillons sont présentés par la figure III.1.

L'analyse par diffraction des rayons X à permis de mettre en évidence l'existence de carbure de type cobalt dans les échantillons frittés.

Le mécanisme de dissolution-précipitation est probablement à l'origine de l'apparition de cette phase dans les échantillons élaborés par frittage en phase liquide. La durée élevée du traitement de frittage en phase liquide favorise ce phénomène. Les grains de WC se dissolvent et les atomes de W et de carbure libérés diffusent à travers la phase liquide et réagissent avec le cobalt pour former cette phase au cours du refroidissement. Cette phase est généralement indésirable car elle augmente fortement la fragilité des carbures cimentés.

Les spectres de diffraction des RX réalisés sur les échantillons frittés puis densifiés par C.I.C ne présentent aucunes raies de cette phase.

Les échantillons élaborés sont constituées uniquement de phases de WC et liante de cobalt. (Figure III.1(b)).



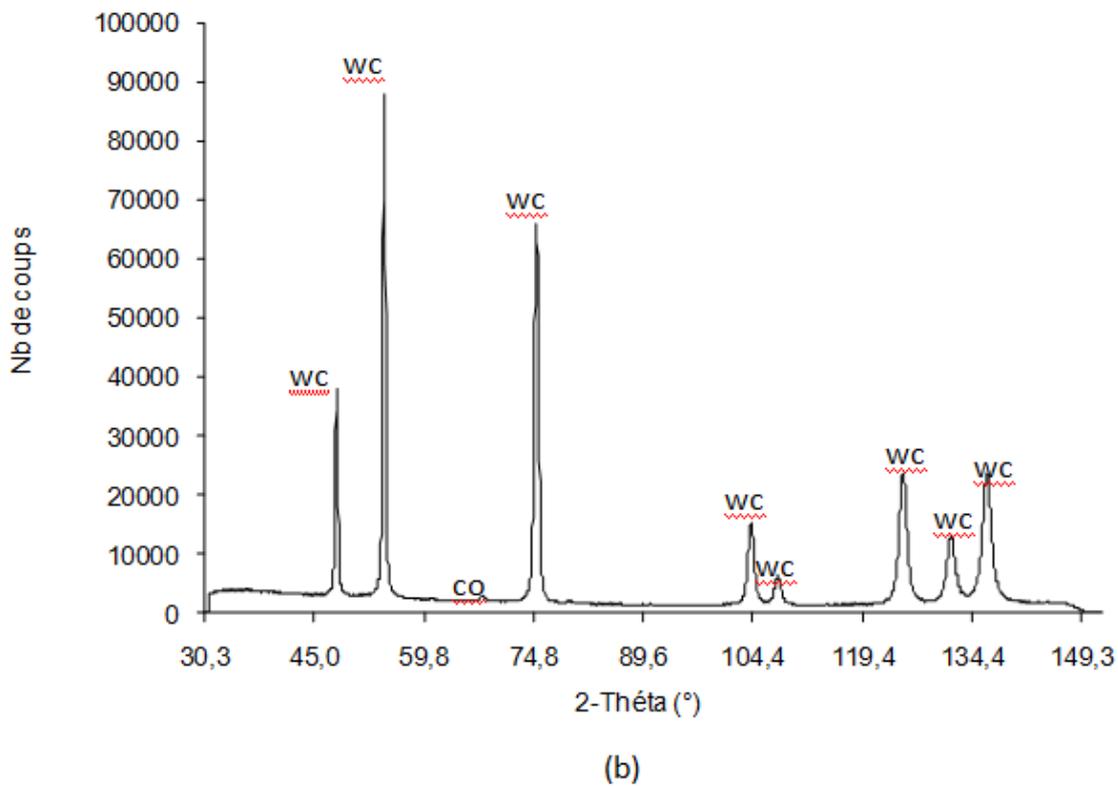


Figure III.1: Spectre de diffraction X de l'échantillon WC-6%Co : **a/** fritté **b/** fritté suivi d'une densification par CIC.

III.3.2- Observation en microscopie électronique à balayage

L'étude morphologique a été menée par microscopie électronique à balayage en mode électrons rétrodiffusés. Les surfaces des échantillons observés ont été préparées par des polissages mécaniques successifs à la pâte diamantée de 10 à 0.25 μm . Compte tenu de la taille des grains de WC les micrographies ci-dessous ont été toutes réalisées avec un grossissement de 4500 à 5000.

Les micrographies de la figure III.2 représentent les structures observées dans les échantillons obtenus par frittage avec phase liquide de mélanges de poudres de carbure de tungstène et de cobalt. Elles peuvent être comparées aux micrographies de la Figure III.3 correspondent aux

structures observées dans les échantillons frittés puis densifiés par compression isostatique à chaud à 1450°C.

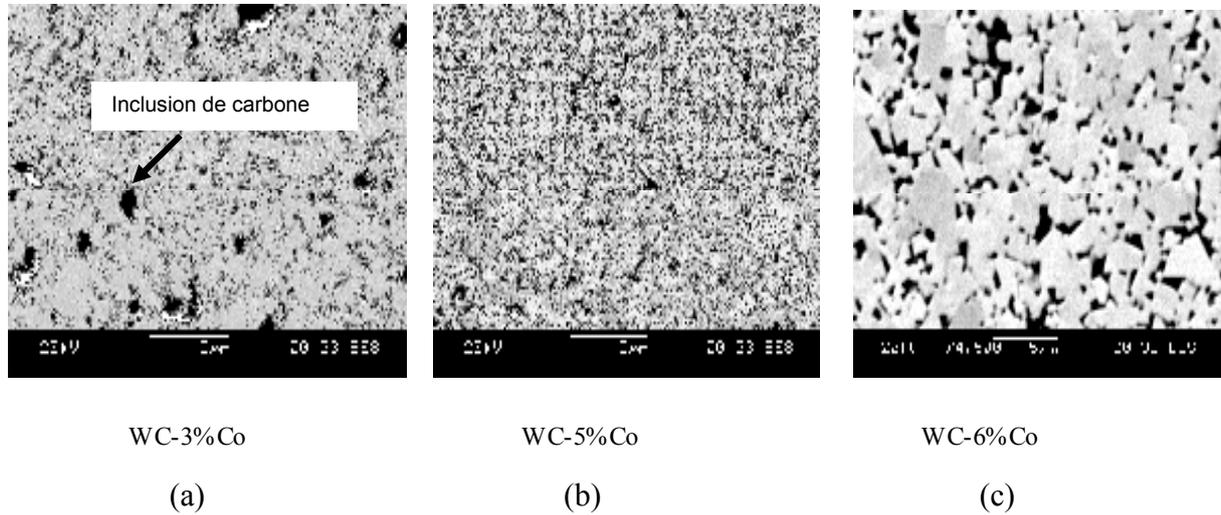


Figure III.2 : Microstructures observées dans les échantillons obtenus par frittage avec phase liquide à 1450 C°

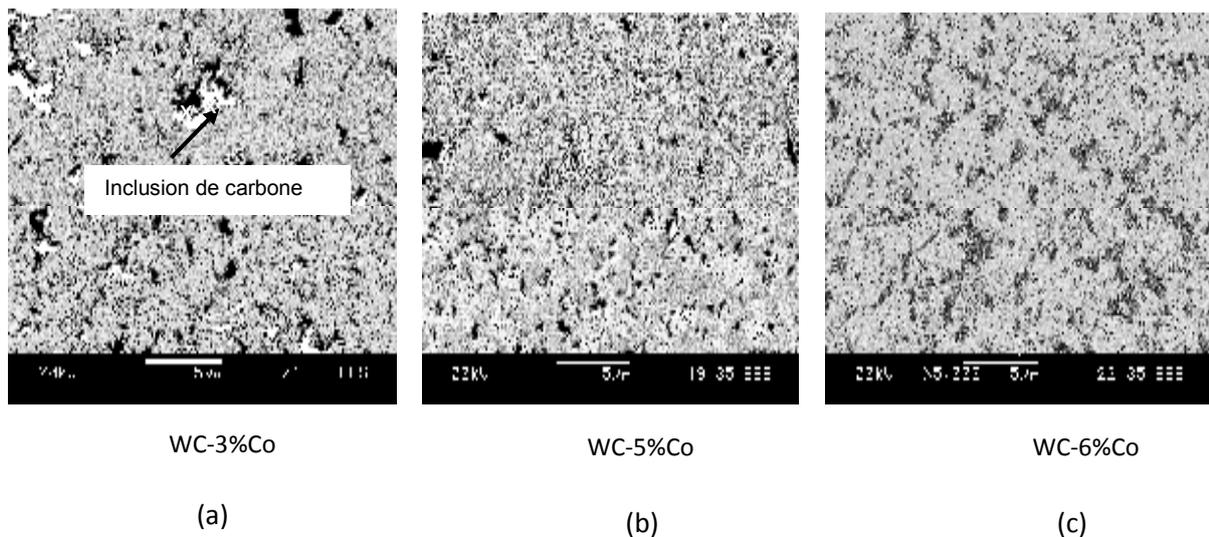


Figure III.3 : Microstructures observées dans les échantillons frittés, suivis d'une densification par C.I.C à 1450 C°.

Les micrographies de la figure III.2 montrent que la déformation des grains de WC se réalise moins aisément, de plus les grains facettés s'imbriquent plus difficilement les uns vis-à-vis des autres, ce qui a pour conséquence de former une surface nettement moins uniforme avec des porosités ouvertes de plus en plus évidentes surtout dans le cas des échantillons à faible teneur en Co (3 et 5%). On relève cependant que les gains de WC se sont aplatis sous la compression (figure III.3). Ils semblent, de plus, avoir assez aisément glissés les uns par rapport aux autres de façon à remplir au mieux l'espace, ce qui donne l'aspect surfacique le plus uniforme de toute la série d'échantillons. Cependant, on constate que les grains de carbure de tungstène sont très fins et difficiles à distinguer avec des tailles inférieures ou égales au micromètre.

On remarque que ces grains se développent suivant deux teintes, l'une en gris clair et l'autre en teinte plus foncée.

Les observations en microscopie ont permis de mettre en évidence des inclusions de carbone résiduel dans les échantillons obtenus par frittage avec phase liquide. Elles peuvent correspondre au graphite résiduel qui subsiste après l'étape de carburation ou au carbone qui se forme par précipitation pendant la durée de l'opération de frittage. Par contre, on remarque que la fraction volumique de ces inclusions est très faible dans les échantillons frittés suivis d'une densification par C.I.C et elle est presque inexistante dans les échantillons contenant 5 et 6% en masse de cobalt.

Pour distinguer les porosités résiduelles des inclusions éventuelles de graphite, une analyse par dispersion d'énergie a été faite sur une zone de l'échantillon WC-3% Co élaboré par frittage avec phase liquide.

Les résultats obtenus sont représentés par la cartographie de la figure III.4. On constate la présence simultanée des porosités et d'inclusions de graphite. Les échantillons frittés puis densifiés par C.I.C présentent une faible fraction volumique de graphite et de porosités résiduelles. Par conséquent, la quantité de cobalt utilisée est insuffisante pour dissoudre totalement le graphite résiduel dans le cobalt malgré la forte pression appliquée.

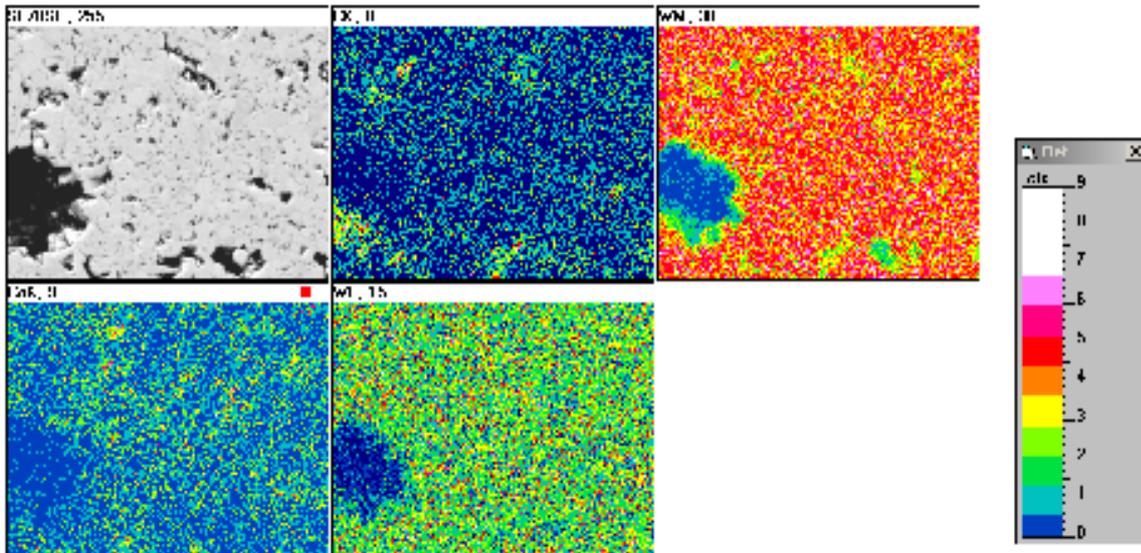


Figure III.4 : Cartographie réalisée sur le mélange WC-3%Co élaboré par frittage simple.

L'identification de la nature des inclusions est obtenue par une analyse X quantitative en effectuant un relevé expérimental ciblé sur une zone indiquée par une croix sur la figure III.3 (a).

Le spectre obtenu montre que l'inclusion analysée est constituée essentiellement de carbone. (Figure III.5).

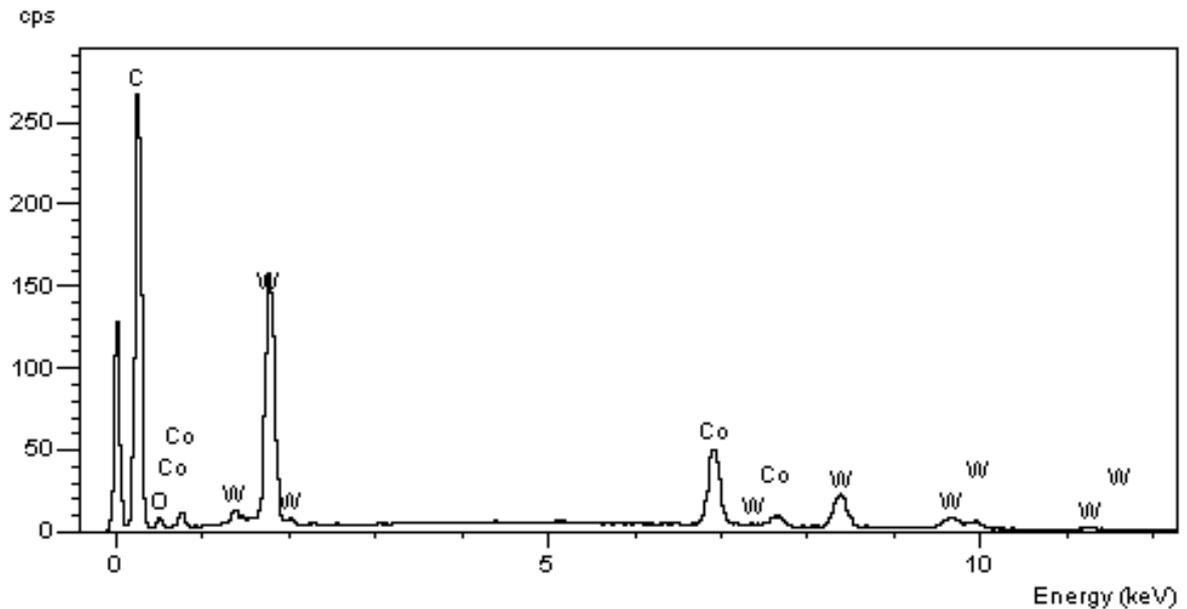


Figure III.5 : Spectre d'analyse EDS-X de l'échantillon WC-3%Co fritté, suivi d'une densification par C.I.C à 1450 C°

III.3.3-Mesure du Taux de porosités

La mesure de la densité théorique ou vraie des poudres brutes ou compactées a été menée sur un pycnomètre à hélium. Le principe consiste à mesurer le volume occupé par les échantillons de masse connue. L'usage de l'hélium présente deux avantages :

- Il pénètre dans les microporosités de l'ordre de quelques angströms.
- Il se comporte comme un gaz parfait.

La porosité fermée de chaque échantillon s'obtient à partir de la différence entre la densité théorique ρ_{th} du mélange de WC-Co et celle de la densité mesurée ρ_m par pycnomètre à hélium sur les échantillons. Les échantillons ont été expérimentés huit fois successivement, le chiffre donné est la moyenne des huit résultats expérimentaux différents.

La quantité de la porosité fermée est donnée par relation suivante :

$$\varepsilon_F(\%) = 100 \cdot \frac{\rho_{th} - \rho_m}{\rho_{th}}$$

Les résultats obtenus sont portés sur le tableau III.3.

Echantillons	Frittage			Frittage suivi d'une densification par C.I.C		
	$\rho_{th}(g/cm^3)$	$\rho_m(g/cm^3)$	$\varepsilon_F(\%)$	$\rho_{th}(g/cm^3)$	$\rho_m(g/cm^3)$	$\varepsilon_F(\%)$
WC-3%Co	15.16	14.245	6.03	15.16	14.915	1.61
WC-5%Co	14.946	14.4363	3.41	14.946	14.946	0.34

Tableau III.3 : Taux de porosités fermés dans les deux types d'alliages élaborés.

Les résultats obtenus montrent que pour une même teneur en cobalt, les alliages frittés, suivis d'une densification par C.I.C présentent un taux de porosités fermées beaucoup plus faible par rapport à ceux obtenus par frittage en phase liquide. On constate que ce taux de porosités diminue avec l'augmentation de la teneur en cobalt dans les deux types d'échantillons.

III.3.4-Caractérisation mécaniques

Des essais de micro dureté ont été réalisés sur les deux types d'échantillons élaborés par frittage avec phase liquide et par frittage suivi d'une densification par compression isostatique à chaud. La dureté détermine à la fois la résistance du matériau à l'abrasion et à

l'usure. Elle est à la fois en fonction de la teneur en cobalt et de la taille des grains de WC [17].

Dans les carbures cémentés, la dureté est mesurée par des tests d'indentation en diamant pyramidal (dureté Vickers, HV).

Ce type de test est effectué sur des surfaces planes polies avec des charges de 500g. L'ensemble des résultats relatifs aux essais réalisés sont présentés dans le tableau III.4.

Echantillons	Microdureté (HV 0.5) des échantillons élaborés par :	
	Frittage (1450 C°)	Frittage suivi d'une densification par C.I.C (1450 C°)
WC3%Co	1279	1444
WC5%Co	1448	1704
WC6%Co	1590	1600

Tableau III.4 : Microduretés des trois types d'alliages élaborés

Les résultats obtenus montrent que le procédé de densification par frittage suivi d'une densification par C.I.C permet l'obtention de carbure cémentés WC-Co avec des propriétés mécaniques améliorées par rapport à ceux élaborés par frittage conventionnel.

CONCLUSION

CONCLUSION

Le frittage avec phase liquide est un procédé d'élaboration de matériaux à partir de mélange de poudre à une température précise, l'un des constituants du mélange fond la phase liquide qui en résulte permet d'assurer la densification du système.

Les forces motrices du frittage avec phase liquide ne permettent pas de corriger les défaillances du processus de réalisation du mélange. Les produits obtenus par frittage avec phase liquide sont d'autant plus homogènes que le mélange de poudre de base approche de l'idéalité.

Dans le cadre de ce travail, nous avons cherché à optimiser l'homogénéité des carbures cémentés en procédant à la densification de mélanges de base par compression isostatique à chaud. Ce puissant procédé est utilisé pour fabriquer des carbures cémentés WC-Co totalement denses et dotés de propriétés mécaniques performantes. L'étude comparée des propriétés des carbures cémentés obtenus par les deux techniques : frittage avec phase liquide et frittage suivi d'une densification par C.I.C a pu être réalisée.

Trois mélanges de carbures cémentés 3, 5 et 6% en masse de cobalt ont été élaborés par frittage avec phase liquide en utilisant les équipements de la société ERIS industrie de Batna. Nous avons utilisé la presse C.I.C du laboratoire de métallurgie Pprime de Poitiers (France) pour élaborer trois autres échantillons similaires à ceux obtenus par frittage.

L'étude comparée des propriétés des carbures cémentés obtenus par les deux techniques (frittage et C.I.C) a pu être ainsi réalisée dans le cadre de ce travail.

L'analyse par diffraction des rayons X a permis de mettre en évidence l'existence de carbure de type cobalt dans les échantillons élaborés par frittage en phase liquide. Le mécanisme de dissolution-précipitation est probablement à l'origine de l'apparition de cette phase. La durée élevée du traitement de frittage avec phase liquide favorise ce phénomène.

Les grains de WC se dissolvent et les atomes de carbone libérés diffusent à travers la phase liquide et réagissent avec le Co pour former une nouvelle phase de carbure de type cobalt.

Conclusion

La caractérisation microstructurale par microscopie électronique à balayage nous a permis de comparer les microstructures des échantillons élaborés par frittage avec phase liquide avec celles des échantillons frittés, suivis d'une densification par C.I.C. Les grains de carbure de tungstène semblent répartis d'une manière homogène dans les échantillons frittés suivis d'une densification par C.I.C. Les échantillons élaborés par frittage en phase liquide sont caractérisés par une répartition non homogène de la phase de carbure. En effet, on observe des zones sous forme d'amas de grains de WC et de Co. Ces échantillons contiennent également des inclusions isolées de graphites résiduels formés par décarburation pendant l'opération de frittage et renferment aussi de la porosité résiduelle en quantités non négligeables surtout dans les échantillons à faible teneur en cobalt (3 et 5%). Ce taux de porosité est plus faible dans les échantillons frittés, suivis d'une densification par C.I.C.

La mesure de la porosité fermée par pycnomètre à hélium permet de constater que le processus de frittage suivi d'une densification par C.I.C conduit à l'élaboration d'alliages avec un faible taux de porosité fermées par rapport à ceux obtenus par frittage en phase liquide.

La détermination des propriétés mécaniques a été effectuée à partir d'essais de microdureté Vickers. On constate que la microdureté est nettement plus élevée dans les échantillons frittés, suivi d'une densification par C.I.C. L'amélioration de la microdureté est certainement due, à l'homogénéité de la répartition de la phase liante dans ce type d'échantillons.

A l'avenir il sera intéressant d'utiliser des poudres nanométriques de WC afin d'optimiser les paramètres des cycles C.I.C.

Références bibliographiques

Les Références

[01] : K.KHELOUI, thèse d'Elaboration de l'intermétallique Fe Al utilise comme RENFORT particulaire dans les matériaux composites TIZI OUZOU ; 2010-2011.

[02] : H.Rabouhi et S.Boudrahem, Caractérisation microstructurale des frittés WC-Co.

2^{ème} conférence internationale sur les matériaux et l'environnement CIME 2010, Université Badji Mokhtar- Annaba 2010.

[03] : E. PAUTY « intégration des savoirs et savoir-faire » (S.Mottin)//sous licence CC-BY-NC-ND.

[04] : H.MEZIANI, thèse d'élaboration du composite WC-Cu par infiltration TIZI OUZOU. 2012-2013

[05] : H.PASTOR, propriétés du tungstène et de ses alliages. M570. Technique de l'ingénieur.

[06] : G. NICOLAS, métaux et alliages non ferreux, chapitre 15 ; molybdène, tungstène et leurs alliages.

[07] : H.PASTOR, métallurgie des poudres, fabrication et propriétés des ciments carbure de tungstène-cobalt décembre (1984).

[08] : E. SORLIER LEFORT, Développement d'un procédé de graduation des carbures cémentés WC-Co base sur l'imbibition, Amélioration de la durée de vie des taillants de forage, 2005.

[09] : A.FRANCHON, Métallurgie des poudres, Institut des Matériaux Industriels (IMI). CANADA / Novembre 2002.

[10] : D.BERNACHE-ASSOLLANT et J.BONNET, Frittage : Aspects physico-chimique : partie 2 : Frittage en phase liquide. AF6621.

[11] : D.BERNACHE-ASSOLLANT et J.BONNET, Frittage : Aspects physico-chimique : partie 1 : Frittage en phase solide. AF6620.

[12] : R.COLLET, Mécanismes de consolidation et de densification de poudres de cuivre lors d'un frittage par SPS ; Dijon ; 2005.

[13] : H.TOSSOUKPE, modélisation et simulation du frittage de matériaux dopés et de multi matériaux à l'échelle de la microstructure ; Ecole nationale des mines SAINT-ETIENNE ;2013

[14] : A.DJERMOUNE, Caractérisation d'un carbure cémenté WC-Co élaboré par compression isostatique à chaud : Etude de la réactivité de la gaine avec les composants WC et Co. Univ A-MIRA de Bejaia.

[15] : M. F. Ashby, Acta. Metal., Vol.22 (1974) p.275.

[16] : <https://clemes.com>

[17] : K.J.A Brookes, An Engineer's Digest Publication,(1979) P. 5-26.

Liste des Figures

Liste des figures

Chapitre I : RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES

Figure I.1 : Les étapes d'obtention des poudres WC-Co. [03].....	08
Figure I.2 : Les différentes étapes de compression d'une poudre.....	12
Figure I.3 : Section isotherme à 1260C° du diagramme de phase ternaire W-C-Co d'après Urhenius [11].....	15
Figure I.4 : Les différents types de frittage.....	16
Figure I.5 : influence de la courbe de la phase A sur l'équilibre A-B [02].....	19
Figure I.6 : Représentation schématique des contributions respectives des trois grandes étapes du frittage en phase liquide [10].....	20
Figure I.7 : Géométrie du pont liquide qui se forme entre deux particules sphériques [14]...	22
Figure I.8 : Evolution de la densité en fonction de la fraction volumique du liquide dans un système biphasé en frittage avec phase liquide [14].....	24
Figure I.9 : Angles de mouillage Θ et Ψ [14].....	27

Chapitre II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Figure II.1 : Schème de principe d'un four de frittage conventionnel [14].....	34
Figure II.2 : Schéma de principe des circuits haute et basse pression de la presse HIP6 [14].....	36

Figure II.3 : Etapes de processus de C.I.C [14].....	37
Figure II.4 : Cycle de traitement de compression isostatique à chaud [02].....	39
Figure II.5 : Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage.....	42
Figure II.6 : Pycnomètre à gaz d'Hélium.....	43
Figure II.7 : Un microduromètre type SHIMADZU HMV 2000 [16].....	44

Chapitre III : RESULTATS EXPERIMENTAUX

Figure III.1 : Spectre de diffraction X de l'échantillon WC-6%Co : a/ fritté b/ fritté suivie d'une densification par CIC.....	51
Figure III.2 : Microstructures observées dans les échantillons obtenus par frittage avec phase liquide à 1450 C°.....	52
Figure III.3 : Microstructures observées dans les échantillons frittés, suivis d'une densification par C.I.C à 1450 C°.....	52
Figure III.4 : Cartographie réalisée sur le mélange WC-3%Co élaboré par frittage simple.....	54
Figure III.5 : Spectre d'analyse EDS-X de l'échantillon WC-3%Co fritté, suivi d'une densification par C.I.C à 1450 C°.....	55

Liste Des Tableaux

Liste des Tableaux

Chapitre I : RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES

Tableau I.1 : principales applications de WC-Co en fonction de leur composition.....10

Chapitre III : RESULTATS EXPERIMENTAUX

Tableau III.1 : condition de traitement des trois échantillons élaborés par frittage.....48

Tableau III.2 : Condition de traitement des mélanges de poudres par C.I.C.....49

Tableau III.3 : Taux de porosités fermés dans les deux types d'alliages élaborés.....56

Tableau III.4 : Micro duretés des trois types d'alliages élaborés.....57