

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Université Mohamed Khider – Biskra
Faculté des Sciences et de la technologie
Département : Génie mécanique
Ref :.....



جامعة محمد خيضر بسكرة
كلية العلوم و التكنولوجيا
قسم: الهندسة الميكانيكية
المرجع:.....

Thèse présentée en vue de l'obtention du Diplôme de

Doctorat en Sciences en Génie Mécanique

Spécialité : Génie Mécanique

Thème

**ELABORATION ET CARACTERISATION D'UN ACIER A OUTIL RESISTANT A
L'USURE OBTENU PAR LA METALLURGIE
DES POUDRES**

Présentée par : Lahcene MEBARKI

Soutenue publiquement le :20/03/2019

Devant le jury composé de :

Pr Abdelouahad CHALA	Président	Université de Biskra
Pr Mosbah .ZIDANI	Rapporteur	Université de Biskra
Pr Saïd .MICHACHTI	Co-Rapporteur	Université d'Annaba
Pr Nasser Eddine BELIARDOUH	Examineur	Université d'Annaba
Pr Rachid BENBOUTA	Examineur	Université de Batna 2

REMERCIEMENTS

Je remercie au premier lieu le bon *Dieu* pour m'avoir donné le courage et la volonté pour achever ce travail.

J'aimerais tout d'abord remercier mon directeur de recherche le professeur *Mosbah Zidani* de m'avoir donné l'opportunité de découvrir le monde de la recherche ; monde que j'ai appris à apprécier énormément. J'aimerais également le remercier pour l'énorme quantité de temps qu'il m'a consacré et pour sa confiance.

Je remercie également mon Co-encadreur le professeur *Saïd Michachti* pour son gracieux accueil, son aide, et son soutien.

Je remercie le Professeur *Abdelouahad CHALA*quia bien voulu accepter de présider le jury de soutenance et de juger ce travail. Je le prie de trouver ici l'expression de mes remerciements les plus sincères.

Je voudrais aussi adresser mes plus vifs remerciements aux membres du jury le Professeur *Nasser Eddine BELIARDOUH* et le Professeur *Rachid BENBOUTA* qui ont accepté d'examiner mon travail.

Je tiens à remercier mes collègues- *Dr.Kamal.F, Dr.SAAD.B, Dr.Lazhar. B- Dr.Fateh.F, Dr. Nassim.B, Mr. Hicham.A, Mr. Rafik.M, Mr. Fateh.H et Dr. Karim A* pour tout le soutien.

Je veux également remercier spécialement le professeur *Djemal Miroud* Laboratoire des Sciences et de Génie des Matériaux (LSGM), Faculté de Génie Mécanique et Génie des Procédés, USTHB, Bab Ezzouar, et *les nombres des éléments* de laboratoire des surfaces de l'école des mines Annaba pour l'aide qu'ils m'ont offerte.

Merci à mes *parents*, mes *frères*, mes *amis* et mes proches pour leur support et tous les bons moments passés ensemble.

Lahcene MEBARKI

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail

*À ceux qui m'ont éclairé le chemin de la
sagesse et m'ont offert tout ce qui est cher et
comble le cœur dans la vie avec une immense
générosité et une tendre affection.*

À toi ma très chère mère et à toi mon père.

À mes enfants nada et takielddine (Louay)

À mes frères, à mes sœurs et à leurs enfants.

À toutes mes amies.

À tous ceux qui m'ont apporté leur aide.

Lahcene MEBARKI

Sommaires

Remerciements.....	iii
Dédicace.....	iv
Liste des figures.....	v
Liste des tableaux.....	vii
Abréviations.....	xi
Introduction générale.....	1
<i>Chapitre I Généralités sur la métallurgie des poudres</i>	
Introduction	3
I-1 Métallurgie de poudres	3
I-2 Domaines d'application de la métallurgie des poudres	5
I-3 Les avantages de la métallurgie des poudres	5
I-4 Les inconvénients de la métallurgie des poudres	6
I-5 Procédés d'élaboration des poudres métalliques	6
I-5-1 Procédés mécaniques.....	6
I-5-1-1 Le broyage	6
I-5-1-2 Mécano synthèse	7
I-5-2. Procédés chimiques.....	7
I-5-2-1 La réduction.....	7
I-5-2-2. L'électrolyse	8
I-5-3 Techniques d'atomisation	8
I-6 Propriétés des poudres métalliques	10
I-6-1 Les formes de poudres.....	10
I-6-2 Caractéristiques morphologiques et dimensionnelle.....	10
a) Morphologie	10
b) Analyse granulométrique.....	10
I-6-3. Propriétés mécaniques des poudres.....	11
I-6-4. Caractéristiques physiques et chimiques des poudres.....	11
I-6-4-1 Aptitude à l'écoulement.....	11
I-6-4-2 Masse volumique.....	11
I-6-4-3. Volume massique apparent	11
I-6-4-4. Compressibilité	11

I-6-4-5. Cohésion du comprimé.....	11
I.7. la compression des poudres.....	12
I-7-1. Compaction sèche des poudres.....	12
I-7-2. Compression uniaxiale	12
I-7-3. Compression unilatérale.....	12
I-7-4. Compression bilatérale.....	13
I-7-5. Compression isostatique	13
I-8 Le Frittage	14
I-8-1 Paramètres de frittage.....	15
I-8-1-1 Température et durée de frittage.....	15
I-8-1-2. Atmosphère de frittage.....	16
I-8-1-3. Grosseurs des grains.....	16
I-8-2 Mécanisme de frittage et transfert de masse	16
I-8-2-1 Changements dimensionnels et le retrait	17
I-8-3 Les stades du frittage.....	18
1-8-3-1 1 ^{er} stade du frittage	19
I-8-3-2 2ème stade du frittage.....	19
1-8-3-3. 3èmes stades du frittage	20
I-8-4. Les différentstypes de frittage.....	21
I-8-4-1 Frittage en phase solide.....	21
I-8-4-2 Les différentes voies de diffusion en phase solide.....	22
I-8-4-2-1.Au joint de grains.....	22
I-8-4-2-2 En surface	22
I-8-4-2-3.En volume.....	22
I-8-4-2-4.Par évaporation condensation.....	23
I-8-4-3.Les paramètres influents sur la diffusion.....	24
I-8-4-3-1. Taille des cristallites.....	24
I-8-4-3-2. Distribution granulométrique.....	25
I-8-4-3-3. Frittage des agrégats.....	25
I-8-4-3-4. Potentiel d'oxygène.....	25
I-8-4-3-5. Pression atmosphérique.....	26
I-8-4-3-6 .Pression de compaction.....	26
I-8-4-3-7. Empilement initial.....	26
I-8-4-3-8. Orientation des grains.....	26

I-8-4-4. Frittage en phase liquide	27
Références I-	29
CHAPITRE II Les caractéristiques des aciers à outils	
Introduction	32
<i>Section A : les aciers à outils.</i>	
II-1 Définitions des aciers à outils	32
II-2 Utilisation des aciers à outils	32
II-3 Composition chimique des aciers a outil	33
II-3-1 Éléments d'alliage	33
II-3-2 Carbone.....	33
II-3-3 Les éléments carburigènes.....	34
II-4 Désignation des aciers à outils	34
II-4-1 Aciers à outils alliés et non alliés pour travail à froid.....	35
II-4-2 Aciers à outils pour travail à chaud.....	36
II-4-3 Les Aciers rapides.....	37
II-5. Les Structures métallographiques	38
II-5-1 Structure de solidification des aciers lédeburitiques.....	39
II-5-2 Structure à l'état recuit.....	40
II-5-3 Structure après traitement thermique.....	40
II-5-3-1 Constituants obtenus après trempe.....	40
II-5-3-2 Nature des carbures primaires.....	42
II-5-3-3 Grosseur de grain.....	43
II-6 Production de poudres d'acier à outils	44
Section B : L'usure des surfaces	
II-7 L'usure des surfaces de contact	45
II-7-1 Aspect Métallurgique de l'usure abrasive des aciers.....	45
II-7-2 Les principaux modes d'usure.....	46
II-7-2-1 Usure adhésive	47
II-7-2-2 Usure corrosive	48
II-7-2-3 Usure par fatigue.....	49
II-8 la Lois d'usure	50
II-9 comportement tribologique des matériaux	51
II-9-1 Effet de la vitesse de glissement.....	52
II-9-2 Effet de la charge appliquée.....	52

II-9-3 Effet de la température.....	53
II-9-4 Effet de l'humidité.....	54
Références II-	55
CHAPITRE III Matériaux étudiés Et Techniques expérimentales	
Introduction	57
III-1 Matériaux	57
III-1-1 Poudres de cémentite (Fe_3C) avec wt% de C =1.2.....	58
III-1-2 le tungstène.	58
III-1-3 Le Nickel.....	58
III-1-4 le Cobalt.....	59
III-2 Elaboration des éprouvettes	60
III-2-1 Préparation des alliages.....	60
III-2-2 Compositions chimiques des alliages frittés.....	61
III-2-3 Broyage à boulets à faible énergie.....	61
III-2-4 Collage.....	62
III-2-5 presse de compression.....	63
III-2-6 four de frittage	64
III-3 Techniques de caractérisations	64
III-3-1 Caractérisations mécaniques	64
III-3-1-1 Microdureté Vickers HV.....	64
III-3-1-2 Essais de dureté HRC.....	65
III-3-1-3 Essais de flexion.....	66
III-3-1-4 Essais de résilience	66
III-3-1-5 Traitement thermique.....	67
III-3-1-5-1 Trempe.....	67
III-3-1-5-2 Revenu.....	67
III.3-2 caractérisation microstructurale	68
III-3-2-1 analyse des compositions chimiques.....	69
III-3-2-2 Mesure de la densité.....	69
III-3-2-3 La microscopie optique.....	69
III-3-2-3-1 Polissage et préparation des surfaces.....	70
III-3-2-3-2 Attaques chimiques.....	71
III-3-2-3-3 mesure de la porosité.....	71
III-3-2-4 .microscopie électronique à balayage (MEB)	72

III-3-2-4-1 Spectrométrie aux rayons X en sélection d'énergie (EDS).....	72
III-3-2-5 Diffraction aux rayons X.....	73
III-3-3 Tests tribologiques	74
III-3-3-1.Présentation des tribomètres CSM.....	74
III-3-3-2 Mesure de la rugosité.....	75
III-3-3-3. Les tests d'usure.....	76
Référence III-	77
<i>CHAPITRE IV Résultats expérimentaux Et Discussions</i>	
Introduction	78
IV-1 Élaboration d'un alliage à base de fer par frittage en phase solide	78
IV-1-1 Matériaux et conditions expérimentales.....	78
IV-1.2 Préparation des poudres des différents alliages.....	78
IV-1-2.1 Les étapes de préparations des mélanges	81
IV-1-2.2 Préparation de la poudre de carbure de fer Fe ₃ C	81
IV-1-2-3 Vérification du taux d'oxygène dans les poudres.....	79
IV-1-2-4 Vérification du taux de carbone dans la cémentite (Fe ₃ C)	79
IV-1-2-5 Calcul des masses de la poudre des échantillons	79
IV-1-2-6 Dimensions des échantillons.....	80
IV-2 Caractéristiques mécaniques des alliages élaborés	81
IV-2.1 La densité.....	82
IV-2.2 la dureté.....	82
IV-2.3 la microdureté.....	83
IV-2.4 Résistance à la flexion.....	85
IV-2.5 Essai de résilience.....	87
IV-3 Les Structures métallographies	88
IV-3.1 Microscope optique.....	90
IV-3-1.1 La porosité.....	90
IV-3-1.2 Les joints de grains.....	92
IV-3-1.3 Les structures après trempe.....	93
III-3-2 Analyse avec microscope électronique à balayage.....	95
IV-3-2.1 Spectrométrie rayon X par dispersion des énergies (EDS)	96
IV-3-3 Analyse par Diffraction des rayons X (DRX)	100
IV-4 les tests tribologiques	101
IV-4.1 le coefficient de frottement.....	104

IV-4.2 le taux d'usure	104
IV-4.3 Influence de la vitesse de glissement	109
IV-4.4 Influence de la charge appliquée.....	111
IV-4.5 Evolution de la Perte de masse.....	111
IV-4.6 Surfaces usées	114
Références IV	116
Conclusion générale et perspectives	120
Résumé	Xii

Liste des figures

Figure I.1	Les différents processus de la métallurgie des poudres.....	4
Figure I.2	Domaines d'application de la métallurgie des poudres.....	5
Figure I.3	Les broyeurs.....	7
Figure 1.4	Différentes étapes de la fabrication de la poudre par électrolyse.....	8
Figure 1.5	Techniques d'atomisation.....	9
Figure 1.6	Forme des grains de poudres métalliques.....	10
Figure 1.7	Types de compression uniaxiale.....	12
Figure 1.8	Phases à suivre pour la compression.....	13
Figure 1.9	Illustration des opérations séquentielles dans un four de frittage.....	14
Figure 1.10	Les trois principales étapes du frittage en phase liquide.....	17
Figure 1.11	Changement dimensionnels de porosité ou cour de frittage.....	18
Figure I.12	Évolution de la densité relative au cours du frittage.....	19
Figure I.13	Les étapes de frittage.....	21
Figure I.14	L'évolution topologique produite par les différents modes de diffusion..	23
Figure I.15	Étapes classiques durant le frittage en phase liquide.....	28
Figure II.1	Dureté Rockwell C de la martensite	34
Figure II.2	Micrographies d'aciers à outils pour travail à froid.....	36
Figure II.3	Microstructures d'aciers à outils pour travail à chaud.....	37
Figure II.4	Micrographie d'un acier fritté.....	38
Figure II.5	Diagramme de phase ternaire	39
Figure II.6	Influence des éléments d'alliage	41
Figure II.7	Micro dureté comparées des carbures	44
Figure II.8	Micrographies d'acier,	44
Figure II.9	Phases de dégradation par usure	45
Figure II.10	Etat de surface après une usure abrasive.....	46
Figure II.11	La résistance à l'usure abrasive.....	48
Figure II.12	Etat de surface après une usure adhésive.....	49
Figure II.13	Etat de surface après une usure corrosive.....	50
Figure II.14	Etat de surface après une usure par fatigue.....	51
Figure III.1	Four à hydrogène.....	57

Figure III.2	les particules des poudres des alliages.....	60
Figure III.3	Les formes des éprouvettes élaborées.....	61
Figure III.4	Systèmes de broyage sec à bille.....	62
Figure III.5	La colle.....	63
Figure III.6	Presse hydraulique.....	63
Figure III.7	Four à résistance à filament	64
Figure III.8	Densimètre digital.....	65
Figure III.9	Microscope optiques.....	65
Figure III.10	Disque de polissage manu.....	66
Figure III.1	Diffractomètre.....	68
Figure III.12	Duromètre AFFRI DM2D.....	69
Figure III.13	Durometre digital AFFRI.....	70
Figure III.14	Machine d'essai hydraulique universel.....	71
Figure III.15	Machine d'essai de choc semi-auto.....	74
Figure III.16	Le rugosimètre	75
Figure III.17	Tribomètre.....	76
Figure IV.1	L'évolution de la densité d'alliages avant et après frittage.....	83
Figure IV.2	L'évolution de la dureté des alliages avant et après la trempe	84
Figure IV.3	Evolutions de la microdureté des alliages avant et après la trempe.....	86
Figure IV.4	Empreintes d'indentation Vickers dans les alliages trempée	87
Figure IV.5	Evolutions d'énergie nécessaire.....	88
Figure IV.6	Valeur moyenne de la résilience pour les alliages trempée.....	90
Figure IV.7	Porosité des alliages élaborés.....	91
Figure IV.8	Joints des grains des alliages.....	93
Figure IV.9	Structures métallographiques des alliages après frittage.....	94
Figure IV.10	Structures métallographiques des alliages après la trempe	96
Figure IV.11	Micrographies en électrons rétrodiffusés d'alliage 85Fe3C-10W-5Ni....	97
Figure IV.12	Micrographies en électrons rétrodiffusés d'alliage 85Fe3C-10W-5Co....	98
Figure IV.13	Micrographies en électrons rétrodiffusés d'alliage 85Fe3C-10Ni-5Co...	99
Figure IV.14	Micrographies en électrons rétrodiffusés d'alliage 64Fe3C-36Ni.....	100
Figure IV.15	Spectrométrie rayons x par dispersion des énergies(EDS).....	101
Figure IV.16	Diffraction des rayons X des alliages.....	102
Figure IV.17	Diffraction des rayons X des alliages.....	103

Figure IV.18	Evolution des coefficients de frottements d'alliage 85Fe3C-10W- 5Ni...	105
Figure IV.19	Evolution des coefficients de frottements d'alliage 85Fe3C-10W- 5Co...	106
Figure IV.20	Evolution des coefficients de frottements d'alliage 85Fe3C-10Ni-5Co...	107
Figure IV.21	Evolution des coefficients de frottements d'alliage 64Fe3C-36Ni.....	108
Figure IV.22	Variation de la vitesse de glissement sur le taux d'usure.....	109
Figure IV.23	Evolution de perte de masse des alliages de charge 7N et 10N.....	113
Figure IV.24	Images de microscope optique des pistes des billes	115

Liste des tableaux

Tableau I.1	Séparation des grains.....	10
Tableau I.2	Température et temps de frittage pour divers métaux.....	16
Tableau I.3	Présentation des différentes voies de diffusion.....	24
Tableau II.1	Principales classes d'acier à outils	32
Tableau II.2	Résistance à l'usure, ténacité et dureté à chaud des aciers à outils.....	33
Tableau II.3	Les coefficients de frottement de quelques couples de matériau.....	50
Tableau III.1	Les dimensions des différents essais.....	60
Tableau III.2	Composition chimiques des différents alliages.....	61
Tableau III.3	Le différent état des surfaces.....	76
Tableau IV.1	Composition chimique des alliages utilisés.....	78
Tableau IV.2	Les masses des essais.....	80
Tableau IV.3	Les pourcentages de carbone mesuré.....	80
Tableau IV.4	Les masses des échantillons calculés.....	81
Tableau IV.5	Les dimensions des échantillons après frittage.....	81
Tableau IV.6	Les valeurs de la densité avant et après frittage.....	82
Tableau IV.7	Les résultats de dureté avant et après la trempe.....	84
Tableau IV.8	Les valeurs de la microdureté avant et après trempe	85
Tableau IV.9	Les valeurs de flexion des alliages	88
Tableau IV.10	Les valeurs de résilience	89
Tableau IV.11	La masses perdue à 7N.....	112
Tableau IV.12	La masses perdue à 10N.....	113

Abréviations

Fe ₃ C	Carbure de fer (cémentite)
W	Tungstène
Ni	Nickel
Co	Cobalt
C	Carbone
MP	Métallurgie des poudres
MEB	Microscopie électronique à balayage
DRX	Diffraction aux rayons X
EDS	Spectrométrie rayon X par dispersion des énergies
MO	Microscopie optique
HRC	Dureté Rockwell
HV	Dureté Vickers
V1/V2	Les vitesses de glissement
P1/P2	Les charges appliquées
Ws	Taux d'usure
Δm	La masse perd
μ	Coefficient de frottement
CFC	Cubique à faces centrées
CC	Cubique centrées
F	Force appliquée
T	Travail
m	Maitre

Introduction

Générale

Introduction générale

La technologie d'aujourd'hui se doit d'être écologique et économique, par une réduction de la consommation d'énergie et des matières premières. L'élaboration des pièces à base de fer par la métallurgie des poudres est l'une des techniques pour atteindre cet objectif.

Les pièces mécaniques à base de fer qui composées de plusieurs éléments d'addition peuvent répondre à différentes exigences fonctionnelles mécaniques ou physicochimiques. Par exemple, l'emploi conjoint d'un acier et d'un carbure cémenté permet d'obtenir une pièce à la fois tenace et dure. Ce mélange de matériau est ainsi utilisé dans différentes applications telles que les outils de coupe et de forage ou les matériaux de blindage. La réalisation classique de ce type des alliages passe généralement par plusieurs étapes de fabrication tel que: l'élaboration des deux matériaux, l'assemblage, l'usinage. L'utilisation de la métallurgie des poudres permet de diminuer le temps et le coût d'usinage. Les pièces peuvent ainsi être fabriquées en quelques étapes : compression des poudres dans la forme souhaitée, frittage puis rectification des pièces.

La métallurgie des poudres est un procédé d'élaboration direct sans fusion de pièces métalliques mais elle est plus développée. Elle s'associe de plus en plus en procédé anciens d'élaboration ou de transformation des métaux. Pour contribuer à créer des voies nouvelles d'obtention de alliages métalliques. 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 solide a été choisi comme méthode alternative pour la synthèse de nos alliages.

Bien que les aciers à base de fer furent développés initialement pour la fabrication d'outils d'usinage et de moules ou de matrices, ils sont de plus en plus utilisés dans la fabrication de pièces semi-finies ou finies qui requiert une résistance à l'usure élevée comme les sièges de soupapes et les plaquettes des freins. Les aciers à base de fer sont classés selon leur utilisation principale. La microstructure et les propriétés spécifiques de chacune de ces classes d'acier sont obtenues en ajoutant des éléments d'additions à des teneurs appropriées, ainsi que de la teneur en carbone. La teneur d'addition du carbone varie comme suite (0.1 à 2.85 %m ; 1 à 43 %m total en éléments d'addition).

L'objectif primaire de cette thèse est d'élaborer des alliages à base de fer résistant à l'usure par l'utilisation de la technique de la métallurgie des poudres. En ajoutant des éléments d'additions (W, Ni et Co) dans une matrice Fer. Le deuxième objectif est d'étudier leurs influences sur les propriétés mécaniques (Dureté, résistance à la flexion et l'usure,...) et structurelles.

Cette thèse comporte une introduction générale et quatre chapitres:

Le premier chapitre est consacré à une revue bibliographique sur la métallurgie des poudres, le secteur d'application, les procédés de fabrications des poudres et leurs propriétés, la compression des poudres, les techniques de frittages et les étapes d'élaborations par la métallurgie des poudres.

Le deuxième chapitre est divisé en deux sections distinctes, la première concerne les notions de base sur les aciers à outils, la désignation des structures métallographiques et leur utilisation dans le domaine industriels. La deuxième section est une présentation concernant les différents modes de l'usure et leur influence sur les caractéristiques mécaniques et structurelles des aciers à outils.

Le troisième chapitre donne la présentation de différentes techniques utilisées pour l'élaboration des quatre alliages à base de fer. Egalement, tout au long de ce chapitre, les méthodes d'analyse et les techniques de caractérisation mécaniques et structurelles ont été présentées aussi.

Le quatrième chapitre est réservé aux résultats expérimentaux obtenus lors de cette étude et à leurs interprétations.

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
Généralités
Sur
La métallurgie des poudres

Introduction

Dans ce chapitre nous décrivons d'abord une étude bibliographique sur la métallurgie des poudres, ces avantages et les domaines d'utilisation. Nous présenterons aussi les diverses méthodes utilisées pour l'élaboration des poudres métalliques ainsi que les techniques de mise en forme des poudres (frittage en phase solide et liquide).

I-1 Métallurgie de poudres

La métallurgie des poudres MP est définie par le grand dictionnaire terminologique comme étant le domaine de la métallurgie traitant de la production des poudres de métaux ou d'alliages ainsi que de la fabrication des pièces métalliques à partir de ces poudres [1]. C'est un ensemble de procédés technologiques permettant la réalisation de composants de formes prédéterminées à partir de poudres (métalliques, céramiques ou composites) dont la granulométrie et la constitution sont maîtrisées. Dans un premier temps, la forme du composant est donnée par l'intermédiaire d'une matrice, avec possibilité de démoulage. Selon le procédé, différents paramètres interviennent comme la vitesse, la température, les liants. Le composant obtenu est densifié par frittage dans un four. Le composant final ainsi réalisé présente la forme, les tolérances dimensionnelles et les propriétés mécaniques désirées.

La métallurgie des poudres peut être caractérisée par les trois mots clés suivants : **poudre**, **pression** et **température**. Les différents modes de fabrication sur laquelle elle repose, permettent l'obtention de pièces poreuses ou non, de formes, dimensions et masses variés. Les techniques intervenant successivement au cours de l'élaboration d'un composant peuvent se résumer de façon suivante. [1].

- Élaboration de la poudre.
- Densification et mise en forme,
- Frittage,
- calibrage,
- traitements thermiques
- finitions.

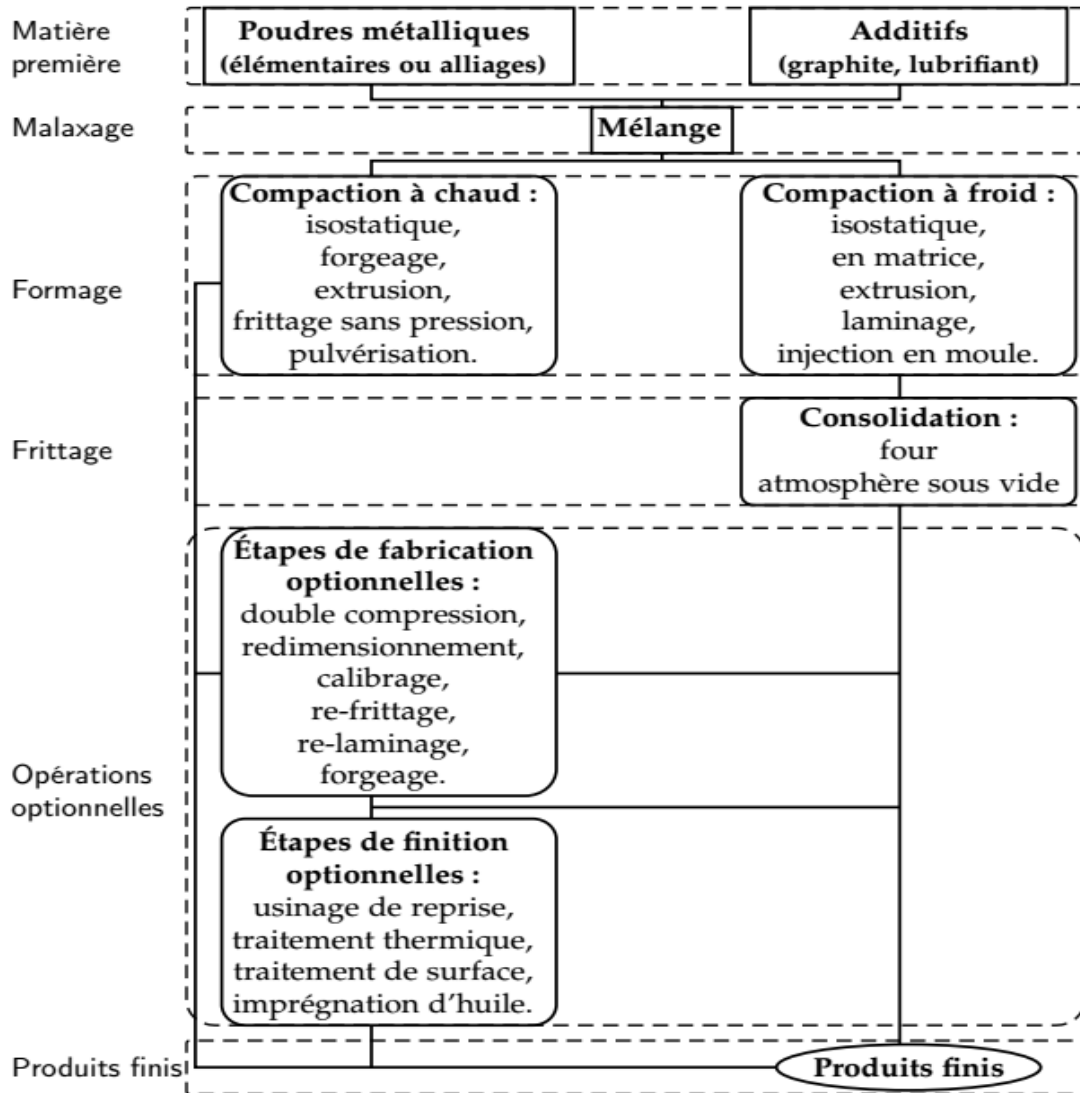


Figure I.1. Les différents processus de la métallurgie des poudres. [1]

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

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

I-2 Domaines d'application de la métallurgie des poudres :

La métallurgie des poudres, qui consiste à travailler le métal sous forme de poudre, au lieu de le fondre, connaît aujourd'hui un regain d'intérêt. Elle concerne en effet la fabrication de pièces pour la plupart des secteurs industriels, L'utilisation de poudres dans le domaine de la métallurgie des poudres se concentre dans le domaine de l'automobile, qui représente une part de 74 %. Pour les autres utilisations, on trouve 13 % dans les domaines conjoints des transports et de l'espace et 13 % pour les loisirs, Figure (I.2c).

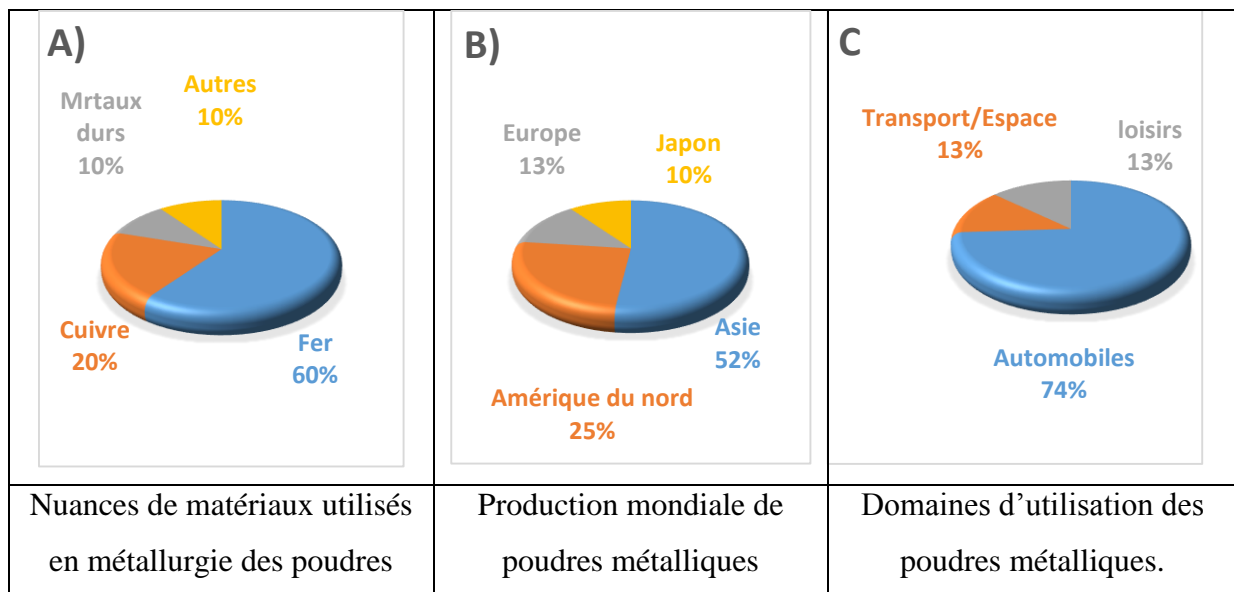


Figure I.2. Les domaines d'application de la métallurgie des poudres [3].

I-3 Les avantages de la métallurgie des poudres

Les avantages de la fabrication de pièces par le procédé de la métallurgie des poudres sont nombreux. Les autres avantages du procédé sont décrits ci-dessous [4].

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

I-4 Les inconvénients de la métallurgie des poudres

Il existe bien sûr certaines limitations associées au procédé. Parmi celles-ci, signalons certaines contraintes quant à la forme et à la géométrie des pièces. Il est impossible, par exemple, de faire des trous filetés, des ressorts ou des pièces avec des trous transversaux en utilisant le procédé de la métallurgie des poudres. De plus, dans le cas de certaines pièces à géométrie complexe, il est parfois difficile d'obtenir une densité distribuée de façon homogène dans la pièce. Cette non-uniformité de la distribution de la densité peut amener des problèmes de formes finales et de faiblesses dans certaines parties de la pièce, [4]. Finalement, il est à noter que la taille maximale des pièces qu'il est possible de faire par métallurgie des poudres est directement liée à la pression maximale que les presses sont capables d'appliquer.

I-5 Procédés d'élaboration des poudres métalliques

La poudre peut être définie comme un ensemble de particules dont les dimensions sont habituellement inférieures à 1mm. Pour l'élaboration des poudres métalliques, plusieurs techniques sont utilisées on cite principalement trois catégories. Elles sont présentées sur la Figure (I.1) : procédés mécaniques, chimiques et atomisation [5]. Généralement, le choix de la méthode dépend de la nature du métal, les caractéristiques des poudres, du coût de fabrication, et du domaine de l'utilisation.

I-5-1 Procédés mécaniques

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

I-5-1-1 Le broyage

L'opération de broyage est la synthèse de plusieurs phénomènes tels la fracturation, la déformation et le soudage à froid [6]. Pour les matériaux fragiles le premier phénomène prime avec un peu de déformation tandis que pour les matériaux ductiles les trois phénomènes sont présents. Les particules obtenues sont dépendantes des propriétés physiques et chimiques du matériau, du milieu dans lequel le broyage est effectué (vide, gaz, liquide) et des conditions opératoires de broyage (quantité et grosseur des boulets, appareils utilisés). Les appareils utilisés sont essentiellement des broyeurs Figure (I.3) à mâchoires, à marteaux, billes... Ils sont très employés pour les métaux fragiles (éléments purs tels que Mn, Sb, Bi Cr,... ou alliage Fe-Al, Ni-Al, Fe-Si, ...).

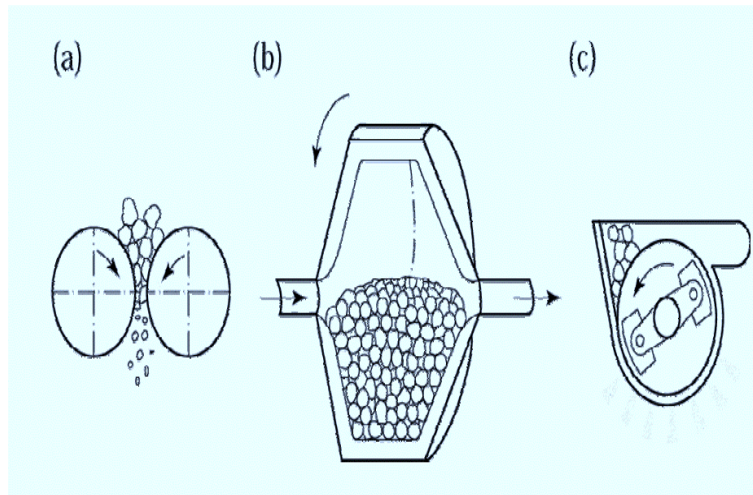


Figure I.3. Les broyeurs (a) broyeur à boulets (b) agitateur SPEX (c) broyeur planétaire [6].

I-5-1-2 Mécano synthèse

Contrairement au broyage classique utilisé depuis la préhistoire pour réduire en poudre des matériaux, le broyage à haute énergie permet de synthétiser, à température ambiante, des matériaux organisés à l'échelle nanométrique, difficiles, voire impossible à obtenir par des méthodes classiques telles que la fusion-solidification. Les différents types de broyeurs décrits précédemment peuvent être utilisés pour la Mécano synthèse (broyeurs vibrants, broyeur à tambour tournant, Attriteurs,...) [7].

I-5-2 Procédés chimiques

Ils existent différentes méthodes chimiques utilisées pour la production des poudres. De par leur diversité et leur souplesse, elles permettent de produire les poudres de n'importe quel élément ou composé, avec des tailles moyennes de grain pouvant varier de quelques dixièmes à plusieurs dizaines de μm , [7].

I-5-2-1 La réduction

La réduction est la méthode de production chimique la plus employée. Elle consiste en la réduction d'un composé (un oxyde ou un chlorure), broyé en une fine poudre, par un agent chimique (gaz liquide ou solide) qui fractionne le composé en métal à l'état de fins granules et en un sous-produit qui peut être éliminé. Si le composé initial est un solide, la dimension des granules du métal résultant dépendra fortement de la morphologie du composé de départ. Par exemple l'oxyde de cuivre est réduit par l'hydrogène (à 350 °C) en cuivre métallique et en vapeur d'eau. [8].



I-5-2-2 L'électrolyse

La production de la poudre par électrolyse est une réduction dans laquelle un ion métallique contenu dans une solution liquide du sel ou dans sel fondu (électrolyse ignée) du métal désiré, est neutralisé par le courant cathodique. Le dépôt cathodique très poreux est ensuite raclé, broyé, lavé, et séché [8]. Les différentes étapes de la fabrication de la poudre par électrolyse sont présentées ci-dessous. Figure(I.4).

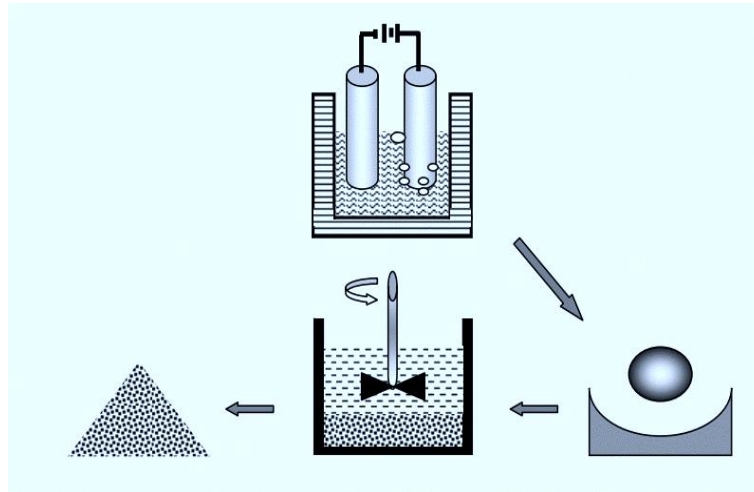


Figure 1.4 Les différentes étapes de la fabrication de la poudre par électrolyse [8].

I-5-3 Techniques d'atomisation

Le procédé d'atomisation s'applique aux métaux purs et aux alliages peuvent être facilement fondus, les plus répandues sont : cuivre, fer, aluminium et surtout des alliages tels que les laitons, les bronze, les aciers. Il consiste en la désintégration d'un métal fondu en fines gouttelettes qui se solidifient pour ensuite donner la poudre désirée. L'atomisation n'est limitée que par deux facteurs, soit : là l'incapacité de fondre les matériaux ou la volatilité et la miscibilité en solution liquide des composants de l'alliage atomisé. De plus, grâce aux vitesses de refroidissement très élevées pouvant atteindre 107 K/ sec, ceci est connu sous le nom de solidification rapide, il est possible d'obtenir des métaux amorphes et des alliages en solution sur saturée. Les différents procédés d'atomisation sont [9].

-L'atomisation par un fluide (plus de 95% des poudres atomisées) pour lequel le métal liquide est désintégré par l'impact de jets d'un fluide sous haute pression (gaz, eau ou huile),Figure (I.5 a).

- L'atomisation sous vide ou par gaz soluble dans lequel le métal liquide est en solution sursaturée avec un gaz qui provoque l'atomisation sous vide Figure (I.5 b).

- L'atomisation par centrifugation pour lequel le bain de métal fondu est éjecté sous forme de gouttelettes par la rotation à grande vitesse d'un disque, d'un bol ou d'une électrode (Figure I (5c, 5 d et 5 e))
- L'atomisation par ultrasons dans lequel le métal liquide est agité par une vibration ultrasonique (Figure I.5). La technique d'atomisation à l'eau est la plus utilisée pour la production de poudres métalliques à partir des métaux et alliages ne réagissant pas à l'eau et présente moins d'impuretés que l'atomisation à l'air. Mais avec une teneur en oxygène élevée, l'atomisation par un gaz inerte ou sous vide présente le moins d'impureté.

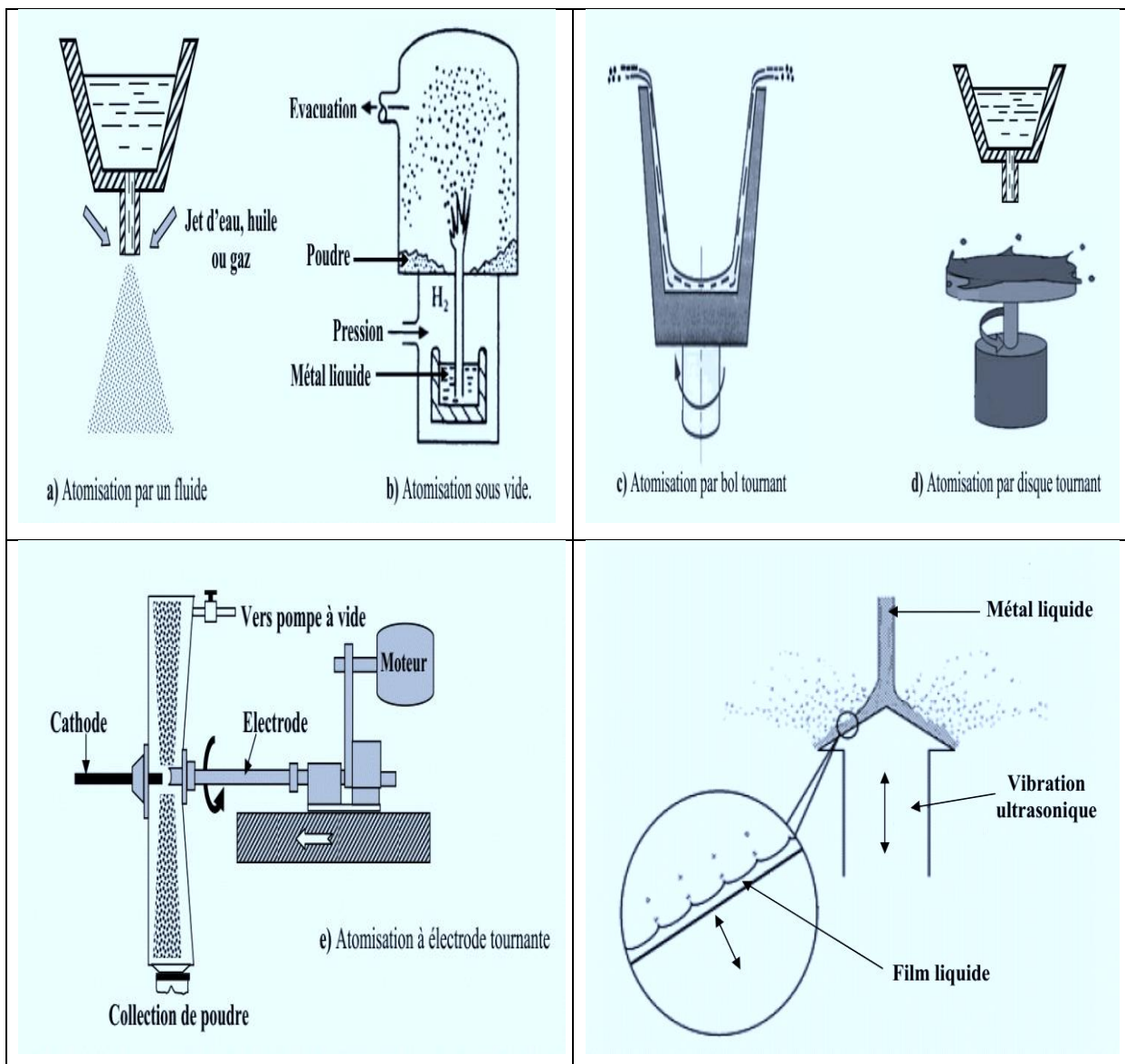


Figure I.5 Les techniques d'atomisation [9].

I-6 Propriétés des poudres métalliques

I-6-1 les formes de poudres

La forme des particules est étroitement reliée au mode de production et au matériau utilisé. Le principal moyen utilisé pour qualifier la forme des particules de poudre est le microscope électronique à balayage (MEB). Les principales formes de particules observées sont regroupées à la figure(I.6). La forme des particules joue un rôle très important pour fabriquer les pièces par technique de la métallurgie des poudres (MP).

I-6-2 Caractéristiques morphologiques et dimensionnelle

a)Morphologie

L'observation en microscope montre que la forme des grains varie depuis la sphère parfaite jusqu'aux aiguilles aux lamelles et aux dendrites Figure. (I.6) [10].

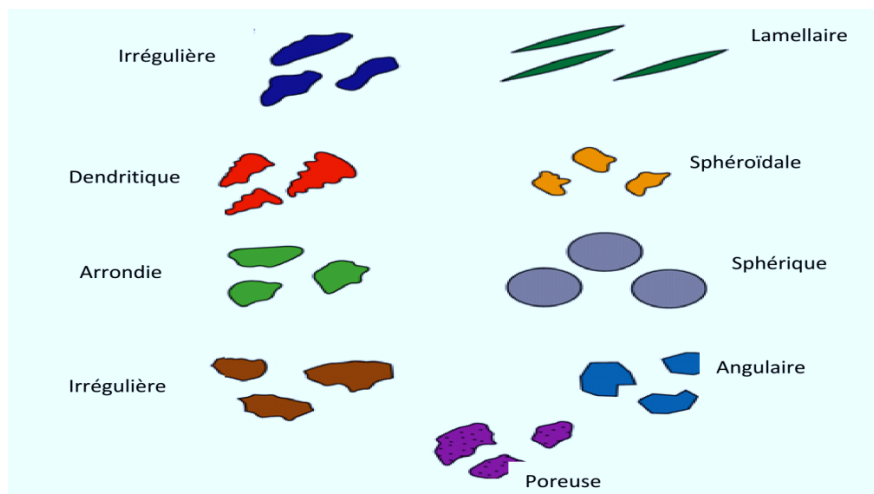


Figure. I.6 : Les formes des grains de poudres métalliques [10]

b) Analyse granulométrique

La grosseur des grains 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 I.1

Tableau I.1 Séparation des grains [11].

Méthode de séparation	Taille des grains
Tamis	60-100um
Microscope optique	0.5-100um
Sédimentation	1-80um
Microscope électronique	5-1000um

I-6-3 Propriétés mécaniques des poudres

Il existe toute une variété de moyens d'essais permettant de caractériser (propriétés physiques et mécaniques) la poudre et les comprimés. Dans l'industrie, les essais de caractérisation sont souvent normalisés. On y distingue les essais de coulabilité et de densité tassée à la réception de la matière, les essais de compressibilité, et d'efforts d'éjection sur des comprimés.

I-6-4 Caractéristiques physiques et chimiques des poudres

Pour assurer l'aptitude ultérieure des poudres au frittage, il est important de connaître leurs Propriétés physiques et chimiques.

I-6-4-1 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 [12].

I-6-4-2 Masse volumique

La masse ou densité apparente de la poudre à l'état libre ou après tassage à volume constant : cette caractéristique sert à déterminer le volume occupé par la poudre avant compression ce qui définit les dimensions de l'outillage sur presse, [13].

I-6-4.3. Volume massique apparent

Cette donnée permet de déterminer le volume à prévoir pour la cavité de la matrice. Le volume massique apparent augmente avec la finesse de la poudre, avec la rugosité des grains, avec leur porosité ; il est minimal quand la poudre est un mélange en proportions convenables de particules de diverses dimensions.

I-6-4-4 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.

I-6-4-5 Cohésion du comprimé

Cela représente un critère de qualité du mélange des poudres résistant à la flexion ou à tout autre essai mécanique de rupture par flexion, compression ou cisaillement d'un comprimé en forme de barreau.

I-7 La compression des poudres

La phase 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. Au cours de la compression, le lubrifiant sec mélangé initialement avec la poudre est pressé jusqu'à la proie de la matrice afin de faciliter l'éjection de la pièce d'une part et d'autre part pour augmenter la vie de l'outillage. La méthode de compression la plus utilisée est la méthode dite uniaxiale à froid. Le cycle de compaction est décrit conformément à la figure (I.8)[13].

I-7-1 Compaction sèche des poudres

Dans cette technique, les poudres sont successivement versées dans un moule en acier, sous une faible compression exercée. Généralement, Ce procédé est suivi par une pression isostatique. Ce dernier peut être envisagé pour la fabrication de pièces de formes complexes.

I-7-2 Compression uniaxiale

La compression à froid des poudres métallique s'effectue en trois phases (le remplissage, la compression, l'éjection du comprimé) et avec un moyen d'outillage comprenant une matrice placée sur une table de presse et deux poinçons, Figure (I.7).

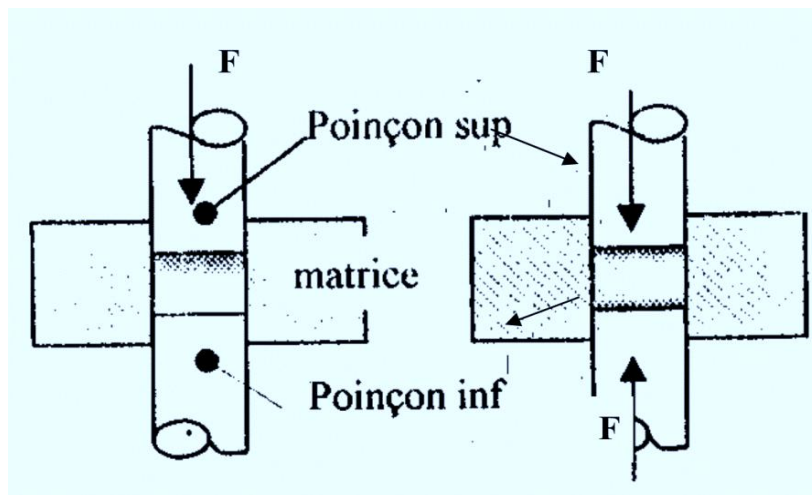


Figure. I.7. Les types de compression uniaxiale [14].

I.7.3. Compression unilatérale

Dans ce type de compression, un seul poinçon est mobile pendant la compression. Ce qui fait le mouvement des grains les uns par rapport aux autres est plus important dans la

partie voisine du poinçon mobile. On obtient une uniformité de la densité de l'aggloméré : Forte densité près du poinçon mobile et faible densité près du poinçon immobile.

I-7-4 Compression bilatérale

La pression est exercée par deux poinçons mobiles convergents l'un vers l'autre. Dans ce cas le déplacement des particules au voisinage des deux poinçons fait que les densités des parties supérieure et inférieure soient plus fortes que celle de la partie centrale.

I-7-5 Compression isostatique

C'est un procédé de façonnage agissant sur toutes les faces du matériau pour la fabrication des produits spéciaux tels que creusets, tubes, pièces réfractaires. La compression est appliquée par l'intermédiaire d'un fluide (huile, eau) moyennant une matrice élastique généralement en caoutchouc [15]. Le moule élastique est ouvert au moins d'un côté, et après remplissage on ferme le moule mécaniquement et on fait agir la pression par un liquide placé entre l'enveloppe élastique et un bloc d'acier, Figure (I.8).

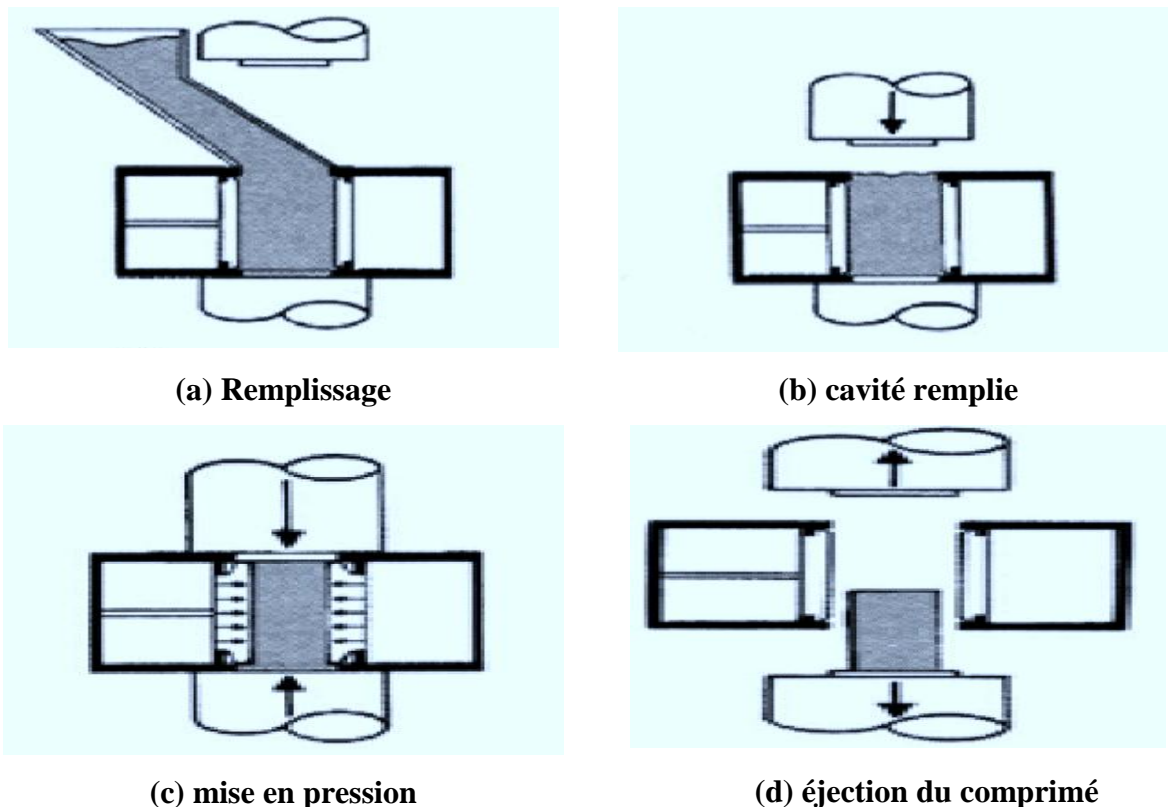


Figure. I.8. Les phases à suivre pour la compression. [15]

Le pressage isostatique est employé pour la réalisation de pièces difficiles à obtenir en pressage uni-axiale : pièces présentant une direction allongée (tubes), pièces de forme

complexes et/ou de volume important. Cette méthode de pressage offre l'avantage de conduire à une répartition homogène de la pression au sein de la pièce et est donc également utilisée pour élaborer des pièces nécessitant une densité en cru élevée et très uniforme (billes de roulement et de broyage, prothèses médicales).

I-8.Frittage

La dernière étape dans la production des matériaux par MP est la consolidation par frittage, au cours de laquelle la pièce acquiert la résistance et les dimensions du composant final. Le frittage est un traitement thermique effectué à une température au-dessous du point de fusion du composant principal du matériau qui permet la génération de liaisons fortes entre les particules par diffusion de matière. Dans la plupart des cas, le frittage est accompagné d'un retrait (réduction des dimensions de la pièce) et donc d'une densification (réduction de volume de la pièce). Le cycle de frittage comprend généralement une période de chauffage à la température de frittage, ensuite une période isotherme et finalement un refroidissement, figure (I.10). Les vitesses de chauffage et refroidissement doivent être contrôlées pour éviter une fissuration des pièces, [16].

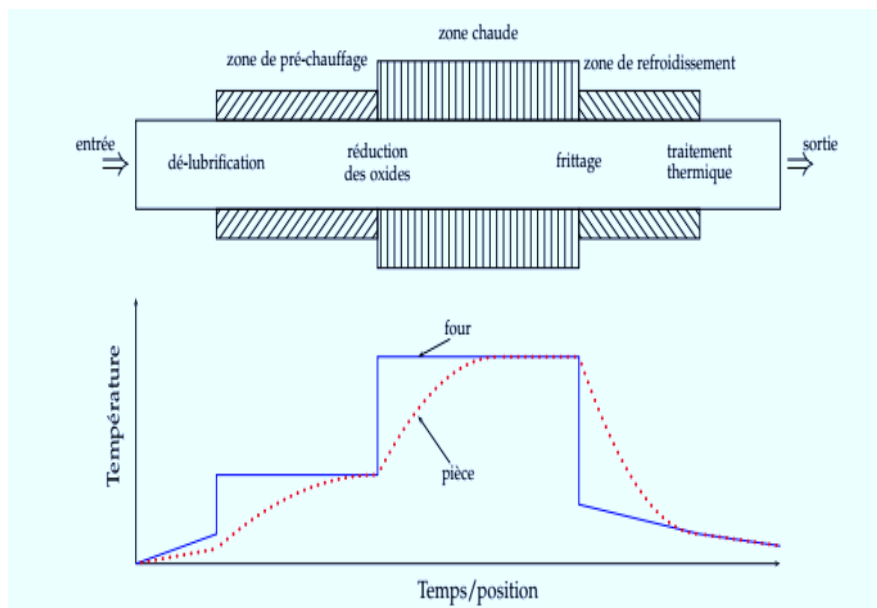


Figure I.9.L'illustration des opérations séquentielles dans un four de frittage [16]

L'élimination des lubrifiants et liants ajoutés à la poudre avant la mise en forme se déroule au début de la période de chauffage, [17]. Le palier isotherme permet la croissance des liaisons inter particulaires, la densification du matériau et entraîne parfois un grossissement de grains. 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,[18].

1-la zone de préchauffage : élimine les lubrifiants du mélange de poudre et augmente la température du comprimé

2. la zone de frittage : la diffusion se produit et le frittage est effectué.

3. La zone de refroidissement : les pièces frittées se refroidissent dans une atmosphère protectrice en dessous de la plage d'oxydation.

I-8-1 Les Paramètres de frittage

Le frittage est un phénomène très complexe car les facteurs qui interviennent sont nombreux [19] :

- Facteurs dépendant des conditions de l'opération : température, durée ; compression ;
- Facteurs dépendant de la nature de l'atmosphère dans laquelle est effectué le frittage : vide, atmosphère réductrice, oxydante,
- Facteurs dépendant du matériau : morphologie, granulométrie, pureté

I-8.-1-1 Température et durée de frittage

Les températures sont choisies en principe dans un intervalle limité par les deux tiers ($2/3$) et les trois quart ($3/4$) de la température de fusion du matériau principal avec des durées assez courte (de 15 min à 2h) afin d'éviter le grossissement exagéré des grains. Le frittage d'une poudre contenant plusieurs constituants peut s'effectuer, soit à une température telle que l'ensemble des constituants reste en phase solide, soit à une température telle qu'un des constituants soit en phase liquide tableau (I 2).

Tableau (1.2) Température et temps de frittage pour divers métaux [20].

MATERIAIRE	Température (%C)	Temps (min)
Cuivre .laiton. bronze	760-900	10-45
Fer et fer graphite	1000-1150	8-45
Nickel	1000-1150	30-45
Aciers inoxydables	1150-1290	30-60
Alliage alnico	1200-1300	120-150
Ferrites	1200-1500	10-600
Carbure de tungstène	1420-1500	20-30
Molybdène	2050	120
Tungstène	2350	480
Tantale	2400	480

Les durées peuvent être plus courtes que la température de frittage s'approche de la température de fusion du matériau utilisé de l'opération de frittage comprend la montée et le maintien en température ainsi que le refroidissement. [21]

I-8-1-2 Atmosphère de frittage

L'atmosphère doit être neutre ou réductrice et parfaitement sèche, pour éviter toute oxydation qui propagerait dans la masse du comprimé. L'atmosphère réductrice favorisée en supprimant la pellicule d'oxyde qui recouvre les grains de poudre.

I-8-1-3 Grosseurs des grains

La nature et la grosseur des grains influent sur les propriétés mécaniques des pièces obtenues par frittage, telles que la déformation, la dureté Brinell et les propriétés physiques telles que la densité, la porosité, ...etc.

I-8-2 Mécanisme de frittage et transfert de masse

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 poudres agglomérés. Ces mécanismes sont habituellement étudiés en trois phases essentielles, une phase primaire, intermédiaire et une phase finale [22], Figure (1.11).

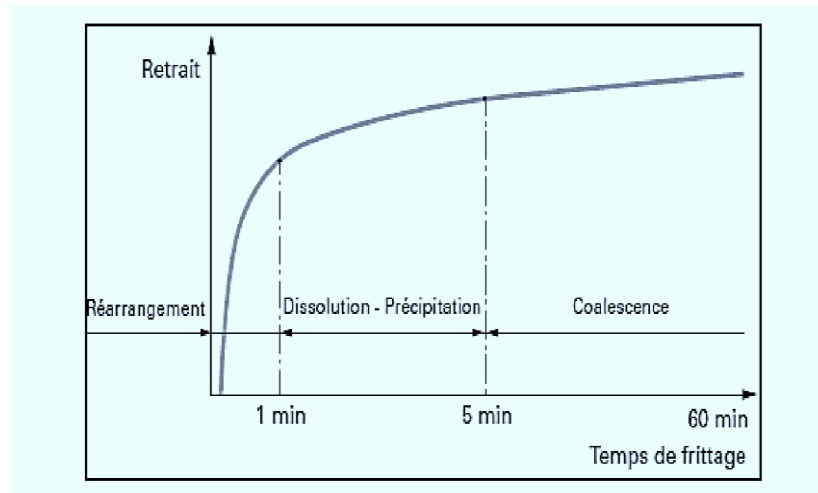


Figure 1.10. Les trois principales étapes du frittage en phase liquide [22].

La diffusion est thermiquement activée, le nombre d'atomes ayant une énergie supérieure à l'énergie d'activation varie avec la température suivant une loi d'Arrhenius :

$$N/N_0 = e^{[-e/KT]} \quad (1.2)$$

N/N_0 : rapport entre le nombre d'atomes activés et le nombre total des atomes

e : énergie d'activation

K : constante de Boltzmann

T : temps

À une température suffisamment élevée, la diffusion de la matière dans le réseau cristallin devient possible et le transfert de matière peut s'opérer. Le système particulaire (comprimé de poudre) qui se caractérise par une grande énergie libre est converti en un état plus stable et en un corps moins poreux puisque les pores, dans le "comprimé", se réduisent voire se ferment, entraînant la densification de la pièce et l'amélioration de ses propriétés mécaniques. Thermodynamiquement, le frittage est un procédé irréversible dans lequel une réduction de l'énergie libre est entraînée par la réduction de la surface. Cela signifie que des quantités importantes de matière doivent être transportées, pendant le frittage, par la diffusion à l'état solide dans l'agglomérat de poudre, [22].

I-8-2-1 Changements dimensionnels et le retrait

La réduction de la porosité est fonction du niveau de porosité initial, de la température et du temps de frittage et aboutit à des changements dimensionnels, Figure (1.11). La réduction de la porosité causée par le procédé de frittage est déterminée par le niveau de porosité initial du comprimé, la température et le temps de frittage, ce qui aboutit à des

changements dimensionnels généralement et la densité de la pièce tend à augmenter au cours du frittage [22]. L'augmentation de la densité sous-entend, évidemment, un retrait global. Mais on constate parfois une dilatation pendant le frittage liée au départ des gaz occlus, de la vapeur d'eau ou des produits de décomposition du lubrifiant. La croissance peut également provenir des réactions entre les différents constituants du mélange de poudre, ce qui est par exemple le cas pour des poudres du fer contenant du cuivre :

$$VOL_{RETRAIT} = \frac{vfrité}{vcru} = \frac{\rho cru}{\rho frité} \quad (I-3)$$

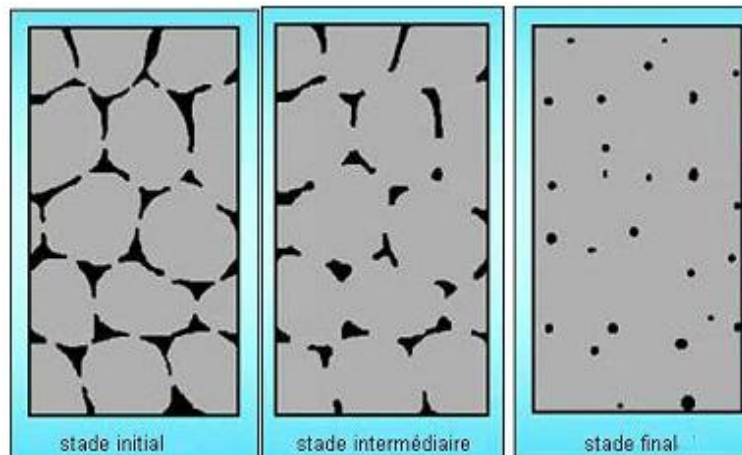


Figure I.11. Le changement dimensionnel de porosité ou cour de frittage[22].

I-8-3 Les stades du frittage :

La réduction de l'énergie interfaciale durant le frittage est liée à la croissance des coins inter-particulaires conduisant ainsi vers l'équilibre thermodynamique. Ceci entraîne une évolution microstructurale. Selon la forme de la porosité, le frittage a été divisé en trois stades [23]. Lorsque la poudre a subi une compaction avant le frittage, tous les stades de frittage n'apparaissent pas forcément. Dans les cas étudiés durant ce travail, à l'état initial les particules sont non déformées et les contacts sont ponctuels, donc les trois stades du frittage montrés sur la figure (I.12).

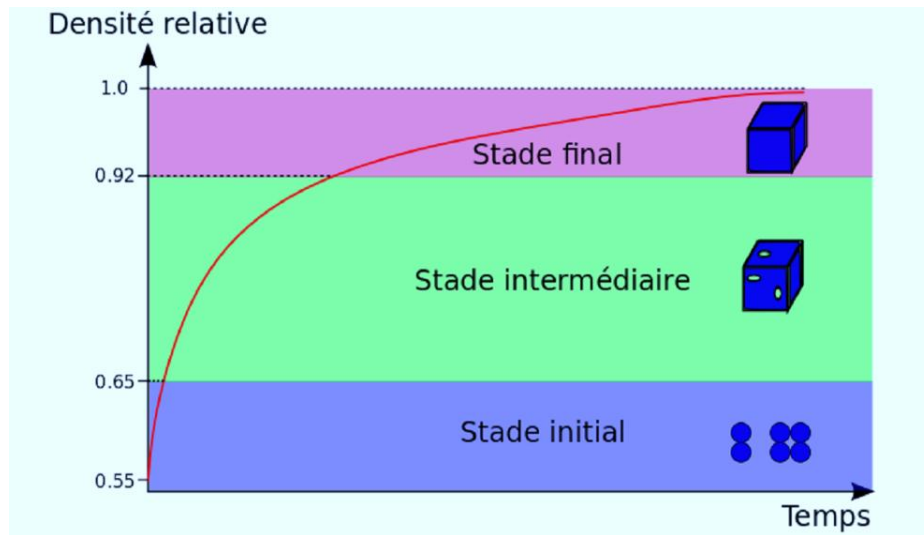


Figure I.12. L'évolution de la densité relative au cours du frittage [23]

Le premier stade du frittage correspond à la formation et la croissance des cous entre les particules. Au cours du deuxième stade il existe un réseau de pores interconnectés de forme à peu près cylindrique dont le volume se réduit progressivement. Finalement, durant le troisième stade, les pores sphériques isolés sont éliminés

1-8-3-1 1^{er} stade du frittage :

Le premier stade du frittage est normalement achevé durant la période de chauffage, avant d'atteindre la température du palier de frittage. Pendant ce stade, se créent les premiers contacts entre les particules (à noter que quelques auteurs considèrent une étape d'adhésion préliminaire au premier stade) et les cous commencent à croître. L'accroissance des coins interparticulaires entraîne une réduction de l'énergie interfaciale de plus de 50 % et une faible densification. La fin du premier stade se produit quand le rapport du rayon de contact au rayon de particule vaut environ 0.3 pour des particules de même taille. Mais elle pourrait aussi être déterminée par d'autres paramètres comme le retrait, l'aire de la surface libre des particules ou la densité. Ce stade correspond à la formation et à la croissance des ponts, par les mécanismes évoqués plus haut au fur et à mesure que les ponts grossissent, les gradients de courbures à la surface diminuent. Le premier stade se termine lorsque la courbure est uniforme entre deux joints de grains voisins. Le retrait total dans cette étape est très limité. Cette dernière a lieu quand la substance atteint le 1/4 de la température de fusion, [23].

1-8-3-2 2^{èmes} stades du frittage

Le deuxième stade de frittage est particulièrement associé à la densification du compact et s'accompagne d'un grossissement de grains et de l'arrondissement de pores.

Les pores quasi cylindriques forment un réseau interconnecté. À la fin du 2^{ème} stade, les pores deviennent sphériques et sont principalement situés en périphérie des joints de grains, et l'élimination de petits grains entraîne une coalescence de pores attachés aux coins des joints de grains, au fur et à mesure que la densification du compact progresse. Les gros pores croissent aux dépens des plus petits, en utilisant les joints de grains comme trajectoires de transport. Au fur et à mesure que le frittage se produit, on peut observer une croissance des grains, tandis que les particules commencent à perdre leur identité. Ce changement morphologique est causé par le transport de matière à partir des joints de grains vers les pores. [24].

Les grains de poudre, étant écrasés lors de la compression, subissent une recristallisation suite à un grossissement de grains tant que le processus de frittage se poursuit. Cette phase est d'une importance dans le contrôle de développement de la structure. Elle est aussi le siège du maximum de densification. A ce stade, la croissance rapide des grains engendre une diminution importante de la porosité. Et l'agrandissement des ponts continus. Il s'agit dans ce cas d'une porosité continue ouverte [24].

1-8-3-3.3^{èmes} stades du frittage

Le troisième stade du frittage commence quand les pores se ferment, approximativement à 8% de porosité. Les pores continuent à se combler par transport de matière, soit depuis les joints de grains, soit depuis le cœur des grains. Le troisième stade est relativement lent comparé aux stades précédents. Le grossissement de grains se déroule par migration de joints de grains. Durant ce stade du frittage il peut se produire un phénomène de séparation entre les pores et les joints de grains. Pendant la croissance de grains, un pore attaché à un joint de grain peut ralentir le déplacement du joint quand il est moins mobile que le joint. Ce joint se courbe alors, jusqu'à une situation critique où le pore se sépare du joint de grain, comme on le montre sur la figure I.14. L'élimination ultérieure de ce pore au milieu d'un grain, qui peut se faire seulement par diffusion en volume, est généralement très difficile. La séquence de la séparation du pore et de joint de grain, durant le stade final du frittage [23].

Ce stade consiste en la suppression de la porosité, les pores diffusent le long des joints de grains vers la surface (diffusion volumique), conduisant à une densification optimale. Le retrait dans ce stade devient beaucoup moins marquant, de sorte qu'il est difficile de déterminer avec exactitude le moment où le processus de frittage peut être considéré comme terminé. Figure (1.14) [24]. Lorsque les 80 à 90 de la densité théorique sont atteints, des pores fermés débute et mène au stade final du frittage [26]. Les pores dites « fermes » parce qu'ils

ont tendance à rester isolés dans la masse du produit à cause de la croissance rapide des grains. A ce moment, la vitesse de densification subit un ralentissement et le retrait, qui est le phénomène macroscopique le plus frappant de la phase précédente, devient beaucoup moins marqué.

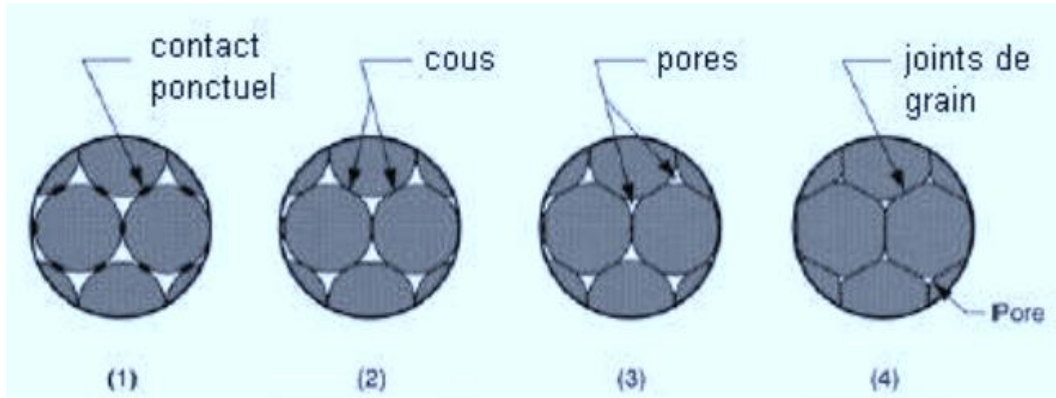


Figure 1.13. Les étapes de frittage[24].

1-8-4 Les différents Types de frittage

1-8-4-1 Frittage en phase solide :

Aucours du frittage en phase solide tous les constituants restent solides. La densification est produite par la soudure et le changement de forme des grains. Ce frittage peut être monophasé a un constituant, ou polyphasé[25]. À l'intérieur de la phase solide règne une pression uniforme P_i . Si le composé est massif ou plan, la pression P_i est égale à la pression de vapeur au-dessus d'un plan, P_∞ . Si le solide est divisé en grains sphériques de rayon r , la pression à l'intérieur de la phase solide est donnée par la relation de Laplace :

$$P_i = P_\infty + \frac{2\gamma_{sg}}{r} \quad (I.4)$$

Avec γ_{sg} : tension superficielle solide-gaz.

La pression P_i dans un grain est donc supérieure à la pression qui existe sous un plan. L'écart positif traduit l'existence de forces de compression qui agissent à la surface d'un grain sphérique. Plus un grain est petit, plus les forces de compression auxquelles il est soumis sont grandes. La poudre est chauffée à haute température mais aucun des constituants ne fond. Les liaisons entre les particules se font principalement par déplacement d'atomes, on parle de diffusion de matière à l'état solide. La force motrice de ce processus spontané, activé par la température, est la réduction de la grande énergie de surface présente dans le matériau au

début du frittage. L'évolution des particules pendant le procédé de frittage est représentée schématiquement dans la Figure (I.14).

1-8-4-2 Les différentes voies de diffusion en phase solide

Le flux de matière est proportionnel au gradient de potentiel chimique, mais il dépend également d'un paramètre appelé Coefficient de diffusion. Ce coefficient dépend, en plus de la température, des caractéristiques du milieu. Si la loi de Fick nous donne le sens général du flux de matière, il faut toutefois considérer séparément les différentes voies de diffusion. Nous allons les présenter brièvement dans le cas de deux grains mono cristallins en contact. Il existe quatre modes de diffusion principaux qui sont présentés ici [26].

1-8-4-2-1 Au joint de grains

Le transfert de matière se fait depuis le centre du joint de grains vers la surface du coin. En retirant de la matière de la zone de contact, la diffusion au joint de grains provoque le rapprochement des particules en contact, c'est ce que l'on appelle le retrait. Le surplus de matière apporté à la surface du cou est redistribué par diffusion surfacique et entraîne le grossissement du coin.

1-8-4-2-2 En surface :

Le transfert de matière se fait le long de la surface libre des grains. En raison du grand nombre de lacunes en surface des cristaux, ce mode de diffusion est généralement plus rapide que la diffusion en volume ou au joint de grains. La diffusion en surface peut jouer plusieurs rôles : si la diffusion au joint de grains est lente, elle contribue au grossissement du cou en apportant de la matière depuis la surface libre des grains vers la surface du coin. Dans le cas où la diffusion au joint de grains est rapide, elle permet de redistribuer, à la surface des grains, la matière déposée à la surface du coin par diffusion au joint de grains. [26].

1-8-4-2-3 En volume

La diffusion se fait grâce aux lacunes du cristal. Un atome saute sur un site vacant, libérant son ancien site qui devient vacant et ainsi de suite. Ce mode de diffusion est beaucoup plus lent qu'en surface ou au joint de grains. Dans le cas des matériaux homogènes, il ne joue qu'un rôle mineur.

1-8-4-2-4 Par évaporation condensation

Le transport se fait par voie gazeuse. Il dépend de la combinaison de trois phénomènes évaporation, diffusion par voie gazeuse et condensation. L'origine de ce flux de matière est le gradient de pression d'équilibre de la phase gazeuse pour une surface courbe. Ce phénomène est analogue à la condensation capillaire. Les conséquences sont identiques à la diffusion en surface. En plus de ces quatre voies de diffusion principales, la migration du joint de grains intervient pour des grains de tailles différentes. Il y a alors un saut de contrainte de part et d'autre de l'interface qui provoque la courbure puis la migration du joint de grains à travers le grain le plus petit. Ce phénomène peut être interprété en termes de migration des dislocations qui constituent le joint de grains [26]. Il peut également être assimilé à de la diffusion au joint de grains dans la mesure où il est engendré par des flux de matière perpendiculaires au joint. La migration du joint de grains intervient principalement pour les stades avancés du frittage et contribue au grossissement des grains. Ainsi, les différents modes de diffusion ont des conséquences diverses sur l'évolution du frittage. Une autre façon de définir le rôle des flux de matière est de raisonner en termes de point de départ des flux de matière.

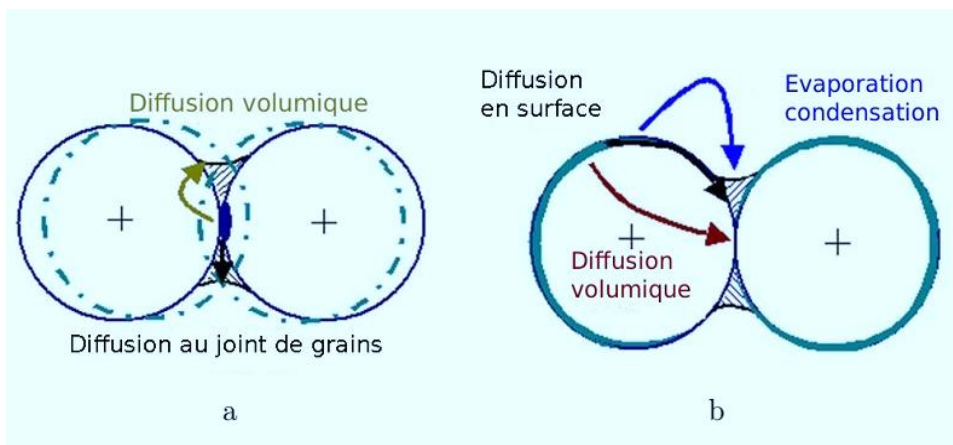


Figure I.14. L'évolution topologique produite par les différents modes de diffusion [27]

Les principales sources de matière sont la surface libre du grain et le centre du joint de grains comme le montre la Figure (1.15). Dans cette configuration, les flux se distinguent en deux catégories, selon la source de matière, qui sont détaillées ci-après

- La diffusion depuis la surface libre des grains apporte de la matière à la surface du coin, provoquant ainsi son grossissement. Le grossissement du coin solide entre particules est responsable de la consolidation du contact. La diffusion peut se faire en surface, en volume, ou par évaporation condensation [27].

• La diffusion depuis le centre du joint de grain se fait également en direction de la surface du coin. Elle enlève ainsi de la matière de la zone de contact (i.e. le joint de grains). Ce défaut de matière se traduit par un rapprochement des deux particules qui est à l'origine de la densification. Notons que le dépôt de matière à la surface du coin contribue également à son grossissement et participe. [27].

La voie principale est la diffusion au joint de grains mais la diffusion en volume peut également jouer ce rôle. Il faut noter que tous les flux de matière contribuent à la consolidation, mais à des degrés différents. Cette contribution varie en fonction de la compétition entre les modes de diffusion. Un recouplement des conséquences des différentes voies de diffusion est donné dans la Tableau(I.3).

Tableau I.3Présentation des différentes voies de diffusion [28].

source	mode de diffusion	densification	consolidation
surface libre	surface	x	✓
	gazeux	x	✓
	volume	x	✓
joint de grains	joint de grains	✓	✓
	volume	✓	✓

D'une façon générale, la diffusion volumique intervient peu pour des matériaux avec un seul constituant. Elle se fait par le biais des lacunes atomiques et dépend, par conséquent, des propriétés du cristal. Elle joue cependant un rôle primordial pour les matériaux non homogènes à plusieurs constituants. L'homogénéisation de la concentration se fait alors grâce à l'inter-diffusion en volume. La diffusion gazeuse joue un rôle équivalent à la diffusion en surface mais nécessite plusieurs étapes, la sublimation, la diffusion gazeuse puis la condensation. La plus lente des trois étapes détermine la vitesse et l'importance du phénomène. Dans la majorité des cas usuels.

1-8-4-3 Les paramètres influents sur la diffusion

De nombreux paramètres physico-chimiques peuvent influencer l'évolution du frittage, les principaux sont présentés ci-dessous :

1-8-4-3-1 Taille des cristallites

La taille des cristallites est l'un des paramètres principaux qui déterminent la cinétique du frittage. Elle intervient suivant une loi de puissance dans les lois analytiques qui décrivent

l'évolution pour les différents modes de diffusion. Par conséquent, la taille peut influencer sur le mode de diffusion prédominant et modifier ainsi complètement le scénario du frittage. La température est le paramètre qui détermine la cinétique du frittage. Les coefficients de diffusion sont de la forme

$$D_0 e^{-Ea/KbT} \quad (1.5)$$

Ea-l'énergie d'activation,

Kb-la constante de Boltzmann

T -la température.

1-8-4-3-2 Distribution granulométrique

Lorsque les particules ont des tailles différentes, la cinétique de retrait varie d'un contact à l'autre. Cette différence de cinétique est notamment responsable de l'augmentation du réarrangement des particules observée pour des poudres poly-disperses lors des premiers stades du frittage. Ensuite, une distribution de taille large peut être à l'origine d'un grossissement précoce des grains susceptible de pénaliser la densification [29].

1-8-4-3-3. Frittage des agrégats

La diffusion aux joints de grains, qui est responsable de la densification, est souvent prédominante. Le joint de grains correspond à la zone de contact entre deux cristaux. Cette interface possède une densité atomique plus faible que dans le volume du grain. La diffusion y est donc plus rapide. Lorsque les agrégats ne sont pas rompus lors de la compaction, ils peuvent être vus comme des particules polycristallines, ce qui implique la présence de joints de grains dans le volume de la particule. Ces joints de grains constituent des voies de diffusion rapide dans le volume de la particule, ce qui peut accélérer considérablement la vitesse de frittage par rapport à une même poudre monocristalline. Par exemple, le modèle cinétique utilisé avec succès [30] pour de la poudre de *Cu* monocristalline a prédit une vitesse de frittage très largement sous-estimée comparée à une poudre polycristalline du même matériau.

1-8-4-3-4 Potentiel d'oxygène

Dans le cas des oxydes métalliques, le potentiel d'oxygène impose la nature et la densité des défauts (interstitiels ou lacunes d'oxygène ou d'uranium) dans le cristal et aux interfaces. Ce sont ces lacunes qui déterminent les propriétés de diffusion dans le milieu considéré [30]. La connaissance du potentiel d'oxygène optimal, ainsi que le contrôle de

l'atmosphère lors du frittage, sont fondamentaux pour le bon déroulement du procédé industriel

1-8-4-3-5 Pression atmosphérique :

La pression atmosphérique (i.e. la pression totale) influe notamment sur la diffusion par évaporation condensation. Lorsque la diffusion par évaporation condensation prédomine et que l'objectif est de favoriser la diffusion aux joints de grains afin d'obtenir une densité plus élevée, il est possible d'augmenter la pression afin de limiter l'influence du transport gazeux.

1-8-4-3-6 .Pression de compaction :

La compaction est l'étape qui précède le frittage dans les procédés de fabrication. Elle permet d'obtenir une densité jusqu'à environ 64 % pour des poudres mono-disperses. La compaction permet de casser les agglomérats, d'obtenir une densité suffisante et homogène et de mettre les particules en contact avant le frittage. Dans le cas de poudres cohésives, la densité aérée peut être très faible. La compaction permet alors de vaincre les forces de cohésion intra-agglomérats afin d'obtenir la densité souhaitée. Cette opération peut être facilitée, par exemple, par l'ajout de lubrifiants qui aident au réarrangement et à une répartition plus homogène des contraintes à cru.

1-8-4-3-7 Empilement initial

Les caractéristiques de l'empilement initial dépendent de la pression de compaction et de la distribution granulométrique des poudres. Les deux paramètres essentiels du comprimé à vert sont la densité relative et le nombre de coordination. Une densité élevée permet d'assurer un maximum de contacts entre les particules. D'un point de vue général, il faut que le réseau de contacts soit suffisamment dense pour que le retrait des particules en contact se traduise par une densification à l'échelle de la pastille.

1-8-4-3-8. Orientation des grains

L'orientation cristallographique des grains en contact détermine l'énergie du joint de grains et par conséquent la capacité des particules à fritter. Ainsi, une mauvaise orientation cristallographique conduit à une force de frittage moins importante, et peut créer un moment de rotation qui tend à ramener les grains dans une position thermodynamiquement plus favorable. Le terme mauvais orientation fait référence à un angle de contact pour lequel la

tension de surface du joint de grains est élevée. Cela correspond à une faible périodicité d'atomes en commun entre les deux cristaux en contact. Il a été montré qu'une mauvaise orientation des cristaux en contact contribue au roulement, à la rotation et à la rupture de contacts durant les tous premiers instants du frittage [30].

1-8-4-4 Frittage en phase liquide

Dans ce cas la température de frittage est supérieure au point de la fusion d'un des constituants du mélange. Toutefois, on signale que la proportion de la phase liquide ne peut dépasser 25 à 30 % en volume en raison de risque d'affaissement de produit [31]. Un grand nombre de phénomènes peuvent avoir lieu, on parle de :

- Diffusion en phase liquide ;
- Moulage de la poudre solide ;
- Remplissage des ports par la phase liquide ;
- Frittage entre particules solides.

Cette technique est utilisée pour améliorer la densité des systèmes à base de poudre présentant des points de fusion très élevée (tungstène, carbure de tungstène) très difficiles à fritter à des températures raisonnables. Le frittage peut être amélioré si un liquide apparaît. Généralement, les pièces sont chauffées à une température inférieure au point de fusion du métal de base. Pour les mélanges de poudres, la température de frittage peut être supérieure au point de fusion du constituant ayant le point de fusion le plus bas la phase liquide contribue considérablement à l'opération de frittage. [31]

Le frittage en phase liquide se produit lorsqu'un liquide se forme pendant le frittage. Pendant le frittage, les pièces sont chauffées à une température inférieure au point de fusion du métal de base. S'agissant de mélanges de poudres de différents éléments, la température de frittage peut être supérieure au point de fusion du constituant ayant le point de fusion le plus bas. C'est le cas par exemple des alliages de cuivre et d'étain, des pièces structurales en fer/cuivre, et des carbures cémentés au cobalt. Du fait de la présence d'une phase liquide, un réarrangement rapide des grains s'opère dans les stades initiaux du frittage, suivi d'une étape de précipitation de la phase liquide. La formation d'une phase liquide aide ainsi considérablement à l'opération de frittage. Il est évidemment essentiel de restreindre la quantité de phase liquide afin d'éviter de détériorer la forme de la pièce :

- a) comprimé hétérogène,
- b) un des composants du mélange de poudre fond et s'infiltré dans les espaces étroits entre les particules solides laissant des pores de dimensions importantes

- c) l'alliage se forme entre la phase liquide et la phase solide et la phase liquide disparaît de nouveau progressivement.

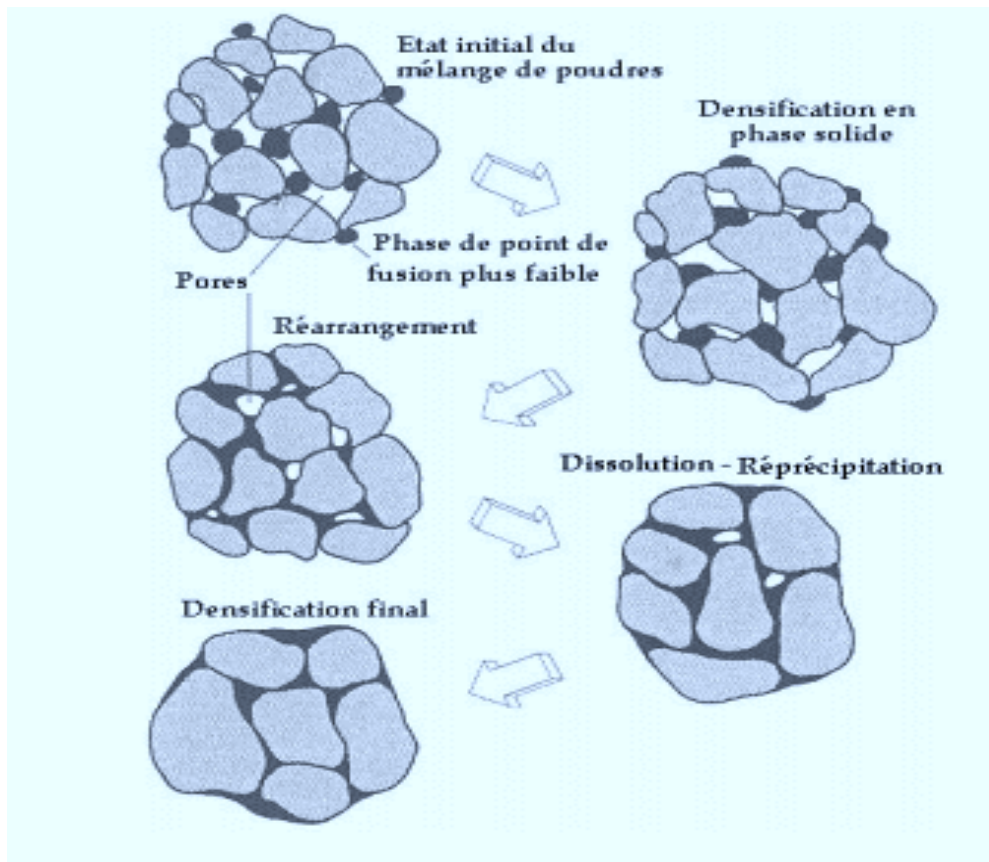


Figure 1.15. Étapes classiques durant le frittage en phase liquide

Références I

- [1] Le grand dictionnaire terminologique, office Québécois du langage français, Québec
- [2] R.M. GERMAN Metal Powder Industries, Powder Metallurgy Science 2d ed., 1994
- [3] W.B.JAMES «Consideration in the development of ferrous P/M alloys for sinter hardening applications» industrial heating.1999
- [4] H.CHTOUROU «Modélisation par éléments finis du procédé de compression des poudres métallique de l'acier inoxydable 316-L » Thèse, 1996
- [5] V.M.L.ANTONY; G.RAMANA «Processes for production of high-purity metal powders »High-Purity Metals JOM, 2003
- [6] Y.BIENVENU, A.S.WRONSKI «Aciers rapides produits par métallurgie des poudres » La revue de métallurgie-CIT/Science et génie des matériaux, 1994,pp. 693-705
- [7] S. GALDEANO «Influence des conditions de broyage sur la distribution de nanoparticules magnétiques (Fe, Co) dans une matrice de cuivre» Thèse de doctorat, 2001
- [8]G.Z.CHEN, E.GORDO « Direct electrolytic preparation of chromium powder» Metallurgical and Materials Transaction, 2004
- [9] S.SEETHARAMAN «Fundamentals of metallurgy», Cambridge England, 2005
- [10] C.CHAUSSIN, G.HILLY « Elaborations des métaux ».Ed. DUNOD, Tome 2, 1984
- [11] P.R. Brewin, O. Coube, P. Doremus, et J.H. Tweed. Modelling of powder die compaction. Springer,2008.
- [12] S.M. Doraivelu, H.L. Gegel, J.S. Gunasekera, J.C. Malas, J.T. Morgan, et J.F. Thomas. A new yield function for compressible P/M materials. Int. J. Mech. Sci., 1984.
- [13] P. Mosbah. Etude expérimentale et modélisation du comportement de poudre métalliques au cours du compactage en matrice fermée. PhD thesis, Université Joseph Fourier, Grenoble,)
- [14] E. Pavier et P. Doremus. Triaxial characterisation of iron powder behaviour. Powder Met.1999.
- [15] W.B. Eisen, B.L. Ferguson, R.M. German, R. Iacocca, P.W. Lee, D. Madan, K. Moyer, H. Sanderow, et Y. Trudel Hardbound. Powder metal technologie and applications, volume 7. ASM, 1998

- [16] A. Frachon. Modélisation et simulation numérique de la compression en matrice de poudres métalliques. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2002.
- [17] R.M. German. Powder Metallurgy Science. MPIF, second édition, 1994
- [18] S. Berzati, S. Vaudez, R. C. Belin, J. Léchelle, Y. Marc, J.-C. Richaud, et J.-M. Heintz. Controlling the oxygen potential to improve the densification and the solid solution formation of uranium–plutonium mixed oxides. *Journal of Nuclear Materials*, .2014.
- [19] R. Grupp, M. Nöthe, B. Kieback et J. Banhart. Cooperative material transport during the early stage of sintering. *Nat Commun*, 2011.
- [20] L. Olmos, C. L. Martin, D. Bouvard, D. Bellet, et M. Di Michiel. Investigation of the sintering of heterogeneous powder systems by synchrotron micro tomography and discrete element simulation. *Journal of the American Ceramic Society*,
- [21] M. Ajdour. Développement d'un code de calcul pour la simulation du frittage en phase solide. PhD. thesis - science et génie des matériaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, December 2006.
- [22] F. Parhami et R.M. McMeeking. A network model for initial stage sintering. *Mechanics of Materials*.1998
- [23] R. Bjørk, V. Tikare, H. L. Frandsen, et N. Pryds. The effect of particle size distributions on the microstructural evolution during sintering. *Journal of the American Ceramic Society*, January 2013.
- [24] R. Goodall, J.-F. Despois, et A. Mortensen. Sintering of NaCl powder: Mechanisms and first stage kinetics. *Journal of the European Ceramic Society*, 2006.
- [25] M. Winning. Grain Boundary Mechanics, Interactions between mechanical stresses and grain boundaries. Belin edition, 2005.
- [26] R.F. Klie, I. Arslan, et N.D. Browning. Atomic resolution electron energy-loss spectroscopy. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*. Electron Energy Loss Spectroscopy in the Electron Microscope Electron Energy Loss Spectroscopy in the Electron Microscope. 2005
- [27] Ashdown, C.P., Bewley, J.G. & Kenney, G.B... Fine Hollow particles of Metals, Metal Alloys, and Their Production. Brevet American 1991

[28] Baer, D.R., Engelhard, M.H., Lea, A.S., Nachimuthu, P. Droubay, T.C. & al. Comparison of the sputter rates of oxide films relative to the sputter rate of SiO₂. Journal of Vacuum Science and Technology A: Vacuum, Surfaces and Films, 2010

[29] Berg, S. & Mårs, O... Investigating the relationship between machinability additives and machining parameters. Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, 1125-1130 Princeton, NJ: MPIF 2001

[30] Bolton, J. D., Jeandin, M. & Tresy, C.J. Mechanisms of sintering in high speed steels with phosphorus alloying additions. Powder Metallurgy, 1990

[31] Bolton, J. D., Gant, A. J. & Hague, R. J. M. . Liquid-phase sintering of high-speed steels Journal of materials science, 1991

CHAPITRE II

Les

caractéristiques mécaniques

des aciers à outils

à base de fer

Introduction

Nous proposons dans ce chapitre quelques rappels bibliographiques sur les aciers à outils. Nous faisons une présentation générale de leurs compositions, leurs microstructures et leurs caractéristiques mécaniques. Nous présentons ensuite l'acier à outil objet de cette étude ainsi ces caractéristiques microstructurale et mécanique. En effet, ces aciers peuvent contenir une teneur importante en éléments d'alliage pouvant atteindre près de 40 %. Une grande partie des travaux entrepris lors de ce projet porte sur le développement d'une nouvelle poudre d'acier à outils. De nouvelles poudres d'aciers à outils ont donc été conçues puis frittée.

Section A : les aciers à outils

II-1 Définitions des aciers à outils

On appelle acier un alliage de fer et de carbone dont la teneur en carbone est inférieure à 2% massique. Cette teneur limite vient de la limite de solubilité du carbone, à haute température, dans la phase cubique à faces centrées (CFC) du fer, appelée austénite. Des éléments d'alliages sont généralement ajoutés à un alliage Fe-C afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques. Le fer pur possède une structure cubique à faces centrées pour une température s'étendant de 912 °C à 1394 °C Cette phase est plus communément appelée phase austénitique pour les aciers au carbone et est notée γ . En dehors de cet intervalle de température, le fer pur possède une structure cubique centrée. Cette structure est appelée $Fe\delta$ si l'on se trouve entre 1394 °C et 1538 °C et, en dessous de 912 °C, on note $Fe\alpha$ la phase présente, et on la nomme ferrite α . Ces deux structures sont moins compactes que la structure CFC. [1]

II-2 L'utilisation des aciers à outils

Les principales utilisations des aciers à outils est de mettre en œuvre des pièces (outils). Bien qu'ils furent développés initialement pour la fabrication d'outils d'usinage, de moules ou de matrices, ils sont de plus en plus utilisés dans la fabrication de pièces finies ou semi-finies qui sollicite une résistance à l'usure élevée (ex. : sièges de soupapes). Il existe plusieurs classes d'aciers à outils qui sont classés selon leur utilisation principale tableau (I.1). La microstructure et les propriétés spécifiques de chacune de ces classes d'acier sont obtenues en ajoutant des éléments d'alliage (Mn, Cr, Si, V, Ni, Mo, W et V) à des teneurs appropriées, ainsi que de la teneur en carbone. La teneur en carbone varie beaucoup (0.1 à 2.85 %m C ; 1 à 43 %m total en éléments d'alliage), [2].

Tableau II.1 :Principales classes d'acier à outils [2]

	classe d'acier à outils	Principaux éléments d'alliage (%m)	%mC	Teneur totale en éléments d'alliage (%m)
W	Non alliés	Cr et V	0.7 – 1.5	< 1
L	Faiblement alliés	Mn, Cr, V, Ni et Mo	0.45 – 1.1	1.8 – 5
S	Résistants aux chocs	Mn, Si, Cr, Mo, W et V	0.4 – 0.65	1.5 – 7.5
O	Pour travail à froid, trempé à l'huile	Mn, Si, Cr, Mo et W	0.85 – 1.55	1 – 5.5
A	Pour travail à froid, trempé à l'air	Mn, Si, Cr, Ni, Mo, W et V	0.45 – 2.85	3.5 – 15
D	Pour travail à froid, à haut Cr et haut C	Cr, Mo, V et Co	1.4 – 2.5	11 – 18.7
H	Pour travail à chaud	Si, Cr, Mo, W, V et Co	0.25 – 0.7	6.6 – 27.8
T, M	Aciers à coupe rapide	Cr, Mo, W, V et Co	0.75 – 1.4	5.8 - 43
p	Pour moules	Mn, Cr, Ni et Mo	0.1 – 0.65	1.2 – 17.6

Les trois propriétés les plus importantes pour les aciers à outils sont typiquement la résistance à l'usure, la ténacité et la dureté à chaud. Le tableau (II.2) présente de façon qualitative les propriétés typiques pour les classes d'acier à outils. En règle générale, plus la teneur en éléments d'alliage et carbone augmentent, plus la résistance à l'usure et la dureté à chaud augmente, alors que la ténacité diminue. Ceci est principalement dû au fait qu'avec une augmentation en carbone et en éléments d'alliage, la fraction volumique de carbures alliés augmente. La dureté des carbures alliés est élevée (1200 à 3000 HV [2]), mais ils sont généralement fragiles. Les cinq types de carbures alliés qui sont présents dans les aciers à outils sont : MC, M₂₃C₆, M₂C, M₇C₃ et M₆C.

Tableau II.2: Résistance à l'usure, ténacité et dureté à chaud des aciers à outils[2]

classe	Résistance à l'usure	Ténacité	Dureté à chaud
W	faible	moyenne	faible
L	faible	moyenne	faible
S	faible	élevée	moyenne
O	moyenne	faible	faible
A	moyenne	moyenne	moyenne
D	élevée	faible	moyenne
H	moyenne	moyenne	élevée
T	élevée	Faible	élevée
M	élevée	Faible	élevée
P	Faible	élevée	moyenne

II-3 Composition chimique

II-3-1 Éléments d'alliage

Lors des opérations de mise en forme, avec ou sans enlèvement de copeaux, les outils sont soumis à des sollicitations extrêmement complexes. Les propriétés requises au niveau des aciers pour de tels emplois peuvent être obtenues si l'on ajoute à l'acier au carbone un certain nombre d'éléments d'alliage que nous allons énumérer.

II-3-2 Carbone

C'est l'élément essentiel pour durcir l'acier. La variation de la dureté Rockwell C (HRC) en fonction de la teneur en carbone d'un acier non allié après transformation martensitique est illustrée sur la Figure (II.1). Au-delà d'une teneur en carbone de 0,6 % en masse, on atteint la zone des aciers à outils caractérisée par de hauts niveaux de dureté et qui correspond au domaine des aciers de travail à froid et des aciers de coupe rapide. Il faut noter que l'augmentation progressive de la teneur en carbone conduit à un abaissement de la température du liquidus et du solidus et, par conséquent, à une réduction des domaines de température correspondant à la transformation à chaud et au traitement thermique. [3].

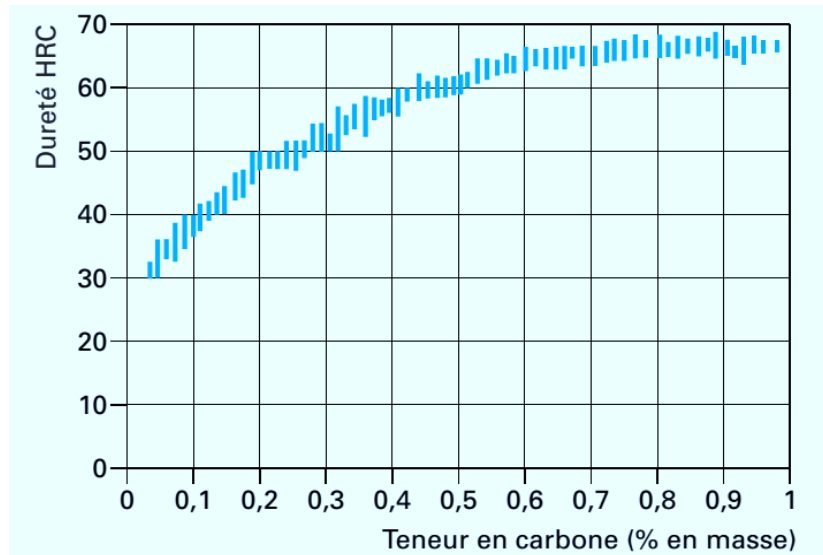


Figure II.1– Dureté Rockwell C de la martensite[3]

II-3-3 Les éléments carburigènes

Les éléments carburigènes tels que le chrome (Cr), le tungstène (W), le molybdène (Mo), et le vanadium (V), ajoutés à l'acier séparément ou conjointement au carbone, ont des influences communes sur le comportement de cet acier, qu'il est bon d'énumérer avant de parler des actions spécifiques de chacun de ces éléments, [4].

- difficulté de remise en solution complète des carbures lorsque les proportions de l'élément métallique et du carbone augmentent, ce qui rend difficile voire même impossible l'affinage des carbures par traitement thermique ;
- présence de carbures insolubles qui gênent le grossissement du grain austénitique ;
- précipitation de carbures spéciaux par revenu entre 500°C et 600°C, ce qui entraîne le durcissement secondaire.

II-4 Désignation des aciers à outils

La désignation des aciers à outils a fait l'objet d'une révision avec la sortie de la norme internationale ISO 4957 en 1999 et de la norme européenne NF EN 10027-2 en 1992 [5]. Les nuances d'aciers à outils sont classées, selon leur mode de travail, en quatre catégories :

- les aciers à outils alliés ;
- les aciers à outils non alliés pour travail à froid ;
- les aciers à outils pour travail à chaud ;
- les aciers à coupe rapide.

II-4-1 Aciers à outils alliés et non alliés pour travail à froid

Ces types d'acier contiennent la teneur totale en éléments d'alliage la plus élevée dans les aciers à outils pour travail à froid (13 à 19 %m). Ces aciers contiennent principalement du chrome (typiquement 11 à 13.5 %mCr), mais ils peuvent contenir également du molybdène, du tungstène ou du vanadium. Une des particularités de ce type d'acier est sa teneur élevée en carbone qui se situe typiquement entre 1.4 et 2.5 %mC, mais certains aciers à outils spécifiques à la métallurgie des poudres peuvent contenir près de 3 %mC (ex. : Vanadis 10 : 2.9 %mC, 8 %mCr, 1.5 %m Mo et 9.8 %mV). La résistance à l'usure exceptionnelle des aciers de cette classe provient de la fraction importante de carbures alliés (principalement de type M₇C₃ et MC) qui peut atteindre près de 50 %v. La figure (II.2 (a)) présente la microstructure d'un acier de classe D qui contient une fraction volumique importante de carbures. Un acier typique D contient une teneur élevée en carbone (2.15 – 2.5 %mC), en chrome (12.5 %mCr) et en vanadium (4 %mV), ce qui favorise une fraction élevée de carbure. Une réduction de la teneur en carbone et en éléments d'alliage aura pour effet de réduire la fraction volumique de carbures. [5]

Cette classe d'aciers comprend six nuances dont la teneur en carbone est comprise entre 0,45 et 1,20 % en masse. Leur désignation comporte le symbole préfix C, suivi d'un nombre exprimant la teneur moyenne en carbone, en centièmes pour cent, puis de la lettre U spécifique de la désignation d'aciers à outils

Ces aciers sont caractérisés par :

- des niveaux de dureté élevés à la température ambiante (entre 56 et 63 HRC)
- une résistance à l'adoucissement faible
- des teneurs en carbone élevées (supérieures à 0,6 % en masse)
- des teneurs en éléments fortement carburigènes tels que tungstène, molybdène et vanadium assez basses ($W < 2 \%$, $Mo < 1 \%$, $V < 0,5 \%$).

Cette catégorie regroupe les aciers dont les compositions chimiques s'étendent des faibles additions de Cr, Mn, Si, W à des teneurs en chrome correspondant à celles des aciers très résistants à l'usure de la famille X 210Cr12 (de composition: 12 % Cr, 2,1 % C). figure (II.2(b)).

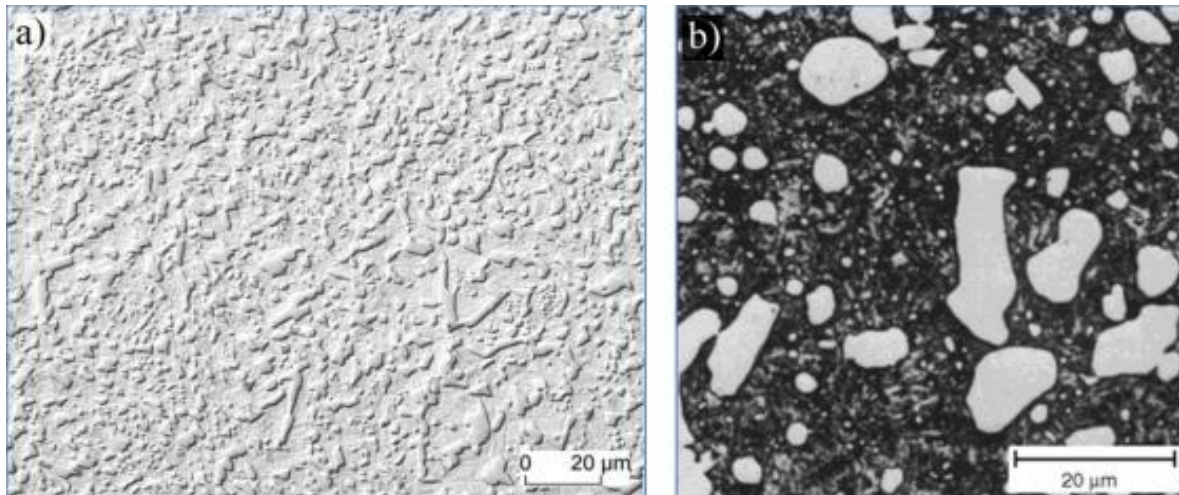


Figure II.2 : Micrographies d'aciers à outils pour travail à froid [5]

II-4-2 Aciers à outils pour travail à chaud

Les outils de ces types ont été élaborés pour résister à l'adoucissement durant de longues périodes à haute température. Les aciers de cette classe sont divisés en trois catégories basées sur leur principal contenu en éléments d'alliage soit : le chrome, le tungstène ou le molybdène. Leur teneur en carbone est relativement faible (0.25 – 0.70% mC), ce qui leur confère une bonne ténacité. La microstructure typique d'un acier H13 est présentée à la figure (II.3(a)). La fraction volumique des principaux carbures (type MC, riche en vanadium) est relativement faible étant donné sa faible teneur en carbone (0.41 % mC)[6]. La trempabilité de la matrice est élevée, étant donné sa teneur en chrome, qui est typiquement supérieure à 4 % m Cr. La figure (II.3(b)) présente la microstructure typique d'un acier H23, qui contient des carbures principalement composés de tungstène. La fraction volumique de carbures des aciers à outils pour travail à chaud au tungstène et au molybdène est beaucoup plus élevée puisque les carbures de tungstène (M_6C ; typiquement Fe_4W_2C ou Fe_3W_3C) contiennent une fraction importante de fer et le ratio Métal/Carbone est élevé (6/1). Ce faible rapport M/C permet de générer une fraction volumique importante de carbures, même si la teneur en carbone est relativement faible. Ces aciers sont caractérisés par :

- des niveaux de dureté moyens à la température ambiante, compris entre 44 et 55 HRC ;
- une résistance à l'adoucissement relativement forte ;
- des teneurs en carbone comprises entre 0,3 et 0,6 % (en masse), avec des additions plus ou moins importantes d'éléments carburigènes tels que le chrome, le molybdène, le tungstène et le vanadium et, dans certains cas, une addition complémentaire de cobalt.

En dehors des aciers qui figurent dans la norme ISO 4957, il existe des nuances à très basse teneur en carbone durcies par précipitation de phases intermétalliques associant les éléments d'alliage nickel, aluminium et cuivre figure (II.3)[6].

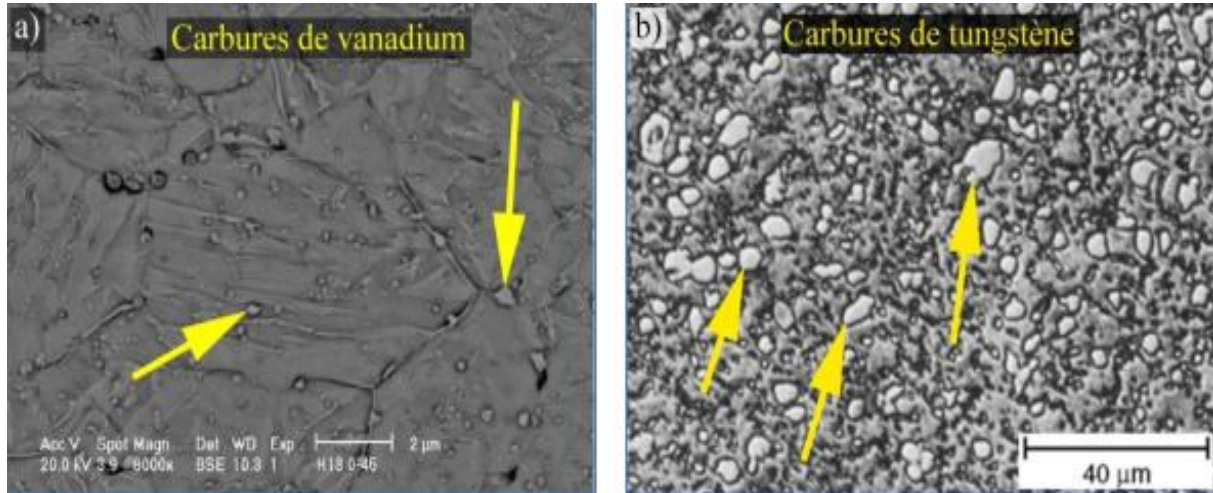


Figure II.3 : Microstructures d'aciers à outils pour travail à chaud [6].

II-4-3 Les Aciers rapides

Les aciers rapides sont les aciers à outils qui contiennent la teneur totale la plus élevée en éléments d'alliage (≈ 6 à 45 %m). Ces classes d'acier contiennent principalement du Mo, du W, du Cr, du V et du Co. La classe M contient principalement du molybdène, alors que la classe W contient principalement du tungstène. La particularité des aciers rapides est de maintenir une dureté élevée à haute température (dureté à chaud). La dureté à chaud typique est de ≈ 52 HRC à 540 °C et de ≈ 48 HRC à 595 °C (Roberts, 1998). La microstructure typique des aciers rapides est composée d'une matrice martensitique et de carbures alliés (principalement M_6C et MC) [7]. La figure (II.4) présente des micrographies typiques d'aciers rapides frittés et revenus ; un acier M2 à la figure (II.4(a)) et un acier T6 à la figure (II.4(b)). Les aciers à coupe rapide sont caractérisés par

- des niveaux de dureté élevés à la température ambiante, compris entre 60 et 70 HRC ;
- une résistance à l'adoucissement élevée ;
- des teneurs en carbone supérieures ou égales à $0,8$ % ;
- des additions importantes d'éléments carburigènes tels que le tungstène, le molybdène, le vanadium et, à un degré moindre, le chrome. La résistance à l'adoucissement peut être fortement améliorée par des additions de cobalt allant dans certains cas jusqu'à 10 %. Leur composition chimique permet une désignation abrégée définie de la manière suivante ;

- les trois chiffres donnant les teneurs moyennes en W, Mo, V dans cet ordre pour les aciers sans cobalt ;
- les quatre chiffres donnant les teneurs moyennes en W, Mo, V, Co dans ce même ordre pour les aciers contenant du cobalt ;
- les trois ou quatre chiffres sont précédés du symbole HS (*high speed*).

Le chrome et le carbone sont omis. Dans le cas où deux nuances se différencient uniquement par la teneur en carbone, le symbole C placé en fin de la désignation abrégée permet de distinguer la variante à teneur en carbone plus élevée

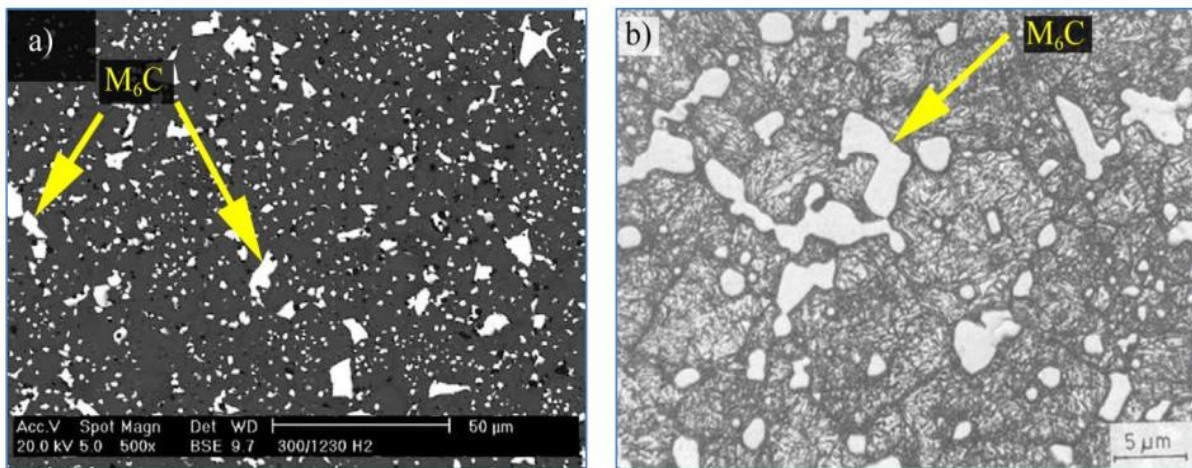


Figure II.4 : Micrographie d'un acier fritté [7].

II-5 Les Structures métallographiques

Les structures de solidification des aciers à outils sont en général relativement complexes, notamment dans le cas des nuances hautement chargées en carbone et en éléments carburigènes. Le carbone est l'élément dont l'influence sur la structure est la plus marquée. Il est bon de prendre comme base d'étude les deux diagrammes fer-carbone connus : Nous nous intéressons uniquement au diagramme métastable qui est le plus proche de la réalité.

Au cours de la solidification de l'acier liquide, il peut se produire deux phénomènes différents selon la teneur en carbone :

- pour une teneur en carbone (notée C) inférieure à celle du point E, il commence à se former des cristaux de ferrite si $C < 0,5 \%$, et des cristaux d'austénite si $C > 0,5 \%$. Mais, dans tous les cas, la structure devient entièrement austénitique lorsque tout l'acier est solidifié
- pour une teneur en carbone supérieure à celle du point E, qui correspond en fait à la solubilité maximale du carbone dans l'austénite, un mélange eutectique de cristaux de carbures à base de fer appelé lédeburite (carbures du type M_7C_3) précipite en même temps

que l'austénite. L'addition d'un tiers élément au système fer-carbone se traduit par des changements de structure qui peuvent être décrits par l'utilisation des diagrammes ternaires Fe-X-C [8].

II-5-1 Structure de solidification des aciers à outils

Les problèmes rencontrés dans la fabrication des aciers à outils hautement chargés en carbone et en éléments carburigènes sont associés à la ségrégation des carbures qui se produisent inévitablement au cours du processus de solidification de ce type d'acier. Beaucoup de travaux ont été faits dans le domaine des aciers à outils au chrome et des aciers rapides au tungstène ou au tungstène-molybdène. Dans la plupart des cas, il a été constaté que la séquence de solidification s'effectue selon un processus analogue à celui qui a été mis en évidence dans le cas de l'acier rapide à 18 % de tungstène.

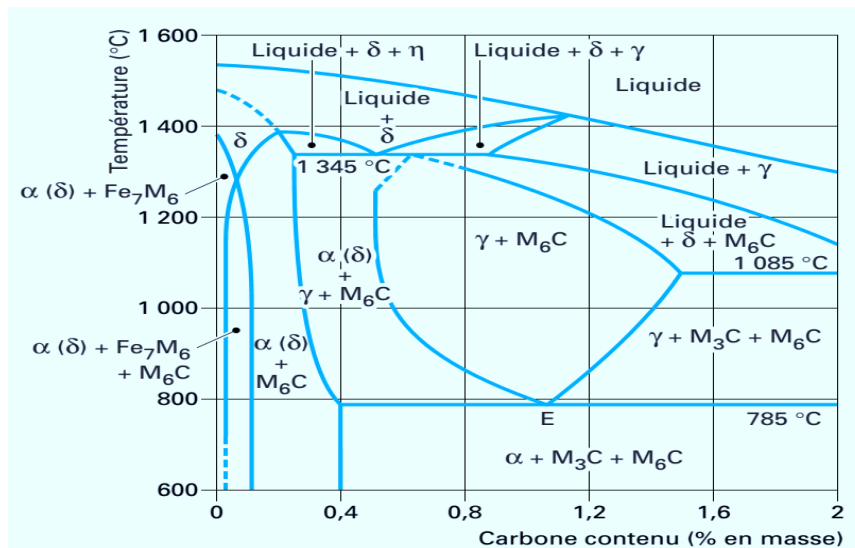


Figure II.5 Diagramme de phase ternaire. [9]

La figure (II.5) est une coupe binaire à 18 % W du système ternaire Fe-W-C. Un tel diagramme demanderait certaines modifications pour tenir compte, entre autres, de l'influence du vanadium et du cobalt, le vanadium, en particulier, entraînant un déplacement des limites de phase vers la droite par suite de son affinité pour le carbone ; Il permet toutefois, en première approximation, de définir la séquence des différentes réactions de solidification. Le processus débute par la formation de dendrites de ferrite δ, au sein desquelles se trouvent en solution W, Cr et V et très peu de carbone (en teneur inférieure ou égale à 0,1 %), ce dernier étant rejeté au front de croissance des dendrites. Le refroidissement se poursuivant, la réaction péritectique a lieu : Liquide + Ferrite δ → Austénite. [8].

La ségrégation du carbone est moins prononcée au cours de cette phase de solidification en raison de la plus grande solubilité de cet élément dans l'austénite. Pendant le même temps, la ségrégation des éléments fertilisants, comme le tungstène et le vanadium, se poursuit, et le reste du liquide non consommé lors des réactions péritectique conduit en fin de solidification à la réaction eutectique suivante :



La ferrite formée au début de la solidification se décompose ensuite en agrégats d'austénite et de carbures selon une réaction eutectoïde.

II-5-2 Structure à l'état recuit

Après refroidissement lent d'une structure brute de coulée ou transformation à chaud des lingots qui se traduit, dans le cas des aciers lédeburitiques, par une déformation du réseau de carbures eutectiques et par la formation d'amas de plus ou moins grande envergure.

- En présence de tungstène ou de molybdène ;
- En présence de chrome ;
- En présence de chrome, de molybdène et de tungstène ;
- En présence de vanadium.

II-5-3 Structure après traitement thermique

II-5-3-1 Constituants obtenus après trempe

Si l'on reprend comme base le diagramme fer-carbone de la figure (II.5), on constate qu'au cours du chauffage, et dès 720°C, le mélange de ferrite et de cémentite, qui sont les constituants stables de l'acier à la température ambiante, se transforme en austénite. Cette transformation se fait sans zone intermédiaire pour l'acier à 0,82 % (en masse) de carbone dénommé eutectoïde, et avec une zone intermédiaire avec excès de ferrite ou de cémentite selon que l'acier est hypo- ou hypereutectoïde.

D'une manière générale, les éléments d'alliage modifient la forme du diagramme fer-carbone ; les éléments alphagènes favorables à la formation de la ferrite (chrome, molybdène, tungstène, vanadium, silicium, aluminium), réduisent de façon importante le domaine des teneurs en carbone et l'intervalle de température qui correspondent à l'austénite pure. Tous ces éléments tendent à élever les points de transformation ferrite (α) \rightarrow austénite (γ) lors du chauffage. Par contre, les éléments gammagènes, favorables à la formation d'austénite, tels que le manganèse et le nickel, tendent à abaisser les points de transformation AC_1 . Les éléments d'alliage abaissent également la teneur en carbone de l'eutectoïde et par conséquent

la barrière entre aciers hypo- et hypereutectoïde. Le molybdène, le tungstène, le vanadium et le silicium sont parmi les éléments les plus actifs, le manganèse, le chrome et le nickel parmi les moins actifs. [10]

■ Au cours du refroidissement, les transformations structurales sont plus complexes car il apparaît un paramètre qui ne figure pas sur le diagramme fer-carbone relatif à des états d'équilibre : le temps. L'étude de la transformation de l'austénite peut se faire :

- soit en condition isotherme à des températures variables situées au-dessous du point A1
- soit en condition anisothermes à des vitesses de refroidissement variables.

La première méthode aboutit au tracé des diagrammes Température-temps-transformation (courbes TTT), la seconde au tracé des diagrammes de transformation en refroidissement continu (courbes TRC), [8].

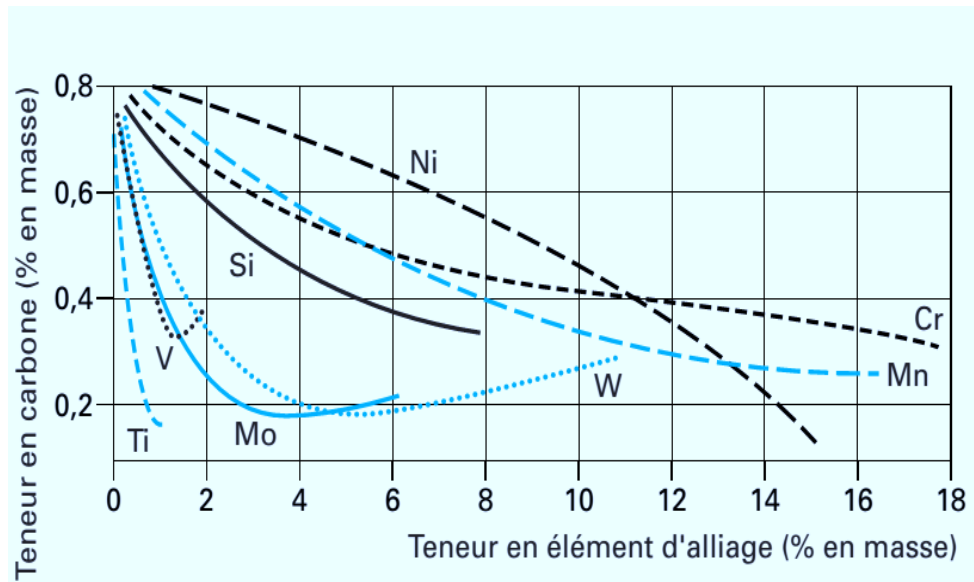


Figure II-6 Influence des éléments sur d'alliage [9]

La représentation du diagramme TTT convient bien pour la définition des différents constituants obtenus suivant la température de maintien après chauffage à une température donnée. Ce type de courbe est absolument nécessaire si l'utilisateur veut faire des traitements par étape dans le domaine de stabilité de l'austénite ou des trempes bainitiques. La teneur en carbone influe assez nettement sur la forme des courbes TTT ; c'est ainsi que, selon le caractère hypo- ou hypereutectoïde de l'acier, le domaine de formation de la perlite est précédé par un domaine correspondant à l'apparition de précipités de ferrite ou de cémentite. Par ailleurs, la teneur en carbone joue également sur la position du point Ms, une augmentation de cette teneur se traduisant par un abaissement de Ms. Presque tous les

éléments d'alliage, à l'exception du cobalt, allongent les temps d'incubation et ralentissent le processus de transformation de l'austénite, [9].

- La représentation du diagramme TRC permet d'associer à une vitesse de refroidissement donnée une structure et un niveau de dureté donnés. Ce type de courbe est un guide précieux pour l'utilisateur qui a, dans la plupart des cas, à effectuer des traitements thermiques en conditions anisothermes et qui doit choisir son mode de trempe en fonction des dimensions de l'outillage et du niveau de dureté à obtenir. Suivant la vitesse de refroidissement, la transformation de l'austénite s'effectue d'une manière plus ou moins complète ; il peut donc subsister dans la structure de l'acier une fraction d'austénite non transformée, ou austénite résiduelle, qui joue un rôle important dans les aciers à outils :

- difficulté d'obtention de la dureté ;
- transformation en martensite par écrouissage ;
- déformations lors des traitements thermiques, etc.

II-5-3-2 Nature des carbures primaires

Lorsque l'on augmente la température de chauffage d'un acier à outils, les carbures que l'on rencontre à l'état recuit commencent à passer en solution. Les carbures de types M₃C et M₂₃C₆, contenant du chrome, du tungstène et du molybdène en plus du fer, commencent à se dissoudre dès 800°C pour M₃C, 900°C pour M₂₃C₆ et on ne les rencontre plus au-delà de 1130°C. Les carbures complexes du type M₆C ou MC sont beaucoup plus résistants et ne sont que partiellement remis en solution ; les dissolutions importantes de ces deux dernières phases ne commencent que vers 1150°C pour M₆C et 1200°C pour MC,[11].

Le pourcentage de MC non dissous pendant l'austénitisation est relativement faible et ne représente que 10 à 15 % en volume de l'ensemble MC + M₆C ; en revanche, dans les aciers rapides sur carburés, ce même pourcentage peut atteindre 60 à 70 % après chauffage à 1240°C. Dans les aciers à outils à hautes teneurs en chrome et en carbone, la quantité de carbures de type M₇C₃ qui subsiste après chauffage aux environs de 1000°C est comprise entre 10 et 15 % pour les aciers à 12 % de chrome et entre 4 et 5 % pour les aciers à 5 % de chrome. Dans le domaine des aciers rapides contenant de fortes additions de molybdène (à teneur supérieure ou égale à 6 %), il est bon de signaler que l'augmentation de la teneur en carbone de 1 à 2 % ne modifie pratiquement pas le taux de carbures total en raison de la substitution partielle du carbure M₂C au carbure M₆C. Ce carbure à une composition chimique et une dureté intermédiaires comprises entre celles des carbures MC et M₆C. Sa forme aciculaire rend l'acier fragile et peu usinable [11].

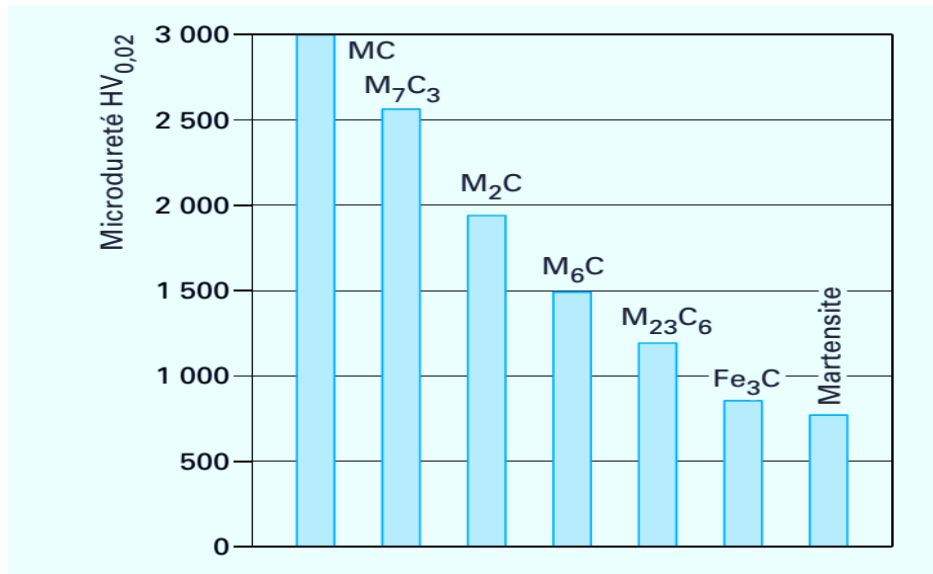


Figure II.7 Microdureté comparées des carbures [10]

II-5-3-3 Grosseur de grain

La grosseur de grain austénitique a une influence considérable sur les propriétés d'emploi des aciers à outils, notamment la ténacité et la résistance à l'usure. C'est donc un paramètre particulièrement important. Dans la plupart des cas, la norme ASTM E112-96 (NFA 04-102) est suffisante pour couvrir l'ensemble des structures obtenues. Dans le cas des aciers à outils lédeburitiques, pour lesquels des tailles de grains extrêmement fines peuvent être obtenues, la norme utilise une méthode d'interception (méthode *Snyder-Graff*). Dans la méthode de *Snyder-Graff*, l'échantillon subit une attaque micrographique au Nital, puis, sous grossissement $\times 1\,000$, on examine une longueur de 127 mm symbolisée par un trait, et l'on* compte le nombre de grains traversés par cette ligne[11]. L'opération est répétée dix fois et conduit à la classification suivante :

- nombre de grains inférieur à 8 : gros grains ;
- nombre de grains compris entre 8 et 11 : grain moyen ;
- nombre de grains compris entre 12 et 15 : grain fin ;
- nombre de grains supérieur à 15 grains très fins.

Cette opération peut maintenant être réalisée automatiquement, par analyse d'image.

Les facteurs métallurgiques qui influent sur la taille de grains sont les suivants :

- la température d'austénitisation ;
- le temps de maintien à cette température ;
- la composition chimique de l'acier ;
- la distribution des carbures primaires.

II-6 Production de poudres d'acier à outils

Les deux procédés les plus répandus pour la production d'aciers à outils sont la coulée en lingot et la métallurgie des poudres (MP). La coulée en lingot est un procédé relativement simple dont l'utilisation principale est la production de matrices, de moules et d'outils de coupe. Les principales difficultés dans la production d'aciers à outils par coulée résident dans leur microstructure grossière et hétérogène. Certains types de carbures (carbures de vanadium ; MC) ont une orientation préférentielle dans la direction de corroyage et leur taille est relativement élevée (≈ 5 à $8 \mu\text{m}$) [12].

La production d'aciers à outils par le procédé de la MP a permis de résoudre plusieurs problèmes associés à la production des aciers à outils par coulée en lingot, notamment en ce qui concerne la microstructure. Les figures (II.8) (a,b) présentent, respectivement les micrographies et la distribution des tailles des phases d'aciers de coupe rapide qui ont été élaborés par le procédé de coulée en lingots et par MP. Ces deux figures illustrent l'avantage du procédé de métallurgie des poudres sur celui de la coulée en lingot par une meilleure distribution des carbures et une microstructure hétérogène et plus fine.

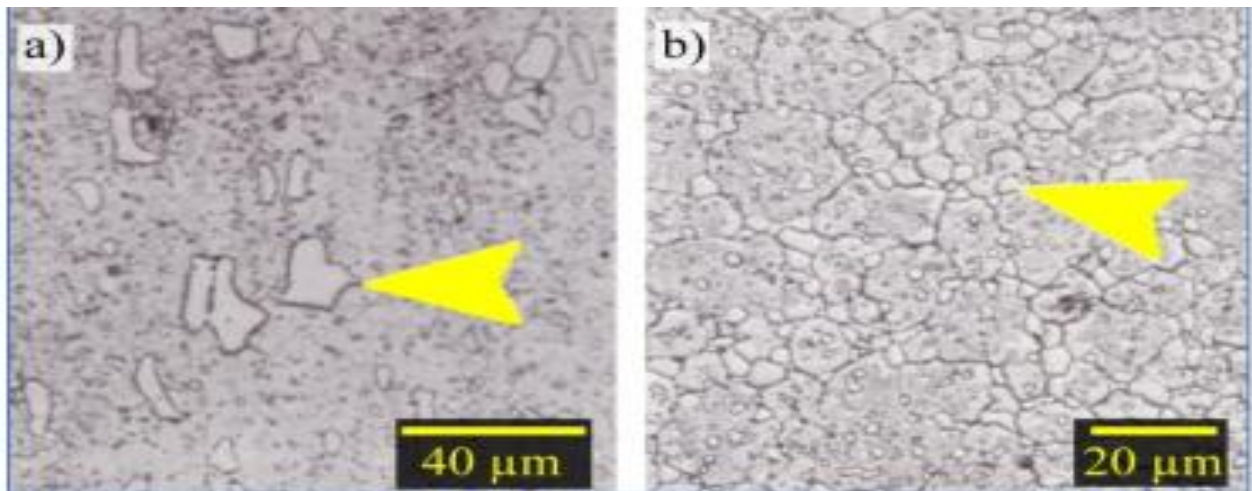


Figure II.8. Micrographies d'acier, a) Acier corroyé et b) Acier élaboré par MP, [12].

Section B - L'usure des surfaces

II-7 L'usure des surfaces de contact

L'usure est une conséquence du phénomène de frottement entraînant une émission de débris avec perte de masse, de côtes, de forme, et s'accompagnant de transformations physiques et chimiques des surfaces. Elle ne varie pas nécessairement de manière progressive avec les paramètres comme la vitesse, la température ou le temps. L'usure ne présente pas que des effets négatifs, elle a aussi des aspects favorables. L'affûtage d'un outil, la finition d'une surface par rectification, le rodage des pièces, l'écriture à l'aide de la craie sur le tableau ou du crayon sur le papier sont des exemples d'usure bénéfique. L'usure d'un mécanisme est due le plus souvent à des processus multiples qui agissent simultanément, mais rarement à un seul processus bien défini et identifiable, en présence ou non de lubrifiants, sont affectées par des formes d'usure qui peuvent aller de l'usure douce régulière et contrôlable (usure normale) à la détérioration brutale entraînant la mise hors service du mécanisme. Pour de nombreux types d'usure, on considère que l'usure se développe en 3 phases, figure (II.9). [13]

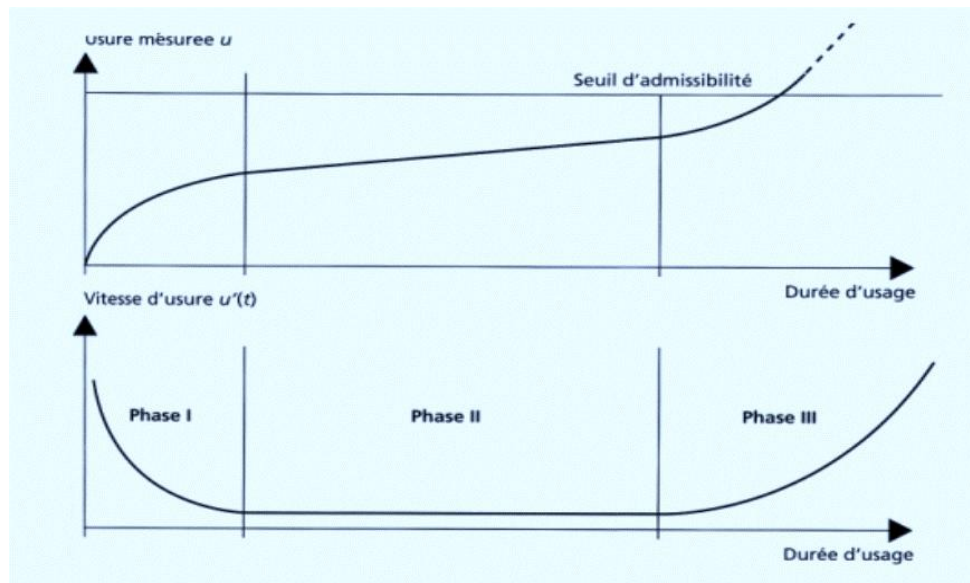


Figure II.9. Phases de dégradation par usure [13].

- **Le rodage des surfaces (phase I)** : Il correspond à un arasement des aspérités les plus hautes jusqu'à ce que la surface portante soit suffisante. Cette phase de stabilisation du frottement intervient dans tous les systèmes frottant non rodés ;
- **L'usure normale (phase II)** L'usure devient stable et fonction linéaire du temps ; cette phase intermédiaire de l'usure correspond à la durée de vie normale d'une pièce ou d'un système où peuvent se manifester des défaillances dites aléatoires ;

- **Le vieillissement rapide ou usure catastrophique ou usure grippante** : Les débris de l'usure provoquent un labourage de la surface la plus tendre. Les surfaces se détériorent de plus en plus vite et deviennent fragiles et rugueuses. C'est la phase où se manifestent les défaillances d'usure.

On distingue plusieurs types d'usure, auxquels la tribologie s'intéresse

- Usure par abrasion ou abrasive, où des particules extérieures, par frottements ou chocs, arrachent de la matière en surface ;
- Usure par adhésion ou adhésive (arrachement de matériaux adhérents l'un à l'autre) ;
- Usure par corrosion ou corrosive ;
- Usure par fatigue, due à l'action répétée de contraintes à la surface, typiquement des pressions ou chocs.

II-7-1 Aspect Métallurgique de l'usure abrasive des aciers

Il est à noter que la résistance à l'usure des aciers est proportionnelle à leur dureté, pour chaque type d'aciers trempés, la relation résistance à l'usure-dureté est linéaire mais, possède une pente plus faible que celle des métaux à recuit. [15]

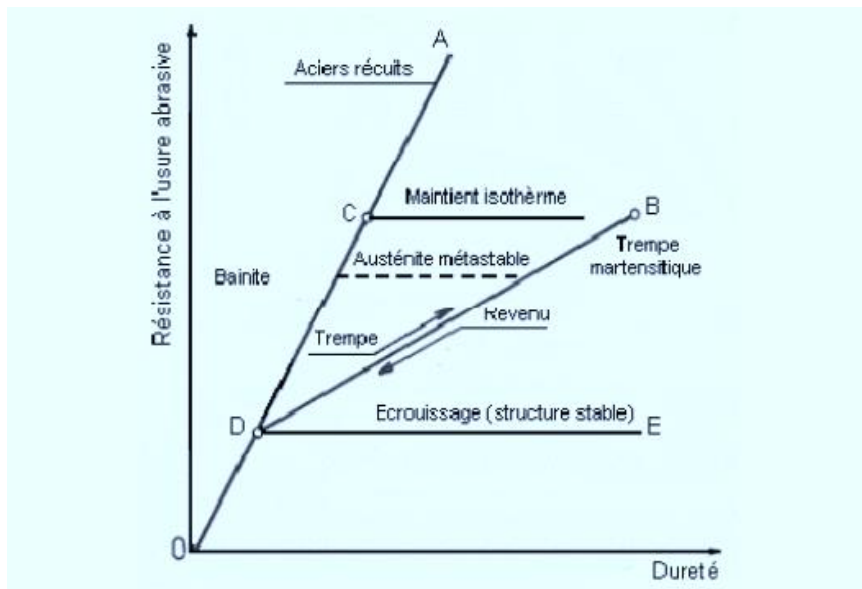


Figure II.10. Résistance à l'usure abrasive [15]

La résistance à l'abrasion des aciers au carbone et des aciers faiblement alliés augmente avec la teneur en carbone indépendamment de celle des autres éléments d'alliage. La résistance à l'usure croît proportionnellement avec la teneur en cémentite pour un acier

contenant seulement la ferrite et la cémentite. La structure de l'acier est aussi importante, une structure perlitique a une résistance à l'usure supérieure qu'une structure sphéroïdale.

Dans les aciers hypoeutectoïdes, la résistance à l'usure augmente, avec la quantité de perlite, c'est-à-dire en carbone et aussi lorsque la distance interlamellaire moyenne de la perlite diminue. Ce qui concerne les aciers hypereutectoïdes, la résistance à l'usure continue son augmentation jusqu'à ce que le réseau de cémentite proeutectoïde inter granulaire ne devienne pas continu et fragile [15]. L'effet des traitements thermiques sur le comportement des aciers au carbone est représenté sur la figure (II.11) précédente, où il apparaît que la trempe augmente la résistance à l'usure alors que le revenu la diminue.

Les traitements thermiques isothermes, tels que la trempe différée martensitique et la trempe bainitique améliorent la ténacité des aciers. Le durcissement par écrouissage préalable des aciers ne conduit à aucune amélioration de leur résistance à l'usure bien que des travaux aient montré que l'écrouissage d'une surface métallique par des grains abrasifs améliorant sa résistance à l'usure. Pour les aciers faiblement alliés, la résistance à l'abrasion s'améliore pour les éléments donnant lieu à des carbures dispersés dans la ferrite. L'addition d'une faible teneur en manganèse améliore la résistance à l'usure d'une structure perlitique mais abaisse celle d'une structure martensitique.

II-7-2 Les principaux modes d'usure

Un certain nombre de classifications des modes d'usure sont disponibles dans la littérature. Aucune norme n'existant à l'heure actuelle sur le sujet, nous choisirons d'utiliser une classification inspirée de celle de Stachowiak et al [14]. Elle distingue : l'usure due à l'action d'une particule sur la surface d'un solide (usure par abrasion, érosion ou cavitation), l'usure de l'eau passage répété d'un solide sur une surface (usure par fatigue), et l'usure due aux forces d'attraction entre les atomes de deux surfaces (usure adhésive). Viennent ensuite des modes d'usure plus spécifiques, comme l'usure corrosive ou l'usure par fatigue.

L'usure abrasive est due au contact entre une aspérité et la surface d'un solide. Cette aspérité peut être un pic de rugosité sur une des surfaces, une particule ayant été détachée de l'une des deux surfaces, ou bien un troisième corps introduit dans le contact. Cette aspérité peut dégrader la surface du solide selon différents mécanismes. La sévérité du contact dépend des propriétés et de la géométrie des matériaux en contact. L'aspérité peut :

- couper, si elle est suffisamment (i.e. si elle a un angle d'attaque suffisamment grand),
- repousser la matière en surface ;

- provoquer une fracture, si le solide est fragile ;
- enlever des grains, si le matériau est insuffisamment homogène.

Elle se caractérise par la présence dans le contact d'un état de surface rugueux ou par pénétration dans le matériau le plus tendre de particules dures provenant des débris d'usure du contact ou de la pollution du milieu, Ce mécanisme de dégradation qui fait intervenir dans les premiers instants uniquement les corps antagonistes, devient rapidement une usure à trois corps. Cette forme d'usure se manifeste par des polissages, des griffures, des micro-labourages, des arrachements de particules. Le micro-labourage (ou micro-usinage) se manifeste par des rayures à la surface du matériau le plus tendre sans arrachement de matière mais provoquant sur les bords du sillon une déformation plastique, Pour lutter contre l'usure abrasive, on cherche souvent à durcir les matériaux (au moins leur surface) [14]. On doit différencier le labourage (déplacement de matière et formation de bourrelets), prédominant pour les matériaux ductiles, de la coupe (enlèvement de matière), repérée surtout pour des matériaux fragiles. On distingue l'usure abrasive de l'usure érosive par le fait que ce sont les interactions des aspérités des surfaces antagonistes, et non des corps étrangers aux surfaces en contact, qui provoquent l'enlèvement de matière à l'interface, on parle aussi d'abrasion à deux corps pour l'usure abrasive et à trois corps pour l'usure érosive.

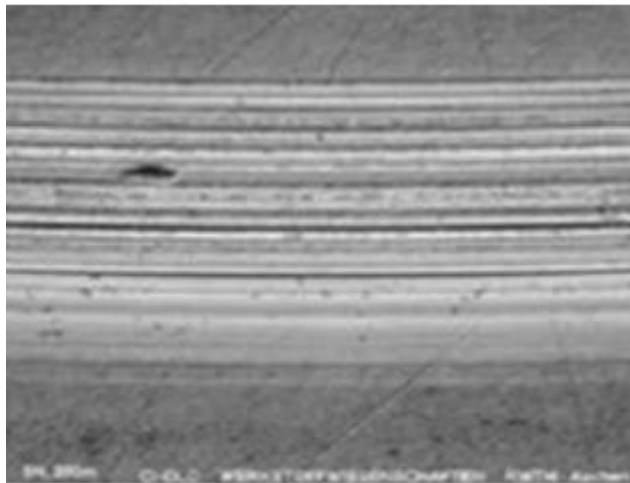


Figure II.11 Etat de surface après une usure abrasive [14]

II-7-2-1 Usure adhésive

Elle se caractérise par un transfert de débris d'un des deux antagonistes vers l'autre soit par un mécanisme d'origine purement mécanique, soit suite à une réaction physicochimique, figure (II.8). Pour le transfert mécanique, plusieurs hypothèses ont été développées. Les micro-aspérités présentes dans le contact peuvent conduire à la diminution

des zones en contact et générer aux jonctions des énergies très élevées qui peuvent favoriser les réactions physico-chimiques (micro-soudage des aspérités en contact). Lors du frottement, il existe entre les matériaux antagonistes une multitude de microcontacts qui supportent l'ensemble de la charge normale. En effet, dans ces régions, une constriction des lignes de forces engendre des concentrations de contraintes et l'augmentation de la température (températures flashes). [16]

L'évolution de ces aspérités dépend des conditions de sollicitation et de l'environnement. Un équilibre est atteint dès que l'adhérence des films de transfert est supérieure à la force de frottement. Sinon, les contraintes de cisaillement générées provoquent la rupture à l'interface surface/film transféré et forme des débris. Ces derniers peuvent être progressivement évacués du contact en laissant une surface très réactive siège d'un nouveau processus de dégradation, Si les débris restent piégés dans le contact, les aires réelles de contact augmentent et assurent alors un rôle de portance. Les débris ont un effet de séparation des antagonistes, supportent les pressions. L'usure et le coefficient de frottement deviennent moindres. [16] Il faut différencier l'usure douce de l'usure sévère ou grippage. Le premier cas a lieu, lorsqu'on a cisaillement de ces liaisons, tandis que le second apparaît lorsqu'il y a arrachement de matière de l'une des surfaces, d'où la formation d'un film de transfert, collé à la surface antagoniste. Figure (II.12).

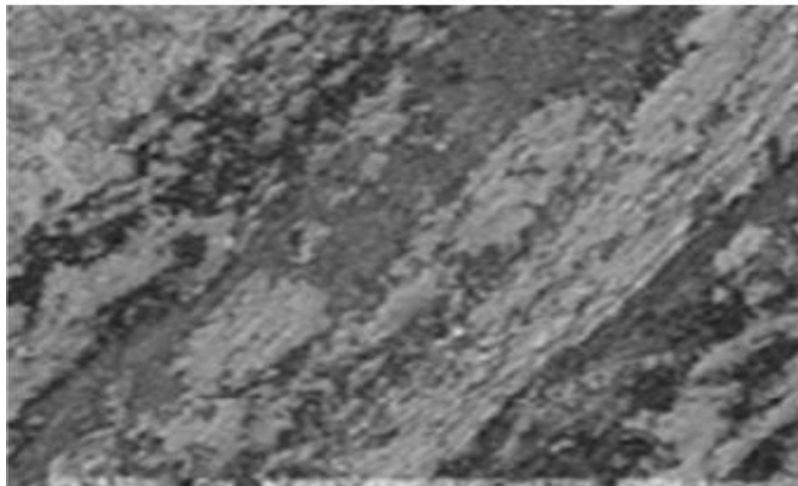


Figure II.12 Etat de surface après une usure adhésive [16]

II-7-2-2 Usure corrosive

C'est un système à trois composantes, où interviennent la réactivité chimique entre les surfaces. On a une réactivité chimique avec le milieu environnant et une réactivité physico-chimique avec les débris. Ce type de dégradation résulte d'une seule ou de plusieurs réactions chimiques sous l'effet d'agent corrosif (environnement, lubrifiant) et des

contraintes mécaniques pendant le frottement, Suivant l'état structural superficiel, il se crée des oxydes réactionnels dépendant de l'environnement. Suite au frottement entre les surfaces, la rupture des aspérités qui s'oxydent, forme des débris en général très stables et très durs. Ces derniers jouent alors un rôle abrasif et viennent dégrader les surfaces antagonistes et donc entretenir l'usure. Par contre, il est possible de rencontrer une configuration moins agressive par la formation de films d'oxydes adhérents à la surface d'un des antagonistes et suffisamment résistants au cisaillement pour jouer un rôle protecteur figure (II.13)[16].

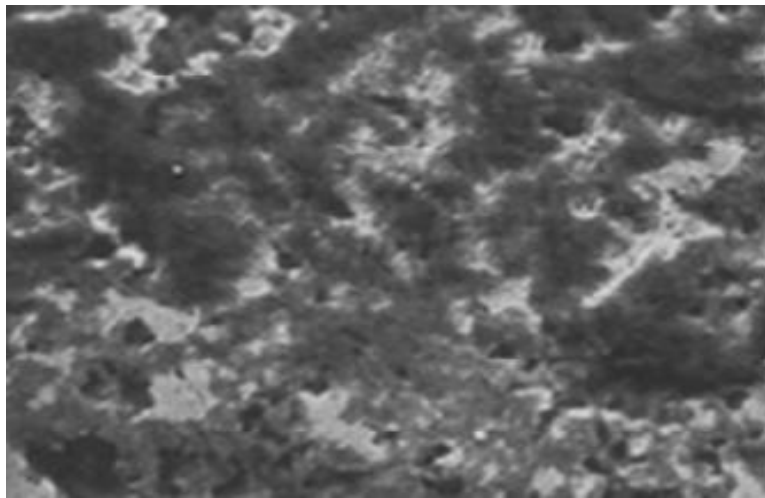


Figure II.13 : Etat de surface après une usure corrosive[16]

II-7-2-3 Usure par fatigue

Il est lié à l'action d'un mouvement cyclique et à la capacité des matériaux à absorber les énergies de déformation et les contraintes thermiques générées par frottement. Il se manifeste par des fissures, des écailles et des changements de structure métallurgique, figure(II.14) Les comportements face à ce mécanisme d'usure dépendent de la nature du matériau. Dans le cas de matériaux ductiles (matériaux métalliques ou polymères), la rupture par fissuration (ou mécanisme de délaminage) a lieu en sous-couche, parallèle à la surface de frottement, dans les zones où les contraintes de cisaillement sont maximales.

L'analyse des transferts thermiques sur la microstructure (déplacement des lacunes, des dislocations, des plans de glissement, l'effet des joints de grains...) explique la formation de fissure associée à un écrouissage ou à un adoucissement de la surface, Ce phénomène peut se décomposer en plusieurs phases. Dans un premier temps, il y a augmentation de la densité de dislocations en surface provoquant un écrouissage superficiel. Dans un deuxième temps, l'énergie de frottement transmise à la surface de ce matériau a pour effet de redistribuer cette

densité de dislocations en un réseau plus stable par glissement ou montée de dislocations. Il existe alors un déséquilibre entre les contraintes internes. En surface, suite à une densité plus élevée de dislocations, des contraintes de compression sont générées alors qu'en sous-couches, la densité de dislocations étant moindre, des cavités se forment, favorisant la fissuration [16].

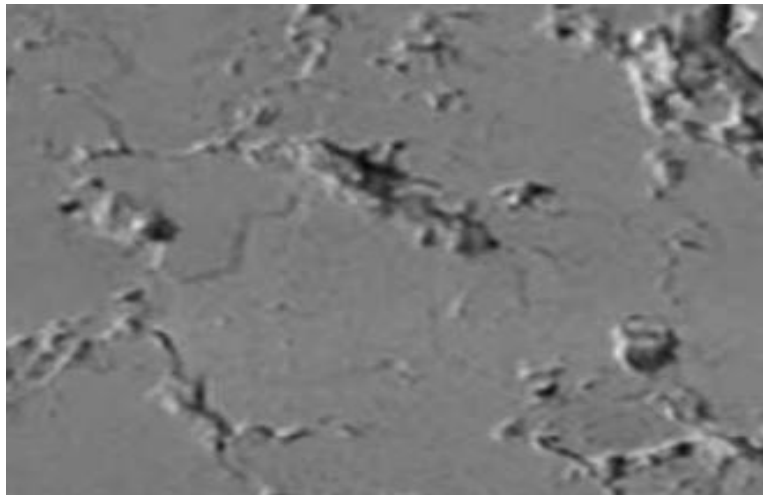


Figure II.14 : Etat de surface après une usure par fatigue [16].

II-8 laLois d'usure

Si l'usure est un phénomène bien identifié, il n'a en revanche pas d'unité légale puisque ce n'est pas une grandeur physique, mais un phénomène. Il représente la dégradation d'un contact, entraînant, dans un certain nombre de cas, une perte de fonction. Une étude, datant du XVIIème siècle, sur l'usure des pièces de monnaies écossaises établit une équivalence directe entre perte de masse et perte de fonction [15]. Au milieu des années 1950, ARCHARD (1918-1989) proposa une loi d'usure, portant son nom. Plusieurs formes de la loi d'ARCHARD peuvent être évoquées. La première, originale, issue de l'expérimentation, indique que le volume de matière usée ou perdue par usure Vu est proportionnel au produit de la distance de glissement parcourue L et de la force normale F_n appliquée au contact

$$Vu = b.F_n.L \quad (I.6)$$

b : coefficient d'usure fonction du matériau et du régime de frottement

Une seconde forme de loi d'usure fait intervenir la nature du matériau le plus mou à travers sa contrainte d'écoulement σ_y (dureté).

$$Vu = k \frac{F_n L}{\sigma_y} \quad (I.7)$$

K : coefficient d'usure fonction du matériau et du régime de frottement

Une forme dérivée de la première loi d'usure fait intervenir l'énergie dissipée dans le contact exprimée à travers le produit de la pression de contact et de la vitesse de glissement ($p.v$), proportionnel à la vitesse d'usure dh/dt (h étant la profondeur de la piste d'usure).

$$\frac{dh}{dt} = C.P.V \quad (I.8)$$

C : coefficient de calage Mais cette loi plus générale, essentiellement théorique, s'applique difficilement à la réalité des contacts dans leur diversité. La loi d'Archard sera par la suite adaptée de diverses façons par différents expérimentateurs pour coller aux expériences particulières qui les concernent. MENG et LUDEMA. Citent une variété de lois d'usure dont la majorité est adaptée à la loi d'Archard. Dans certaines loi, le module de Young d'un matériau, apparait d'une loi à l'autre tantôt au numérateur tantôt au dénominateur. Les paramètres utilisés dans les lois empiriques dépendent des moyens d'investigations disponibles et des objectifs fixés par les chercheurs.

Tableau II.3 Les coefficients de frottement statique de quelques couples de matériaux.

Couple de Matériaux	Coefficient de frottement μ_s
Métal/métal, surfaces propres dans le vide	0.5
Métal/métal, surfaces propres dans l'air sec	0,8 à 2
Métal/métal, surfaces propres dans l'air humide	0,5 à 1,5
Acier/alliage pour coussinets de palier	0,1 à 0,5
Acier/céramique	0,05 à 1
Céramique/céramique	0,05 à 0,5
Polymère/polymère	0,05 à 1
Métal/polymère	0,05 à 0,5
Céramique/polymère	0,05 à 0,5
Métal/métal avec lubrification	0,05 à 0,2
Lubrification hydrodynamique	0,001 à 0,005

II-9 comportement tribologique des matériaux

En conditions réelles, on ne peut ignorer l'effet d'interaction des paramètres comme la température, la vitesse ou la pression sur le frottement et l'usure des matériaux. Néanmoins, pour des conditions d'essais de laboratoire, les paramètres peuvent être étudiés séparément.

II-9-1 Effet de la vitesse de glissement

Le cisaillement des ingrédients à l'interface de frottement contre un disque ou un tambour métallique engendre des sensibilités de frottement et d'usure à la pression de contact

et à la vitesse de glissement plus aux moins prononcées en fonction de la composition du matériau étudié. Aux grandes vitesses de glissement, on assiste à une baisse du taux d'usure et du coefficient de frottement et à la formation d'une couche de transfert compact sur la surface usée des composites. Cette couche de transfert est composée essentiellement de constituants en matière phénolique laquelle agit comme corps antagoniste et aide à réduire le taux d'usure et le coefficient de frottement [17].

II-9-2 Effet de la charge appliquée

La figure (II.49) montre l'influence de la charge appliquée sur les alliages métalliques sur leur comportement tribologique. Pour une même vitesse de glissement, le coefficient de frottement décroît avec l'augmentation de la charge appliquée, et inversement pour le taux d'usure. On constate que le taux d'usure n'évolue pas de la même manière que le composite, il commence à diminuer aux charges élevées. Des essais effectués par Natarajan, [17] sur un tribomètre pin-on-disc, il en ressort que la charge appliquée et la température des disques ont une influence sur le comportement tribologique des matériaux composites.

Constate également qu'à une vitesse de glissement et à une température constante, le coefficient de frottement diminue avec l'accroissement de la charge normale. À charge normale et à température constantes, cette décroissance est plus importante que celle obtenue avec une variation de la vitesse de glissement. L'effet de la charge sur le coefficient de frottement est plus grand que celui de la vitesse de glissement. Concernant l'usure Indiquent qu'elle augmente avec la charge normale et devient plus importante aux charges et vitesses élevées

II-9-3 Effet de la température

Les performances tribologiques des matériaux sont influencées par la température à l'interface, qui est un facteur déterminant pour le frottement et l'usure. La chute du coefficient de frottement et l'augmentation de l'usure sous sollicitations élevées de contact sont dues à la dégradation en température du matériau. Les essais montrent qu'en gardant les mêmes niveaux de température du disque le comportement en frottement et en usure peut être semblable quel que soit la frugalité du freinage. À vitesse de glissement et charge appliquée constantes, le frottement et l'usure décroissent avec l'augmentation de la température. La sensibilité du frottement à la température d'interface peut-être associée au changement de l'adhérence et de la résistance à la déformation des matériaux de friction. [17]

II-9-4 Effet de l'humidité

Le taux d'humidité de l'air ambiant est un autre paramètre ayant une influence sur le frottement et l'usure des matériaux métalliques. Le coefficient de frottement diminue avec l'augmentation de l'humidité relative en raison de la formation de film mince d'eau au niveau de l'interface de contact jouant le rôle de lubrifiant. Les investigations concernant l'effet de l'humidité sur le comportement tribologique des matériaux métalliques restent très limitées.

L'influence du taux d'humidité sur le comportement tribologique des matériaux métalliques dépend des conditions de l'utilisation (pression de contact, vitesse de glissement et température) et de la composition chimique des matériaux. Certains matériaux tel que le carbone présente un coefficient de frottement plus faible en présence de la vapeur d'eau, tandis que d'autres tels que le disulfure de molybdène restent insensibles [17].

References II

- [1] Boom, R., Dancers, O., Van Veen, A. & Kamperman, A.A. Argon solubility in liquid steel. Metallurgical and Materials Transactions B, 2000
- [2] Causton, R.J. & Cimino, T... Machinability of P/M Steels. Davidson, G. M. & al. (éd) ASM Handbook Volume 07: Powder Metal Technologies and Applications, 671-680. ASM International. 1998
- [3] Chang, S.-H., Tang, T.-P., Huang, K.-T. & Tai, F.-C. Effects of sintering process and heat treatments on microstructures and mechanical properties of VANADIS 4 tool steel added with TiC powders. Powder Metallurgy, 2011
- [4] Christopherson, D. B., Farthing, L. J., Schoenwetter, T., L'Espérance, G & Beaulieu, P. Powdered Metal Alloy Composition for Wear and Temperature Resistance Applications and Method of Producing Same. Brevet américain US 2009.
- [5] Christopherson, D. & L'Espérance, G. (2009b). Novel Sinter-Hardening Processes, Canada Hamilton. Chun, K.J., Kim, J.H. & Hong, J.S. (2007). A study of exhaust valve and seat insert wear depending on cycle numbers,
- [6] Clementi, E, Raimondi, D.L. & Reinhardt, W.P Atomic screening constants from S. C 1967.
- [7] F. functions, II. Atoms with 37 to 86 electrons. Journal of Chemical Physics,
- [8] Cullity, B.D. Elements of X-ray diffraction. 2ème édition. Addison-Wesley Pub. Co
- [9] j.m.georges, frottement, usure et lubrification. Paris : eyrolles et Cnrséditions, sciences et techniques de l'ingénieur, 2000
- [10] T.mang, k.bobzin, T.bartels, industrial tribology, weinheim, Germany, willey-vchVerlag gmbh, 2011
- [11] F.pbowden, d.tabor, friction and lubrication of solids, part ii. Oxford: Clarendonpress, 1964.
- [12] M.c.dubourg, y.berthier, and l.vincent, cracking under fretting fatigue: damageprediction under multiaxial fatigue. Journal of strainanalysis, 2002
- [13] j.lemaitre, j.l.chaboche, mécanique des matériaux solides.2nd éd. Paris: dunodbordas 1988

[14] H.c meng. K.c ludema. Wear models and predictive equations: their form and content. 1995

[15] A.e. Anderson, friction and wear of automotivebrakes, friction, lubrication and wear technology. Asm hand book, 1990.

[16] a. daoud, m.t. abou el-khair, wear and friction behaviour of sand cast brake rotor made of a359-20 vol% sic particle composites sliding against automobile friction material, tribology international 43 2010

[17] n. natarajan, s. vijayarangan, i. rajendran, wear behaviour of a356/25sicp aluminium matrix composites sliding against automobile friction material, 2006.

[18] G.straffelini, l.maines, the relationship between wear of semi metallic friction materials and pearlitic cast iron in dry sliding, .2013

CHAPITRE III

Matériaux étudiés

Et

Techniques expérimentales

Introduction

L'objectif de ce chapitre est de présenter les poudres utilisées et l'ensemble des techniques expérimentales pour l'élaboration des échantillons des alliages. Un aperçu est donné sur les méthodes de caractérisation utilisées dans le cadre de ce travail afin d'identifier l'évolution des microstructures et des propriétés mécaniques. Finalement la présentation de conditions tribologiques pour les tests d'usure.

III-1 Matériaux

Le choix des matériaux dont se compose nos alliages (carbure de fer (Fe_3C), tungstène(W), le nickel(Ni) et le cobalt (Co)) est motivé par trois critères :

- Vu l'utilisation très variée de ces éléments dans les alliages industriels, nous avons proposé l'élaborer des échantillons avec ces poudres par la technique de métallurgie des poudres (frittage en phase solide) ainsi d'étudier les caractéristiques mécaniques, usure et structurelle en fonction des différents paramètres de l'élaboration.
- Vu La température de frittage en phase solide de ces matériaux qu'est relativement basse, sachant la disponibilité du matériel de l'élaboration et caractérisation des différentes essais ;
- Vu l'importance et les bonnes propriétés mécaniques, résistance d'usure des éléments d'addition (W, Ni, Co) dans les alliages à base de fer.

Les matières premières qui ont été utilisées sur cinq alliages recommandés par la société chinoise (**NORINCO**) sous forme d'oxydes avec une réduction dans un four à hydrogène figure (II.1) pour obtenir des poudres avec une pureté de 99%. Avec des tailles de particules moyennes de (38-50) μm et de forme sphériques pour tous les éléments. Le tableau (II.2) présente les compositions chimiques des quatre alliages élaborés par frittage en phase solide avec des différents pourcentages de chaque élément.



Figure III.1 Four à hydrogène

III-1-1 Poudres de cémentite (Fe_3C) avec wt% de C =1.2

La cémentite est une combinaison chimique du Fer et du carbone dont le carbure le plus stable est Fe_3C . La teneur de la cémentite en carbone est de 6,67%. Sa densité élevée est de 7,82 et présente une grande dureté [1]. Sa structure cristalline diffère de celle du Fer et du carbone, elle est orthorhombique avec une maille composée de douze atomes de Fer, entre lesquels sont insérés quatre atomes de carbone ; elle peut être décrite sur la base d'un empilement compact d'atomes de Fer. Chaque atome de carbone est entouré de six atomes de Fer situés aux sommets d'un prisme triangulaire légèrement déformé

III-1-2 le tungstène.

Le tungstène a été l'un des éléments d'alliage les plus employés dans le domaine des aciers à outils en raison de son pouvoir carburigène très important. Certains aciers rapides contiennent jusqu'à 22 % de tungstène ; l'acier qui a connu le plus grand essor jusqu'à ces dernières années est celui à 18 % de tungstène, [1]. Sa très large tolérance aux variations de la température et de facilité de traitement thermique fait qu'il a été particulièrement employé. Le tungstène ne se met que très peu en solution dans la cémentite, mais donne naissance à des carbures de haute dureté conférant aux aciers une grande résistance à l'usure. De plus, il offre la possibilité de durcissement secondaire. En effet, des aciers trempés à haute température (1050 à 1200 °C) présentent au revenu un durcissement secondaire, ce qui leur donne, pour des températures allant de 500 à 600 °C, la possibilité de ralentir l'effet d'adoucissement au revenu. Cet élément permet donc aux aciers à outils de résister à l'abrasion provoquée par le frottement du matériau déformé et à l'échauffement qui en résulte.

Plus la teneur en tungstène est élevée, plus la température de fusion de l'alliage augmente,[2]. Aussi la température de la mise en solution peut être plus élevée, ce qui laisse une grande liberté dans le choix de la température d'austénitisation. Par la présence de carbures primaires, formés lors de la solidification, cet élément diminue la tendance des aciers au grossissement du grain par surchauffe. Mais sa forte masse atomique et donc la masse moléculaire élevée de ses composés en font un élément très ségrégué, d'où une augmentation sensible de l'hétérogénéité de l'acier. Les aciers à outils au tungstène sont peu sensibles à la décarburation, mais ont une résistance au choc thermique assez faible.

III-1-3 Le Nickel

A l'exception de certains aciers d'outillages à chaud, il se trouve simplement comme élément résiduel dans les aciers à outils, à des teneurs inférieures à 0,3 %. En raison de son

influence directe sur le taux d'austénite résiduelle après trempe, cet élément entraîne des difficultés de traitement thermique au revenu dans les aciers à outils chargés en carbone et éléments carburigène. Il est bon de signaler son influence favorable sur la trempabilité, la résistance aux chocs et la ténacité des calamines, ainsi que son influence plutôt défavorable sur la dureté après revenu, [3].

III-1-4 le Cobalt

Il est communément ajouté en quantités variables entre 3 et 15 %, notamment dans les aciers rapides qui travaillent dans des conditions sévères. Le cobalt est principalement en solution dans la matrice et ne modifie ni la quantité, ni la composition chimique des carbures. Mais il est clair que les propriétés de la matrice sont fortement influencées par l'addition de cobalt. Il augmente la température du liquides, ce qui permet d'effectuer la trempe à des températures plus élevées et par voie de conséquence, de mettre plus d'éléments d'alliage en solution. Il accroît la dureté à chaud dans toute l'échelle de température allant de l'ambiante à 600 °C et retarde aussi le sur-vieillessement de l'acier au-delà du durcissement secondaire. Il améliore également la résistance à l'oxydation catastrophique de l'acier lors du chauffage entre 1000 et 1100 °C, surtout pour des teneurs supérieures à 5 % par suite d'une influence directe sur la ténacité de la calamine. Par contre, il diminue la ductilité de l'acier pour des teneurs supérieures à 3 % et a une action néfaste sur la trempabilité, si bien que les nuances à forte teneur cobalt posent des problèmes d'obtention de dureté pour des outillages de dimensions importantes [3]

On a cru pendant de nombreuses années que les difficultés d'obtention des fortes duretés par revenu des aciers rapides à haute teneur en cobalt étaient liées à une influence directe de cet élément sur la stabilité de la structure austénitique ; en fait, il n'en est rien, et des travaux récents ont montré qu'il s'agissait plutôt d'un effet indirect lié à une température de chauffage plus élevée lors de la trempe et à une mise en solution plus importante du carbone et des éléments carburières .

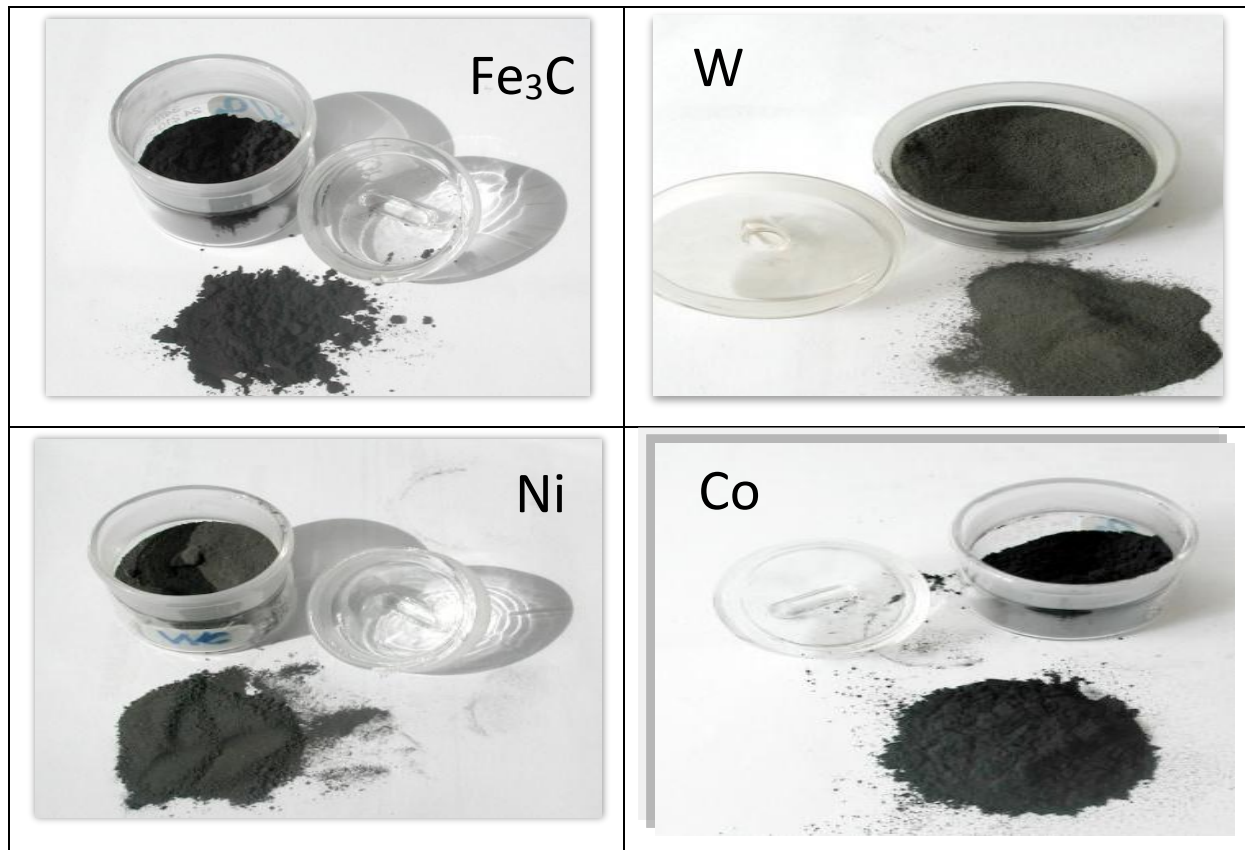


Figure III.2.les particules des poudres des alliages

III-2 Elaboration des éprouvettes

Dans ce travail, trois formes des éprouvettes sont élaborés selon les normes ISO des essais mécaniques (flexion, résilience), analyses structurales (MEB, MO, DRX) et essai d'usure.

III-2-1 Préparation des alliages

Selon les normes ISO [4],le tableau (III-1) ainsi que la figure (III-3) montre les caractéristiques et les dimensions des éprouvettes réalisées.

Le tableau (III.1) caractéristiques des éprouvettes réalisées.

Essai	Dimensions (mm)
Essai d'usure	Φ160*100
Essai de flexion	36*6*6
Essai de résilience	56 *11*11

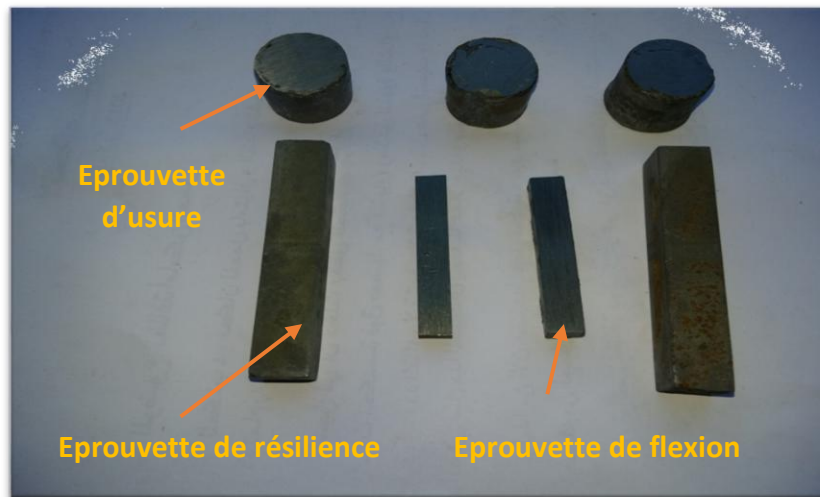


Figure III-3 les formes des éprouvettes élaborées

III-2-2 Compositions chimiques des alliages frittés.

Le Tableau (III.2) résume les compositions **chimiques** des alliages élaborés, ainsi que leurs nomenclatures adoptées par la suite. Les compositions réelles données ici ont été obtenues par des analyses chimiques réalisées par la méthode de spectrométrie **SPECTRAUX Max x AMETEK**. Bien que le mode d'élaboration choisi pour nos nuances ternaires permette de s'affranchir de toute impureté, dans nos alliages industriels, les teneurs en éléments résiduels sont négligeables.

Tableau (III.2) : composition chimiques des différentes alliages (%m)

	Fe ₃ C (%m)	W (%m)	Ni (%m)	Co (%m)
Fe ₃ C-W-Ni	85	10	5	-
Fe ₃ C-W-Co	85	10	-	5
Fe ₃ C-Ni-Co	85	-	10	5
Fe ₃ C-Ni	64	-	36	-

III-2-3 Broyage à boulets à faible énergie

Un broyage à faible énergie de 910Tr /min a été effectué sur les mélanges. Environ 200 g de poudre et de billes figure (III-4.b) ont été versés dans un tambour (broyeur) en inox, (Figure III-4 a). Le tambour ensuite déposé sur un mélangeur à rouleaux (Machine de broyage), figure (III-4.c) avec une vitesse radiale d'entraînement d'environ 0.6 Hz pendant six

heures. Les collisions entre les boulets et les particules de poudre ont permis de réduire la taille de ces particules. Ceci permet d'obtenir des particules fines, ce qui favorise la formation de phase par diffusion solide /solide plus rapide.



a) Broyeur en inox b) billes en acier rapide



C) Machine de broyage

Figure III-4 systèmes de broyage sec à bille[5].

III-2-4 Collage

La colle est utilisée essentiellement pour l'augmentation de la cohésion des poudres après pressage, afin de permettre une manipulation sans casse. On aura une bonne répartition de densité lors du pressage, car elle diminue la friction entre les grains et entre les grains et les parois de la matrice. Mais on notera comme inconvénients une augmentation de la teneur du carbone dans le mélange ainsi que l'augmentation des impuretés. La colle est composée de

caoutchouc et d'essence. Pour 1kg de mélange de poudre, on ajout 100ml de colle, Figure (III-5).

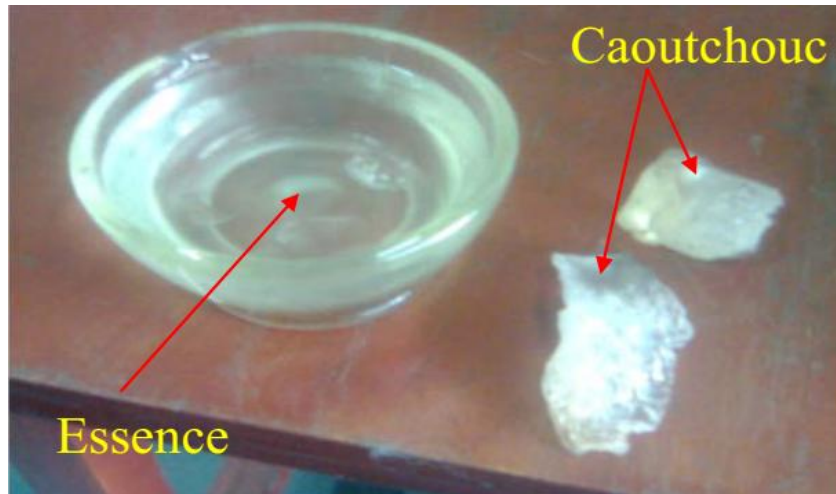


Figure III.5 La colle (caoutchouc + essence)

III-2-5 presse de compression

Pour le compactage on 'a utilisé une presse hydraulique figure (III.6), à haute pression pour l'obtention des éprouvettes selon la forme normalisée ISO. Cette étape donne la forme finale de la pièce, mais on tient toujours compte du retrait après le frittage. La pression de pressage peut atteindre 25 MPa. La presse est une presse bilatérale donc le pressage se fait en deux directions uni-axiales



Figure III-6 presse hydraulique

III-2-6 four de frittage

Pour notre étude on'a utilisé un four à résistance avec filament électrique, figure (III-7) de température maximale de 1600°C. Le four de frittage se compose de trois zones de chauffage, une première zone de préchauffage a environs 300°C, plus une deuxième dont la température n'est de 750°C et enfin la troisième zone est consacrée au frittage final.



Figure III-7 : four à résistance à filament

III-3 Techniques de caractérisations

Les paramètres d'élaboration d'un alliage par la métallurgie des poudres et leurs influences sur les caractéristiques mécaniques et microstructures, des alliages élaborés sont évalués par différentes essais mécaniques et structurales tel que la Diffraction des Rayons X (DRX), la Balayage (MEB) et la Microscopie Optique (MO).

III-3-1 Caractérisations mécaniques

III-3-1-1 Mesure de la densité

La densité a été estimée par calcul et par densimètre digital type *Voyager Pro* *Modèle : VP6102 C*. Les mesures de la masse (m) et du volume (V) des échantillons ont permis le calcul de la densité des échantillons, selon la formule

$$\rho = m / V \quad (III-1)$$

Les éprouvettes compactées ou frittées ont été pesées sur une balance figure (III-9) avec une précision de 0.00001g. Par la suite, les dimensions des éprouvettes ont été mesurées à l'aide d'un micromètre et un pied à coulisse avec une précision de ± 0.01 mm. Ces dimensions ont

ensuite été utilisées pour calculer le volume de chaque éprouvette. Le principe de mesure de la densité se base sur le Principe d'Archimède, elle est calculée par la formule.

$$\rho = \frac{A}{A-B} \rho_0 \quad (\text{III-2})$$

Avec A, B, ρ_0 étant respectivement le poids de l'échantillon dans l'air, le poids de l'échantillon dans le liquide de mesure, la densité du liquide de mesure. La détermination des deux premières grandeurs se fait à l'aide d'un système de balance **KERN ALS/PLS-A01**, Figure (III-8).



Figure III.8. Densimètre digital type Voyager Pro.

III-3-1-2 Essais de dureté HRC

Les mesures de dureté Rockwell (HRC) avec trois mesures pour chaque échantillon ont été effectuées avec une pointe de diamant en forme de cône et charge de 150N. L'échelle HRC a été utilisée puisqu'elle couvre une plage très intéressante de valeurs de dureté, figure (III-9).



Figure III-9 Duromètre digital AFFRI

III-3-1-3 Microdureté Vickers HV.

Les indentations sont réalisées avec une charge de 100 g pour les échantillons de fer pur pendant une durée de 30 secondes. Chaque valeur correspond à la moyenne de trois mesures réalisées au hasard sur la surface de l'échantillon. Les mesures de micro dureté ont été effectuées avec un appareil construit par la compagnie (AFFRI -DM2D) assisté par ordinateur et du logiciel d'analyse d'images de Clemex (Scientifique Image Analysis for Microscopy), figure (III-10). La sensibilité de cette technique diminue lorsque la taille de l'empreinte de micro dureté diminue puisque l'erreur relative sur la mesure de l'empreinte augmente lorsque sa taille diminue. Ainsi, il est essentiel d'obtenir les empreintes les plus grandes possibles. Deux conditions doivent être respectées pour que la mesure soit conforme à la norme ASTM E384 [6], la première est que la diagonale d'une empreinte de micro dureté doit mesurer minimalement $20\mu\text{m}$, la seconde est que la distance entre 2 empreintes (ou entre l'empreinte et le bord de l'échantillon) doit être 2.5 fois la diagonale de la plus grande empreinte.



Figure III-10 Duromètre AFFRI DM2D

III-3-1-4 Traitement thermique

Pour notre étude on'a utilisé un four de trempe sous vide. Pour améliorer les caractéristiques mécaniques et structurales des échantillons élaborée après frittage. Leurs propriétés mécaniques sont étroitement liées à la microstructure des alliages, à ses compositions chimiques et aux traitements thermiques appliqués [6]. Les éléments d'alliages, entrant en solution solide interstitielle ou substitutionnelle, jouent un rôle prépondérant dans les différentes transformations de phases des aciers. L'étude de leur rôle, de leur influence et des conditions dans lesquelles elles surviennent constitue donc une étape incontournable dans la compréhension des différentes propriétés d'un alliage. Ces éléments influent sur les

différentes propriétés en modifiant les transformations, leur cinétique, et par conséquent, les microstructures obtenues.

III-3-1-4 -1 Trempe

Il est nécessaire d'effectuer les traitements thermiques pour améliorer les propriétés mécaniques des alliages obtenues. La trempe a pour but d'augmenter la dureté et améliorer les caractéristiques mécaniques des pièces. La température de chauffage est estimée à 1250C° dans un four de trempe sous vide **BMI micro 30-45**.

III-3-1-4-2 Revenu

Le revenu s'effectue après trempe dans un four électrique à bain de nitrate de sodium à une température de 180 C°, afin de produire un durcissement structural et diminuer la fragilité de la pièce ainsi pour éliminer les contraintes résiduelles.

III-3-1-5 Essais de flexion

Selon la méthode normalisée EN 23 327 (ISO 3327), une éprouvette de (35*5*5) chanfreinée de longueur spécifiée et de section carrée est placée sur deux appuis, ensuite chargée en son centre jusqu'à la rupture. La résistance à la flexion est définie comme étant la médiane de plusieurs essais. La déformation plastique produite en fin d'essai n'est en général pas prise en compte étant donné qu'elle ne se rencontre que dans les alliages les plus tenaces. Les éprouvettes peuvent être soit brutes, soit rectifiées. Cinq échantillons ont été testés pour le calcul des valeurs moyennes.

Energie nécessaire
$$\sigma = \frac{3*P*L*K}{2*e*b^2} \text{ (III.3)}$$

La flexion c'est l'essai le plus utilisé pour obtenir la valeur du facteur d'intensité de contrainte critique K_{1c}. Ce le paramètre caractéristique de la propagation des fissures dans les solides. Il permet, en effet, de déterminer le niveau de contrainte nécessaire pour initier une fissure, ainsi que l'énergie nécessaire pour la faire propager (moyennant le calcul du taux de restitution d'énergie), [7].

L'essai est normalisé et entièrement décrit dans la norme ASTM E 399. Il consiste à solliciter un barreau entaillé, en flexion trois points ou en flexion quatre points. Le barreau est sollicité jusqu'à la rupture. La Figure (III-11) présente le principe de l'essai de flexion 3 points. Sur machine d'essai hydraulique universel WE-10K au cours de l'essai, nous mesurons

l'effort et le déplacement du point de chargement. La valeur à la rupture de l'effort nous permet de calculer KIC.



Figure III-11 machine d'essai hydraulique universel WE-10K

III-3-1-6 Essais de résilience

L'essai de résilience est un complément à l'essai de traction. Il s'agit de rompre d'un seul coup une éprouvette entaillée afin de mesurer l'énergie nécessaire pour effectuer cette rupture selon la norme NF EN 10045-1[7]. Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes normalisées de longueur 55 mm et de section carrée de 10 mm de côté, dont l'entaille est de forme U et de profondeur 2 mm. Les valeurs de résilience, figure (IV.9), confirment les résultats des essais de flexion à grande vitesse de déformation et nous permettent d'établir un premier classement des différents alliages. Le terme de résilience est réservé à l'énergie de rupture obtenue avec une éprouvette à entaille en U et divisée par la section sous entaille. Après avoir été exprimée en kgm/cm^2 , elle a été notée KCU et exprimée en J/cm^2 . Certains puristes voulaient réserver l'appellation Charpy de l'éprouvette avec entaille en U, mais les normes actuelles considèrent que cette appellation s'applique aussi bien aux éprouvettes avec entaille en U qu'en V.

$$\text{Énergie nécessaire} = \frac{\text{travail}}{\text{section}} \quad (\text{III-4})$$

Les essais de résilience permettent de caractériser la fragilisation d'un matériau. Ils consistent à rompre une éprouvette entaillée (l'entaille a pour but de fragiliser le matériau) sous l'impact d'un « mouton-pendule ». On mesure l'énergie absorbée par la rupture, ce qui permet de remonter à la résilience des matériaux (énergie absorbée ramenée à la surface (en J/cm^2)). Cet essai permet également d'accéder au taux de rupture fragile (cristallinité-évalué

par l'opérateur ou par analyse d'images) ou à l'expansion latérale des éprouvettes suite à la rupture., Pour cela, on'a utilisé une machine d'essai de choc semi- automatique, figure (III.12) [7].Un point important est que ces essais caractérisent les deux phases : initiation et propagation de la rupture, en outre, les valeurs d'énergie obtenues dépendant de différents phénomènes et paramètres, tels que la géométrie de l'éprouvette et du couteau, une plastification potentiellement intense (si le matériau n'est pas fragile), la rupture proprement dite...ainsi, cet essai a une nature plus comparative que caractéristique du matériau lui-même.



Figure III-12 machine d'essai de choc semi-auto

III-3-2 caractérisation microstructurale

III-3-2-1 analyse des compositions chimiques

La composition chimique des alliages frittée est analysée avant et après le frittage pour confirmer les compositions. L'analyse de carbone a été faite à l'aide d'un analyseur de carbone (*VECSTART-FUR NACEDS*) tandis que pour les autres éléments on a utilisé un spectromètre *SPECTRAUX Max X AMETEK*

III-3-2-2 Polissage et préparation des surfaces

Les procédures de polissage et préparation des surfaces des métaux en poudre sont les mêmes appliquées que celles de la préparation des échantillons en lingot. Le polissage plan des grands volumes d'échantillons de matériaux >150 HV peut être réalisé sur une meule de polissage en oxyde d'aluminium ou sur un disque de polissage diamanté (MD-Piano). Le polissage plan des matériaux (<150 HV) peut être accompli sur papier de carbure de silicium. Pour le polissage fin diamanté, le disque de polissage fin (MD-Allegro) est adéquat pour les matériaux dont la dureté (>150 HV), et (MD-Largo) pour les matériaux <150 HV. Ceci est

suivi d'un polissage diamanté $3\mu\text{m}$ soigneux, puis d'un bref polissage final à $1\mu\text{m}$. Comme l'un des objectifs majeurs de la préparation d'un échantillon de poudre métallurgique est l'exposition de sa porosité vraie, il ne faudra pas négliger l'étape de polissage diamantée qui devra être suffisamment allongée pour atteindre cet objectif, [8].

Avant l'examen métallographique, il faut faire un polissage pour la bonne détermination et la distinction des différentes phases comme la porosité et les joints des grains. Pour les pièces avant traitement on a fait un polissage manuel on utilisant des papiers abrasifs, figure (III.13). Tandis que pour ceux après traitement, il est nécessaire d'utiliser un polissage automatique car ça nécessite une grande durée pour avoir le bon état de surface

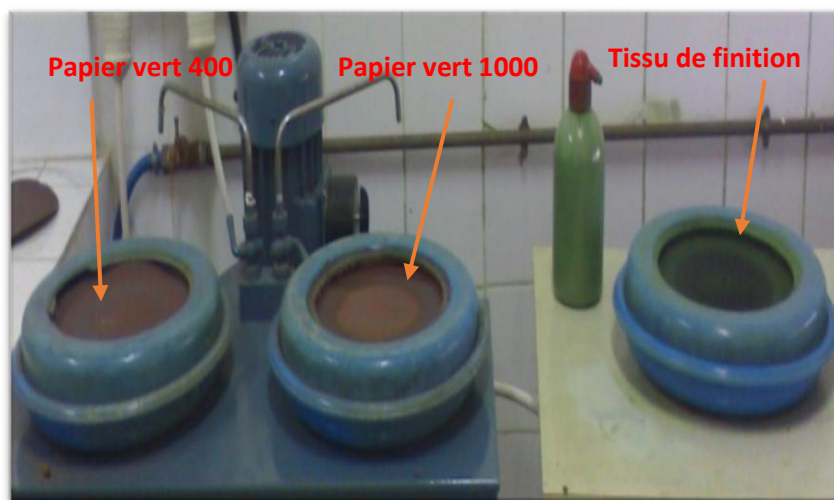


Figure III.13 disque de polissage manuel

Comme les aciers à outils sont durs, un pré-polissage fin diamanté sera bien plus efficace et économique qu'un pré-polissage sur papier SiC. Parfois, un polissage final aux oxydes, après l'étape de polissage diamanté peut se révéler utile pour accentuer le contraste et faciliter l'identification des carbures.

III-3-2-3 Attaques chimiques

Les échantillons à base de fer ont été attaqués au Nital 4% (4 ml HNO_3 par 96 ml CH_3OH) pendant 10 à 15 secondes [8]. Une attaque chimique permet de mettre en évidence les différentes phases constituant les matériaux ainsi que les contours granulaires et certains défauts. Préalablement les échantillons élaborés par frittage ont été découpés puis enrobés à froid sous vide dans une résine époxy. Un polissage semi-automatique a été réalisé avec des papiers SiC et des papiers feutres avec ajout de suspensions de diamant..

III-3-2-4 La microscopie optique

La microscopie optique a été utilisée pour observer la microstructure des échantillons frittés. Elle permet d'identifier l'emplacement des phases telles que la martensite, la perlite et le bainite dans d'acier à outil frittée par rapport à chacun des constituants microstructuraux. La figure (III.14) présente le microscope optique (OLYMPUS- BXSAM) utilisée pour toutes les analyses de porosité et observation des phases des différents alliages.

Cette méthode d'observation est utilisée pour étudier la microstructure des alliages avec un grossissement allant jusqu'à 1500 μm . Cependant, la mise en évidence des anciens grains austénitiques à partir des structures martensitiques, s'est révélée un point délicat, c'est pour cela que plusieurs attaques chimiques ont été testées avant d'obtenir des résultats satisfaisants. Avant chacune des attaques employées, la surface des échantillons a été polie jusqu'à l'obtention d'un état de surface miroir. L'approche de la détermination des joints de grains par cette technique est possible mais reste complexe à mettre en œuvre, puisqu'il faut reconstruire la phase mère en fonction de l'orientation des différents variant de la martensite

. Elle permet d'identifier l'emplacement des phases telles que la martensite, la perlite et le bainite dans d'acier à outil frittée par rapport à chacun des constituants microstructuraux. .

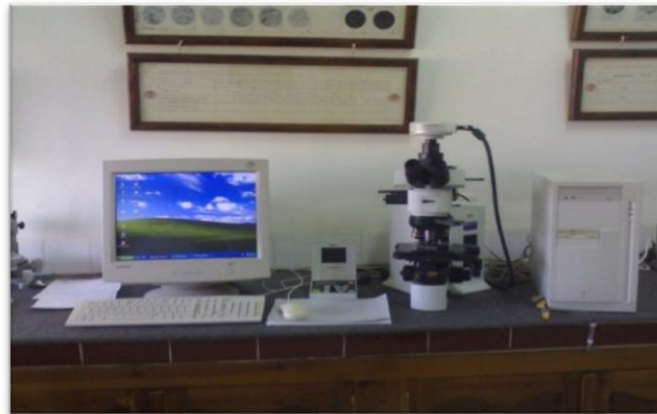


Figure III.14 microscope optiques (OLYMPUS- BXSAM)

III-3-2-4-1 mesure de la porosité

Les premiers travaux effectués sur l'analyse de la limite d'endurance des aciers de la métallurgie des poudres montrent que le facteur principal influençant la limite d'endurance des aciers est le pourcentage de porosité dans l'échantillon. Il est généralement convenu que la limite d'endurance varie de façon exponentielle en fonction de la densité (German & Quesney, 1998) [8].

Le taux de porosité varie proportionnellement suivant le pressage et la température du frittage. La porosité totale des matériaux frittés dépend de leur densité, conformément à la formule suivante :

$$P\% = \frac{(D_{\text{massif}} - D_{\text{fritté}})}{D_{\text{massif}}} \quad (\text{III-5})$$

III-3-2-5 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le Microscopie Electronique à Balayage (MEB) utilisé pour notre étude est un **MEB JEOL JSM-6063** en mode électro-diffusé. Les échantillons étant conducteurs, l'observation des surfaces polies est effectuée en mode électro-diffusé qui permet de faire ressortir un contraste en fonction du numéro atomique des éléments présents. Les éléments lourds donneront un signal intense et donc une zone claire, alors que les éléments légers donneront un signal faible et donc une zone sombre, ce qui correspond à une cartographie de numéro atomique. Ce mode de fonctionnement est le mieux approprié pour une analyse d'image d'un échantillon de composition hétérogène. L'identification des éléments présents est assurée par microanalyse EDS.

La morphologie de surface est souvent étudiée à partir des images obtenues avec les électrons rétrodiffusés ayant une faible énergie. 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 analyses dispersives en énergie (EDS) couplées avec le MEB nous ont permis d'évaluer la composition chimique et d'avoir une première estimation du niveau des alliages. Pour l'analyse des coupes transverses par cette technique, un protocole de préparation de surface a été mis en place. La face à analyser est ensuite polie avec papier abrasif au carbure de silicium de grade 2400 (granulométrie de 15 μm). Les analyses sont effectuées au sein du laboratoire des Sciences et de Génie des Matériaux (LSGM) de la Faculté de Génie Mécanique et Génie des Procédés, USTHB, Bab Ezzouar

III-3-2-5-1 Spectrométrie aux rayons X en sélection d'énergie (EDS)

La spectrométrie à dispersion des énergies a été utilisée conjointement au MEB pour identifier les éléments présents dans les principaux constituants microstructuraux. Les électrons primaires envoyés sur l'échantillon observé interagissent de plusieurs façons avec lui. Une de ces interactions consiste à ioniser les atomes qui font partie de l'échantillon. Un

rayon X peut être créé suite à des transitions électroniques. La technique EDS jumelée à la technique MEB est très utile puisqu'elle permet d'exécuter des microanalyses chimiques de régions dont l'endroit est précisément connu. Les analyses EDS ont été conduites à une tension d'accélération de 19Kervadec un MEB muni d'un filament de tungstène. Des ratios d'intensité ont été calculés à partir des spectres EDS obtenus.

III-3-2-6 Diffraction aux rayons X

La diffraction aux rayons X est une autre technique intéressante permettant la caractérisation de l'alliage. L'avantage essentiel de cette méthode est que l'analyse est rapide, sans une préparation préalable. En général la valeur de l'intensité des pics est déterminée en mesurant la largeur à mi-hauteur du pic de Bragg d'intensité maximale. La formule de Scherrer permet de mesurer les dimensions inférieures au micron [9].

$$d m = \frac{\lambda K}{B \cos \theta} \quad (\text{III.6})$$

Où

λ : Longueur d'onde des rayons X ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$)

dm : Diamètre des particules

B : Largeur à mi-hauteur du pic

Θ : Position du pic (Angle de Bragg)

K : Constante de Scherrer lorsque la largeur mesurée est à mi-hauteur du pic de diffraction).

Nous avons utilisé un diffractomètre PHILIPS, équipé d'une anticathode de cuivre (raie $K\alpha$, $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$) dans le mode normal couplé. Lorsque l'échantillon tourne d'un angle θ autour de l'axe du diffractomètre, le détecteur recueille les ondes diffractées selon un angle 2θ . Dans cette étude, le diffractomètre a été utilisé dans le but de caractériser les particules de poudres frittée dans différentes alliages.

La plupart des diagrammes de diffraction ont été enregistrés selon le programme suivant :

- Angle de balayage : $00^\circ \leq 2\theta \leq 100^\circ$

- Pas en 2θ : $0,02^\circ$

- Temps de balayage 25min.

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), laboratoire de département de métallurgie de l'université de Biskra Figure (III.15).



Figure III-15 : Diffractomètre de type PANalytical X'Pert PRO.

III-4 les tests tribologiques

L'usure ou le frottement dépend de plusieurs paramètres tribologiques qui sont interdépendants les uns des autres tels que la charge appliquée, la vitesse de glissement, la dureté des alliages, etc. Ceci rend l'étude du frottement et de l'usure au niveau du laboratoire assez spécifique, puisqu'il est difficile de reproduire, du point de vue expérimental, les mêmes conditions que celles dans lesquelles évolue un équipement industriel. Il existe de nombreuses méthodes d'essais tribométriques. Les plus courantes pour les études fondamentales utilisent des tribomètres de laboratoire: essai pion-disque, essai bloc sur cylindre, essai unidirectionnel ou essai à mouvement alterné sur une plaque et l'essai des quatre sphères. Nos essais ont été réalisés, à sec, sur un tribomètre de type bille/échantillon spécialement conçu à cet effet.

Le taux d'usure est traduit par une perte prépondérante. Pour évaluer l'influence des conditions opératoires sur l'évolution de l'usure, des mesures gravimétriques à l'aide d'une balance électronique avec une précision de 1×10^{-4} g avant et après l'essai ont été réalisés pour chaque échantillon. La différence entre les deux pesées détermine la perte de masse Δm . Le taux d'usure W_s pour la distance parcourue de glissement la bille et une perte de masse Δm dont la densité se calcule par la formule suivante :

$$W_s = \Delta m / \rho L \quad (\text{III.7})$$

III-4-1 Présentation des tribomètres CSM

En tribométrie, une bille, une pointe ou un plan est placé en contact avec la surface de l'échantillon sous une charge prédéfinie. Le dispositif est monté sur un bras de levier, qui est associé à un capteur de déplacement figure (III.16). Le coefficient de frottement est déterminé

durant le test en mesurant la déflexion de ce bras élastique. Les taux d'usure pour la bille et l'échantillon sont calculés en déterminant la perte de volume durant le test. Cette méthode simple facilite l'étude des mécanismes de frottement pour une grande variété de couple de matériaux avec ou sans agent de lubrification. En outre, le contrôle des paramètres de test tels que la vitesse, la charge de contact, la fréquence, la durée de test ainsi que les paramètres environnementaux (température, hygrométrie, lubrification), permettent de reproduire les sollicitations réelles d'utilisation de ces matériaux. Ces tribomètres sont spécialement conçus pour la mesure précise des forces mises en jeu. Les instruments peuvent assurer un déplacement rotatif ou alternatif de l'échantillon.

Les instruments de CSM peuvent être équipés de capteur de profondeur afin de connaître en temps réel les propriétés abrasives du système. Enfin, une option de conductivité électrique permet de qualifier les performances tribologiques de couches isolantes sur substrats conducteurs.



Figure III.16. Tribomètre (Bille-Disque/Pion-Disque)

III-4-2 Mesure de la rugosité

Pour mesurer la rugosité des surfaces des différents échantillons, un pré-polissage a été effectué à l'aide des papiers abrasifs de granulométrie (400, 800 et 1000), [10]. Le rugosimètre (Mitutoyo-sufftest-211), présenté sur la figure (III-17) est composé d'un stylet qui se déplace mécaniquement sur une surface pour enregistrer une « image » de la rugosité de la surface sur une longueur d'échantillonnage déterminée, tableau (III-3.)

Tableau (III-3) les différents états des surfaces

	▽3	▽4	▽5	▽6	▽7	▽8	▽9	▽10	▽11	▽12
Ra	20	10	5	2.5	1.25	0.63	0.32	0.16	0.08	0.04
	13	6.7	3.3	1.67	0.8	0.4	0.2	0.1	0.053	0.027
Rc	80	40	20	10	6.3	3.2	1.6	0.8	0.4	0.2
	54	25	13	7.5	4.1	2	1.0	0.6	0.27	0.13



Figure III.17. Le rugosimètre (Mitutoyo-sufftest-211).

III-5-3 Les conditions des tests

Les essais tribologiques ont été réalisés à l'aide d'un tribomètre de marque CSM Instrument assisté par ordinateur en configuration pion-plan installé à l'école nationale des mines Annaba.

L'échantillon est animé d'un mouvement rotatif, en contact avec une bille en carbure (100C6). Tous l'ensemble est monté sur un bras élastique pour une distance de 26 mm qui correspond approximativement à 15 min. Par conséquent, le coefficient de frottement (μ) sera déterminé. Les conditions de travail sont les suivantes :

- La température (25°C).
- les charges appliquées : 7N, 10N
- les vitesses de rotation : 3cm/s et 5cm/s.
- Distance parcourue : 25m

Référence III

- [1] Islam moussaoui. Étude théorique de quelques combinaisons chimiques dans les matériaux métalliques. Thèse 2010.
- [2] T. Tsakalakos: Phase transformations in solids, Article: electronic structure and stability of vacancy – ordered compounds of transition metal Carbides and Nitrides, Symposium June 1983.
- [3] A. Roos, B. Milet : Précis de Métallurgie appliquée, 3ème Edition, Editions Techniques et documentation- Lavoisier, 1982
- [4] Lahcene. Mebarki. Contribution à l'étude de précipitation du carbure dans les aciers fortement alliés (frittée) Thèse 2014.
- [5] R. J. Borg and G.J.Dienes: The physical chemistry of solids, Editions Academic press. Inc, 1992
- [6] J. Philibert et Cie : Métallurgie du minerai au matériau, Editions Masson, 1998.
- [7] Philippe Beaulieu, développement de nouvelles poudres d'acier à outils pour des applications de résistance à l'usure à haute température thèse 2012.
- [8] Olivier Sioui-Latulippe, 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 thèse 2013.
- [9] ASTM International, "Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials," ASTM International, ASTM E384, 2011
- [10] DJAFRI Mohammed. Etude numérique et expérimentale du comportement tribologique des contacts glissant - application aux freins à disques. Thèse 2015

CHAPITRE IV
Résultats expérimentaux
Et
Discussions

Introduction

Dans ce chapitre, Un nouvel alliage d'acier à outils a été élaboré et développé industriellement par frittage en phase solide à 1350°C. Les étapes de développement de pièces résistantes à l'usure est le développement d'alliages contenant la poudre Fe₃C pour augmenter les propriétés des pièces élaborées à partir de ces mélanges. L'effet de différents paramètres sur les caractéristiques mécaniques et la morphologie structurelles des alliages qui l'objet de cette étude.

IV-1 Élaboration d'un alliage à base de fer par frittage en phase solide

IV-1-1 Matériaux et conditions expérimentales

Les comportements mécaniques et métallurgiques des alliages à base de fer fritté obtenus par la métallurgie des poudres dépendent de plusieurs facteurs tels que la nature, la taille des particules des éléments d'additions, la pression appliquée et la température de frittage. Les alliages à base de fer avec l'addition du tungstène nickel et le cobalt ont été élaborés par frittage en phase solide à une température de 1350°C et une pression de 25MPa. La composition chimique de chaque alliage est donnée dans le tableau IV.1.

Tableau IV.1.Composition chimique des alliages utilisés

	Fe ₃ C (%m)	W (%m)	Ni (%m)	Co (%m)
Fe ₃ C-W-Ni	85	10	5	-
Fe ₃ C-W-Co	85	10	-	5
Fe ₃ C-Ni-Co	85	-	10	5
Fe ₃ C-Ni	64	-	36	-

IV-1-2 Préparation des poudres des différents alliages

Pour cette étude, nous nous sommes intéressés à différentes classes des alliages ternaires de haute pureté et une densité élevée, de types Fe₃C (Fe -1.2%C) + X, où X représente W, Ni, Co et de 1.2% de carbone afin d'obtenir des structures comparables pour l'ensemble des alliages étudiées, Les alliages ont été élaborés au laboratoire de l'unité carbure (**Etablissement des réalisations industrielles de seriana- Batna**). Les pourcentages des éléments chimiques (W, Ni et Co) sont ajoutés suivant plusieurs tentatives afin de garder la matrice toujours à base de fer (Fe₃C) et les autres éléments entre 5% et 15%.

IV-1-3 Les étapes de préparations des mélanges

- ✓ Préparation des poudres Fe₃C. W. Ni et Co
- ✓ Préparation des mélanges
 - Alliage (Fe₃C-W-Ni) [1]
 - Alliage (Fe₃C-W-Co)
 - Alliage (Fe₃C-Ni-Co)
 - Alliage (Fe₃C-Ni)
- ✓ Un broyage à sec
- ✓ collage
- ✓ Pressage
- ✓ Frittage
- ✓ Caractérisations

IV-1-4 Préparation de la poudre de carbure de fer Fe₃C

IV-1-4-1 Vérification du taux d'oxygène dans les poudres

Mesure des masses de Fe₃O

- Masse de l'assiette vide = 15,99g
- Masse de l'assiette remplie = 18,450g
- Masse de Fe₃O = 2,4591g

Pour la réalisation de nos essais l'échantillon est enfourné dans un four à température de 1100°C pendant une durée de 1 heure, ensuite on procède au refroidissement de ce dernier par l'hydrogène jusqu'à une température de 40°C et puis on mesure de nouveau la masse [1] qui nous donne une différence de masse $\Delta m = 0,0119g$

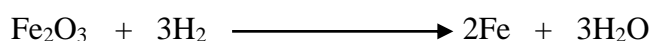
Masse de : Fe₃O = 2,4591g \longrightarrow 100%

$\Delta m = 0,0119g$ \longrightarrow x%

$$X\% = O_2 = 0,484\%$$

La présence d'un tel pourcentage d'oxygène dans la composition influe sur les résultats voulus ; pour éliminer ce dernier nous procédons à ajouter en excès du carbone pour avoir un dégagement du CO₂ restant après réduction par l'hydrogène dans le but d'obtenir Fe₃C qui se forme en deux étapes principales :

- Réduction du trioxyde de fer par l'hydrogène



- Mélange et carbonisation :



IV-1-4-2 Vérification du taux de carbone dans la cémentite (Fe₃C)

Pour la réalisation de ce dernier, le traitement a été réalisé dans un four tubulaire à une température de 1200°C afin de réduire le C qui se dégage sous forme de CO₂ suite à un courant d'oxygène à travers un tube où se trouve l'échantillon [1]. La différence du volume avant et après l'absorption du gaz de CO₂ avec une forte base (KOH) va nous permettre de calculer le volume du CO₂ absorbé suivant le pourcentage du carbone. Pour des résultats acceptables de la perte de masse de la poudre on a réalisés trois essais comme le montre le tableau IV.2

Tableau IV.2 Les masses des essais

	1 ^{er} Essai	2 ^{eme} Essai	3 ^{eme} Essai
Masse (g)	0,5178	0,4959	0,532

- Température = 20°C
- Pression = 79,9 atm = (1000-79,9)*0,75=690,15 mm Hg

Pour un couple (T, P) on relève sur une fiche technique le coefficient correspondant : C = 0,9105

D'où ; $V(\text{CO}_2) = (V1 - V2) * C$ V1 : volumes avant absorption de CO₂ %C = V_{CO_2} / M_c

V2 : volumes après absorption de CO₂ M_c : masse de la poudre

Tableau IV.3 Les pourcentages de carbone mesuré

V1	1,09	0,85	0,92
V2	0,38	0,25	0,23
% C	1,24	1,19	1,18

Donc il est clair que le taux de carbone dans nos alliages ne dépasse pas 1,2% c'est-à-dire on reste toujours dans le cadre des aciers.

IV-1-4-3 Calcul des masses de la poudre des échantillons

D'après les dessins de définition des échantillons utilisée dans nos essais (flexion, résilience et usure) suivant les normes ISO, on peut calculer leurs masses on utilisant les formules suivantes tableau IV.4.

➤ **Pour flexion et résilience** $m = V * \rho$ $V = L * l * e$

m : masse, L : longueur, V : le volume, l : largeur, e : épaisseur.

➤ **Pour l'usure** $m = V * \rho = 2 \pi R^2 * h$

ρ : masse volumique, R : rayon, h hauteur,

Tableau IV.4- Les masses des échantillons

	Essai de flexion	Essai de résilience	Essai d'usure
Masse nécessaire(g)	16	60	20
Masse nécessaire(g)	13±2	75±2	20±2

IV-1-4-4 Dimensions des échantillons

Le Tableau IV.5 représente les dimensions des différents échantillons avant et après frittage.

Tableau IV.5 Dimensions des échantillons après frittage

	Essai de flexion	Essai de résilience	Essai d'usure
Dimensions (mm)	36*6*6	57*11*11	Φ17*13
Dimensions (mm)	35*5*5	55*10*10	Φ15*12

Le coefficient de retrait déterminé après frittage est comme suite :

- Les échantillons d'essai de flexion : 0.7
- Les échantillons d'essai de résilience : 0.9
- Les échantillons d'essai d'usure : 0.8

IV-2 Caractéristiques mécaniques des alliages élaborés

Plusieurs propriétés mécaniques ont été évaluées pour différentes conditions après (frittage en phase solide à 1350°C et trempe à 1250 °C avec un revenu de 180°C) pour tous les alliages à base de fer élaborée.

IV-2-1 La densité

Les résultats montrent que l'utilisation de la poudre de fer frittée permet d'augmenter la densité à une valeur plus proche à celle des aciers coulés dont la densité est de 6 à 6.8.g/cm³ presque pour tous les alliages élaborés avant frittage et de 6.8 à 7.6g/cm³ après frittage (tableau IV.6). L'alliage dont la composition de 85% m de poudre de Fe₃C, 10% m de poudre de W et de 5% m de poudre de Ni présente une grande densité par rapport aux autres. Les histogrammes sur la Figure (IV.1) montrent également que la stabilisation et le rapprochement de la densité verte sur tous les points mesurés des échantillons, ce qui signifie que cet alliage est homogène, la pression ainsi que la température de frittage sont suffisantes.

Tableau IV.6-les valeurs de la densité avant et après frittage

	Fe ₃ C-W-Ni	Fe ₃ C-W-Co	Fe ₃ C-Ni-Co	Fe ₃ C-Ni
Densité à vert	6.6	6.2	6.6	6.6
Densité après frittage	7.6	7.4	7.2	7.2

Suivant les résultats de la densité Tableau IV-6, on remarque que cette dernière varie suivant le changement des éléments d'addition tels que le nickel (Ni) avec le cobalt(Co) ou le tungstène (W) avec le nickel (Ni). Ces résultats montrent également que la densité augmente lorsque le teneur de poudre W augmente par rapport Ni et le Co. C'est à dire que la cohésion atomique entre les grains de tungstène et le nickel W / Ni est meilleur que W / Co et Ni/Co par rapport aux autres alliages élaborés ainsi que la pression et la température de frittage suffisant pour ces alliages.

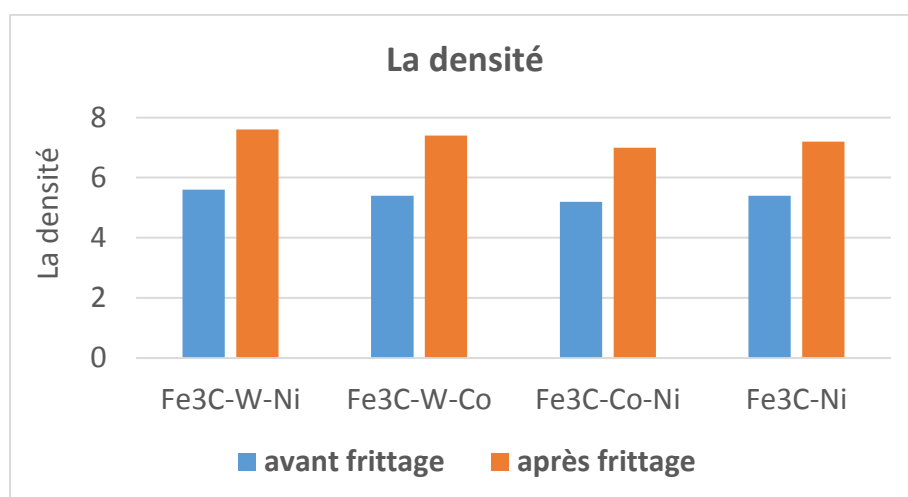


Figure IV.1. L'évolution de la densité d'alliages avant et après frittage

La Figure IV.1 montre que les alliages de tungstène et de nickel ont de meilleures densités vertes que les alliages de tungstène et de cobalt avant frittage. Les micrographies de porosité des alliages nickel après frittage sont présentées sur la Figure IV.10. Les résultats des histogrammes des alliages de cobalt sont effectivement plus poreux que les alliages nickel. Pour la densité verte avant de frittage de l'ordre de (6 -6.8. g/cm³). Suivant les histogrammes on observe que la densité des différents alliages augmente dans le domaine (7 -7.6 g/cm³) après frittage [2]. L'obtention de la densité dépend de la composition chimique et la pression utilisée pour les compositions importantes (10% W et 10% Ni) et par contre, cette valeur est réduite quand le nickel diminue à 5% et qui correspond à la densité de l'alliage élaboré. L'augmentation de la densité est due à la réorganisation des particules au cours du frittage [3].

D'autre part, on remarque que la valeur de la densité est fonction de la composition chimique c'est-à-dire plus le nickel augmente, la densité diminue. Cette variation est due certainement à la différence de densité entre le nickel et le cobalt étant donné que le cobalt possède une faible densité, son ajout fait donc diminuer la densité de l'alliage. D'après les résultats de densité et les retraits dimensionnels des différents échantillons, on remarque que la variation des résultats pour des répétitions est significativement plus basse pour des temps de frittage plus longs et de température plus élevée. Peu importe l'alliage, on remarque toujours une tendance à diminuer la variation pour ces conditions.

IV-2-1-2 la dureté

La dureté des échantillons après frittage et une trempe à 1250°C a été mesurée à l'aide d'un duromètre pénétrateur de mode Rockwell HRC de charge de 150 kg de marque AFFRI-digital. Nous avons enregistré que les deux alliages qui présentent une meilleure dureté est

ceux de composition $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$ (68HRC), Tableau IV.7, ainsi celui de composition $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$ (64.HRC). Ceci s'explique par le fait que la cohésion entre le composant de Ni est meilleur que celui du Co. Cela est dû principalement à l'effet de la porosité des échantillons. Une tendance à générer un durcissement secondaire d'élément W et à former des carbures primaires du type M_6C [4] qui permettent de diminuer la tendance au grossissement de grain par surchauffe.

Tableau IV.7 Les résultats de dureté avant et après la trempe

	$\text{Fe}_3\text{C}-\text{W}-\text{Ni}$	$\text{Fe}_3\text{C}-\text{W}-\text{Co}$	$\text{Fe}_3\text{C}-\text{Ni}-\text{Co}$	$\text{Fe}_3\text{C}-\text{Ni}$
Avant traitement	50-54	48-52	40-44	42-46
Après trempe à 1250°C	64-68	60-64	58-62	62-66

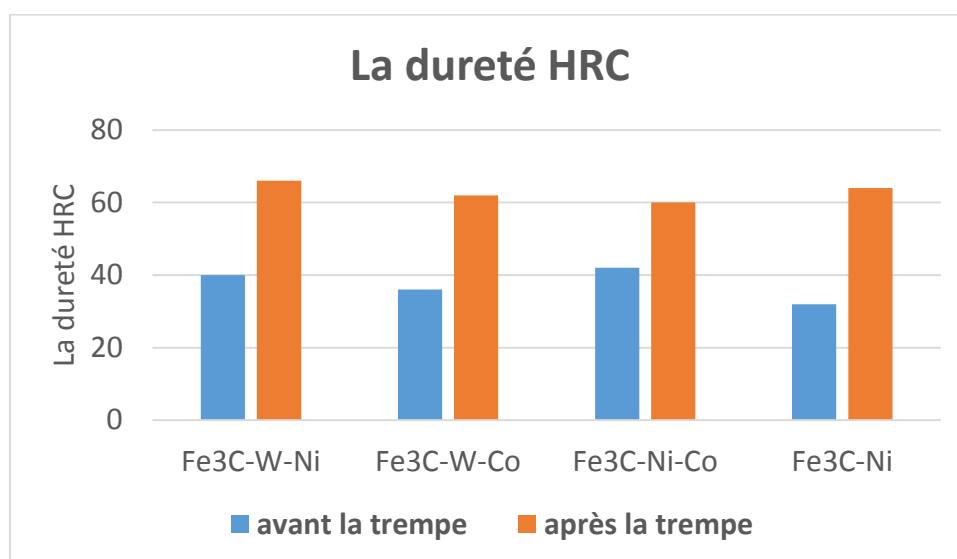


Figure IV.2. Evolution de la dureté des alliages avant et après la trempe

Le nickel c'est l'élément d'alliage le plus dominant pour ce type d'échantillons, car il augmente la trempabilité et favorise la formation de la martensite [5]. Cependant, sa faible vitesse de diffusion dans l'austénite entraîne la formation de zones riches en nickel. Cependant, aucune étude ne permet de tirer une conclusion claire sur l'influence des phases riches en nickel sur la dureté. De plus, la caractérisation microstructurale des régions riches en nickel n'est pas complète

IV-2-1-3 la microdureté

Pour les essais de la microdureté, on a utilisé un duromètre assisté par ordinateur (Vickers) de marque AFFRI-DM2D avec une charge d'essai de $P = 100\text{g}$ et le temps de pénétration est de 10 secondes. La figure (IV.3) représente les variations de la microdureté en fonction des échantillons des différents alliages élaborés. On remarque une augmentation de la microdureté jusqu'à une valeur maximale de $900. \pm 50 \text{ HV}_{0.1}$ pour l'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$. L'augmentation de la microdureté obtenue avec la température de trempe dans le cas d'échantillons d'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$, est dû à la diffusion de carbone dans le fer et à la formation et la croissance des phases de Fe/W et Fe/Ni. La vitesse d'avancement du front de réaction de l'interface vers la surface libre des échantillons, ainsi que la concentration de carbone dans le fer ont une importance sur les propriétés mécaniques et physiques des alliages. Ces données nous montrent clairement que la dureté augmente avec l'augmentation de la concentration de carbone dans fer, liée au flux de diffusion de carbone [6].

En plus, une concentration plus élevée de carbone assure une structure plus compacte (plus dense). Un autre facteur de l'augmentation de la dureté est la structure fine des échantillons traités aux températures correspondantes. L'effet des charges est improbable ou très faible, compte tenu de la charge utilisée $P = 100\text{g}$ qui est assez petite. Les alliages présentant des grains fins et faibles joints des grains contenant des vides se déforment facilement. Aussi la porosité dans les composées des alliages abaissent considérablement la dureté [6]. On souligne aussi que la température de frittage a une grande influence sur la microdureté obtenue.

Tableau IV.8 les valeurs de la micro dureté avant et après trempe

	1		2		3		4	
Trempe à 1250°C	avant	après	avant	après	avant	après	avant	après
$\text{Fe}_3\text{C}-\text{W}-\text{Ni}$	510	950	560	880	520	780	520	890
$\text{Fe}_3\text{C}-\text{W}-\text{Co}$	490	750	500	860	510	870	490	820
$\text{Fe}_3\text{C}-\text{Ni}-\text{Co}$	400	700	420	720	390	720	450	800
$\text{Fe}_3\text{C}-\text{Ni}$	420	760	430	770	450	700	440	800

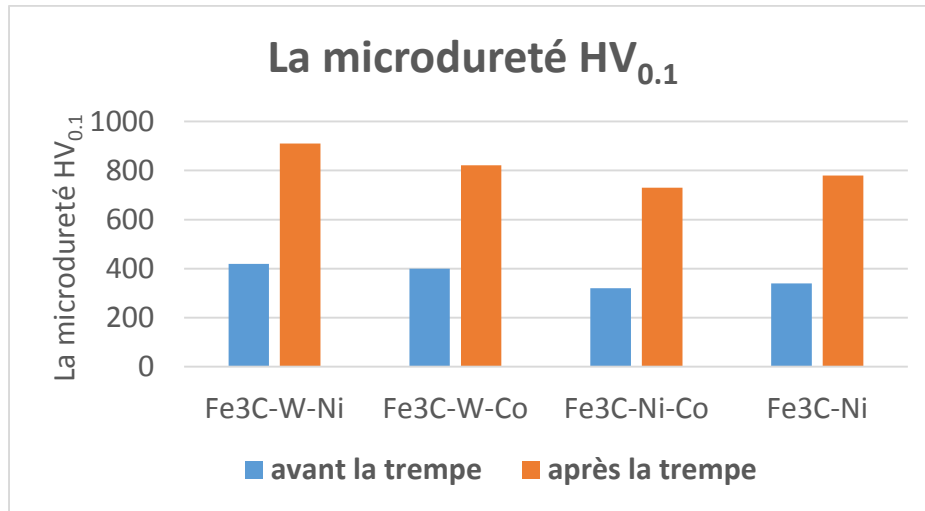
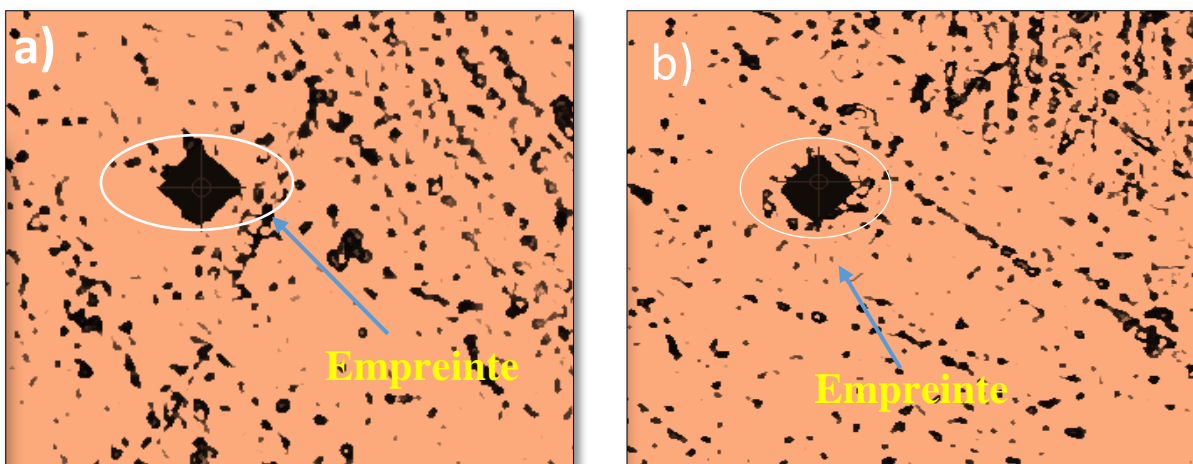


Figure IV.3. Evolutions de la microdureté des alliages avant et après la trempe

Les résultats montrent que la microdureté des alliages trempés 85Fe₃C-10W-5Ni et 85Fe₃C-10W-5Co, Tableau (IV.8) est supérieur par rapport à tous les alliages avant trempe lorsque la température de frittage et la pression appliquée est satisfait. La trempe a été efficace pour tous les alliages qui ont permis une augmentation de la microdureté des alliages de 85Fe₃C-10Ni-5Co et 64Fe₃C-36Ni, lorsque le pourcentage de carbone est suffisant, comme le montre la figure(IV.4) par la méthode de l’empreinte d’indentation.



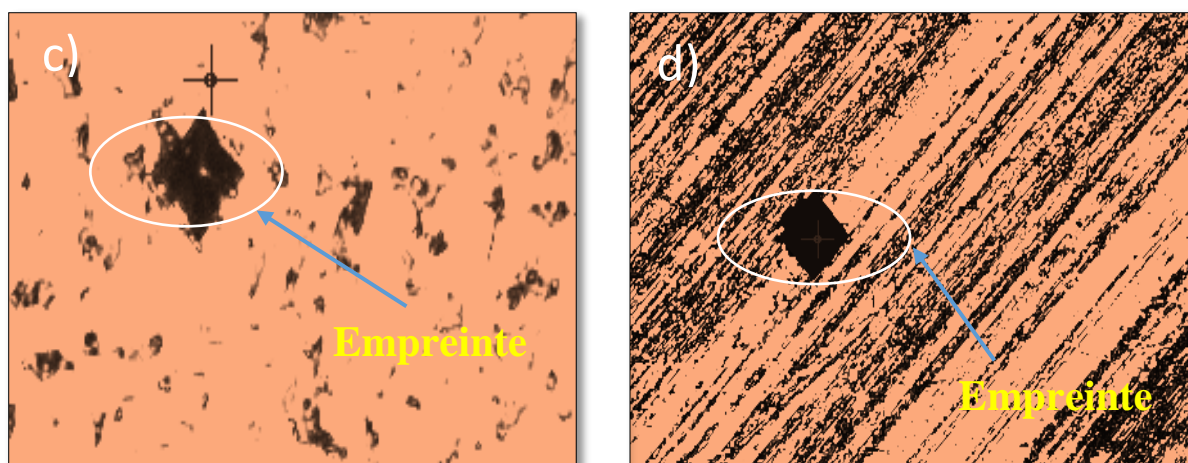


Figure IV-4. Empreinte d'indentation Vickers dans les alliages trempés

IV-2-1-4 Résistance à la flexion

La Figure IV.5 présente les résultats de la résistance en flexion des alliages étudiés dans le cadre de ce travail. Pour les alliages $85\text{Fe}3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$ et $\text{Fe}3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$ frittée, les résultats de la résistance à la flexion ne montrent pas de tendance aussi bien définie que dans le cas de la limite élastique. Le poids maximal pour cet alliage est obtenu par la valeur 1500N et 1300N avec l'énergie nécessaire de 496.03 et 572.4 N/mm² suivant la teneur en tungstène, il y a une baisse de la résistance en flexion avant trempe, puis une remonté jusqu'à atteindre 1300 N pour l'alliage $64\text{Fe}3\text{C}-36\text{Ni}$. Pour ce dernier il est légèrement plus faible que pour l'alliage $85\text{Fe}3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$ de 1500N. L'alliage $85\text{Fe}3\text{C}-10\text{Ni}-5\text{Co}$ montre une résistance à la flexion légèrement plus faible que l'alliage $85\text{Fe}3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$ avant trempe avec un poids de 1300 N et l'énergie nécessaire est de 496.03 N/mm² suivant la présence de tungstène. Les résultats pour les alliages $85\text{Fe}3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$ et $85\text{Fe}3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$ après trempement montre une augmentation de la résistance à la flexion jusqu'à une valeur de 3000 N et 2500N avec l'énergie nécessaire de 1144.3 et 954 N/mm², ses valeurs expliquées l'influence de la dureté sur la résistance à la flexion ainsi que l'alliage $85\text{Fe}3\text{C}-10\text{Ni}-5\text{Co}$ et $64\text{Fe}3\text{C}-36\text{Ni}$ de résistance maximale 2200N et 2700N avec l'énergie nécessaire de 839.5 et 1030.3 N/mm². Le comportement des échantillons des quatre alliages dépend principalement des propriétés de dureté sous l'effet des efforts de cisaillement. L'intégration d'un élément d'addition (W, Ni, Co) dans les alliages à base de fer modifie le comportement général en flexion par rapport à d'autres matériaux. Par contre, l'accroissement du nombre d'éléments augmente la rigidité et la charge à la rupture. Ainsi aussi que l'avantage des éléments

d'additions, la charge appliquée P augmente avec le nombre de ces derniers suivant le tableau (IV.9).

L'augmentation de la résistance à la flexion d'alliage 85Fe3C-10W-5Ni à 1144 N après trempe montre que la dureté de cet alliage conduit à un accroissement de la résistance mécanique qui correspond à une diminution de la porosité. Nous constatons que la contrainte en flexion et la rigidité en flexion augmentent avec l'augmentation de dureté des alliages à base de fer.

Tableau IV.9 les valeurs de flexion des alliages c à 1250°C

	Fe3C-W-Ni		Fe3C-W-Co		Fe3C-Ni-Co		Fe3C-Ni	
Trempe à 1250°C	Avant	Après	Avant	Après	Avant	Après	Avant	Après
Poids (P) N	1500	3000	1300	2500	1500	2200	1300	2700
énergie nécessaire N /mm ²	572	1144	496	954	572.	840.	496	1030
section mm ²	5*5							

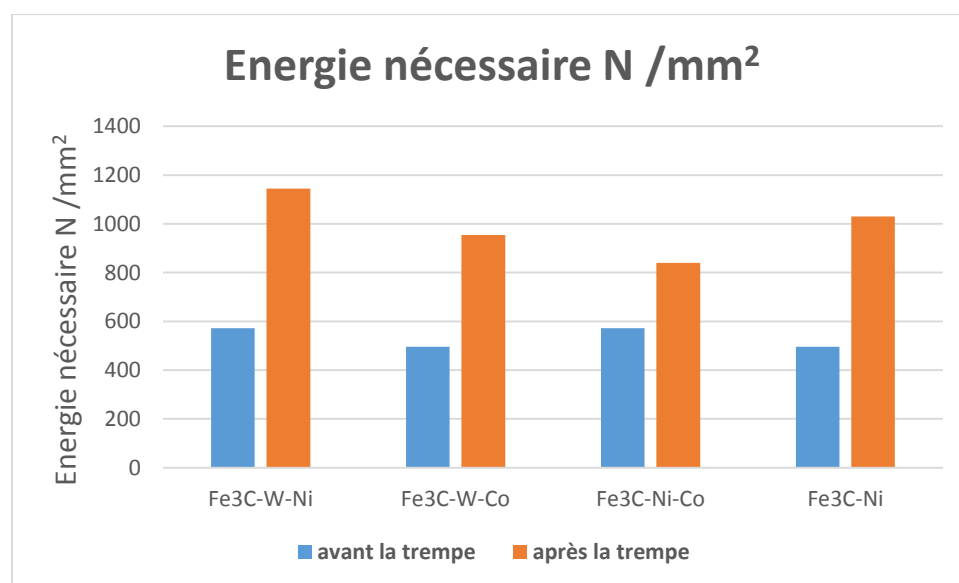


Figure IV.5. Evolutions d'énergie nécessaire avant et après la trempe

IV-2-1-5 Essai de résilience

Les résultats des alliages élaborés montrent que l'énergie totale absorbée est plus grande pour les alliages 85Fe3C-10W-5Ni et 85Fe3C-10W-5Co, de valeurs de 150 et 90j/cm². La différence entre les résultats n'est pas significative. L'énergie totale absorbée pour l'alliage

85Fe3C-10W-5Ni est de 150 j /cm². L'augmentation devient remarquable pour l'alliage après la trempe des alliages. L'énergie totale absorbée atteignant 84 et 62 j /cm² pour les alliages Fe3C-36Ni et 85Fe3C-10Ni 5Co. Les meilleurs résultats sont obtenus avec l'alliage 85Fe3C-10W-5Ni, pour cet alliage, l'énergie totale absorbée atteint 150 j /cm². C'est une augmentation d'environ deux fois après trempe par rapport aux alliages 85Fe3C-10Ni-Co et 64Fe3C-36Ni. La différence entre l'énergie montre bien qu'il y a un effet marquant du nickel ou du cobalt aux joints de grains puisque le liant passe par les joints de grain est beaucoup plus fragile par rapport à l'outingstène. La figure (IV.6) montre les histogrammes de résilience comparative pour les quatre alliages élaborés par frittage à 1350°C. Les valeurs de l'énergie totale absorbée sont calculées à partir de la relation (III-2) qui est elle-même obtenue par intégration à partir des informations récoltées par l'instrumentation du couteau du mouton pendule avec des jauges de contraintes, Tableau (IV.10). Comme constat, on peut conclure que les éléments chimiques des alliages (Fe₃C-W-Ni-Co) fragilisent les alliages à base de fer ce qui entraîne des énergies de rupture plus faibles, précisément dans le bas de la transition. Donc la charge de rupture pour les alliages frittés est plus élevée comparativement au matériau obtenue par coulée. Le tableau (IV.10) regroupe les résultats des énergies absorbées pour les alliages avant et après trempe à 1250°C.

Tableau IV.10 les Résultats de résilience avant et après la trempe

	Fe3C-W-Ni		Fe3C-W-Co		Fe3C-Ni-Co		Fe3C-Ni	
Trempe à 1250°C	Avant	Après	Avant	Après	Avant	Après	Avant	Après
travail (T) j	150	64	90	38	84	28	62	22
Energie absorbée j /Cm²	150	64	90	38	84	28	62	22
section Cm²	1*1							

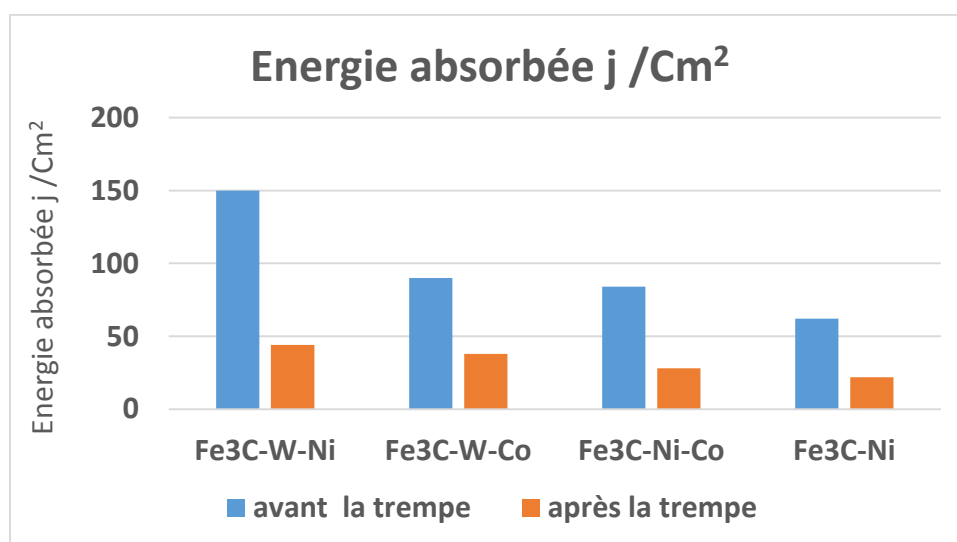


Figure IV.6. Valeur moyenne de la résilience pour les alliages avant et après la trempe

IV-3 Les Structures métallographiques des alliages élaborés.

Les propriétés d'un alliage sont généralement conditionnées par ses microstructures (nature et quantité respective de chaque phase, dispersion et morphologie...) obtenues par traitement thermique et/ou thermomécanique [9]. La phase austénite conduit généralement à une fragilisation thermique de la phase tandis que la précipitation d'une phase ferritique dispersée très finement et de façon homogène est garantie d'un compromis idéal entre résistance et ductilité. Le déroulement logique de cette étude consiste donc dans un premier temps à mieux comprendre les mécanismes conduisant à la précipitation des différentes phases pour ensuite accéder à une meilleure maîtrise des microstructures développées au cours de trempe. On utilise les examens métallographiques tels que (MO, MEB, DRX, EDS)

IV-3-3 Microscope optique

La microscopie optique sert à observer la microstructure de l'échantillon (taille des grains, forme des grains ainsi que celles des précipités, ...etc.), ainsi que les évolutions microstructurales des alliages ayant subi des traitements thermiques. Les échantillons sont observés à l'aide d'un microscope optique OLYMPUS de type SC30 équipé d'une caméra numérique avec différents grossissements. Le polissage final est exécuté en utilisant de l'alumine pour les matériaux frittés à dureté élevée ou faible, et le diamant pour des matériaux frittés plus durs. Cela s'applique facilement lorsque la porosité du matériau est inférieure à 10%. Il est important d'exécuter le polissage de manière telle que la fraction de surface de la porosité examinée à la surface de l'échantillon reflète exactement le niveau réel de porosité de

l'échantillon. La méthode et les réactifs sont les mêmes que pour l'analyse métallurgique des aciers. Avant l'attaque il est préférable de nettoyer l'échantillon avec l'éthanol à 98%. Un rinçage après attaque, se fait à l'alcool, suivi d'un séchage au jet d'air (froid ou tiède). Pour l'attaque chimique de cette étude, on utilise le Nital dont la composition est (Acide nitrique 4 % et Ethanol 96 % (V/V) ml).

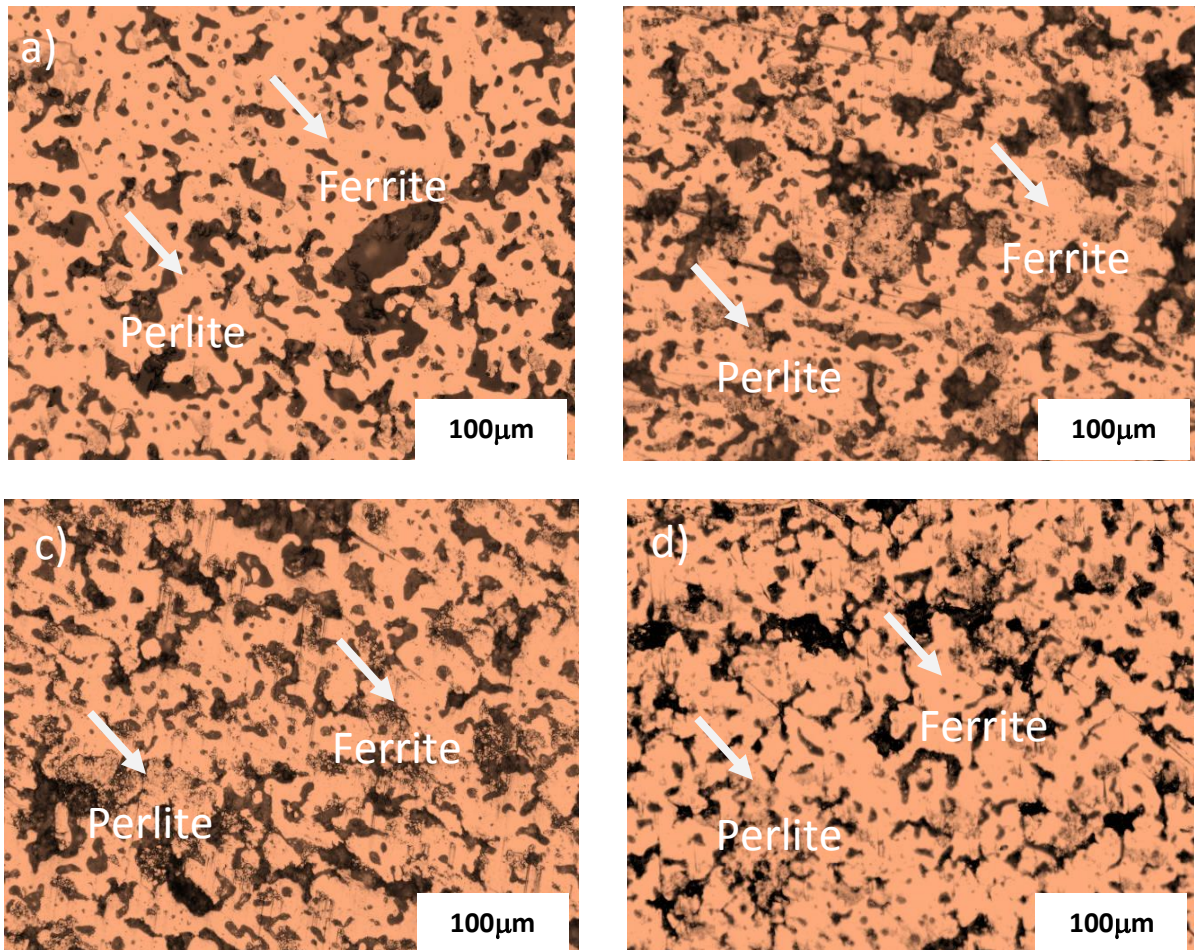


Figure IV.7. Structures métallographiques des alliages avant trempe

À l'échelle de la microscopie optique, l'ajout de tungstène dans l'alliage à base de fer aux teneurs étudiées n'a pas produit de changement significatif quant à l'aspect des constituants microstructuraux. C'est-à-dire qu'il n'y a pas eu de changement dans la morphologie des différentes phases observées dans l'acier sans tungstène et dans les aciers avec du tungstène. Dans tous les cas, la martensite formée à des taux de refroidissement rapide (près de formation de la perlite) se trouve sous forme de martensite granulaire. La perlite se présente aussi avec la même morphologie dans les alliages avec et sans tungstène.

La Figure IV.7 présente une microstructure métallographique des alliages $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{N}$ et $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$ contenant de la perlite et de la ferrite après la trempe. Évidemment, la proportion de chacune des phases n'est pas identique dans les deux alliages, mais cette figure illustre bien la morphologie similaire des constituants microstructuraux dans chacun des alliages. La même constatation peut être faite avec les autres alliages contenant du tungstène.

IV-3-3-1 La porosité

La figure (IV.8) présente les résultats de l'analyse métallographique des échantillons de la porosité de différents alliages avant la trempe, on remarque clairement la présence des pores dans la structure des alliages. Le caractère de la porosité fermée et la sphéroïdisation des pores résultent du déroulement des mécanismes de frittage avec diminution du volume des pores avec la formation des phases [10]. On remarque aussi plus la teneur des éléments d'additions dans les alliages change la densité diminue, plus la porosité des alliages augmente c'est-à-dire elle varie proportionnellement avec le pourcentage de nickel et le tungstène. La porosité totale des matériaux frittés dépend de leurs densités, conformément à la formule (2). Le taux de porosité dans tous les échantillons est négligeable ce qui est traduit par un bon compactage des éprouvettes.

La fraction de la porosité est présentée au tableau 1.5, pour les trois alliages frittés. L'ajout de nickel engendre des effets multiples et contradictoires sur la présence de la porosité : d'une part il nuit à la compressibilité (même s'il est ajouté et non pré-allié) diminuant ainsi la densité à vert. D'autre part, il augmente la densification lors du frittage. Finalement, c'est l'alliage ayant une concentration intermédiaire en nickel (4%) qui représente le meilleur compromis, ayant le pourcentage de porosité finale le plus faible (3.24%). L'effet du taux de nickel sur la dureté apparente et la résistance en traction, pour les éprouvettes frittées est présenté au tableau 1.6. La résistance à la traction augmente de 642 à 943 MPa et la dureté apparente de 81 à 108 HRB lorsque la concentration en nickel passe de 2% à 6%. L'augmentation des propriétés avec l'augmentation de la teneur en nickel est expliquée par la modification des constituants microstructuraux des alliages.

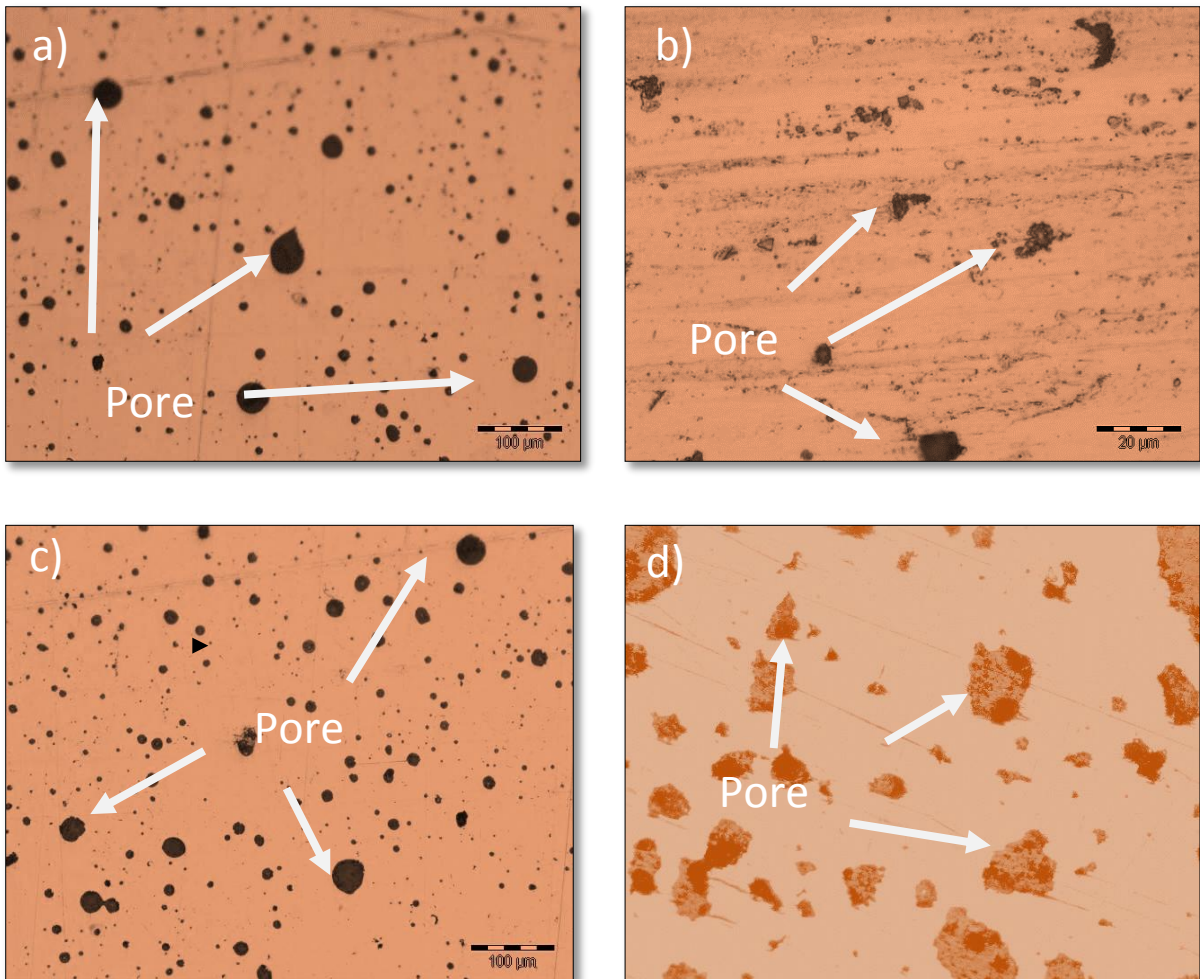


Figure IV.8. Porosité des alliages élaborés après frittage.

IV-3-3-2 Les joints de grains

La morphologie des pores est plutôt irrégulière dans tous les alliages. La figure (IV.9) présente la forme et la nature des joints des grains entre les particules d'un alliage fritté et trempé. Ainsi que la morphologie des pores est très différente celle de l'échantillon qui contient du nickel.

Les micrographies sur les figures IV.9 (a et b) mettent en évidence la présence d'un réseau inter granulaire localisé aux joints de grains dans les particules des alliages étudiés. Ces phases est riche en carbone et contient une faible teneur en tungstène, ceci a été confirmé par la présence d'une phase liante créée par l'effet du nickel et le cobalt, qui se retrouve aux joints de grains dans l'ensemble des particules de ces alliages. Etant donné que le nickel est un élément qui se diffuse rapidement dans le fer, et qui ne se retrouve pas sur la phase inter granulaire avec une distribution homogène sur l'alliage 85Fe₃C-10W-5Ni, figure (IV.9(a))

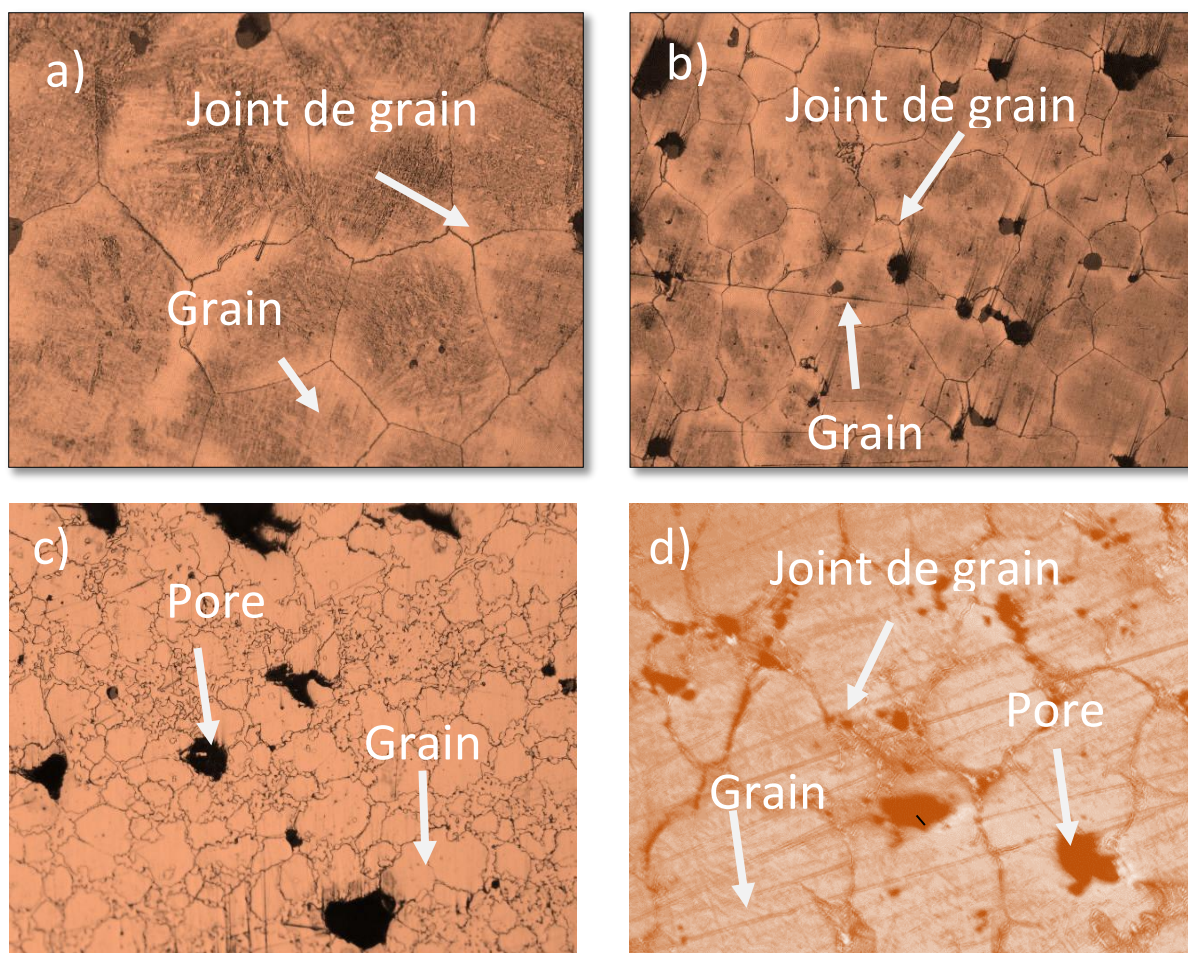


Figure IV. 9. Les joints des grains des alliages

Le liant ainsi formé quitte la périphérie des particules de Fe_3C pour se redistribuer dans le volume de l'échantillon et se retrouve aux joints de grains, les particules de poudre de tungstène quittent le liant et diffusent rapidement dans le volume laissant derrière elles une phase solide. Le fait que tungstène soit retrouvé dans le réseau inter granulaire riche en carbone dans les particules d'acier indique que les particules de Fe_3C ont partiellement fondu, car la poudre d'acier ne contient pas de tungstène. Comme cette phase ne contient que très peu d'éléments d'alliage, il s'agit probablement d'une phase de cémentite Fe_3C . La présence de cette phase inter granulaire M_3C , qui est une phase fragile et nuisible qui démunie les propriétés mécaniques. La croissance de la taille de grain en fonction de la température de remise en solution est liée à la diminution de la fraction de phase austénitique précipitée aux joints de grain des particules. Ainsi, lors d'un traitement subsolvus, plus la température de traitement sera proche de la température de solvus de la phase, moins la fraction de phase γ inter granulaire sera importante et plus la taille de grain sera grande.

IV-3-3-2 Les structures après trempe

Les résultats montrent que le traitement thermique de frittage augmente les propriétés mécaniques mais ne permet pas d'atteindre le même niveau de résistance que le traitement de trempe à l'huile. En effet, la microstructure et donc les propriétés mécaniques après la trempe se rapprochent beaucoup plus de celle de l'état tel que fritté que de l'état trempé. La trempe est plus efficace pour l'alliage au nickel que pour l'alliage au cobalt avec une augmentation de dureté 60 HRC à 66 HRC respectivement. Ceci est expliqué par une plus grande amélioration de la trempabilité par le nickel que par le cobalt. Ces résultats montrent clairement l'importance d'obtenir une microstructure majoritairement martensitique afin d'atteindre de hautes propriétés mécaniques figure VI.10. La résistance à la flexion a pratiquement doublé (pour l'alliage au cobalt et pour l'alliage au nickel) lors du passage d'une microstructure perlitique à martensitique. Ces résultats montrent l'efficacité du traitement de trempe en fonction de la densité sur l'amélioration des propriétés mécaniques.

La Figure (IV.10), présente des structures métallographiques des alliages élaborés après un traitement thermique dans un four sous vide à 1250°C et un revenu à 180°C . On observe un affinage du grain et l'homogénéisation des structures de $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$. La taille moyenne des phases illustrées sur la figure (IV.10) présentent la majoration de martensite après trempe à 1250°C de couleur blanche. Ces observations confirment les résultats DRX sur une recristallisation secondaire au cours du traitement thermique. Comme il est schématisé sur la Figure (IV.10), ce sont les contraintes résiduelles qui constituent un durcissement secondaire au cours du revenu. En général, c'est la contrainte résiduelle introduite par un revenu et la finition des grains [10]. L'alliage élaboré après frittage n'a pas été déformé pendant le processus de fabrication, donc on peut considérer que ce sont des contraintes résiduelles d'origine thermique accumulées au cours des chauffages et des refroidissements rapides.

L'austénite riche en nickel se retrouve principalement autour des particules initiales de poudres de fer. Ces régions contiennent une plus grande proportion de pores issus de la dissolution des particules de nickel dans la matrice de fer. Les constituants durs, martensite et bainite inférieure, sont plus présents dans l'alliage à 10% Ni que dans l'alliage à 5%Ni. Ainsi, l'augmentation de la teneur en nickel de 20% à 36% pour l'alliage $\text{Fe}_3\text{C}-\text{Ni}$ augmente la présence de constituants microstructuraux durs et entraîne une augmentation de la dureté. Figure IV.10d

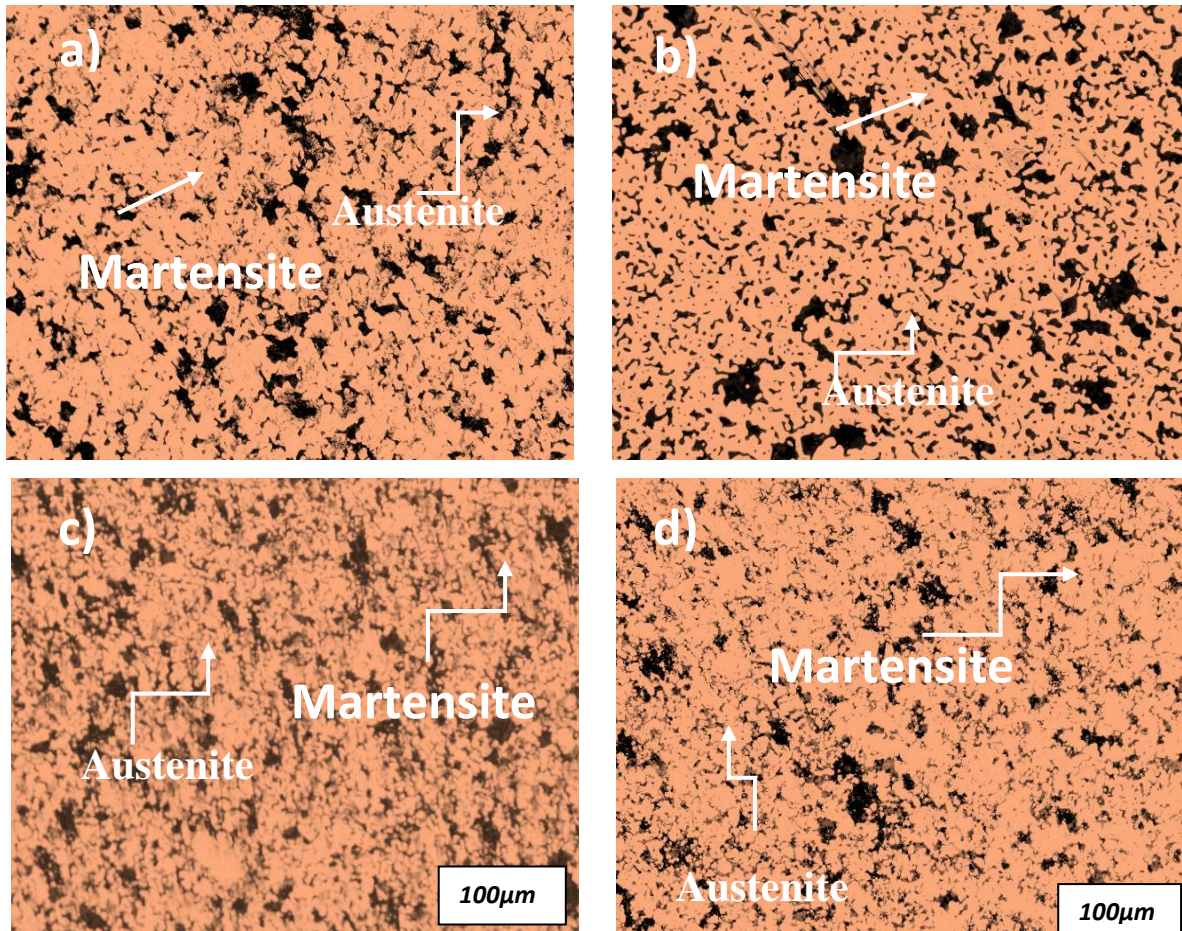


Figure IV.10. Structures métallographiques des alliages après trempe

III-3-4 Analyse avec microscope électronique à balayage

L'étude morphologique des échantillons frittés des différents alliages après trempe par le microscope électronique à balayage MEB, montre une surface lisse avec une couleur grise. Par contre dans le cas de l'échantillon 85Fe₃C-10W-5Ni, nous observons que sa surface comporte des reliefs constitués par des îlots, et la couleur devienne plus sombre figure (IV.11(a)). Ainsi que l'état de la surface de l'échantillon 85Fe₃C-10W-5Co trempé à 1250°C montre un aspect poreux pour tous les différents grossissements par rapport aux autres alliages, alors que la figure (IV.11(b)) montre clairement cet aspect avec un autre agrandissement. Nous remarquons aussi que cet échantillon possède des plages blanches réparties aléatoirement. L'analyse qualitative de ces plages avec le MEB montre qu'ils sont riches en tungstène figure (IV.12). La structure devienne plus fine et la concentration des plages blanches augmentent, justifiant la diffusion des éléments liant (Ni, Co) vers les joints des grains et cette tache ressent le liant nickel et le début de la formation des zones riches en

cobalt, qui est la conséquence d'une faible adhérence entre les joints des grains. Alors que la figure(IV.15) montre le décollement total des joints des grains de l'échantillon 85Fe₃C-10W-5Co traité à la même température, nous observons les mêmes aspects dans le cas des échantillons 85Fe₃C10-W-5Ni. La fine précipitation des éléments liants dans la matrice Fe₃C dont la morphologie de cette fine précipitation est identique à celle de l'état de trempe et qui semble d'être allongée avec une taille moyenne et des grains fins [11]. L'observation microstructurale de l'alliage par MEB ne permettant pas de distinguer une quelconque évolution de la précipitation et par conséquent de comprendre les mécanismes conduisant l'augmentation de la dureté des alliages.

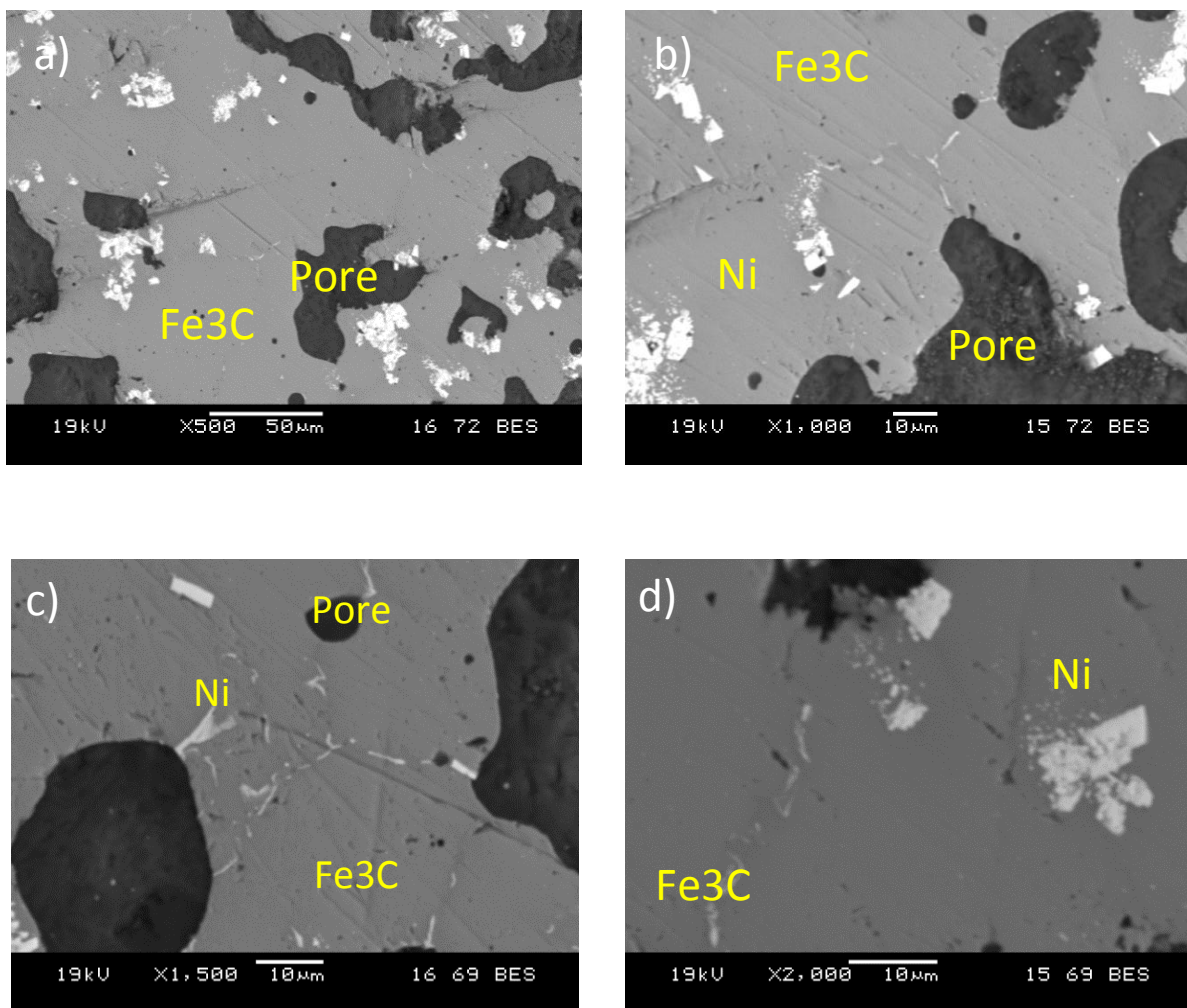


Figure IV.11. Micrographies en électrons rétrodiffusés d'alliage 85Fe₃C-10W-5Ni

La figure (IV.11) présente des micrographies en électrons rétrodiffusés des alliages 85Fe₃C-10W-5Ni, il y a présence d'une structure lamellaire de couleur blanche dans la matrice entre les grains des particules. Les réactions eutectiques et péri-eutectiques sont dues à la présence de nickel qui présente des structures lamellaires similaires à celles observées

pour les échantillons de l'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$. La présence de cette structure eutectique et la présence de cobalt dans la matrice sont indiqués sur la figure (IV.12) pour l'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$ ou il y a eu formation d'une phase liante lors du frittage occasionné par la présence de cobalt et nickel pour les deux alliages. Cet eutectique étant solide lors du frittage permet d'expliquer l'augmentation de la taille des carbures dans les particules de Fe_3C [11]. Comme la diffusion des éléments est plus rapide à l'état solide, la dissolution des petits carbures de tungstène dans le solide entraîne une croissance rapide de la phase de Fe_3C dans le mécanisme de dissolution et de précipitation des carbures dans le deuxième alliage qui contient le tungstène et le cobalt $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$.

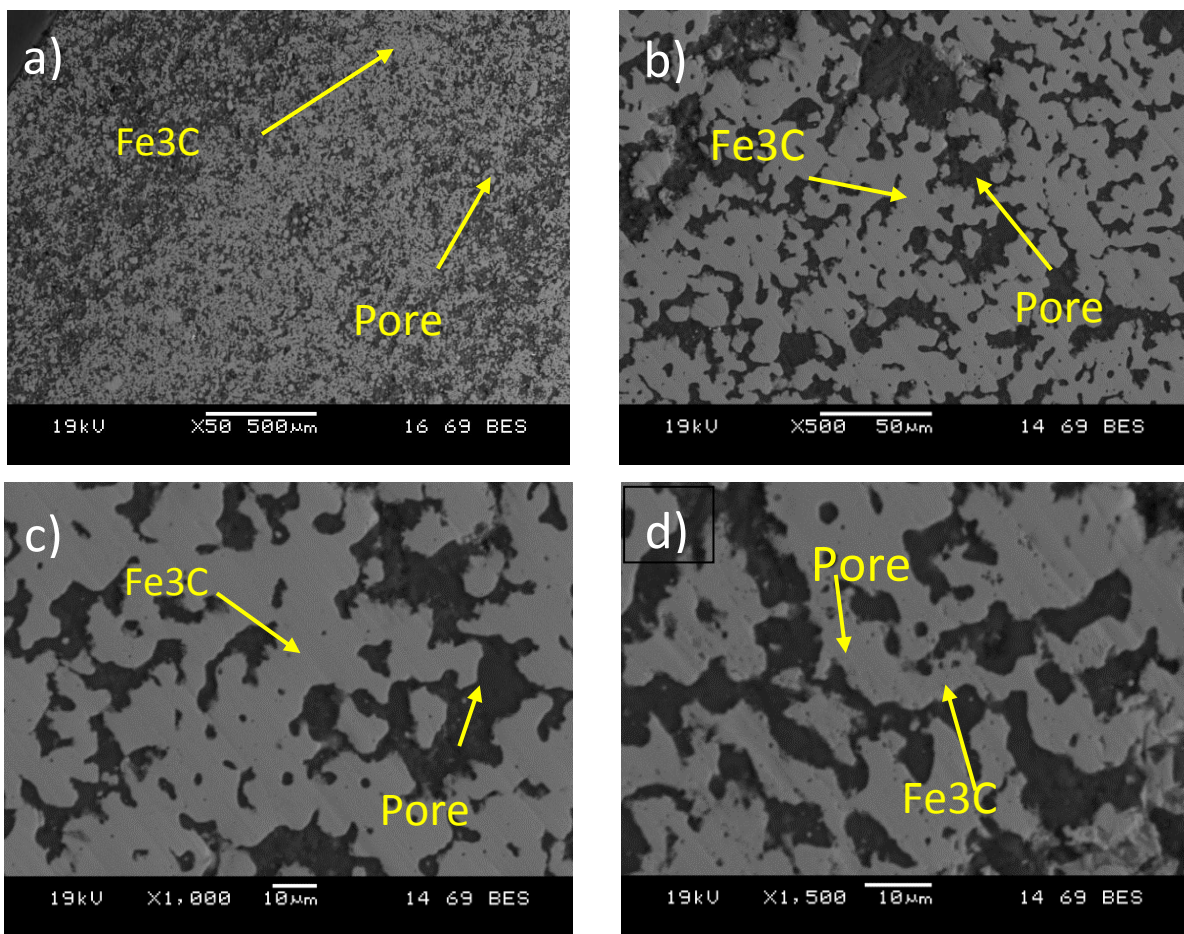


Figure IV.12. Micrographies en électrons rétrodiffusés d'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$

La distribution non-uniforme des phases dans l'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$, ainsi que la forme des carbures de tungstène et de cobalt étaient tout à fait évidente comme le montre la figure (IV.12). La porosité élevée et la naissance des carbures de tungstène à la température de frittage qui résulte la dissolution de carbone et la deuxième précipitation a été claire sur toutes les structures [12]. D'ailleurs, les pores entre les grains étaient facilement visibles dans la phase solide et assez d'énergie a été donnée pour les particules de cobalt en mouvement.

Comme vu précédemment, les phases principales composant l'alliage fritté sont l'austénite, les carbures de tungstène et de nickel. Il y a d'autres phases qui sont présentes, mais leur teneur est relativement faible. La première de ces phases dont la teneur est faible a été appelée phase blanche mais elle est éliminée totalement dans l'alliage 85Fe₃C-10W-5Co. La phase blanche est localisée dans les joints des grains figures (IV.16 (a) et(b)). Cette phase étant principalement formée lors de la solidification des particules des poudres. Le tungstène et le nickel sont rejetés au front de solidification. Par rapport à l'alliage de cobalt plusieurs précipités se retrouvent jumelés à la phase blanche. Les précipités se forment au environ de 1350°C dans la région riche en cémentite Fe₃C des alliages.

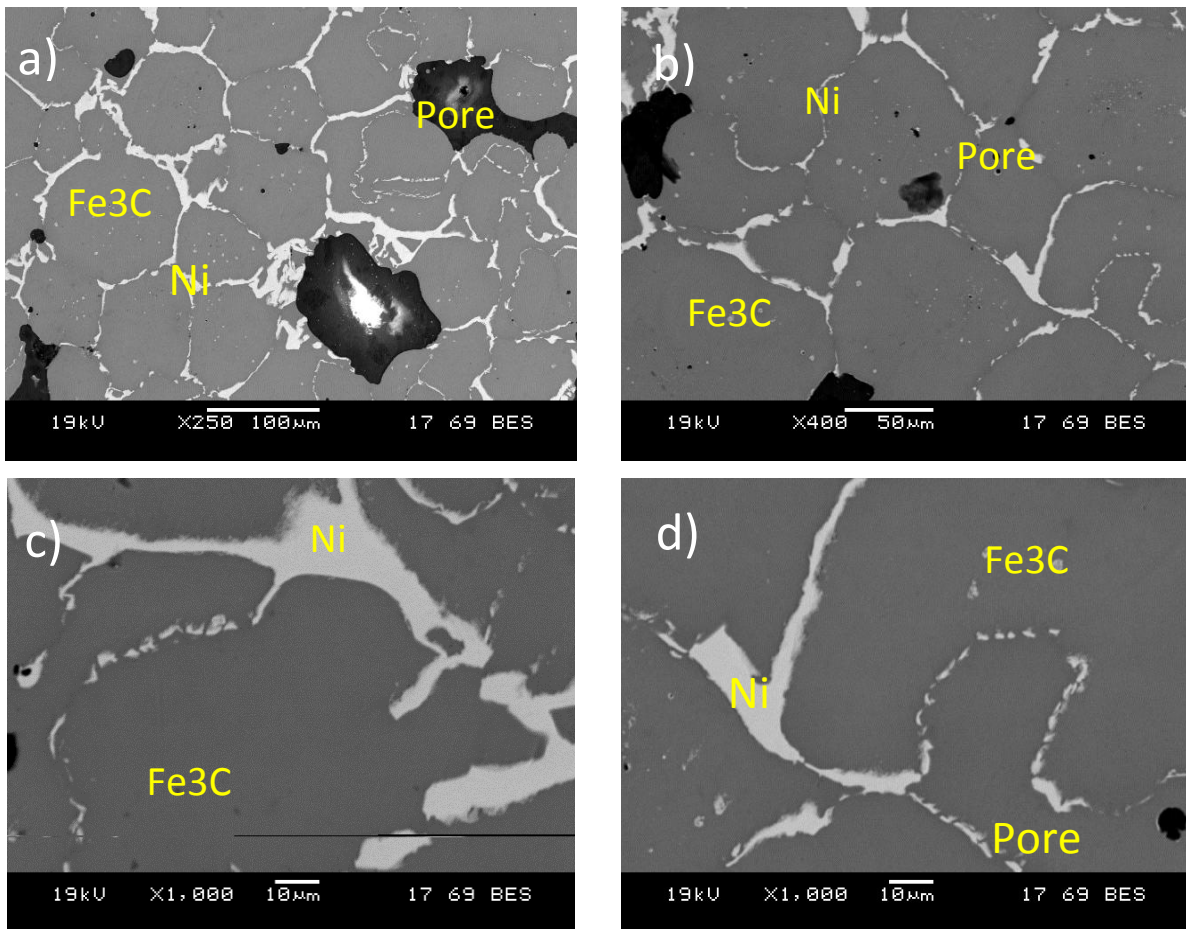


Figure IV.13. Micrographies en électrons rétrodiffusés d'alliage 85Fe₃C-10Ni-5Co

La diffusion des particules augmente à une température élevée de frittage, en accélérant le taux de dissolution, de précipitation et de croissance des grains [13]. Par conséquent, la forme des phases dans cet alliage est peut-être plus grande que les autres. Il peut être vu qu'il y avait accumulation des phases intermédiaires dans quelques régions. Ceci peut être dû au bas taux de liant existant dans les joints des grains d'alliage (la phase blanche) Figure (IV.13). La distribution des pores était presque identique pour tous les alliages, voir la

figure (IV.8). Pour la figure (IV.14) de l'alliage $64\text{Fe}_3\text{C}-36\text{Ni}$ montre une augmentation du Ni de 36 % à 48 % qui tendra à augmenter la taille des phases de Ni avec augmentation de taux de porosité et la diminution de la dureté dans cet alliages.

Également au moins que les types des phases peuvent être vus : les phases grises et noires sur toutes les structures avec des traces de la phase liante de couleur blanche. Cette dernière est placée toujours dans les joints des grains figure (IV.14) obtenue par MEB pour l'alliage de $64\text{Fe}_3\text{C}-36\text{Ni}$. L'analyse de ces images de l'alliage indique que les inclusions gris-noir sont des particules de la matrice Fe_3C et que les inclusions blanches sont le Ni.

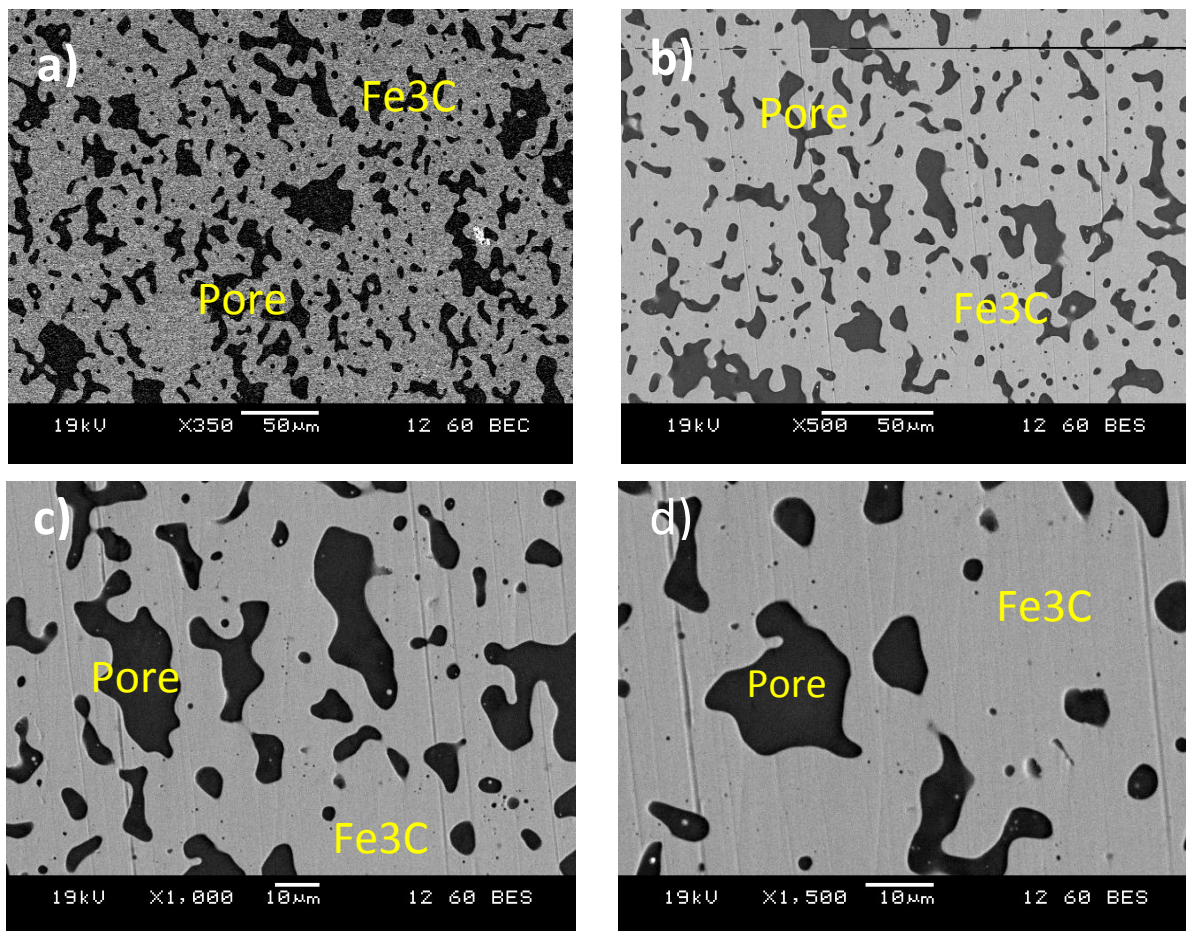


Figure IV.14. Micrographies en électrons rétrodiffusés d'alliage $64\text{Fe}_3\text{C}-36\text{Ni}$

IV-3-4 Spectrométrie rayon X par dispersion des énergies (EDS)

Les alliages élaborés par frittage en phase solide ont été analysés par EDS pour connaître l'intensité de chaque élément dans chaque alliage. Les spectres EDS sont présentés sur la Figure (IV.15). On remarque que les spectres en tungstène ont été observés dans les deux alliages ($85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$, $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$) et l'absence de spectre de nickel dans la deuxième par contre les pics de Fe_3C reste toujours au sommet des éléments, ainsi l'absence totale du carbone dans tous les alliages.

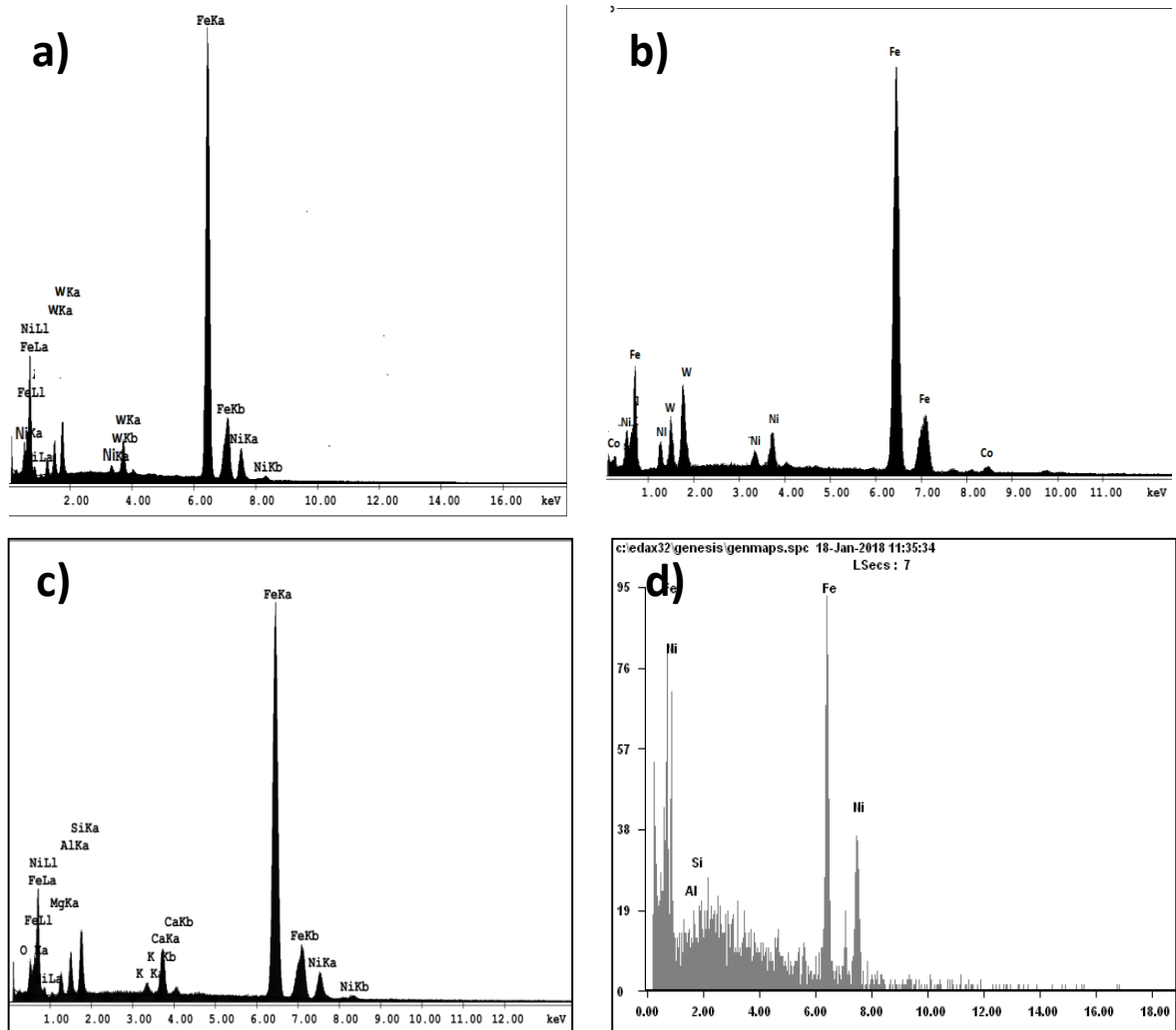


Figure IV.15. Spectrométrie rayons x par dispersion des énergies(EDS)

IV-3-5 Analyse par Diffraction des rayons X (DRX)

Bien que la technique de DRX permette d'identifier les phases présentes dans des poudres, il est important de noter que, en fonction de la source de rayon X et du matériau analysé, les rayons X diffractés ne proviennent que d'une épaisseur limitée en surface. Il est possible de déterminer la fraction de l'intensité totale diffractée en fonction de la profondeur [14]. La figure IV (16 et 17) illustre la provenance du signal diffractée en fonction de l'angle 2θ , pour différentes fraction de l'intensité totale diffractée. La gamme d'angle mesurée est de $2\theta = 0^\circ$ à 100° .

Le spectre de diffraction obtenu pour les échantillons en alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$ est illustré sur la figure (IV.16(a)), il montre les pics principaux caractéristiques de cémentite Fe_3C avec une grande intensité par rapport aux autres pics. Par contre sur la figure (IV.16(b)), le spectre typique d'échantillon $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$, en plus des pics de cémentite, une série de

pics de W, et de Co sont présents. Le traitement de trempé des échantillons stimule l'inter diffusion du liant et du carbone vers les joints des grains provoquant de nouvelles phases avec des faibles intensités qui conduit aussi à des transformations de phases. En comparant les diffractogramme de l'échantillon trempé à celles des alliages contenant de tungstène, on remarque l'apparition de plusieurs nouveaux pics, identifiés comme étant du carbure de tungstène. Il faut souligner que les spectres de diffraction enregistrés sur les échantillons frittés et trempés sont pratiquement semblables, sauf une augmentation légère dans l'intensité des pics de tungstène W. La trempé des échantillons favorise la croissance des phases intermédiaire et entraîne une transformation partielle de la phase $Fe\alpha$ en phase $Fe\gamma$. Cette transformation se révèle par la diminution de l'intensité des pics de $Fe\alpha$ et par l'apparition des pics de $Fe\gamma$. Cependant, on remarque l'absence des pics de carbure de tungstène. [15]

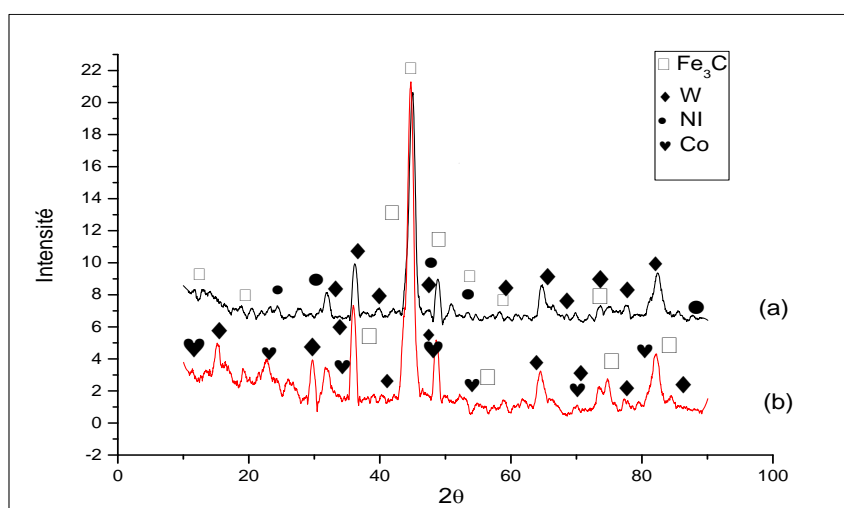


Figure IV.16. Diffraction des rayons X des alliages (a) 85Fe₃C-10W-5Ni (b) 85Fe₃C-10W

La Figure (IV.17(a)) présente les spectres de diffraction des échantillons 85Fe₃C-10Ni-5Co qui montre l'absence des pics de W après le processus de frittage et qu'une nouvelle phase se forme. Ainsi que, la Figure (IV.17(b)) présente un zoom sur les spectres de Fe₃C entre 51° et 53,5° afin de distinguer les différentes phases, notamment Fe₃CNi, Ni et Fe₃C. Les pics de diffraction se décalent vers les petits angles avec la diminution de la vitesse de balayage. A une vitesse de balayage plus élevée, les trois phases Fe₃C, Fe₃CNi, et Fe₃CCo sont détectées. Donc, quand la vitesse de balayage diminue la phase Fe₃CW disparaît, et il n'y a que la phase Fe₃CNi qui se mis en évidence lorsque la vitesse de balayage augmentée.

L'apparition de la phase Fe₃C est due à la diffusion du carbone dans les joints des grains, puis sa réaction avec ses joints. L'augmentation du nombre de pics de Fe₃C au fur et à

mesure que la température de trempe s'élève cela est dû à l'augmentation de flux de diffusion de carbone dans les joints. La croissance de la phase se fait par consommation des phases intermédiaires, qui se traduit par la diminution de l'intensité de pics de Ni et Co correspondants, mais on note l'augmentation d'intensité des pics de Fe₃C pour tous les alliages.

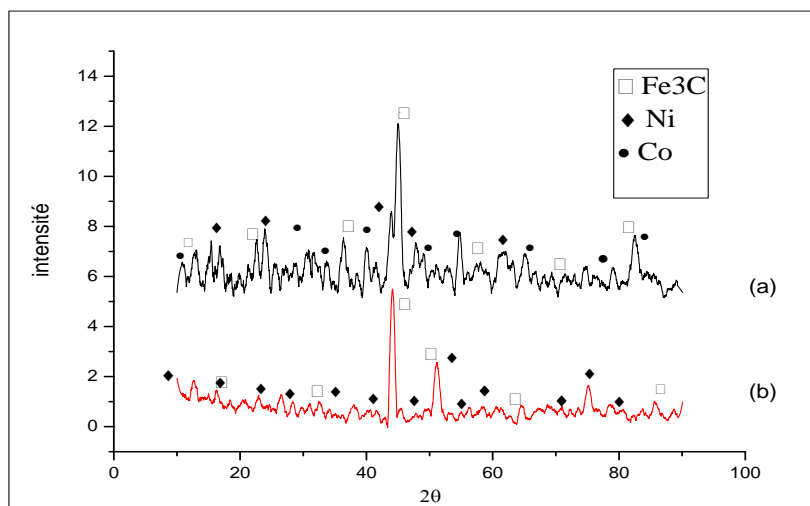


Figure IV.17. Diffraction des rayons X des alliages (a) 85Fe₃C-10Ni-5Co(b) 64Fe₃C-36Ni

L'apparition des phases de (Fe₃C/W) et (Fe₃C/Ni) sont dues à l'effet d'accumulation de carbone sur les échantillons durant leur revenu avant la diffusion du carbone puis celui-ci se diffuse facilement lors des traitements thermiques vers les joints des grains superficielles des échantillons qui réagit avec le nickel et le cémentite diffusée, en donnant naissance à d'autres phases. Le spectre d'analyse qualitative des échantillons des différentes alliages montre qu'en plus des signaux d'intensités remarquables qu'il existe des signaux caractéristiques des éléments de la composition des alliages (Fe₃C, W, Ni, Co). L'analyse des spectres des échantillons des alliages frittés et trempés montre qu'ils sont principalement constitués de tungstène, dont on peut avoir aussi des pics de Fe₃C avec des faibles intensités dans les petits angles de 2θ, qui peuvent provenir des échantillons à cause des faibles intensités des autres éléments figure (IV16(a)). Nous observons que pour les échantillons Fe₃C-Ni traités, la formation des nouvelles phases à faible intensité sur les angles de 2θ entre 0 à 30° figure (IV 17(b)). L'analyse des spectres des échantillons trempés dans l'intervalle de 2θ, montre une diminution progressive de l'intensité du signal de nickel lorsque la température de trempe est élevée. Nous constatons en même temps que l'intensité des signaux

de carbone et du fer augmente progressivement avec l'apparition des éléments d'alliages par ordre selon leur concentration dans la composition des alliages, [16].

IV-4 les tests tribologiques

Afin d'assurer une bonne planéité des faces, on procède avant chaque essai à un rodage de la surface du échantillon jusqu'à l'obtention d'un coefficient de frottement constant et une largeur de la piste frottée égale au bille. Les essais de frottement sont menés en faisant varier les paramètres réglables suivants: la charge P , la vitesse de glissement V . La durée totale de chaque test est de 1000 secondes à température ambiante, et le rayon de friction R sont maintenus constants pour chaque test effectué. L'objectif de ces essais est d'étudier l'influence de la dureté, la vitesse de glissement et de charge appliquée de contact sur le comportement au frottement et à l'usure du couple tournant acier 100C6 et échantillons frittée. Nos essais ont été réalisés, à sec, sur un tribomètre de type CSM Instrument, dopé avec un logiciel sur PC en configuration pion-plan, de l'école nationale des mines (Annaba), avec billet/échantillon spécialement conçu et réalisé à cet effet. Ils ont été conduits sur un billet en 100C6 [17]. Deux charges appliquées de contact ($P_1=7$ et $P_2=10$ N) et deux vitesses de glissement ($v_1=0.03$ et $v_2=0.05$ m/s) ont été utilisées pour cette étude sur un parcours de (25m) pour tous les échantillons.

IV-4-1 le coefficient de frottement

A travers les résultats obtenus, trois principales phases distinctes sont enregistrées pendant le déroulement de l'essai tribologique du couple acier-acier à sec des coefficients de frottement en fonction du temps, pour les deux charges appliquées et les deux vitesses de glissement. Une Phase primaire : c'est une phase de rodage (transitoire) premier contact des aspérités des surfaces qui dure environ 100 secondes et au cours de laquelle le coefficient de frottement varie entre (0.2 à 0.3) suivant la rugosité de la piste choisie. La Phase Secondaire : c'est une phase perturbée qui dure environ 200 secondes et la Phase tertiaire : elle représente le régime stationnaire, durant cette longue phase (reste de la durée de test) c'est à dire l'état d'équilibre est établi par la stabilité des conditions de fonctionnement à l'interface. Dans cette zone le coefficient de frottement n'est pas stable pour tous les alliages est de l'ordre de 0.3 à 0.6, suivant la piste choisie, Figure (IV.18). Figure(IV.20).

La variation de coefficient de frottement des alliages testés sous l'effet de la charge appliquée par le tribomètre sur le bille a été déterminée à des vitesses de glissement $v_1 = 0.03$ et $v_2 0.05$ m/s et une humidité relative constante $H = 40$. D'après la figure (IV.18 et 21), le

coefficient de frottement de l'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$ de (0.44 à 55) et de l'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$ de (0.55 à 0.64) diminuent avec l'augmentation de la charge appliquée. D'après celle-ci est due généralement à une formation insuffisante de tribocouche entre les interfaces de glissement. Le coefficient de frottement mesuré est stable et la charge applique n'a aucun effet sur le coefficient de frottement [18]. Le taux d'usure des alliages testés augmentent avec l'accroissement de la charge appliquée, suivant une même loi de comportement. Cette augmentation du taux d'usure est probablement due à la déformation plastique rapide des surfaces de contact des alliages testés, où les forces de cisaillement entre les aspérités augmentent de manière continue avec la charge appliquée. Malgré un coefficient de frottement de l'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{Ni}-5\text{Co}$ élève dans les deux charges appliquées, le taux d'usure croit avec la charge presque linéairement. Ce résultat montre que le coefficient de frottement et le taux d'usure ne se comportent pas toujours d'une manière semblable. Un faible coefficient de frottement ne signifie pas toujours un faible taux d'usure et inversement [18]

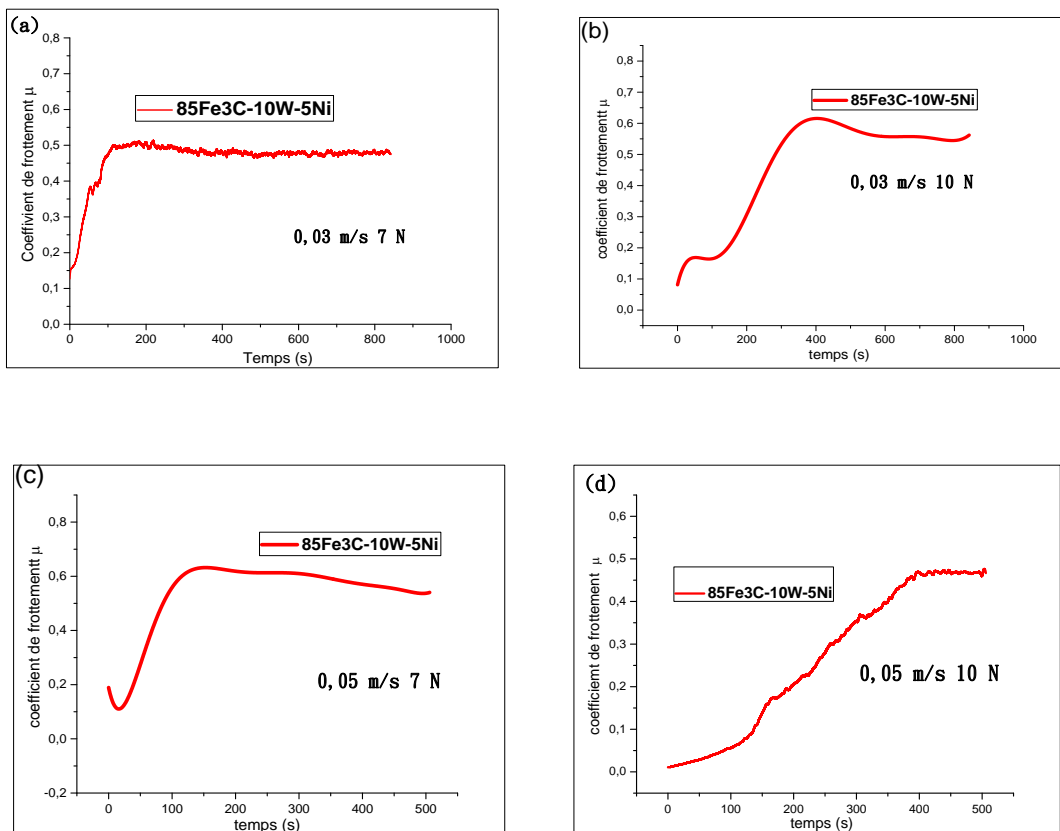


Figure IV.18. Evolution des coefficients de frottements d'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$

Pour la charge appliquée de 7N, les coefficients de frottement dans tous les alliages sont presque identiques sauf l'alliage contenant 85Fe₃C-10Ni-5Co. La différence entre les coefficients de frottement est faible. Pour tous les alliages, la figure IV.18 montre les coefficients de frottement des quatre alliages des échantillons en fonction de la vitesse de glissement pour une charge P = 10N. Dans l'évolution du coefficient de frottement, on observe deux zones distinctes, dans la première zone, où la vitesse de glissement est de 0.03 m/s-11e coefficient de frottement augmente rapidement avec la vitesse de glissement. Dans la deuxième zone, on constate que le coefficient de frottement des alliages élaborés stabilisée avec la vitesse de glissement, pour une durée d'essai constante, la perte de masse Δm du échantillon augmente avec la vitesse de glissement en raison de l'augmentation du taux de glissement, ainsi que le taux d'usure. L'alliage 85Fe₃C-10W-5Ni possède un meilleur comportement tribologique, caractérisé par un coefficient de frottement élevé et un taux d'usure faible pour la faible charge. L'alliage 85Fe₃C-10W-5Ni à un meilleur comportement tribologique par rapport à la 85Fe₃C-10W-5Co. Le seul inconvénient avec cet alliage est que le frottement contre la bille métallique (100C6) produit un glissement gênant durant les tests d'usure sur le tribomètre.

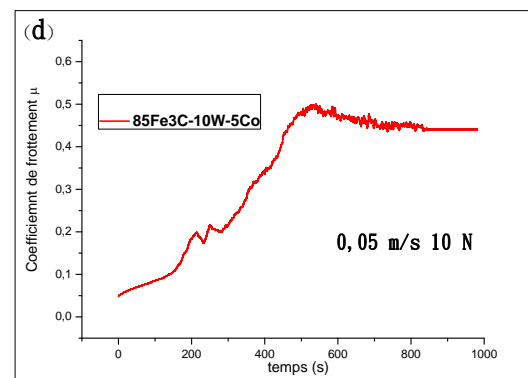
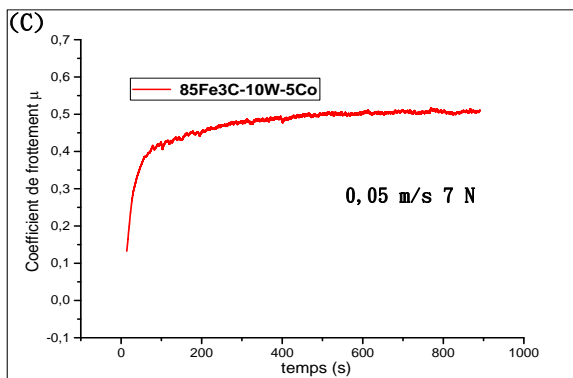
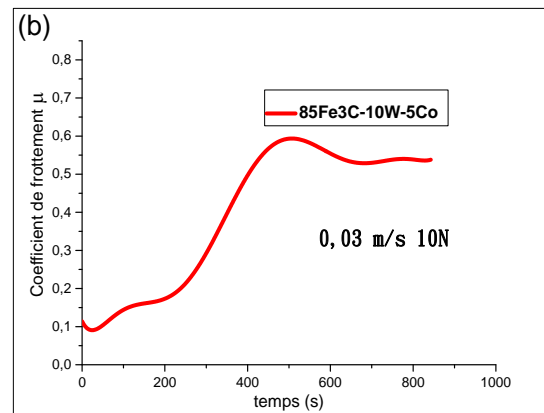
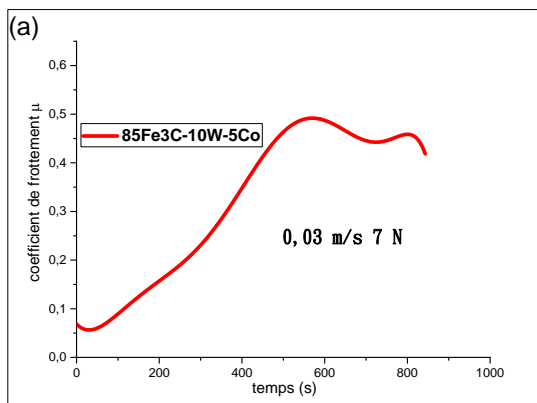
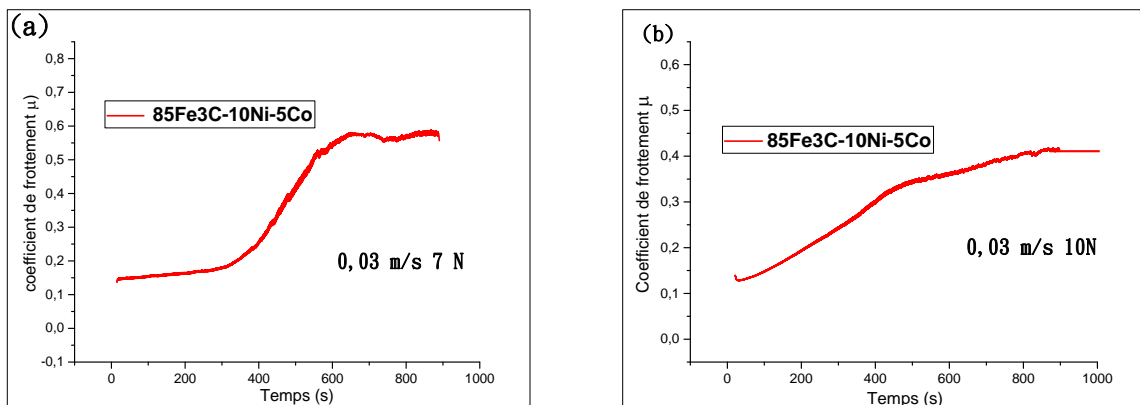


Figure IV.19. Evolution des coefficients de frottements d'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$.

D'après la figure IV.19, le coefficient de frottement de d'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$ et de bille 100Cr_6 diminuent avec l'augmentation de la charge. Entre la charge et le coefficient de frottement mesuré existe une instabilité sur la zone de 400s a 600s, celle-ci est due généralement à une formation insuffisante de tribocouche entre les interfaces de glissement. Concernant d'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$ le coefficient de frottement mesuré est stable pour la charge 7N.

Les valeurs de coefficient de frottement sont stables pour le temps de 100s a 400s, on note une augmentation significative du coefficient de frottement avec la charge, sous un chargement de 10N, le coefficient de frottement est particulièrement bas. Nous aurions pu supposer qu'avec un chargement plus faible d'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$ auraient pris en charge le cisaillement à l'interface, mais une observation en surface des disques après essai montre que la matrice métallique du disque est toujours présente en surface. Ces observations ont également mis en évidence que les surfaces en contact pour ces essais (0.03m/s – 10N) étaient supérieures à celles mesurées sous le même chargement à 10N et 0.05m/s. Ce changement de surface de contact réduit les charges de contact : cela peut traduire un coefficient de frottement plus faible.



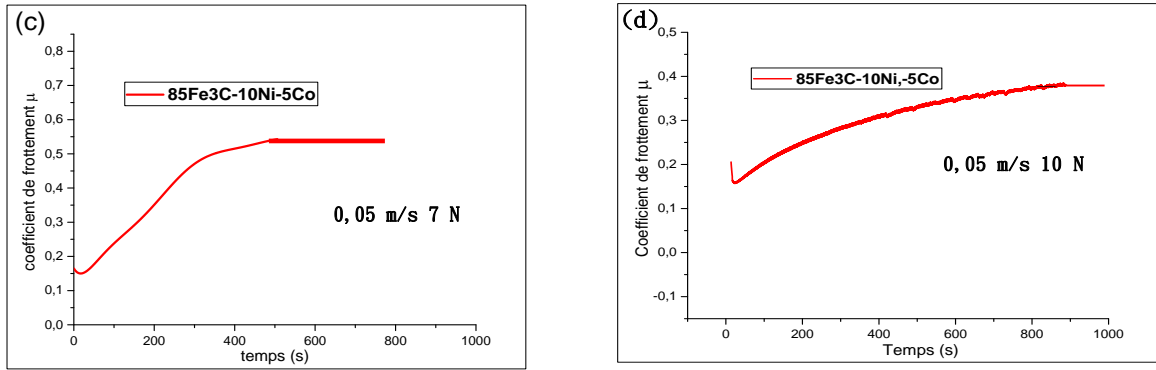
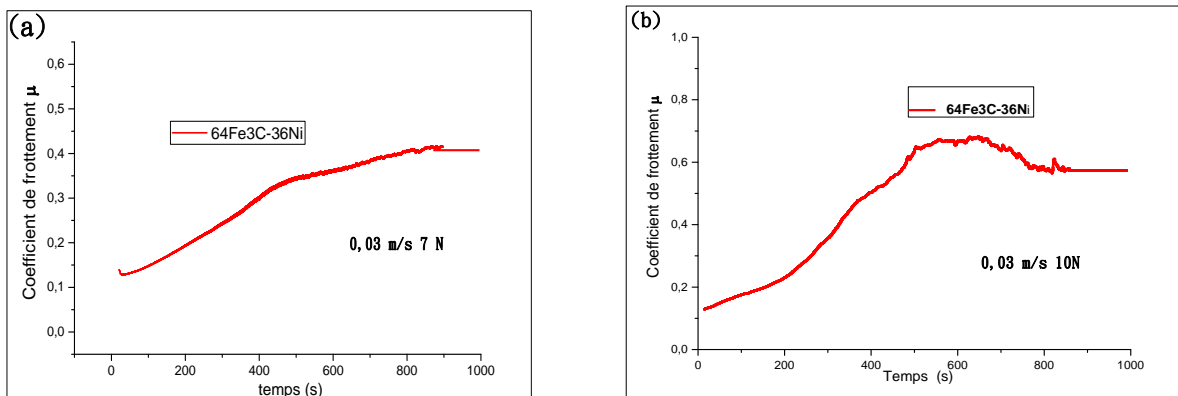


Figure IV.20. Evolution des coefficients de frottements d'alliage 85Fe₃C –10Ni- 5Co

La Figure (IV.20) montre l'évolution du coefficient de frottement d'alliage 85Fe₃C – 10Ni- 5Co en fonction du temps de glissement. Les 100 premières secondes sont destinées à atteindre la charge appliquée définie et d'établir le contact total entre l'échantillon et la bille. Après cette phase, le test de frottement effectif commence. Dont les 200S à 400 S premières une augmentation rapide du coefficient de frottement pour tous les alliages. Entre les 400s a 600s le coefficient de frottement et stabiliser.

Les figures IV. (18,219et.20) montrent à titre comparatif l'évolution du coefficient de frottement entre les différents couples alliage-bille avec l'effet de la charge appliquée. On remarque que les coefficients de frottements des alliages des 85Fe₃C-10W-5Ni et 85Fe₃C-10W-5Co frottant contre la bille métallique sont plus élevés par rapport aux autres qui contiennent du nickel 64Fe₃C-36Ni indépendamment de la charge appliquée. Cependant le coefficient de frottement des alliages 85Fe₃C-10W-5Ni frottant contre la bille est caractérisé par des valeurs élevées à petite charge de 7N comparées à celles du 85Fe₃C-10W-5Co frottant contre une bille de même charge de 7N, or il devient moins élevé à la grande charge de 10N.



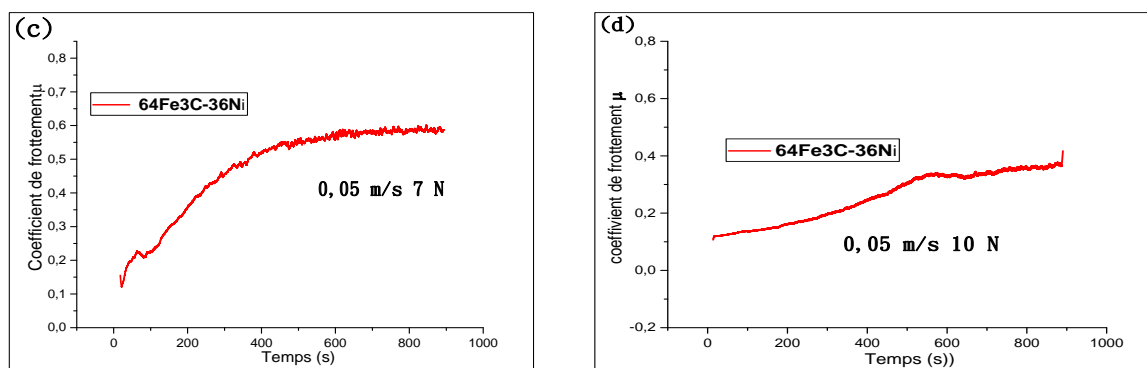


Figure IV.21. Evolution des coefficients de frottements d'alliage 64Fe3C-36Ni

La morphologie des couches déformées à 7 et 10 N de chargement normal. Nous aurions ainsi pu supposer que les couches déformées seraient strictement croissantes avec l'augmentation de la charge appliquée. Or, il est intéressant de noter que les couches affectées sont plus importantes à 0,03 m/s qu'à 0,05 m/s pour toutes les charges, indépendamment de la chute des propriétés mécaniques liée à l'augmentation de la vitesse de glissement. Ce type de comportement laisse supposer que la ductilité des alliages est nécessaire sur les couches déformées. Les coefficients de frottement d'alliage 64Fe3C-36Ni mesurés sur l'ensemble des essais sont très proches indépendamment de la durée ou de la 1000s et 600s (Figure IV.21). Les valeurs moyennes mesurées respectivement entre 0,26-0,02 et de 0,45-0,01 est plus faible valeurs des quatre alliages.

IV-4-2 le taux d'usure

La figure (IV 22) montre les courbes du taux d'usure des alliages à base de fer contre une bille en aciers 100C6 à différentes charges et vitesses de glissement. Le taux d'usure diminue avec l'augmentation de la charge appliquée. Cela peut être expliqué par le fait que lorsque l'air de la surface de contact est plus important, il n'y a par un labourage des surfaces, ce qui conduit à la formation de rayures et de bourrelets frontaux par dégradation et déformation de la phase liante. Le bourrelet frontal est une surélévation de matériau refoulé devant la bille sous l'effet des efforts tangentiels.

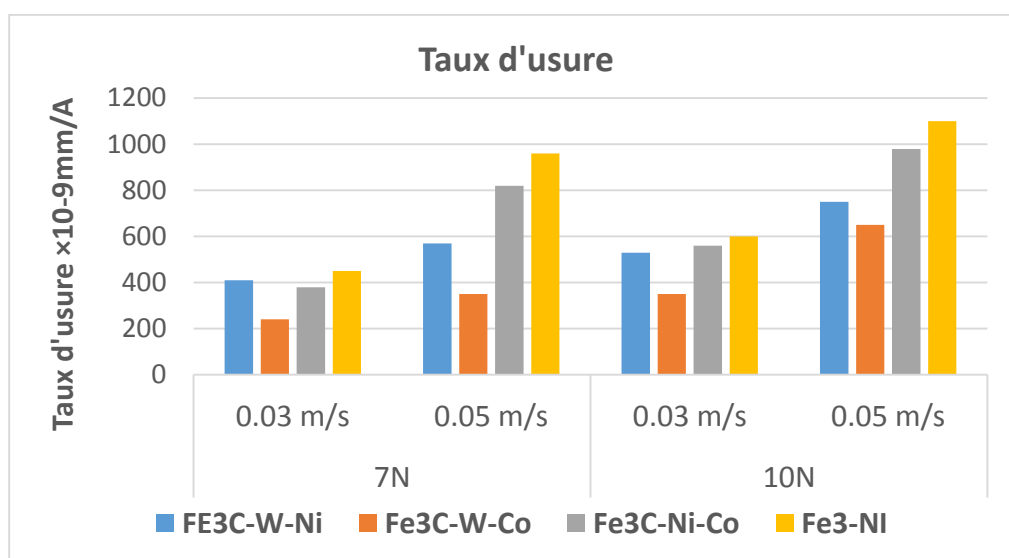


Figure IV.22. Variation de la vitesse de glissement sur le taux d'usure Pour la charge 7N

L'absorption de l'énergie, elle explique en grande partie la résistance au mouvement lors du glissement de la bille sur l'échantillon. On remarque que la dureté influe sur le comportement tribologique des alliages testés quel que soit l'alliage. Le coefficient de frottement et le taux d'usure diminuent avec l'augmentation de la dureté des alliages frittés. Ceci est dû comme il a été cité précédemment à la fragilisation des aspérités lors du contact bille-échantillon. D'après les deux figures précédentes des deux charges, l'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$ est caractérisé par un meilleur comportement tribologique comparé aux deux autres alliages.

IV-4-3 Influence de la vitesse de glissement

La variation du coefficient de frottement pour les deux alliages, $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$ et $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$ est relativement petite ; il varie de 0,4 à 0,5 et de 0,5 à 0,62 respectivement. Par contre avec l'augmentation de la vitesse de glissement 0,03m/s à 0,05m/s, le coefficient de frottement de l'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$ diminue rapidement. D'après la figure (IV.26), le taux d'usure de l'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$ diminue rapidement avec l'augmentation de la vitesse ; il est très élevé pour la vitesse de glissement 0,03m/s. Concernant les autres alliages, on remarque que leurs taux d'usure restent presque invariables comparés à celui des alliages contenant du W. L'accroissement de la vitesse de glissement a permis de constater que l'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$ possède un meilleur comportement tribologique que les deux autres alliages testés. Durant les essais d'usure, le glissement dû au frottement diminue avec l'augmentation de la vitesse.

Le coefficient de frottement pour les couples des alliages frottant contre le bille diminue rapidement avec l'augmentation de la vitesse, et lentement pour les couples de alliages de frottant contre Ni/ bille. Pour le couple contre W / bille, le coefficient de frottement augmente légèrement avec la vitesse de glissement. On remarque que les coefficients de frottement des $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$ et $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$ sont plus élevés que ceux des autres $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{Ni}-5\text{Co}$ et $64\text{Fe}_3\text{C}-36\text{Ni}$.

L'échantillon de l'alliage de $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{Ni}-5\text{Co}$ est caractérisé par un mauvais comportement tribologique aux faibles vitesses de glissement. L'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$ possède par contre un bon comportement tribologique aux faibles vitesses et un mauvais aux grandes vitesses de glissement. La vitesse de glissement a une grande influence sur le comportement tribologique des alliages examinés dans cette étude. Le coefficient de frottement des alliages évoluent différemment dans les deux domaines. Dans le domaine, des deux vitesses de 0.03 m/s à 0.05m/s, le coefficient de frottement des alliages de W évoluent d'une manière semblable. Le coefficient de frottement du couple alliage de W/ bille métallique est plus élevé que celui du couple Ni/ bille. Pour les couples $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$ - $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$, le test de frottement à la vitesse 0.03 m/s n'a pas eu lieu, car l'effort de frottement était très élevé. Dans le deuxième domaine où la vitesse de glissement varie de 0.05 m/s

IV-4-4 Influence de la charge appliquée

Les valeurs de coefficient de frottement sont stables, on note une augmentation significative du coefficient de frottement avec la charge. Sous un chargement de 10N, le coefficient de frottement est particulièrement est moins. Ce coefficient de frottement présente une courte phase d'accroissement rapide suivie d'une longue période pendant laquelle il augmente légèrement avant de se stabiliser à une certaine valeur. Cette valeur, qui est la valeur caractéristique du coefficient de frottement apparait selon les essais de vitesse 0.03 m/s, entre 800 à 1000s et entre 500 à 600s pour la vitesse 0.05m/s. Pour la vitesse $v_2=0.05\text{m/s}$, on note l'augmentation de l'effort normal entraînant une forte croissance du coefficient de frottement pour les quatre alliages, tandis que pour la vitesse de $v_1=0.03\text{m/s}$, on note l'augmentation de l'effort normal entraine une faible croissance du coefficient de frottement pour les quatre alliages.

Globalement le coefficient de frottement augmente avec l'augmentation de la vitesse cependant, une augmentation plus importante dans le cas des faibles efforts

normaux ($P_1 = 7 \text{ N}$ et $P_2 = 10 \text{ N}$) le coefficient de frottement diminue avec l'augmentation de la dureté. Notons cependant que la diminution est plus prononcée dans le cas des faibles vitesses ($V_1 = 0.03 \text{ m/s}$). Pour les valeurs de charges appliquées ($P_1 = 7 \text{ N}$ et $P_2 = 10 \text{ N}$), les écarts entre les valeurs du coefficient de frottement sont importants, plus P augmente plus les écarts entre les valeurs de μ se réduisent. Donc on remarque le mécanisme d'usure activé est celui par abrasion et que le volume des débris est différent ce qui le rend faible dans les cas des petites charges et vitesses. La valeur du coefficient de frottement est du même ordre de grandeur que celle donnée dans la littérature. Pour les valeurs des charges appliquées, nous avons constaté clairement que le coefficient de frottement croît avec l'augmentation de charge appliquée et de la vitesse mais décroît avec celle de la dureté des alliages.

IV-4-5 Evolution de la Perte de masse

D'après les valeurs de la perte de masse, on observe une perte de masse sur tous les essais, ce qui montre que le mode de l'usure est abrasif. Il est également fait référence que l'usure de la bille de acier 100C6 est négligeable. Nous avons mis cette supposition car la dureté de la bille (64HRC) est équivalente que celle de la surface dure des alliages élaborée. Cette proposition sera confirmée par l'analyse de la trace d'usure par le MO. Cependant on remarque aussi d'après les valeurs de perte en masse obtenues, que la perte en masse pour les échantillons correspondant à une charge de 10N est plus élevée que celui des échantillons de charge de 7N.

Tableau IV 11 les masses perdues des alliages à 7N

	avant	après		(Δm) La masse perdue (g)		W _s taux d'usure W _s = Δm / ρL	
		0.03 m/s	0.05 m/s	0.03m/s	0.05m/s	0.03 m/s	0.05 m/s
1	17.6557	17.6549	17.6546	0.0008	0.0011	410*10 ⁻⁹	564*10 ⁻⁹
2	19.0262	19.0235	19.0232	0.0027	0.0030	138*10 ⁻⁸	153*10 ⁻⁸
3	15.5364	15.5348	15.5345	0.0016	0.0019	820*10 ⁻⁹	974*10 ⁻⁹
4	18.6020	18.5996	18.5993	0.0024	0.0027	123*10 ⁻⁸	138*10 ⁻⁸

L'analyse de ces résultats montre que la perte de masse n'augmente pas de manière significative avec la charge de contact, mais elle augmente fortement avec la vitesse de glissement. L'évolution de la perte de masse avec les conditions de contact est identique à l'évolution de la largeur de contact sauf dans le cas de contact avec glissement où nous

avons une grande perte de masse et une faible largeur de contact pour la charge élevée et inversement pour la charge faible. La perte de masse est d'environ deux fois plus importante pour une vitesse de glissement deux fois plus élevé.

Lorsque les conditions de contact changent, l'évolution de la perte de masse n'est pas corrélée avec celle de la largeur de contact, qu'il s'agisse de contact avec ou sans glissement. Dans le premier cas, l'interprétation est un peu délicate dans la mesure où à la fois la charge et la vitesse de glissement sont modifiées. Dans le second, seule la charge de contact est modifiée, et l'on peut faire l'hypothèse que la déformation plastique plus importante (se traduit par une largeur de contact) entraîne un durcissement plus important de l'alliage, réduisant la perte de masse. Ceci suggère a priori que le « taux » de non corrélation dans l'évolution des deux grandeurs (perte de masse et largeur de contact) en fonction des paramètres de sollicitation serait fortement dépendant de la capacité d'érouissage des alliages.

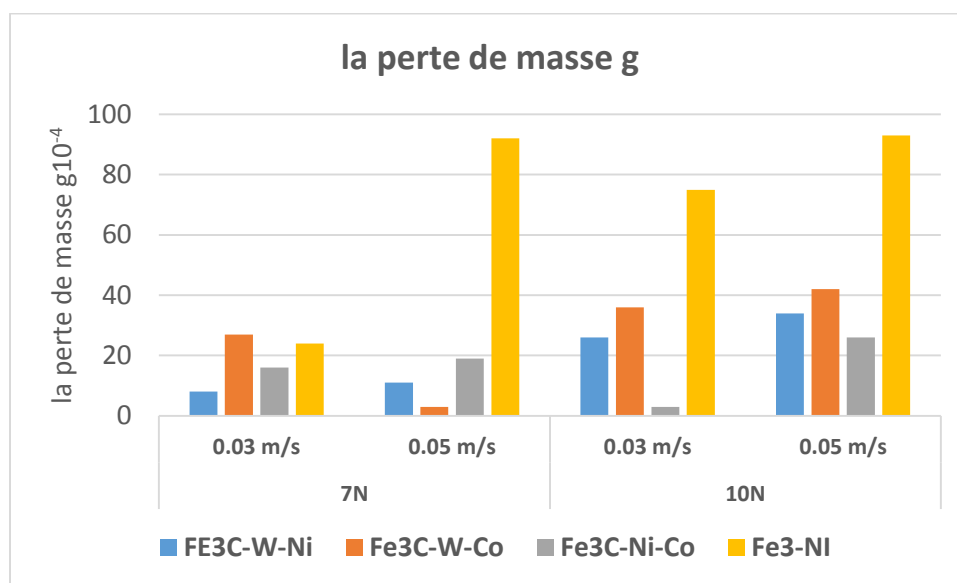


Figure IV.23. Evolution de perte de masse des alliages de charge 7N

En plus de l'évolution géométrique, le contact entre échantillon et la bille entraîne une perte de masse. Ce paramètre permet d'évaluer essentiellement l'usure abrasive par comparaison avec le rayon de contact et de qualifier le type d'endommagement produit par les différentes conditions de contact (prédominance de la déformation plastique ou de l'abrasion dans la modification géométrique de la bille). Les mesures reportées sur la figure IV (23) exprime le pourcentage de perte de masse des quatre alliages pour les mêmes conditions de

travail. Lorsque la charge de contact change, l'évolution de la perte de masse n'est pas reliée avec celle du rayon de contact, c'est-à-dire il se réalise du contact avec glissement.

Tableau IV.12 les masses perde des alliages à 10N

	avant	après		(Δm)La masse perdre (g)		W _s taux d'usure W _s = Δm/ρL	
		0.03 m/s	0.05 m/s	0.03 m/s	0.05m/s	0.03 m/s	0.05 m/s
1	17.6546	17.6520	17.6512	0.0026	0.0034	133*10 ⁻⁸	174*10 ⁻⁸
2	19.0232	19.0196	19.0190	0.0036	0.0042	134*10 ⁻⁸	215*10 ⁻⁸
3	15.5340	15.5314	15.5310	0.0026	0.0030	133*10 ⁻⁸	102*10 ⁻⁸
4	18.5993	18.5918	18.5900	0.0075	0.0093	384*10 ⁻⁸	476*10 ⁻⁸

Les mesures de la perte de masse ont été également effectuées sur les alliages en fonction des différents paramètres avec un parcours de 25 m, deux charges appliquées (7 et 10N) et deux vitesses de glissement (0.03 et 0.05m/s). L'ensemble de ces résultats sont représentées sur la figure IV. (23). Ils montrent que la perte de masse pour l'alliage 85Fe₃C-10Ni-5Co dépend de la nature de contact, le frottement est plus élevée par rapport l'alliage 85Fe₃C-10W-5Co, on remarque quel que soit les conditions appliquées, la perte de masse est beaucoup plus faible que tous les alliages

IV-4-4-1 Surfaces usées

Les observations réalisées à l'aide du microscope montrent la dégradation des surfaces de contact des disques après les tests de tribologie. A travers ces observations, il est possible d'identifier les mécanismes mis en jeu à la fin de ces essais. La figure (IV.24) montre les états des surfaces des quatre alliages après un contact sec avec un acier dur de 100C6. Ces micrographes ont été réalisés après les essais d'usure sur le tribomètre pour des charges P₁ = 7N et P₂= 10N. Pour les deux charges appliquées sur les échantillons, on observe des sillons parallèles à la direction de glissement qui ont tendance à s'agrandir avec l'augmentation de la charge appliquée.

Les sillons dans les zones de frottement donnent l'impression d'un micro-labourage de surfaces frottées, avec parfois la formation des bourrelets latéraux, un signe d'une déformation plastique dans le contact. Les surfaces de contact sous l'effet de la charge 7N présentent des surfaces résistantes avec un faible de rayure. Pour l'alliage 85Fe₃C-10W-5Ni et 85Fe₃C-10W-5Co, le contact entre le bille et l'alliage est presque parfait avec l'absence de

rayure profonde et espacées figure (IV.33 (a et b)). Les micrographies des surfaces de contact des alliages de tungstène correspondant à la charge appliquée 10N sont caractérisées par la présence d'une usure abrasive intense avec production de petites quantités de débris d'usure provenant des alliages qui sont à l'origine des rayures profondes dans les zones de frottement. L'étude de la morphologie de la trace d'usure de la surface de contact de l'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$ indique que l'origine de l'usure est surtout de type abrasif. C'est le mécanisme d'usure par enlèvement de matière dû au rayage. Les rayures existantes sur la surface de contact de l'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Ni}$ et $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{W}-5\text{Co}$ sont moins profondes et moins espacées, ce qui signifie que le contact est presque total ou parfait par contre dans la piste de l'alliage $85\text{Fe}_3\text{C}-10\text{Ni}-5\text{Co}$ et $64\text{Fe}_3\text{C}-36\text{Ni}$ est plus profonde et espacées, Figure IV.33(c et d). [19].

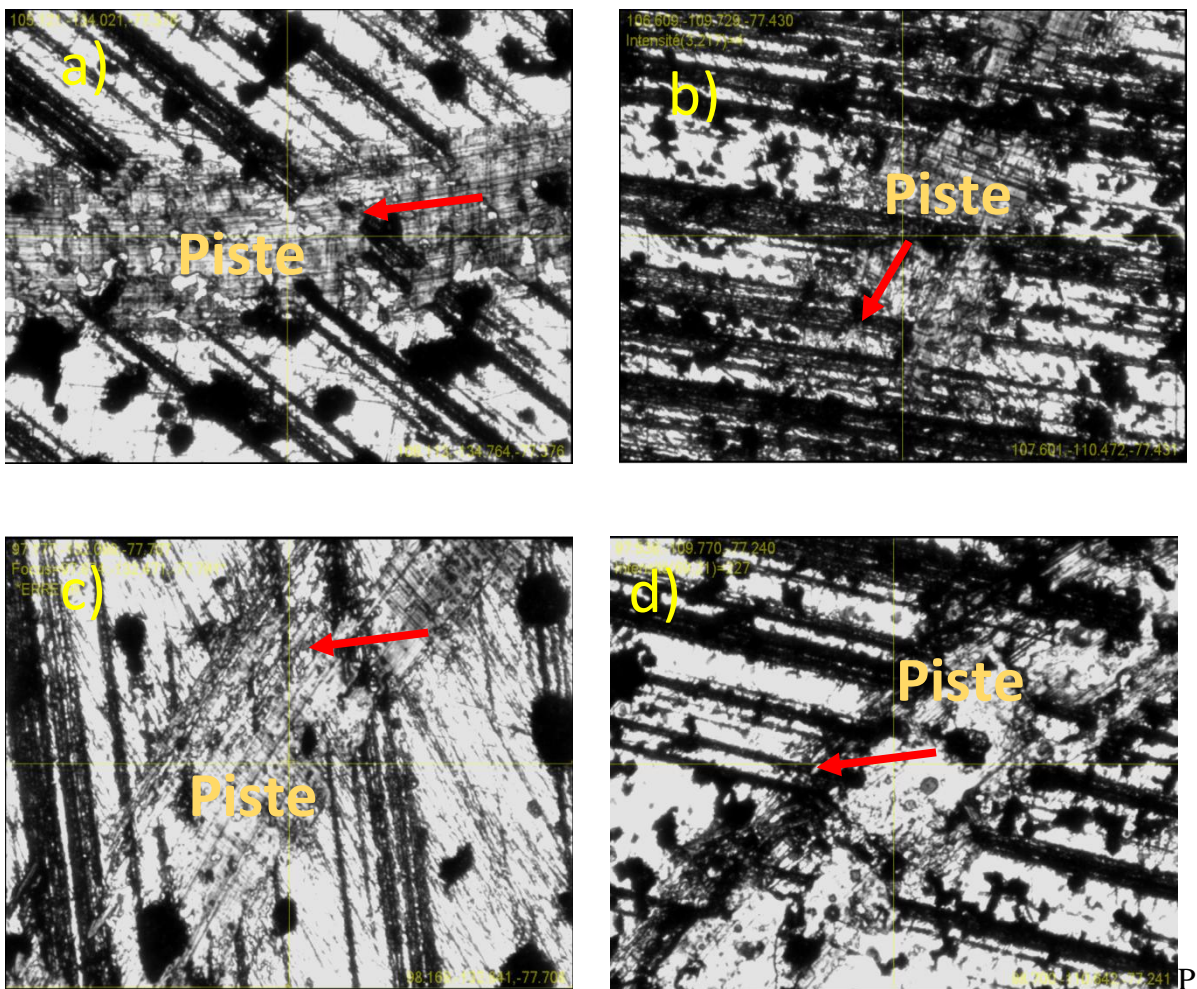


Figure IV.24. Images en microscope optique des pistes des pions contact sec

Références IV

- [1] Lahcene. Mebarki. Contribution à l'étude de précipitation du carbure dans les aciers fortement alliés (frittée) Thèse 2014.
- [2] E.A. Carneiro, L.Winocq and J.Berthaud, Disc brakes of trucks: à technical innovation for heavy vehicles, Warrendale SAE, 1992.
- [3] Y.Jimbo, Development of high thermal conductivity cast iron for brake disc rotor, Warrendale SAE (1990)22-28,
- [4] S.S. Kim, Lee S.H., Lee S.M, Thermomechanical wear mechanism of friction brake", Proceedings of the international tribology conference, Tokohama, pp.1567-1572, 1995
- [5] R.Limpert, Brake design and safety. Warrendale, Pa., Society of Automotive
- [6] M. Burckhardt, Fahrwerktechnik: Bremsdynamik und PKW-Bremsanlagen, Vogel Buchverlag, 1991.
- [7] Shih-Hsien Chang a, *, Ming-Hung Chang a, Kuo-Tsung Huang b Study on the sintered characteristics and properties of nanostructured WCe15 wt% (Fe-Ni-Co) and WCe15 wt% Co hard metal alloys journal of Alloys and Compounds 649 (2015) 89e95
- [8] L. MEBARKI, M. ZIDANI,*, S. MECHACHTI, H. FARH, D. MIROUD Effect of Nickel Addition Study on the Mechanical Properties of the (Fe₃C-Ni) Alloy Obtained by Solid Phase Compaction and Sintering. International Journal of Engineering Research in Africa .2017. ISSN: 1663-4144, Vol. 32, pp 18-24

- [9] Zhao L, Baker I, George EP. Room temperature fracture of Fe-Co. Mater Res Soc Symp Proc 1993; 288:501-6
- [10] Zhao L, Baker I. The effect of grain size and Fe-Co ratio on the room temperature yielding of FeCo. Acta Metall Mater 1994; 42:1953e8.
- [11] S.H. Chang, P.Y. Chang, Investigation into the sintered behavior and properties of nanostructured WC-Co-Ni-Fe hard metal alloys, Mater. Sci. Eng. A 606 (2014) 150e156
- [12] S.H. Chang, P.Y. Chang, Study on the mechanical properties, microstructure and corrosion behaviors of nano-WC-Co-Ni-Fe hard materials through HIP and hot-press sintering processes, Mater. Sci. Eng. A 618 (2014) 56-62.
- [13] N. Natarajan, S. Vijayarangan, I. Rajendran, Wear behaviour of A356/25SiCp aluminium matrix composites sliding against automobile friction material, Wear 261(2006)812– 822
- [14] A. Daoud, M.T. Abou El-khair, Wear and friction behaviour of sand cast brake rotor made of A359-20 vol% SiC particle composites sliding against automobile friction material, Tribology International 43 (2010) 544–553.
- [15] P.V. Gurunath, J. Bijwe, Friction and wear studies on brake-pad materials based on newly developed resin, Wear 263(2007) 1212–1219.
- [16] H.Jang, K.Ko, S.J.Kim, R.H.Basch, J.W.Fash, The effect of metal fibers on the friction performance of automotive brake friction materials, Wear 256 (2004) 406-414
- [17] P. Kubecka, Etude de comportement d'allages passivables, acier duplex et alliage en fer-nickel, soumis à l'action combinée du frottement et de la corrosion. Thèse de doctorat, Ecole Centrale Paris: Paris. 1998,
- [18] A.Belhocine, étude thermomécanique des disques de frein Application du Code de Calcul ANSYS v11.0, thèse doctorat, université des sciences et de la technologie d'Oran Mohamed Boudiaf, 2012
- [19] R.Courtel, le frottement sec, vue passés et présentes sur les mécanismes du frottement sec Revue Française de mécanique .N°66(1978)23-29
- [20] Djafri Mohammed. Etude numérique et expérimentale du comportement tribologique des contacts glissant - application aux freins à disques. Thèse doctorat 2014

Conclusions générale

Et

Perspectives

Conclusion générale et perspectives

Les travaux exécutés dans le cadre de ce doctorat ont permis une meilleure compréhension de l'influence des paramètres de production des aciers à outils par la métallurgie des poudres sur les propriétés mécaniques. L'utilisation de diverses techniques de caractérisation microstructurale a permis de déterminer l'influence des paramètres de production sur la porosité et la microstructure. Des essais de dureté, de flexion et la résilience ont mis en évidence l'influence de la porosité et de la microstructure sur les propriétés mécaniques des aciers élaborés par métallurgie des poudres. Les résultats de cette thèse restent toujours des résultats de l'industrie suivant leurs conditions et le matériel utilisé.

Ceci vise aussi la production et la caractérisation d'un acier à outils à base de fer moins coûteux en plus de :

- L'étude des paramètres opérationnels de mise en œuvre de l'alliage en laboratoire pour établir les paramètres opérationnels qu'il fallait contrôler pour effectuer le transfert industriel avec succès ;
- La caractérisation détaillée de la microstructure des particules des alliages dans des pièces frittées et traitées thermiquement ;
- L'évaluation des propriétés mécaniques de pièces frittées élaborées avec le mélange optimisé et l'évaluation de la résistance à l'usure d'échantillons.

Notons que la teneur de W, Ni et Co dans la matrice de carbure de fer (Fe_3C) à une influence remarquable sur les propriétés mécaniques ; citant :

- L'augmentation de la teneur en W dans les matrices de fer augmente les propriétés mécaniques telles que la dureté, résistance à la flexion et la résistance à l'usure.
- La présence de Co et le Ni comme des liants dans le même alliage influence significativement les propriétés mécaniques de nos alliages.
- La dureté et la résistance à la flexion diminuent faiblement avec le changement des éléments d'addition (Ni-Co) plus de 5% dans les alliages à base de fer. Cette diminution est attribuée à l'initiation de microcavités qui se produit pour un taux de porosité plus faibles, pour des grosses inclusions, plus irrégulières et plus rapprochées. De plus, l'analyse des structures montre un endommagement microstructural plus important dans les ponts de frittage pour l'alliage contenant de W-Co et Ni-Co par rapport ou W-Ni. En effet, de plus grosses microcavités importantes, associées aux

plus grosses inclusions de Ni et Co qui se croissent plus rapidement et favorisent une porosité.

- L'élaboration par voie de métallurgie des poudres des pièces d'aciers à teneur élevée en Ni (afin d'améliorer leurs trempabilité) modifie la taille et la morphologie des grains de fer qui dépasse le taux de 36%. Ceci entraîne une diminution des propriétés en flexion et en résilience, ainsi la dureté.
- La présence de la combinaison des particules de W et Ni dans une matrice de fer favorise des meilleurs caractéristiques mécaniques que la combinaison de Ni et Co ;
- L'ajout de Ni seul dans une matrice de fer améliore les caractéristiques mécaniques avec une valeur ne dépassant pas 36%.

Ces résultats sont particulièrement importants car l'influence de la teneur de liant sur la taille des grains de matrice métallique (Fe_3C) a été identifiée et les phases de martensitiques après la trempe. Ce sont les phases responsables de l'augmentation des propriétés mécaniques des alliages à base de fer.

Ce travail de recherche nous a permis aussi d'étudier l'influence de caractéristiques mécaniques des alliages à base de fer sur les propriétés à l'usure.

- Durant le frittage, le tungstène occupe la porosité ouverte sans modifier le squelette de la matrice d'acier. La diffusion du nickel dans les particules d'acier conduit à une solution solide sursaturée en nickel, ce qui entraîne un durcissement par solution solide et une augmentation de la microdureté dans la phase de la Fe_3C ;
- La trempe augmente la dureté et la résistance à la flexion. Cette amélioration est due à l'augmentation de l'homogénéité des structures de ces alliages, à la diminution de la concentration de contrainte associée à la porosité ouverte et à l'augmentation de la dureté de la phase mère.
- La résistance à la flexion est aussi améliorée, grâce à la grande ductilité du nickel qui permet d'accommoder la déformation plastique et donc de distribuer plus uniformément la contrainte à travers la pièce. Ainsi ceci permet d'augmenter l'énergie absorbée durant l'essai de résilience.

Les conclusions suivantes peuvent être émises sur la caractérisation microstructurale complète des zones riches en liant ainsi que leur influence sur la dureté des alliages élaborés par métallurgie des poudres. Ceci montre que l'utilisation de poudres fines évite presque totalement la présence des zones austénitiques riches après trempe.

- L'analyse spectrométrique des rayons X à haute résolution spatiale combiné à l'analyse des clichés de diffraction électronique montre que les zones riches en nickel et cobalt sont une combinaison d'austénite et de martensite.
- La présence de faible teneur d'austénite est la cause de l'augmentation des caractéristiques mécaniques ;

Les résultats montrent que L'évolution du coefficient de frottement moyen en fonction de la vitesse et de la charge sont de sorte que :

- pour la vitesse de 0.03m/s, l'augmentation de charge entraine une forte croissance du coefficient de frottement pour les4 alliages ;
 - pour la vitesse de 0.05m/s, l'augmentation de charge entraine une faible croissance du coefficient de frottement pour les 4 alliages ;
 - globalement le coefficient de frottement augmente avec l'augmentation de la vitesse, cependant une augmentation plus importante dans le cas des charges ($P_1 = 7 \text{ N}$ et $P_2 = 10 \text{ N}$) ;
 - le coefficient de frottement diminue avec l'augmentation de la dureté. Notons cependant que la diminution est plus prononcée dans le cas des vitesses ($V=0.03 \text{ m/s}$ et $V=0.05 \text{ m/s}$) ;
 - pour la faible valeur de charge ($P_1 = 7 \text{ N}$), les écarts entre les valeurs du coefficient de frottement sont importants, plus la charge augmente plus les écarts entre les valeurs de μ se réduisent. L'augmentation de la charge réduit l'influence de la dureté sur μ .
 - La variation de la charge appliquée, en passant de 7N à 10N à provoquer l'augmentation de coefficientde frottement expliqué par l'augmentation de lasurface de contact avec une diminution du tauxd'usure ;
- Le mécanismeprincipal d'usure c'est l'usure abrasive pour tous les alliages

En perspectives, nous envisageons d'élargir cette étude sur les mêmes alliages pour l'amélioration des caractéristiques mécaniques et structurelles avec l'addition des autres éléments tels que le chrome, molybdène. En plus l'utilisation de techniques de caractérisations suivant les utilisations et les domaines d'applications de ces alliages dans l'industrie telles que :

- La forme des particules des poudres
- Forgeage et un traitement thermochimique de nitruration gazeuse

- La variation de temps de broyage
- La variation de pression de compactage
- La température de frittage
- Le traitement duplex (chromage + nitruration) or (nickelage + nitruration)
- L'influence de paramètres environnementaux d'usure tels que la température
- Les tests de corrosion

Résumés

Les pièces d'alliage produites par métallurgie des poudres (M/P) ont remplacé les aciers corroyés dans plusieurs applications industrielles, principalement à cause de leur coût plus faible et à la possibilité de les produire près des côtes finales. Ce travail a été mené dans le but d'élaborer de nouveaux alliages à base de fer (Fe_3C) de 1.2% de carbone par la métallurgie des poudres et le frittage en phase solide à $1350^{\circ}C$. Cette étude comporte un volet expérimental industriel. Les alliages étudiés sont le résultat de la combinaison de quatre poudres d'éléments métalliques (Fe_3C -W-Ni-Co) de même pureté et de même taille donnant lieu à la création de quatre alliages ($85Fe_3C$ -10W-5Ni)-($85Fe_3C$ -10W-5Co)-($85Fe_3C$ -10Ni-5Co)-($64Fe_3C$ -36Ni). Les caractéristiques mécaniques ont été effectuées par des essais de flexion, de densité, de résilience et de dureté sur les échantillons. Pour les caractéristiques structurales telle que la porosité, les techniques utilisées sont (MO MEB DRX EDS), en plus des essais d'usure avec variation de la charge appliquée et la vitesse de rotation. Finalement, les résultats de ce travail ont montré que les caractéristiques mécanique et structurel de l'alliage ($85Fe_3C$ -10W-5Ni) sont acceptables par rapport aux autres alliages élaborés.

Mots-clés: métallurgie des poudres, alliage à base de fer, frittage, phase solide, caractéristique mécanique, usure.

Summary

Powder metallurgy (P / W) alloy parts have replaced wrought steels in a number of applications industrial, mainly because of their lower cost and the possibility of producing them near final coasts. This work was conducted for developing new iron-based (Fe_3C) alloys with 1.2% carbon by solid phase sintering powder metallurgy at $1350^{\circ}C$. These studied alloys are the result of the combination of four powders of metallic elements (Fe_3C -W-Ni-Co) of the same purity and size in a four alloys ($85Fe_3C$ -10W-5Ni) - ($85Fe_3C$ -10W-5Co) - ($85Fe_3C$ -10Ni-5Co) - ($64Fe_3C$ -36Ni). The experimental mechanical characteristics were carried out by tests of bending, density, resilience and hardness on the samples tested and the structural characteristics such as porosity and (MO MEB DRX EDS) thus the wear tests with the variation of the load applied and the speed of rotation. Finally, the results of the four alloys elaborated showed that the mechanical and structural behavior of the alloy ($85Fe_3C$ -10W-5Ni) is higher and more resistant to wear compared to the other alloys prepared.

Keywords: powder metallurgy iron based alloy sintering solid phase mechanical characteristics, wear.

ملخص

حلت قطع مسحوق المعادن (M/P) محل قطع الفولاذ في عدد من التطبيقات الصناعية، ويرجع ذلك أساساً إلى انخفاض تكلفتها وإمكانية إنتاجها بالقرب من الأبعاد النهائية. تم إجراء هذا العمل بغرض تطوير خلائط حديدية جديدة (Fe_3C) بنسبة 1.2% من الكربون بواسطة التعتدين المساحيق الصلبة ذات المرحلة الصلبة عند 1350 درجة مئوية. هذه السبائك المدروسة هي نتيجة لمزيج من أربعة مساحيق من العناصر المعدنية (Fe_3C -W-Ni-Co) لها نفس النقاء ونفس الأبعاد في أربعة سبائك مختلفة من الشكل ($85Fe_3C$ -10W-5Ni) - ($85Fe_3C$ -10W-5Co) - ($85Fe_3C$ -10Ni-5Co) - (xFe_3C - (100-x) Ni) وأجراء تجارب الخصائص الميكانيكية من لاختبارات الانحناء والكثافة والمرونة والصلابة من العينات التي تم فحصها. والخصائص البنوية مثل المسامية و (MO MEB DRX EDS) وكذلك تجارب التآكل مع تغير الحمل المطبق وسرعة الدوران. وأخيراً أظهرت النتائج السبائك الأربع المنجزة أن الخصائص الميكانيكية والبنوية لسبيكة ($85Fe_3C$ -10W-5Ni) هي أعلى وأكثر مقاومة للتآكل من السبائك الأخرى المحضرة،

الكلمات البحث: التعتدين المساحيق، سبائك الحديد، تلبد المرحلة الصلبة، الدراسة المجهرية والميكانيكية للتآكل