

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

BADJI MOKHTAR UNIVERSITY ANNABA
UNIVERSITE BADJI MOKHTAR ANNABA



جامعة باجي مختار - عنابة

Faculté des Sciences de l'Ingénierat

Département de Métallurgie et Génie des Matériaux

THÈSE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de

Doctorat 3^{ème} cycle

Option : Génie des Matériaux

**Caractérisation structurale et tribologique des
systèmes Fe-C-X ; (X= WC ; Ni, ...)**

Par

GRAIRIA Amina

Directeur de thèse : ZAHZOUH Moussa Professeur

Université d'Annaba

DEVANT LE JURY SUIVANT :

Président: TOUHAMI M. Zine Professeur Université d'Annaba

Examineurs : MECHACHTI Said Professeur Université d'Annaba

FELLAH Mamoun M.C.A Université de kenchela

JUIN 2020

Dédicaces

Je dédie cette thèse à mes chers parents, qui ont toujours été présents lorsque j'en ai eu besoin. Vous m'avez toujours encouragés et soutenus dans mes choix, et c'est grâce à vous que je dois ma réussite de ces années d'études.

A mes frères Mohammed et Noureddine.

A ma sœur Djézira

A mon grand Père Amar.

A mes très chères amies Aziz Afef et aouissa asma

"A ,grairia ".

A tous ceux qui m'aiment

Remerciements

*Ce travail de thèse a été réalisé sous la direction du Professeur **ZAHZOUH MOUSSA** au laboratoire de Métallurgie et Génie des Matériaux (LMGM) de l'université Badji Mokhtar - Annaba et au laboratoire LaBoMaP- école Arts et Métiers- ParisTech de Lyon. Je voudrais remercier tous ceux qui, par leurs conseils, par leur compétence ou tout simplement par leurs valeurs humaines, ont contribué à son bon déroulement.*

*Je voudrais témoigner toute ma gratitude à Monsieur **ZAHZOUH MOUSSA** mon directeur de thèse pour sa confiance, sa disponibilité et le grand intérêt qu'il a toujours manifesté à ce travail, pour sa rigueur Scientifique, ses encouragements et son soutien, un grand merci.*

*J'adresse mes vifs remerciements à Monsieur **TOUHAMI M. Zine**, Professeur à l'université d'Annaba pour l'honneur qu'il m'a fait en présidant ce jury de thèse.*

*Mes sincères remerciements à Monsieur **Mechacheti Said**, Professeur à l'université de Annaba et Monsieur **Fellah Mamoun**, M.C.A à l'université de Khanchela,, pour tout l'intérêt qu'ils ont accordé à ce travail en acceptant de faire partie de ce jury de thèse et de juger son contenu et sa valeur scientifique.*

*Mes plus vifs remerciements s'adressent à Monsieur **BELIARDOUH. Nasser Eddine** pour son étroite collaboration, son aide permanente et son soutien indéfectible. Il n'a ménagé aucun effort pour que ce travail aboutisse à son terme.*

*Je remercie vivement **Corinne Nouveau**, directrice du LaBoMaP, pour m'avoir accueillie au sein de son laboratoire LaBoMaP- école Arts et Métiers- ParisTech de Lyon. Je lui suis reconnaissante pour les nombreuses discussions enrichissantes et bénéfiques et d' un haut niveau scientifique que nous avons eues.*

*Je remercie chaleureusement le personnel de l'Unité de Recherche Appliquée en Siderurgie et Métallurgie (URMA-CRTI) et spécialement mes amies **Afef, Alima**,*

Hadda, Ouafia et Skander sans oublier Nihel et hinda pour les discussions et les idées que nous avons partagées ainsi que leurs encouragements, merci à toutes.

*Je remercie chaleureusement le personnel de l'Unité de Recherche Appliquée en Sidérurgie et Métallurgie (URASM-CRTI) et spécialement **Kamilia, Hazem, ABDO, Oualid, Amine, Soumaya , Ahlem , Sihem , mounira , Amel, khadidja, samira, djemila***

Je tiens à remercier tous les enseignants de département de métallurgie et génie des matériaux de m'avoir prodigué le savoir tout au long de ma formation universitaire. Je remercie en final tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail et que je n'ai pu citer.

Merci !

Résumé

Dans cette étude, des composites à matrice métallique à base de Fe renforcés par de particules de WC ont été synthétisés par un procédé de métallurgie des poudres (frittage en phase liquide) à l'hydrogène selon la composition de 85%Fe-5%Ni-10%WC. La température de frittage varie de 1100 à 1520 ° C avec un pas de 100°C afin d'étudier l'effet des températures de frittage sur la microstructure et les propriétés mécaniques de cet alliage. La microscopie optique (OM), la microscopie électronique à balayage (SEM) en combinaison avec la spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDS) ont été utilisées pour examiner la microstructure et effectuer une microanalyse de composition. Afin d'identifier la nature des phases formées, une analyse par diffraction des rayons X avec un rayonnement de Cu K α a été effectuée sur les échantillons. La densité des échantillons frittés a été mesurée selon le principe d'Archimède. Afin d'évaluer la résistance à l'usure de l'alliage élaboré, des mesures de dureté et d'usure par frottements (contre billes de WC et d'alumine) ont été effectuées. Les propriétés de résistance à l'usure vis-à-vis des billes de WC et d'alumine ont été comparées par des analyses MEB / EDS. Les propriétés de résistance à l'usure vis-à-vis des billes de WC et d'alumine ont été comparées par des analyses MEB / EDS. Les taux d'usure des éprouvettes ont été évalués par profilométrie optique. Après l'analyse des résultats nous avons constaté que la température optimale est de T= 1520 et ça du point de vu dureté, densité, porosité et microstructure

L'analyse des pistes d'usure par MEB permet d'identifier deux principaux mécanismes lors de l'usure par glissement à sec, à savoir l'oxydation et l'abrasion. Les performances globales d'usure, obtenues en tenant compte de la perte de poids des substrats, indiquent une résistance moindre à l'Alumine par rapport au contact avec la balle de WC.

Mots clés : Frittage, MMC, Usure, Elaboration, Tribologie.

Abstract

Particle-reinforced metal matrix (MMC) composites are part of a large family of composite materials, consisting of at least one two-phase hard particle (reinforcement) microstructure embedded uniformly in a metal matrix (binder) such that W, Co, Ni, Fe, etc. Al or a combination thereof (two or more elements, namely Al - Mg, W - Co, Fe - Ni). The reinforcing particles are ceramic, metallic or organic compounds. Nowadays, MMCs are of great interest because of their improved mechanical properties. In this study, Fe-based metal matrix composites reinforced with WC particles were synthesized by powder metallurgy (liquid-phase sintering) with hydrogen according to the designed composition of 85Fe-5Ni-10WC. The final sintering temperature was varied from 1100 to 1520 ° C with a pitch of 100 ° C to study the effect of sintering temperatures on the microstructure and on the mechanical properties of this alloy. Optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM) in combination with energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) was employed to examine microstructure and perform compositional microanalysis. In order to identify the nature of the formed phases, X-ray diffraction analysis with Cu K α radiation was done on the samples. The density of sintered specimens was measured by the Archimedes' principle. In order to evaluate the wear resistance of the prepared alloy, hardness and friction wear measurements (against WC and alumina balls) were carried out. Wear resistance properties against WC and alumina beads were compared by SEM / EDS analyzes. The wear rates of the specimens were evaluated by optical profilometry.

After analyzing the results we found that the optimal temperature is $T = 1520$ and that from the point of view of hardness, density, porosity and microstructure.

The analysis of wear tracks by SEM identifies two main mechanisms during dry sliding wear, namely oxidation and abrasion. The overall wear performance, taken into account the weight loss of the substrates, indicates less resistance to alumina compared to contact with the toilet ball.

Key words: Sintering, MMC, Wear, Elaboration, Tribology

الملخص

تُعد مركبات المصفوفة المعدنية المقواة بالجسيمات (MMC) جزءاً من مجموعة كبيرة من المواد المركبة، والتي تتكون من بنية دقيقة واحدة على الأقل من الجسيمات الصلبة (التعزيز) مضمنة بشكل موحد في مصفوفة معدنية (رابط) Fe، Ni، Co، W، إلخ. أو مزيج منها (عنصرين أو أكثر Al Mg، Co، Ni، Fe). جزيئات التسليح هي مركبات خزفية أو معدنية أو عضوية. في الوقت الحاضر، تتمتع MMCs باهتمام كبير بسبب الخواص الميكانيكية المحسنة.

في هذه الدراسة، تم تصنيع مركبات المصفوفة المعدنية القائمة على الحديد المقوى بجزيئات WC بواسطة عملية تعدين المسحوق القائمة على الهيدروجين (التلبد السائل) وفقاً للتكوين المصمم لـ Fe-5Ni-10WC85. درجة حرارة التلبد النهائية تتراوح من 1100 إلى 1520 درجة مئوية مع درجة حرارة 100 درجة مئوية كخطوة لدراسة تأثير درجات حرارة التلبد على البنية المجهرية وعلى الخواص الميكانيكية لهذه السبائك. تم استخدام الفحص المجهرى البصري (OM)، المسح المجهرى للإلكترون (SEM) مع التحليل الطيفي للأشعة السينية (EDS) المشتتة من الطاقة لفحص البنية المجهرية وإجراء التحليل الميكروي المركب. من أجل تحديد طبيعة المراحل المشكلة أجري تحليل حيود الأشعة السينية مع إشعاع Cu K α على العينات. تم قياس كثافة العينات الملبدة وفقاً لمبدأ أرخميدس. من أجل تقييم مقاومة التآكل للسبائك المحضر، تم إجراء قياسات الصلابة والاحتكاك (ضد كرات WC والألومينا)، وتمت مقارنة خصائص مقاومة التآكل ضد WC وحببات الألومينا من خلال تحليلات SEM / EDS.

تم تقييم معدلات تآكل العينات عن طريق التوصيف البصري. بعد تحليل النتائج، وجدنا أن درجة الحرارة المثلى هي T = 1520 وذلك من وجهة نظر الصلابة والكثافة والمسامية والبنية المجهرية.

يحدد تحليل مسارات التآكل بواسطة SEM آليتين رئيسيتين أثناء التآكل الجاف، وهما الأكسدة والتآكل. يشير الأداء الكلي للبلبي، مع الأخذ في الاعتبار فقدان الوزن للركائز، إلى مقاومة أقل للألومينا مقارنةً بلمسة كرة المرحاض.

الكلمات المفتاحية: التآكل، الاحتكاك، الألومينا، التآكل

Table des matières

Table des matières

Dédicaces.....	I
Remerciements	III
Résumé.....	V
Abstract.....	VI
الملخص.....	VII
Table des matières	VIII
Introduction générale	2
Chapitre I : Synthèse bibliographique.....	7
I.1. Introduction.....	8
I.2. Les composites.....	8
I.2.1 Les différents types de composites.....	9
I.2.2 Les Composites à matrice métallique	11
I.2.3 Les composites à matrice métallique à renfort particulaire CMMp.....	11
I.2.4 Eléments constituant d'un matériau composite.....	12
I.2.5 Matrices métalliques utilisés dans les matériaux composites.....	14
I.2.5.1 Les matériaux composites à matrice d'aluminium (CMAI).....	14
I.2.5.2 Les matériaux composites à matrice de magnésium (CMMg).....	15
I.2.5.3 Les matériaux composites à matrice de cuivre (CMCu)	15
I.2.5.4 Les matériaux composites à matrice de fer.....	16
I.2.6 Les Composites Fe-WC	16
I.2.7 Description du système ternaire stable C-Fe-W.....	17
I.2.7.1 Systèmes binaires.....	17
I.2.7.2 Sections isothermes du système ternaire C-Fe-W	20
I.2.8 Applications des composites Fe-WC	21
I.2.9 Applications industrielles	21
I.2.10 Elaboration des composites Fe-WC.	21
I.3 Métallurgie des poudres (Frittage en phase liquide).....	22
I.4 Etudes Tribologiques	27
I.4.1 Le frottement : Généralités	27

I.4.2 Notion de Surface.....	28
I.4.3. Notion de troisième corps	28
I.4.4 Le coefficient de frottement.....	29
I.4.5 L'Usure.....	30
I.4.5.1. Définition.....	30
I.4.5.2. Types d'usure.....	31
I.4.5.2.1. Usure adhésive	31
I.4.5.2.2. Usure abrasive	33
I.4.5.2.3. Autres modes d'usure	33
I.4.5.3 Quantification de l'usure : volume d'usure et taux d'usure	33
Chapitre II : Matériaux et Techniques	38
Expérimentales.....	38
II. Matériaux, technique d'élaboration et de caractérisation	39
II.1 Introduction.....	39
II.2.1 Matériaux utilisés.....	39
II.2.2 Élaboration des échantillons étudiés	40
II.2.2.1 Préparation des comprimés	40
II.2.2.3 Traitement thermique (Trempe à l'eau).....	42
II.2.2.4 Préparation de la surface	42
II.3. Techniques de caractérisation des échantillons	43
II.3.1. Caractérisations structurale	43
II.3.1.1 Microscope optique.....	43
II.3.1.2. Microscope électronique à balayage MEB	43
II.3.1.3 Diffraction des rayons X	45
II.3.2. Profilométrie optique.....	46
II.3.3 Caractérisation physique et mécanique.....	47
II.3.3.1 Mesure de la densité apparente.....	47
II.3.3.2 dureté	47
II.3.3.3. indentation instrumentée	48
II.3.4 Caractérisations tribologique	49
II.3.4.1 Moyens d'essai tribologique et de caractérisation d'usure.....	49
II.3.4 .1.1 Évolution du coefficient de frottement μ	49

II.3.4.1.2. Moyens d'essai tribologique.....	49
II.3.4.1.3. Conditions opératoires	50
II.3.4.2 Mécanismes d'usure	52
Chapitre III : Résultats Et Discussion	54
III.1. Caractérisation microstructurale, physique et mécanique	55
III.1.2.1. Caractéristiques des poudres de départ.....	55
III.1.2.2. Préparation des échantillons pour observation.....	56
III.1.2.3. Etude métallographique	57
III.1.2.3. 1.Porosité.....	57
III.1.2.3.2.Microstructure.....	58
III.1.2.4. Microstructure MEB	60
III.1.2.5. Analyse EDS	62
III.1.2.6. analyse par diffraction des rayons x.....	65
III.1.3.1. Dureté.....	70
III.1.3.2. Etude de la densité	71
III.1.3.2. 1.densité relative.....	71
III.1.3.2.2.densité apparente	72
III.1.3.2.3.la porosité.....	73
III.1.3.3. L'indentation	74
III.2. Caractérisation tribologique	75
III.2.1.1. FNW avec une bille de WC	76
a. charge de 5 N	76
b. charge de 10N	77
III.2.1.2. FNW avec une bille de Al ₂ O ₃	77
a. Charge de 5 N	77
b. charge de 10 N	78
III.2.2.1. FNW avec la bille de WC.....	80
a. Charge 5 N	80
b. Charge 10 N	82
III.2.2.2. FNW avec la bille d'alumine	84
a. Charge 5 N	84
b. Charge 10 N	85
Conclusion générale.....	92
Références bibliographiques	94

Figure	Titre	page
Figure I.1	Schéma d'un matériau composite [16]	09
Figure I.2	a) Vue schématique des différents CMM, b) Morphologie des particules [16]	10
Figure I.3	Morphologie des renforts discontinus, a) Particules, b) trichites et c) fibres courtes	13
Figure I.4	Morphologie des renforts continus, a) Multifilamentaire, b) monofilamentaire.	14
Figure I.5	Microstructure d'un composite à matrice Mg (9% Al, 1%Zn) renforcée de 35% de fibres de carbone UD [28]	16
Figure I.6	Diagramme binaire C-Fe métastable	19
Figure I.7	Diagramme binaire C-W stable	20
Figure I.8	Diagramme binaire Fe-W stable.	20
Figure I.9	Section isotherme du système ternaire C-Fe-W à 1280°C calculée par le logiciel Thermo	21
Figure I.10	Sections isothermes de la zone riche en fer du système ternaire C-Fe-W à, a) 1260°C et b) 1300°C calculée par le logiciel Thermo-Calc	22
Figure I.11	Méthodes de fabrication des composites Fe-WC.	23
Figure I.12	Représentation schématique d'un ménisque liquide formé entre deux grains.	24
Figure I.13	Représentation schématique des trois grandes étapes du frittage en phase liquide	24
Figure I.14	Étapes classiques durant le frittage en phase liquide du mélange de poudres [52]	25
Figure I.15	Évolution de la forme du pore durant le frittage et schématisation des 3 stades de frittage [51]	25
Figure I.16	Séquence de la séparation du pore et de joint de grain, durant le stade final du frittage.	27
Figure I.17	Trajectoires du transport de masse selon le mécanisme, évaporation condensation (EC), diffusion superficielle(DS), écoulement visqueux(EV), joint de grain (JG) et diffusion en volume(DV) [51].	28
Figure I.18	Evolution de la densité relative au cours du frittage	29

Figure I.19	Usure adhésive	33
Figure I.20	Déformation des aspérités sous charge	34
Figure I.21	Usure abrasive à trois corps	34
Figure I.22	Modèle de volume d'usure d'une surface plane.	36
Figure II.1	presse utilisée pour le pressage, le dispositif de pressage et le Comprimés à verts	44
Figure II.2	système de mise en nacelle	45
Figure II.3	Régime de frittage.	46
Figure II.4	Microscope optique à réflexion Nikon éclipse LV1500N	47
Figure II.5	Interaction d'un faisceau d'électron avec la surface d'un échantillon.	48
Figure II.6	Optical profilometer Wyko NT1100	51
Figure II.7	d'uromètre universel.	52
Figure II.8	Appareil de teste d'indentation, Courbe de charge décharge. Universal/Vickers ZHU/Z2.5 utilisé pour les essais.	53
Figure II.9	Tribomètre rotatif CSM Instrument.	55
Figure II.10	plan des essais tribologique	55
Figure II.11	Exemple de courbe issue d'un test tribologique (par logiciel).	57
Figure III.1	Micrographies des poudres utilisées dans le mélange ; (a) : Fe, (b) : Ni. (c) WC	61
Figure III.2	Métallographie de FNW a déférant température de frittage : (a) 1100 ° C, (b) 1 300 ° C, (c) 1400 ° C et 1520 ° C. sans attaque	62
Figure III.3	Micrographies des échantillons FNW frittés à 1100, 1200et a 1300 °C	63
Figure III.4	Micrographies des échantillons FNW frittés à 1400 et a 1500°C	64
Figure III.5.	Micrographies MEB des échantillons a déférant température de frittage (a et a') à 1100°C, (b et b') à 1300°C, (c et c') à 1400°C (d et d') à 1520°C.	66
Figure III.6	Images MEB en combinaison avec la spectroscopie à dispersion d'énergie aux rayons X (EDS) de spécimens de Fe-	67

	Ni-WC à 1520°C.	
Figure III.7	Cartographie X de FNW a déférant température de frittage a A a) 1100°C , C) A 1400°C , D) A 1500°C	69
Figure III.8	Diagrammes de diffraction des DRX des échantillons à 1100°C ,1200°C, 1300°C, 1400°C et 1520°C.	70
Figure III.9	Affinement Rietveld du diffractogramme de rayons X de FNW A 1100 C.	71
Figure III.10	Affinement Rietveld du diffractogramme de rayons X de FNW A 1200 C.	72
Figure III.11	Affinement Rietveld du diffractogramme de rayons X de FNW A 1300 C	72
Figure III.12	Affinement Rietveld du diffractogramme de rayons X de FNW A 1400 C.	73
Figure III.13	Diagrammes de diffraction des DRX des échantillons à 1520	74
Figure III.14	Dureté des spécimens de Fe-Ni-WC en fonction de la température de frittage.	76
Figure III.15	Densité relative de Fe-Ni-WC spécimens en fonction de la température de frittage.	77
Figure III.16	Densité apparente de Fe-Ni-WC en fonction de la température de frittage.	78
Figure III.17	Porosité apparente de spécimens Fe-Ni-WC à différentes températures de frittage.	78
Figure III.18	Courbe charge décharge (indentation instrumentée) sur les échantillons.	79
Figure III.19	Augmentation de module de young des échantillons en fonction de température de frittage.	80
Figure III.20	Evolution de coefficient de frottement μ de l'alliage FNW en fonction de temps a (V=5 et 05cm /s)	81
Figure III.21	Evolution de coefficient de frottement μ de l'alliage FNW en fonction de temps a (V=10 et 05cm /s).	82
Figure III.22	Evolution de coefficient de frottement μ de l'alliage FNW en fonction de temps À (V=5 et 05cm /s).	83
Figure III.23	Evolution de coefficient de frottement μ de l'alliage FNW en fonction de temps a (V=10 et 05cm /s)	84
Figure III.24	Micrographies MEB de la trace d'usure d'échantillons FWN contre des billes de WC (a) 5 N /5 cm s-1 ; (c) 5 N /10 cm s-1.	86

Figure III.25	Micrographies MEB avec Spectre EDS de la trace d'usure des échantillons FWN par rapport au WC dans les conditions. (a) 10 N ; 5 cm s ⁻¹ et (b) 10 N ; 10 cm * s ⁻¹ .	88
Figure III.26	Échantillons FWN contre des billes d'alumine à 5 N (a) - (b) 5 cm s ⁻¹ de vitesse de glissement, (c) - (d) 10 cm s ⁻¹ de vitesse de glissement	90
Figure III.27	Spécimen FNW contre la bille d'alumine à 10 N et 5 cm.s ⁻¹ .	91
Figure III.28	Analyse quantitative de l'usure, Taux d'usure des paires de contacts.	95
Figure III.29	Exemple de profil de surface 3D de la piste d'usure. (b) Image 2D et profil extrait sur la ligne A.	96

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
Tableau I.1	Caractéristiques des renforts discontinus utilisés dans les CMM [23].	14
Tableau I.2	Caractéristiques des renforts continus utilisés dans les CMM [24].	15
Tableau II.1	Granulométrie, pureté et température de fusion des poudres de départ.	43
Tableau II.2	Les paramètres utilisés pour la mesure de modules de Young.	54
Tableau II.3	Paramètres des essais tribologiques utilisés.	56
Tableau III.1	Analyse EDS de alliage Fe-Ni-WC à 1520°C, dans les différentes régions ; sur la surface de la matrice Fe (PT1) et dans la phase liante (PT2).	68
Tableau III.2	proportions relatives des phases des échantillons en fonctions de température de frittage.	74
Tableau III.3	Micro-contraintes des échantillons en fonctions de température de frittage et des phases.	75
Tableau III.4	Taille des cristallites des phases des échantillons en fonction de température de frittage.	75
Tableau III.5	Valeurs du coefficient de frottement (COF) à périodes constantes et rugosité moyenne de la surface des pistes d'usure.	84
Tableau III.6	Résultats qualitatifs globaux de l'analyse SEM / EDS réalisée sur les surfaces usées après des tribo-tests.	93

Introduction générale

INTRODUCTION GENERALE

Les composites à matrice métallique renforcée par des particules (MMC) font partie d'une gamme de matériaux composites, ayant une microstructure biphasée, constituée de particules dures (renfort) intégrées uniformément dans une matrice métallique (liant) à base de W, Co, Ni, Fe, Al ou d'éléments associés. (Deux éléments ou plus, Al – Mg, W – Co, Fe – Ni). Les particules sont des composés céramiques, métalliques ou organiques (WC, Al_2O_3 , SiO_2 , TiC, TiO_2 , etc.). De nos jours, les MMC présentent un regain d'intérêt en raison de leurs nombreuses propriétés mécaniques améliorées telle que la bonne résistance à l'usure [1].

Pour fabriquer des composites à matrice métallique renforcée de particules, diverses méthodes d'élaboration ont été déjà développées telles que la métallurgie des poudres, la coulée conventionnelle, la synthèse à haute température auto-propagée [2–5], la fusion sélective au laser [6], etc. Parmi ces procédés de fabrication la métallurgie des poudres s'avère la mieux adaptée car elle est facile à mettre en œuvre et permet d'ajuster avec précision la composition ou la proportion des éléments, et assure une meilleure répartition du renfort. Outre cela, elle permet d'obtenir des pièces de forme nette avec des géométries complexes sans rejet et permettant de s'affranchir des opérations d'usinage d'où un coût moindre [7].

Les exemples les plus répandus de ces composites céramique-métal sont les «métaux durs», WC – Co, développés depuis près d'un siècle. Le Co est le liant principal de carbures cimentés classiques, le Co est rare et cher; l'intérêt est de trouver un substitut à base de Nickel ou nickel-fer qui sont étudiés au cours de ces dernières années dans le but d'améliorer les propriétés du liant et en même temps de réduire les coûts [12-13].

Les propriétés mécaniques des composites à matrice de fer renforcée par des particules de carbure de tungstène sont largement influencés par les interfaces particules WC/ matrice de fer. De nombreuses études ont été menées à ce sujet, mettant l'accent principalement sur les microstructures, les éléments de distribution et la compatibilité du liant avec les différentes phases.

Le traitement de consolidation par WC des MMC est généralement effectué par frittage en phase liquide au-dessus de la température eutectique, en raison du point de fusion élevé du tungstène ($\sim 3420^\circ\text{C}$). Cependant, l'ajout de particules de céramique cassantes peut dégrader la ténacité car les particules de renforcement favorisent l'amorçage des fissures, [15, 22, 23]. Par ailleurs, les propriétés mécaniques finales des matériaux composites dépendent de leur mode de fabrication, de la densité relative et de la fraction volumique des renforts de particules WC [20, 24].

Dans le cadre de cette étude des composites à matrice métallique à base de fer-nickel renforcée par des particules de WC ont été synthétisés par le procédé de MDP (frittage en phase liquide) sous atmosphère contrôlée. Trois compositions ont été élaborées dont les proportions en Fe, Ni, WC sont respectivement de (80% 15% 5% pour le matériau A, de 85% 12% 3% pour matériau B et de 85% 10% 5% pour matériau C). Au préalable l'ensemble des échantillons ont subi un traitement de 1300°C . Parmi ces trois compositions le choix a été porté sur la composition présentant à la fois les meilleures duretés et densité.

La composition choisie est soumise à différentes températures de frittage allant de 1100 à 1520°C avec des pas de 100°C permettant d'étudier ainsi l'incidence de température de frittage sur la microstructure et les propriétés mécaniques de ces alliages.

Quant à la caractérisation diverses techniques d'investigation ont été utilisées en l'occurrence la MO, MEB, EDS, DRX, Dureté, Densité, ATD, ATG, DLC, Indentation instrumentée, Tribologie.

Le matériau élaboré suivant un cycle de fabrication défini et arrêté par cette étude et comparé de par ses propriétés au matériau des cales de forage à l'effet de se substituer à ce dernier dont le coût est exorbitant.

La thèse est organisée comme suit :

Une introduction, trois chapitres et une conclusion.

Le premier chapitre résume la synthèse bibliographique en rapport avec le thème traité et les travaux antérieurs récents.

Le deuxième chapitre traite des techniques d'élaboration et de caractérisation utilisées en l'occurrence la microscopie optique MO, la microscopie électronique à balayage MEB, la spectroscopie EDX, la diffraction de rayons DRX et les essais tribologiques.

Le Chapitre III regroupe les résultats des caractérisations : structurale, mécanique et tribologique avec les commentaires et discussion efférents.

Une conclusion termine cette présentation avec des recommandations

Références bibliographiques

- [1] Farag Abdulgalil « Commande non linéaire dans les systèmes de forage pétrolier : contribution à la suppression du phénomène de “ stick-slip ” ». 2006 magister[2] Riadh AHMADI « Cours de : Techniques de forage » 2017 <https://www.researchgate.net/publication/321622196>
- [3] Bouhamida Hayat, Hazedj Hafsa « Techniques de forage et étude des caractéristiques de la boue dans les différentes phases à Hassi Messaoud (ONK 243) et à Gassi Touil (NZ26) » 2015
- [4] Riadh AHMADI « Cours Pour 2 ème Année ISSTEG Section : Forage & Pompag » 3 2018
- [5] Ouellabi Farouk, Mosbah Bahmed, Lia Djemoui « Appareil De Forage, Etude Et Dimensionnement -champ Oued Mya Ghardaïa- puit MJR1 NBG » 2017
- [1] A.J. Gant, M.G. Gee, Wear modes in slurry jet erosion of tungsten carbide hardmetals: their relationship with microstructure and mechanical properties, 2015. Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 49 192–202, <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2014.07.03>
- [2] J.W. Paggett, A.D. Krawitz, E.F. Drake, M.A. Bourke, In situ loading response of WC–Ni: origins of toughness, Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 24 (2006) 122–128.
- [3] Sandvik Hymperion, “Classes de metal duro,” The website of Sandvik Hymperion. <http://www.hyperion.sandvik.com/pt-br/products/cemented-carbide/mineracao/classes-de-metal-duro-em-resumo> accessed July 16, 2016.
- [4] J.M. Tarragó, J.J. Roa, V. Valle, J.M. Marshall, L. Llanes, Fracture and fatigue behavior of WC–Co and WC–CoNi cemented carbides, 2015. Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 49 184–191, <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2014.07.027>.
- [5] I.J. Shon, I.K. Jeong, I.W. Ko, J.M. Doh, K.D. Woo, Sintering behavior and mechanical properties of WC–10Co, WC–10Ni and WC–10Fe hard materials produced by high-frequency induction heated sintering, Ceram. Int. 35 (2009) 339–344.
- [6] V.V. Sverdel, A.V. Shatow, N.A. Yurchuk, O.V. Bakum, Finely disperse cemented carbides WC–Ni I. Mechanical properties, Powder Metall. Met. Ceram. 33 (1995) 68–70.
- [7] Official Journal of the European Union, Commission Regulation (EC) No 790/2009: amending, for the purposes of its adaptation to technical and scientific progress, Regulation (EC) No 1272/2008 of the European Parliament and of the Council on classification, labelling and packaging of substances, 2009. Off. J. Eur. Union 5 (9) L235/1. accessed March 15, 2014.

- [8] Services, U.S. Dept. of Health and Human, 12th report on carcinogens - cobalt-tungsten carbide: powders and hard metals - public health service, 2011. Natl. Toxicol. Program; <http://ntp.niehs.nih.gov/ntp/roc/twelfth/profiles/CobaltTungstenCarbide.pdf> accessed March 15, 2014.
- [9] E. Gordo, F. Velasco, N. Antón, J.M. Torralba, Wear mechanisms in high speed steel reinforced with (NbC) p and (TaC) p MMCs, *Wear* 239 (2000) 251–259.
- [10] G. Bolelli, T. Börner, F. Bozza, V. Cannillo, G. Cirillo, L. Lusvarghi, Cermet coatings with Febased matrix as alternative to WC–CoCr: mechanical and tribological behaviours, 2012. *Surf. Coat. Technol.* 206 4079–4094, <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.03.094>.
- [11] J.A. Canteli, J.L. Cantero, N.C. Marín, B. Gómez, C. Gordo, M.H. Miguélez, Cutting performance of TiCN–HSS cermet in dry machining, 2010. *J. Mater. Process. Technol.* 122–128. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2009.08.003>.
- [12] S.H. Chang, M.H. Chang, K.T. Huang, Study on the sintered characteristics and properties of nanostructured WC–15 wt% (Fe–Ni–Co) and WC–15 wt% Co hard metal alloys, 2015. *J. Alloys Compd.* 649 89–5, <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.07.119>

Chapitre I :

Synthèse bibliographique

I.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter dans un contexte général les composites ainsi que les différents types des composites. On traite ensuite les matériaux composites à matrice métallique (CMM) et plus particulièrement ceux à renforts particulaire (CMMp), leurs constituants et leurs propriétés. L'étude est ensuite focalisée sur les différentes techniques d'élaboration des composites Fe-WC par la métallurgie des poudres. Ainsi, nous présentons leurs propriétés (microstructure, mécaniques...ex) et leurs applications.

L'usure de ces matériaux s'inscrit dans un cadre plus large qui est celui de la tribologie. Nous allons définir précisément cette science et présenter les concepts utilisés pour comprendre les phénomènes de dégradation.

I.2. Les composites

Un matériau composite est un assemblage d'au moins deux composants non miscibles et de natures différentes. Les composites sont principalement constitués d'une matrice dans laquelle nous dispersons de façon contrôlée ou non des renforts qui sont généralement constitués de fibres ou particules. La matrice maintient les renforts et assure la cohésion de la structure et la transmission des efforts vers le renfort, tandis que les renforts apportent principalement leurs caractéristiques mécaniques élevées (modules et limites d'élasticité, résistance mécanique...) [16]. Cette association a pour but d'obtenir un matériau hétérogène possède des propriétés spécifiques supérieures à celles des composants pris séparément.

Le concept du matériau composite, par le choix des composants et de leurs proportions respectives, ainsi que par le choix des dimensions, de la forme et de la disposition des renforts, permet donc de concevoir un nouveau matériau présentant les caractéristiques spécifiques recherchées.

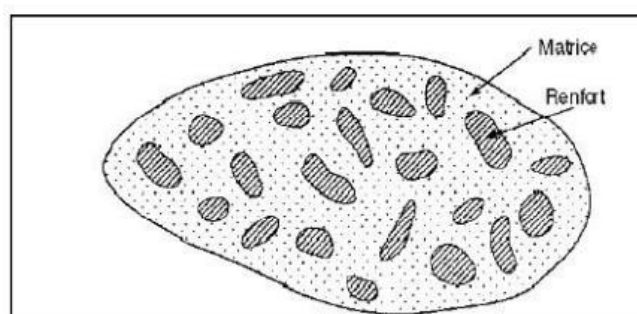


Figure I.1: Schéma d'un matériau composite.

I.2.1 Les différents types de composites

Un matériau composite est constitué dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue dont l'association confère au matériau final des propriétés différentes de chacune de ces phases. La matrice est le milieu continu dans lequel est dispersée la deuxième phase. Cette phase constitue le renfort du matériau composite. Le renfort peut être ajouté dans la matrice à différentes fractions massiques et sous différentes formes (Figure I.2). Les familles de matériaux composites sont classées en fonction de la matrice et du type de renfort :

- Les composites à matrice polymère : ils sont renforcés entre autres par des fibres de verres, de carbone, d'acier ou des particules argileuses ;
- Les composites à matrices céramique (CMC) : les renforts sont alors une phase céramique identique ou différente de la matrice ;
- Les composites à matrice métallique (CMM) dont fait partie le composite étudié dans ce travail.

La matrice des CMM peut être une matrice aluminium, magnésium, fer, cuivre et les renforts sont soit céramiques (oxydes, carbures) soit métalliques (tungstène, molybdène). Les renforts peuvent avoir une géométrie différente selon les types d'application et les propriétés mécaniques attendues. Ils existent trois types de CMM : les CMM à fibres longues, les CMM à fibres courtes ou whiskeys, et enfin les CMM particulaires (Figure I.2a).

En raison de leurs propriétés spécifiques élevées, par rapports aux alliages métalliques traditionnels, les composites à matrice métallique (CMM) représentent des matériaux d'intérêt pour des applications de haute technologie dans les domaines aéronautique et aérospatiale et de l'armement avec des productions en faible volume. Les CMM les plus couramment utilisés sont à renfort particulaires. Les CMM particulaires sont plus faciles et moins chers à produire que les CMM fibreux : le coût de la matière première est moins élevé et les techniques de production se rapprochent plus de techniques de mise en forme. Les matériaux métalliques renforcés par des particules céramiques peuvent constituer une alternative aux alliages métalliques, ils se caractérisent notamment par une meilleure résistance à l'usure pour des pièces de frottement (pistons, pièces de freinage...), par de meilleures caractéristiques mécaniques associées à une faible densité (bielles, axes

de piston), par une meilleure résistance en fatigue thermique, une rigidité élevée ainsi que de meilleures propriétés mécaniques à chaud. Ces propriétés sont pour partie liées à la qualité de l'interface entre le renfort et la matrice. Pour une description plus détaillée des différents composites à matrice métallique [17, 18].

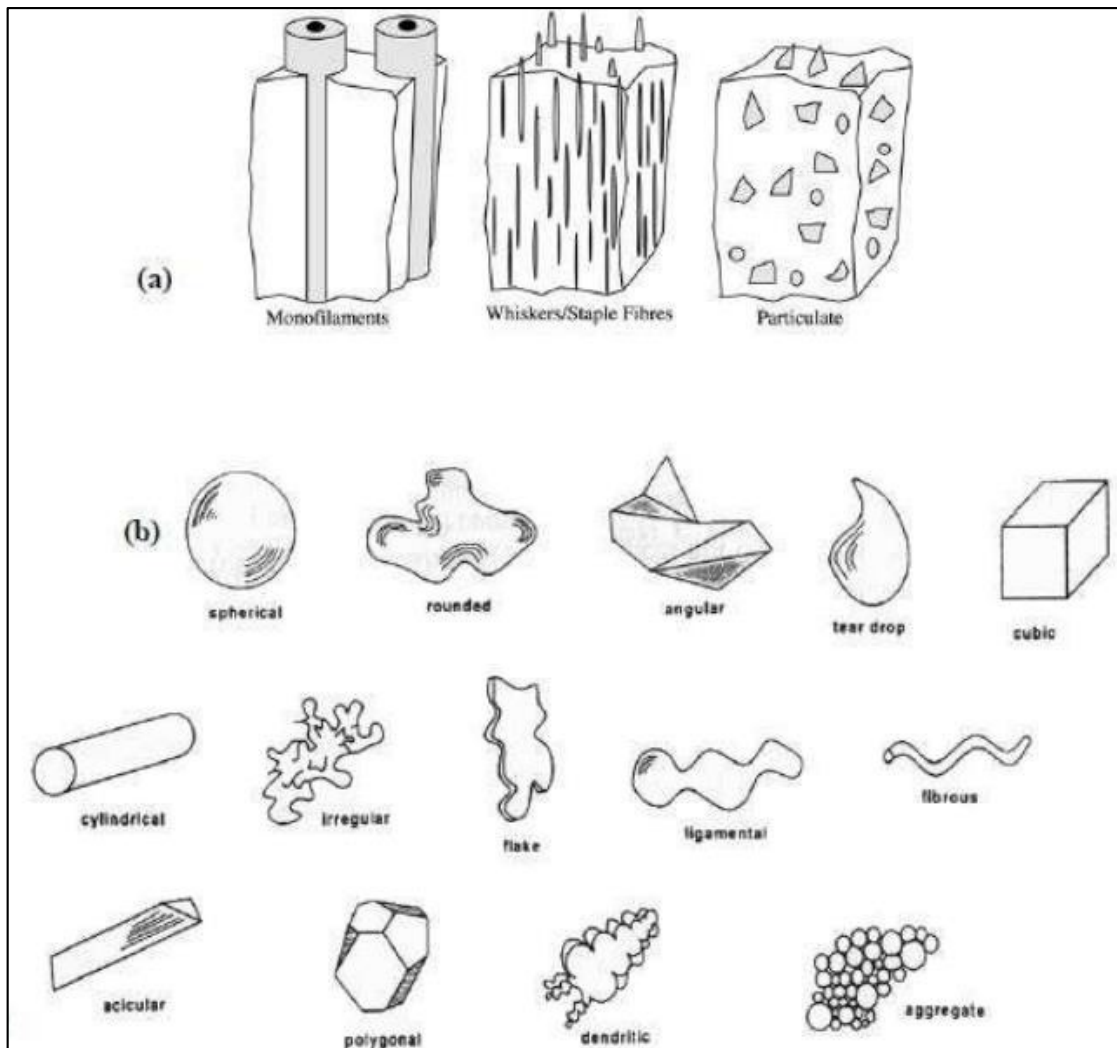


Figure I.2: a) Vue schématique des différents CMM, b) Morphologie des particules. [16]

I.2.2 Les Composites à matrice métallique

Les matériaux composites à matrice métallique constitués d'une matrice en métal (fer, aluminium, magnésium, titane, molybdène ou cuivre) et de renforts en matériau à caractéristiques différentes (céramique, métallique ou intermétallique).

Les matériaux composites à matrice métallique (CMM) ont sensiblement évolué depuis leur apparition dans les années 1960. Les applications envisagées étaient orientées exclusivement vers l'industrie aéronautique et spatiale. C'est seulement à partir des années 1980 avec l'apparition de renforts commercialement intéressants et de meilleure qualité que d'autres domaines d'application ont été envisagés. De nos jours, les composites à matrice métallique (CMM) intéressent les concepteurs des industries automobiles, transport terrestre, électroniques et de loisir pour leur capacité à répondre à des exigences mécaniques spécifiques.

Les composites à matrice métallique représentent une nouvelle classe de matériaux qui tend à se développer de plus en plus. Les CMM renforcés par des particules ou des fibres permettent d'augmenter notablement les propriétés mécaniques. Ils sont classés suivant le type du renfort en deux familles de CMM [19].

- CMMp - composites à matrice métallique renforcés par des particules
- CMMf - composites à matrice métalliques renforcés par des fibres

I.2.3 Les composites à matrice métallique à renfort particulaire CMMp

Les composites à matrice métallique sont des matériaux hautement technologiques avec des applications très spécifiques. Les développements industriels se sont orientés très tôt vers les matériaux composites à matrice métallique à renfort particulaire (CMMp), ils sont surtout utilisés pour des applications à très haute résistance. Un matériau composite est dit à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules.

Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait. Selon la morphologie des particules et leur répartition, il est possible de faire varier les propriétés dans des proportions intéressantes [20].

Le choix de l'association matrice-particules dépend des propriétés souhaitées. Par exemple, des inclusions de plomb dans des alliages de cuivre augmenteront leur facilité d'usinage. Des particules de métaux fragiles tel que le tungstène, le chrome et le molybdène, incorporées dans des métaux ductiles augmenteront leurs propriétés à températures élevées, tout en conservant le caractère ductile à température ambiante.

1.2.4 Eléments constituant d'un matériau composite

a. La matrice :

Appelée aussi liante, la matrice a pour fonction d'assurer la cohésion des renforts, de répartir les efforts et même d'assurer la protection chimique. Dans le cas des CMM la matrice est métallique ; les métaux les plus souvent utilisés sont : l'aluminium, le magnésium et le titane, pour les hautes températures c'est le cobalt (parfois allié avec du nickel). La matrice métallique donne au matériau composite de nouvelles propriétés. Les plus communes sont : des meilleures propriétés mécaniques, une meilleure résistance au feu et à la température, une meilleure conductivité électrique et thermique, une résistance aux radiations, une imperméabilité au gaz et à l'humidité. Ils sont utilisés dans des domaines très variés : du foret de perceuse (tungstène) à l'aérospatial en passant par l'automobile. Cependant le facteur qui limite leur exploitation est le coût, bien supérieur à celui des matériaux plus conventionnels. Les recherches sur ces matériaux sont assez récentes (environ une vingtaine d'années) mais ils ont très vite remplacé les matériaux conventionnels dans certaines applications précises : automobile (moteur, frein...) et aéronautique (empennage, train d'atterrissage, turbine...) [21].

b. Le Renfort :

le matériau implanté dans la matrice sous forme de particules ou de fibres pour but d'accroître les propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc.) et d'améliorer des propriétés physiques, tels les comportements au feu et à l'abrasion, la tenue en température ou les propriétés électriques [22]. Plusieurs renforts ont été classés suivant leur forme leur dimension et leur nature chimique

❖ Renfort discontinu

Les renforts dont toutes les dimensions sont très inférieures aux dimensions du composite. Trois types de renfort discontinu utilisés dans les composites à matrice

métallique, renfort de particules, de trichites, de fibres courtes (Fig. I.3). Les caractéristiques de ces renforts sont rassemblées dans le tableau I.1.

- Renfort à particules
- Renfort de trichites
- Renforts de fibres courtes

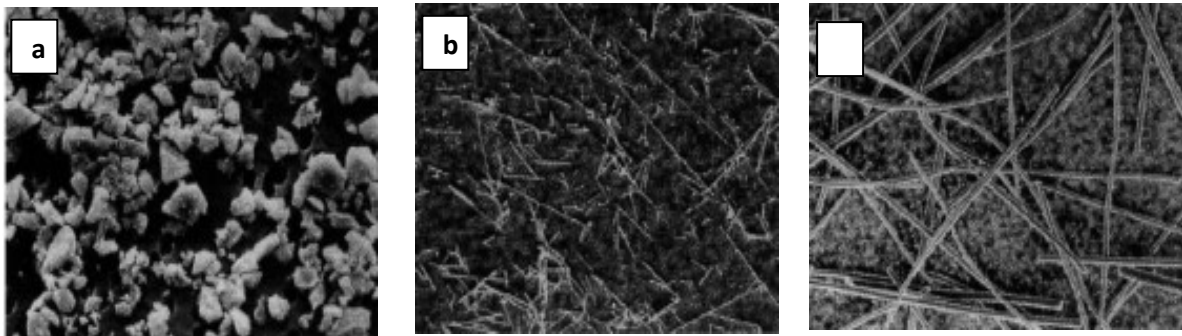


Figure I.3: Morphologie des renforts discontinus, a- Particules, b- trichites t c- fibres courtes

Type	Nature chimique	Densité à 20°C	Diamètre (µm)	Module d'Young (Gpa)	Résistance à la rupture (Gpa)
Particules	SiC TiC B4C	3,2	5 à 50	480	
	Al2O3	4,7	5 à 10	310 à 380	
		2,5	5	390	
		3,9	3 à 30	390	
Trichites	SiC	3,2	0,1 à 0,5	400 à 700	3 à 14
	K2O _n (TiO2)	3,3	0,2 à 0,5	280	17
Fibres courtes	Al2O3	3,3	3	300	2
	Al2O3+SiO2	2,7	3	158	2,5

Tableau I.1: Caractéristiques des renforts discontinus utilisés dans les CMM [23].

❖ Renforts continus

C'est un renfort dont au moins une dimension est supérieure ou égale aux dimensions du composite. On distingue deux types de renforts continus : les Mèches multi filamentaires, les Mono filaments (Fig. I.4), leurs caractéristiques sont données dans le tableau I.2.

- *a-Mèches multi filamentaires*
- *b-Mono filaments*

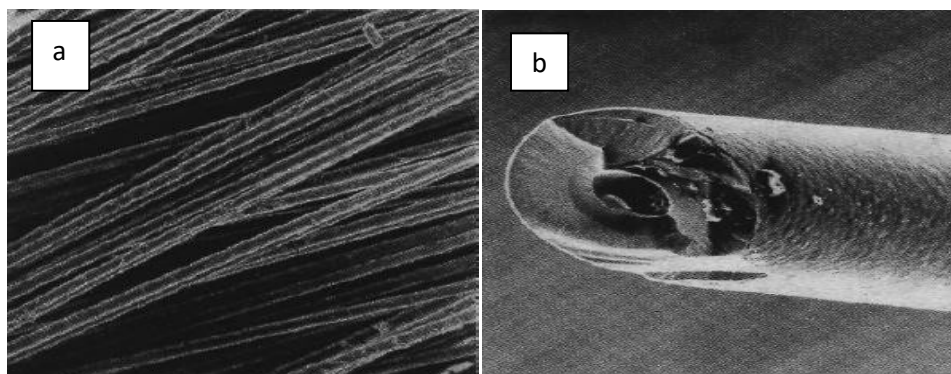


Figure I.4: Morphologie des renforts continus, a) Multi filamentaire, b) mono filamentaire.

Type	Nature chimique	Densité	Diamètre (μm)	Module d'Young (GPa)	Résistance à la rupture (GPa)
Mèche	PCS-SiC	2,55	15	196	2,75
multi filamentaire	PTCS-SiC	2,4	8 à 12	200	2,8
	$\text{Al}_2\text{O}_3\alpha$	3,9	20	379	1,4
	$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$	3,2	17	200	1,5
	Carbone-HR	1,76	7	230	3,53
	Carbone- HM	1,81	6	392	2,74
	Acier	7,74	13	196	4,12
monofilament	Bor	2,49	140	392	3,5
	SiC	3	140	427	3,5
	Acier	7,8	150	200	2,2
HR Haute résistance HM haut module					

Tableau I.2: Caractéristiques des renforts continus utilisés dans les CMM [24].

Il existe aussi le Renfort hybride toute combinaison de renforts continus et discontinus.

I.2.5 Matrices métalliques utilisés dans les matériaux composites

I.2.5.1 Les matériaux composites à matrice d'aluminium (CMAI)

Les matériaux composites à matrice d'alliage d'aluminium suscitent depuis longtemps un intérêt dans le secteur de l'automobile pour la réalisation de pièces

mécaniques d'usure. Les particules céramiques (carbure de silicium ou alumine) au sein de l'alliage d'aluminium augmentent ainsi la résistance à l'usure du matériau [25]. Les propriétés mécaniques des CMAI dépendent de la nature du renfort, de sa géométrie et de leur technique d'élaboration [26]. Les composants obtenus par métallurgie des poudres, présentent des propriétés très attrayantes, du fait de l'addition de particules céramiques fines (généralement SiC ou fibres d'alumine): module d'Young très élevé, très bon comportement en fatigue, très bonne résistance à l'usure...etc. [27].

I.2.5.2 Les matériaux composites à matrice de magnésium (CMMg)

La faible densité du magnésium et de ses alliages ainsi que sa basse température de fusion en font un candidat intéressant comme matrice pour les structures très sensibles aux incidences de masses élevées. Ce type de matrice, on le retrouve généralement renforcé de particules de carbure de silicium ou d'alumine ou de graphite sous forme de fibre.

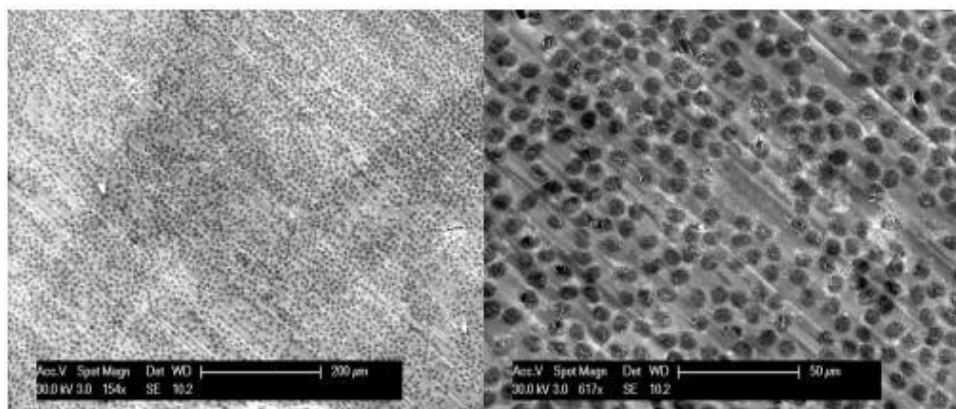


Figure I.5: Microstructure d'un composite à matrice Mg (9% Al, 1%Zn) renforcée de 35% de fibres de carbone UD [28].

Les composites magnésium-graphite assurent de très bonnes caractéristiques : dilatation quasi-nulle, conductivité thermique élevée, faible densité et une grande rigidité [24]. Des composite magnésium-carbures (exemple TiC ou SiC), élaborés par le procédé SHS possèdent l'avantage supplémentaire de la synthèse in-situ des particules de renfort [29].

I.2.5.3 Les matériaux composites à matrice de cuivre (CMCu)

Les composites à matrice de cuivre présentent ainsi de très bonnes propriétés mécaniques et une conductivité électrique relativement importante. Les CMCu sont souvent élaboré par métallurgie des poudres. La poudre de cuivre n'est jamais utilisée à

l'état pur, généralement l'ajout d'éléments d'addition semble nécessaire. Les composites Cu-W ont des performances mécaniques très élevées à hautes températures et une grande conductivité thermique. Ils sont généralement utilisés pour la fabrication des moteurs de propulsion spatiale [24, 30].

I.2.5.4 Les matériaux composites à matrice de fer

Le fer associé au carbone sont les composants principaux pour former l'acier. Cet alliage est élaboré pour résister à des sollicitations mécaniques ou chimiques ou une combinaison des deux. En raison de ses propriétés, l'acier est peut-être le matériau pour l'ingénierie et la construction le plus important au monde. Les matrices en acier apportent au composite ses propriétés intéressantes telles que sa grande formabilité et durabilité, la bonne contrainte de traction et limite d'élasticité, une bonne conductivité thermique, et pour les aciers inoxydables une résistance à la corrosion. En effet, l'incorporation des particules de WC dans la matrice de Fe conduit à l'augmentation de la résistance à l'usure et à la corrosion, à la stabilité thermique et chimique.

Parmi les autres matériaux utilisés comme matrices de matériaux composites, les aciers, les superalliages à base de fer, de nickel et de cobalt. Pour toutes ces matrices la fibre continue utilisée est un mono filament de tungstène ou d'alliages de tungstène (W-ThO₂, W-Re, W-Hf, W-Re-Hf). Dans le cas des matrices en acier, un renfort discontinu de particules de WC est utilisé pour améliorer la résistance à l'usure.

I.2.6 Les Composites Fe-WC

Le carbure de tungstène WC est un composé chimique contenant des proportions égales d'atomes de tungstène et de carbone. Le carbure de tungstène est normalement préparé par une réaction entre le métal de tungstène et le carbone entre 1400 °C et 2000 °C. Il est environ deux fois plus dur que l'acier et deux fois plus dense (à mi-chemin entre le plomb et l'or). Sa dureté est comparable à celle du corindon et il est possible de le polir et d'en assurer la finition avec des abrasifs de dureté supérieure tels que des poudres, des roues et des composés à base de nitrure de bore cubique et de diamant. Le point de fusion du carbure de tungstène est élevé 2870°C (5200 °F), son point d'ébullition à 6000 °C (10830 °F) lorsque soumis à une pression équivalente à 1 atmosphère standard (100 kPa). Le carbure de tungstène est extrêmement dur, se place en neuvième position sur l'échelle de Mohs, et a un indice de dureté de Vickers d'environ 2 600. La faible résistivité électrique du carbure de tungstène, environ 0.2 $\mu\Omega\cdot m$, est comparable à celle de certains

métaux. Sous sa forme la plus simple, le carbure de tungstène est une fine poudre grise, qui peut être compressée selon des formes utilisables dans des machines industrielles, des outils de découpe, des abrasifs, des projectiles perforants, d'autres outils et instruments, en bijouterie et dans de nombreuses autres applications.

I.2.7 Description du système ternaire stable C-Fe-W

❖ Fer (Fe)

Le fer possède trois variétés allotropiques :

- la phase α cubique centrée (cc) au-dessous de 911°C
- la phase γ cubique à face centrée (cfc) entre 911 et 1392°C
- la phase δ cubique centrée (cc) entre 1392 et 1536°C, La température de fusion du fer.

La température de Curie pour le fer est d'environ 770°C [23]. Les équilibres de phases des systèmes binaires, ou supérieurs, impliquant le fer dépendent beaucoup de la solubilité préférentielle des éléments dans les phases cc (α , δ) ou la phase cfc (γ). Les solutions solides de fer en phase cfc seront notées γFe ; de mêmes, pour les solutions solides de fer en phase cc, les notations αFe et δFe seront utilisées. Lorsqu'il sera impossible de différencier les phases α et δ , la phase cc sera notée αFe .

❖ Tungstène (W)

La température de fusion du tungstène est de 3422°C [24]. Le tungstène possédant la température de fusion la plus élevée des éléments métalliques, tout élément supplémentaire diminuera sensiblement la température d'apparition du liquide [23].

I.2.7.1 Systèmes binaires

Sur la base des travaux de nombreux auteurs [24, 25, 26, 30], Les diagrammes suivants des Systèmes binaires

- **Système binaire C-Fe**

Le diagramme binaire stable du système C-Fe est représenté sur la figure 6. Le diagramme métastable de ce système, prenant en compte la cémentite Fe_3C , modifie légèrement le diagramme au niveau des températures et des compositions des points eutectiques et eutectoïdes. L'addition de carbone au fer diminue sa température de liquidus, jusqu'à atteindre la ligne péritectique $\text{L}+\delta\text{Fe}\Delta\gamma\text{Fe}$ à 1493°C. Puis, en augmentant

la teneur en carbone, la température de liquidus du mélange diminue jusqu'à atteindre 1153°C pour 17,4 %at. C, température de la réaction eutectique $L \Delta \gamma\text{Fe} + \text{Cg}$. Après ce point, la température de liquidus du mélange augmente jusqu'à atteindre la température de sublimation du carbone.

Dans le diagramme stable, la température de la réaction eutectoïde $\gamma\text{Fe} \Delta \alpha\text{Fe} + \text{Cg}$ est de 738°C. La solubilité maximale du carbone dans γFe est de 8,78 %at. à $T=1153^\circ\text{C}$.

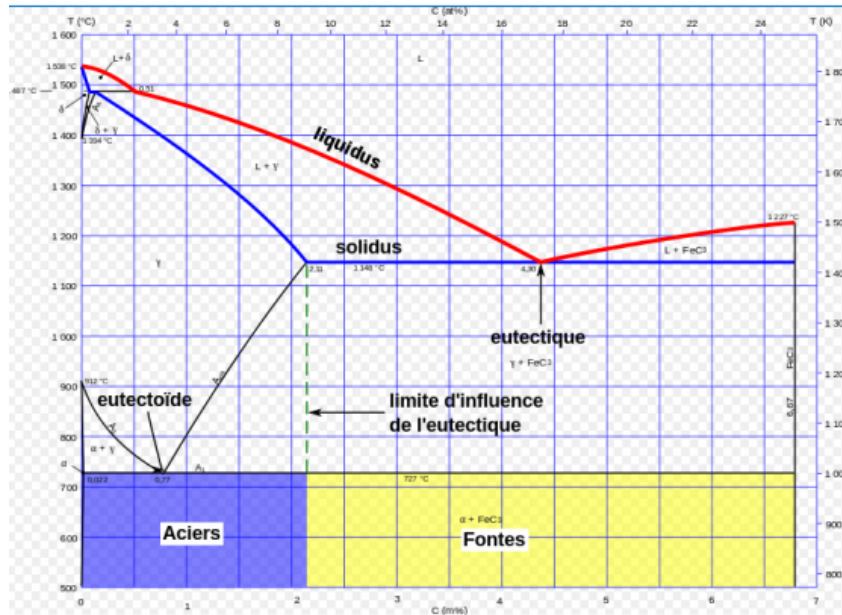


Figure I.6: Diagramme binaire C-Fe métastable

- **Système binaire C-W**

Le diagramme binaire stable du système C-W est représenté sur la figure I.7. Ce diagramme fait apparaître trois phases intermédiaires. La première est le carbure de tungstène WC. La deuxième est W_2C , qui peut exister sous trois formes cristallographiques en fonction de la température. La dernière, WC_{1-x} , est une phase haute température, qui pourrait correspondre à une variante cubique de WC [24]. La température eutectique de 2710°C correspond à la réaction $L \Delta (\text{W}) + \text{W}_2\text{C}$. Les températures de fusion non congruente de WC et congruente de W_2C sont de 2776°C, alors que la température de fusion congruente de WC_{1-x} est de 2747°C.

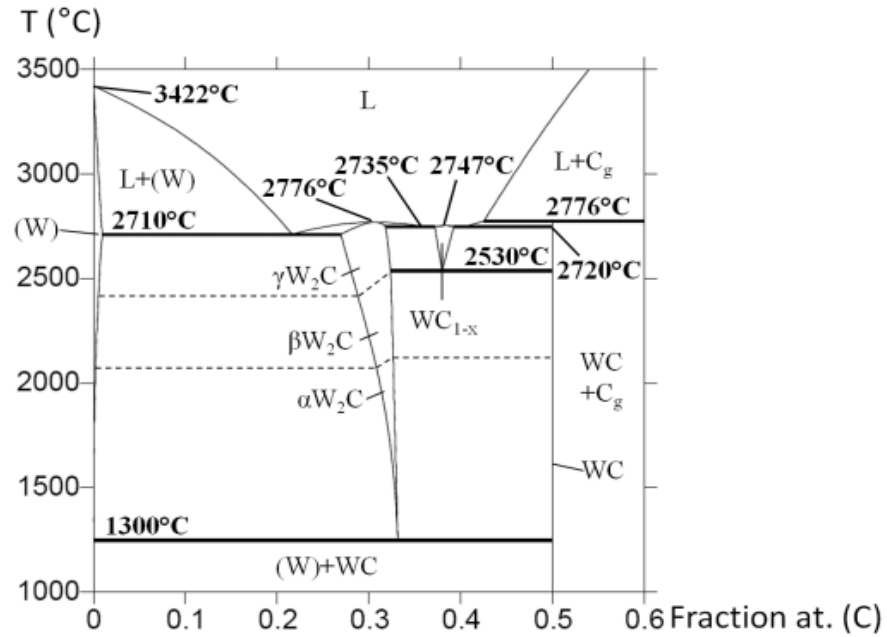


Figure I.7 : Diagramme binaire C-W stable

- **Système binaire Fe-W**

Deux versions de ce diagramme coexistent. La principale différence entre les deux diagrammes réside dans le domaine d'existence de la phase Fe_7W_6 et la présence de phases Fe_2W et FeW . [25, 26, 27].

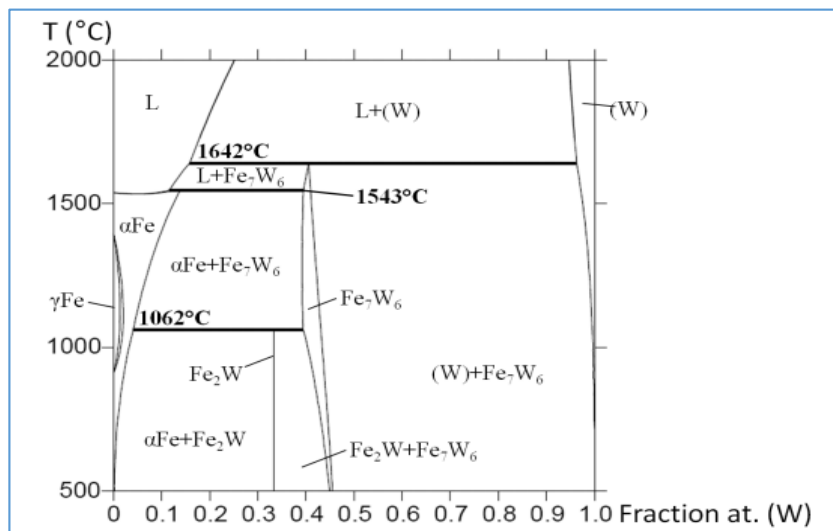


Figure I.8 : Diagramme binaire Fe-W stable.

I.2.7.2 Sections isothermes du système ternaire C-Fe-W

Ces diagrammes proviennent des calculs réalisés à l'aide du logiciel Thermo-Calc [28] et de la base de données TCFE5 [26] qui est spécifique aux aciers. Les diagrammes suivants représentent les coupes isothermes à 1260°, 1280°C et 1300°C. Elles correspondent à la gamme de température à laquelle le frittage peut être étudié. Sur ces diagrammes, nous pouvons principalement distinguer une phase liquide riche en fer et huit phases solides : Cg, α Fe, γ Fe, (W), Fe₇W₆, WC, W₂C et M₆C. Les diagrammes à 1260 et 1300°C montrent un changement dans les sections isothermes lorsque la température diminue. Vers 1265°C, les domaines γ Fe+M₆C+L, M₆C+L, et WC+M₆C+L disparaissent au profit des domaines WC+ γ Fe+M₆C, WC+ γ Fe et WC+ γ Fe+L. Les essais suivants se situant majoritairement entre 1280 et 1300°C C, c'est la représentation de la figure 8 qui sera prise en compte dans la plupart des cas.

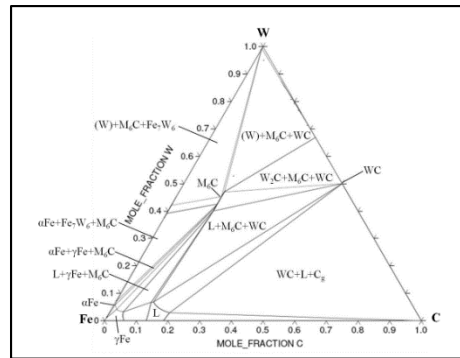


Figure I.9 : Section isotherme du système ternaire C-Fe-W à 1280°C

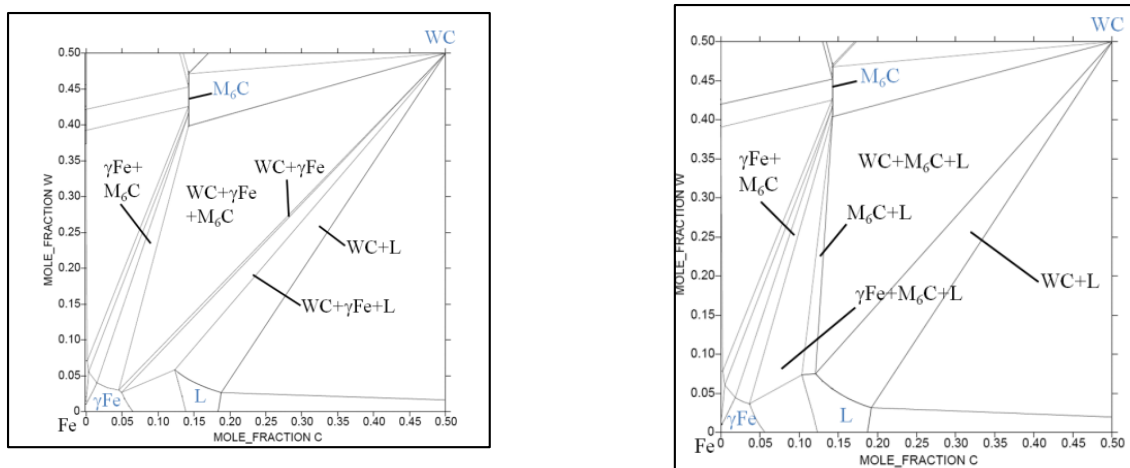


Figure I.10 : Sections isothermes de la zone riche en fer du système ternaire C-Fe-W à a) 1260°C et b) 1300°C calculée par le logiciel Thermo-Calc

1.2.8 Applications des composites Fe-WC

Les composites de à matrice de fer renforcés par les particules WC ont été élaborées et développées dans le but de répondre aux exigences d’avoir une résistance élevée à la température et à l’usure on peut citer comme exemples:

- Industriels les colliers de cylindre de laminage
- La roue de guidage d’un fil machine à grande vitesse
- Pignes de serrage utilisé pour la fixation des conduites des forages

1.2.9 Applications industrielles

Dans l’industrie aéronautique, les composants hydrauliques ou les pièces de pompe à carburateur doivent maintenir des tolérances très limitées, même en cas de fonctionnement dans des fluides contaminés. Les paliers à gaz pour les systèmes de guidage inertiel utilisent ces composites pour les rotors et les arbres. Il est également utilisé dans les forêts dentaires à haute vitesse. Les deux tirent profit de son poids léger, de sa rigidité et de son pouvoir lubrifiant inhérent, même en portant contre lui-même, pour les sièges de soupapes, les tiges ou les joints de face avant

1.2.10 Elaboration des composites Fe-WC.

La figure suivante représente les différentes techniques d’élaboration utilisées:

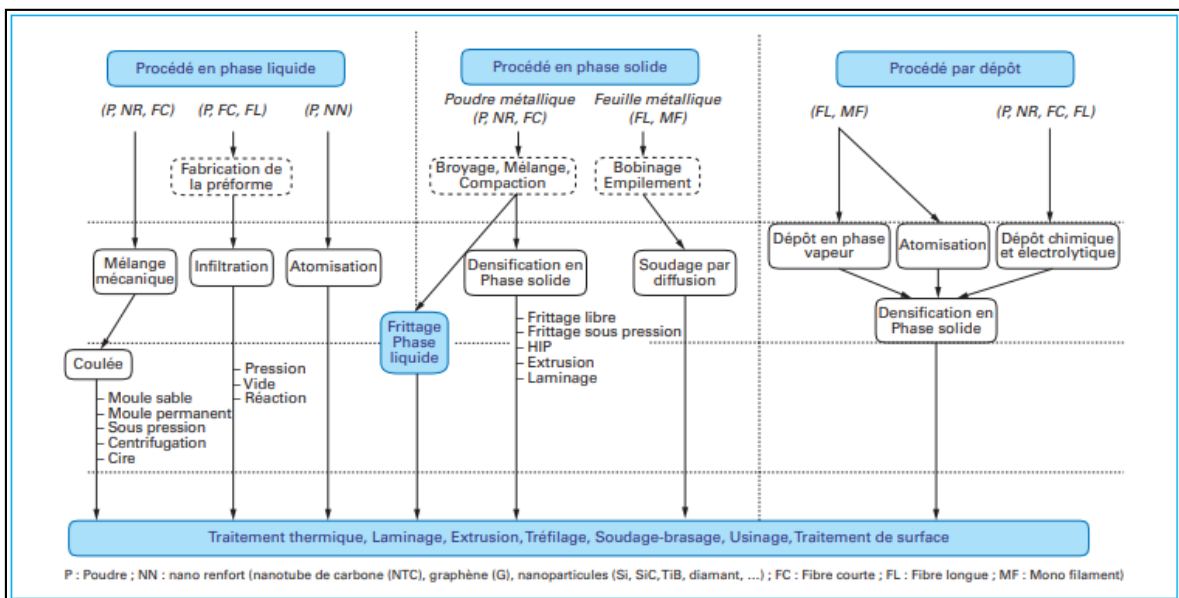


Figure I.11 : Méthodes de fabrication des composites Fe-WC.

1.3 Métallurgie des poudres (Frittage en phase liquide)

Le frittage réalisé grâce à l'action d'un liquide est appelé frittage en phase liquide. Celui-ci peut apparaître par fusion non congruente d'un produit pur (cas du carbure de titane, TiC) ou grâce à l'introduction d'un ajout. Ce dernier peut consister en un composé à bas point de fusion ou bien en un constituant susceptible de réagir avec le composé à fritter (par exemple : formation d'un eutectique).

Dès sa formation, si la mouillabilité des particules par le liquide est suffisante, celui-ci se répartit uniformément dans le matériau et permet le réarrangement des particules, par capillarité. La compacité de l'ensemble est ainsi augmentée. Cette étape sera d'autant plus rapide que la viscosité de la phase secondaire est faible et que sa mouillabilité est importante.

Suite à ce phénomène, un mécanisme de transport par dissolution-précipitation peut avoir lieu : une partie du solide se dissout dans la phase liquide et précipite préférentiellement au niveau des interfaces solide-liquide-gaz (figure I.14, point A). On a alors modification de la forme des grains dans le sens de leur rapprochement et donc d'une densification.

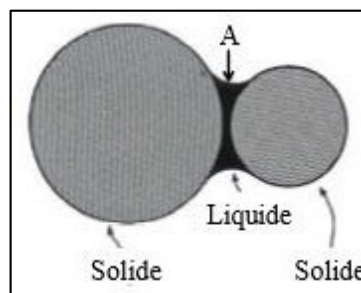


Figure I.12: Représentation schématique d'un ménisque liquide formé entre deux grains.

La densification durant le frittage en phase liquide se déroule en 3 étapes (Fig I.15) : réarrangement, dissolution- reprécipitation et grossissement de grains (coalescence) comme on peut l'observer sur la figure I.16. Pendant le chauffage pour atteindre la température de fusion d'un des composants, une densification en phase solide peut se produire. Elle peut être conséquente pour certains systèmes. Une fois que la phase de plus bas point de fusion devient liquide, l'étape de réarrangement de grains est activée. Ensuite il y a un ajustement de forme des grains qui conduit à une élimination de pores importante. Finalement pendant

la dernière étape une croissance microstructurale est observée, au cours de laquelle la taille moyenne des grains et des pores augmente continuellement [51, 52].

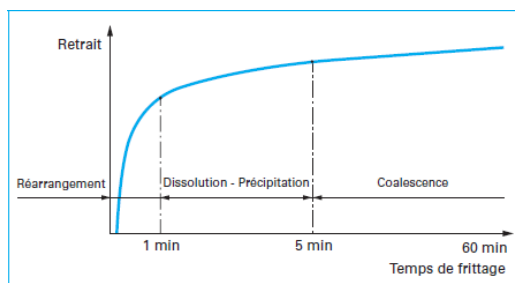


Figure I.13: Représentation schématique des trois grandes étapes du frittage en phase liquide

Les applications industrielles de cette technique de frittage sont les alliages lourds (W-Ni, W- Ni-Cu), les carbures (WC-Co ,Fe-WC, Fe-TiC notamment), les alliages Fe-Cu et Cu-Sn, les amalgames dentaires Ag-Sn-Hg, et de nombreuses céramiques .

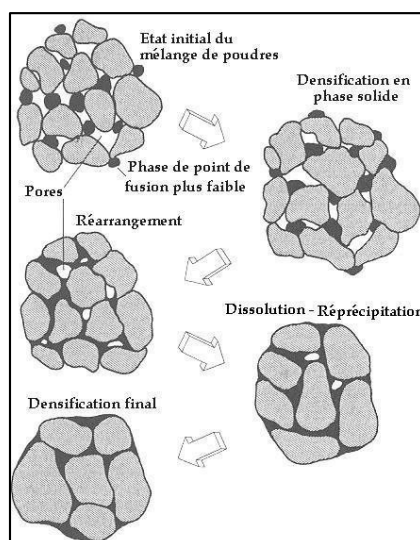


Figure I.14: Étapes classiques durant le frittage en phase liquide du mélange de poudres [52].

- **Les stades du frittage**

La réduction de l'énergie interfaciale durant le frittage est liée à la croissance de cous interparticulaires 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 par Coble et Ashby [48]. 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.17 sont présents.

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

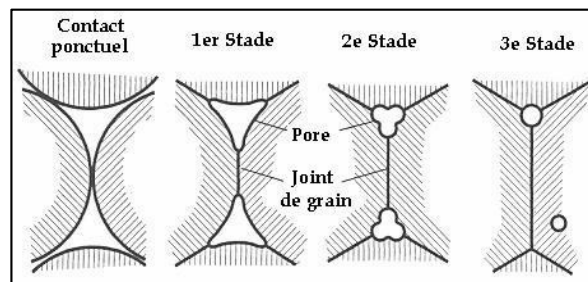


Figure I.15: Évolution de la forme du pore durant le frittage schématisation des 3 stades de frittage [51]

forme à peu près cylindrique dont le volume se réduit progressivement. Finalement, durant le troisième stade, les pores sphériques et isolés sont éliminés.

- **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. La croissance des cous 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.
- **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 2ème 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.

- **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.16. L'élimination ultérieure de ce pore au milieu d'un grain, qui peut se faire seulement par diffusion en volume, est généralement très difficile [17, 51, 53].

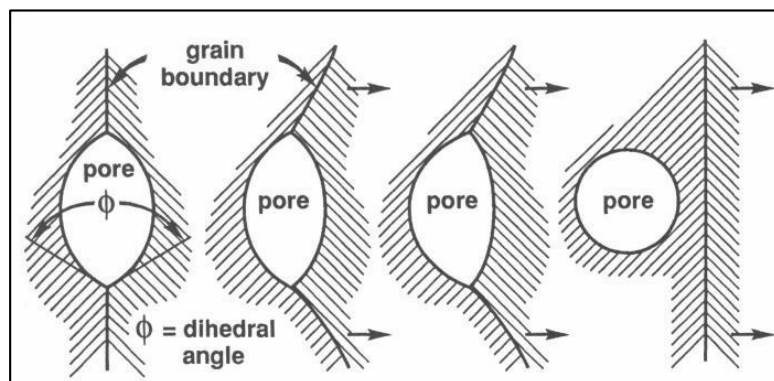


Figure I.16: Séquence de la séparation du pore et de joint de grain, durant le stade final du frittage.

❖ Mécanismes de transport de masse

La réduction d'énergie interfaciale s'opère par transport de matière vers les contacts, où se forment les cous interparticulaires. Les mécanismes de transport sont généralement classés en deux catégories, ceux qui entraînent un rapprochement relatif des centres de particules, donc une densification de l'empilement de particules et ceux qui ne créent pas de densification. Dans le 1er cas, on trouve la diffusion aux joints de grains, la diffusion en volume et l'écoulement visqueux. Dans le second, la diffusion en surface et le mécanisme d'évaporation–condensation. Les trajectoires correspondantes sont montrées sur la figure 1.19 pour deux particules en contact pendant le 1er stade de frittage.

Par exemple, avec la diffusion en volume la matière transférée au contact entre deux particules provient du centre du point de grain (figure 1.19b) donc les particules se rapprochent. Tandis que la diffusion en surface transfère de la matière le long de la surface de particules sans rapprochement des particules (figure 1.19a). Les vitesses de diffusion dans tous ces mécanismes dépendent de la température, de la composition (notamment des impuretés) et de la courbure de la surface libre des particules.

Durant le frittage, différents mécanismes peuvent être actifs en même temps, mais dans la plupart des systèmes, il y a un mécanisme prédominant à une température et à une étape de frittage donné.

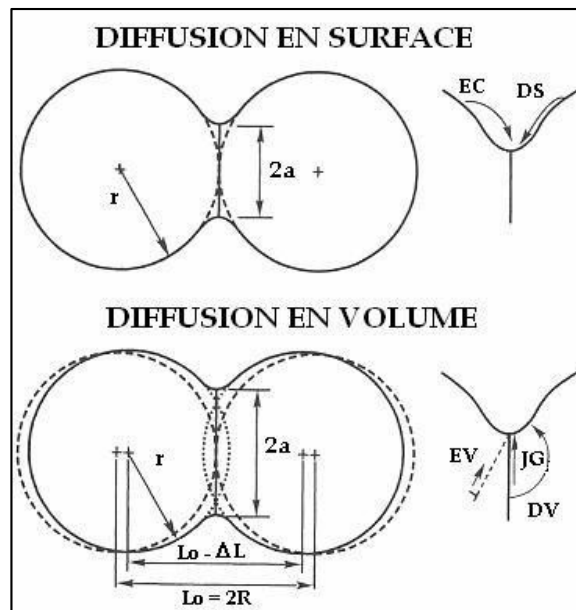


Figure I.17: Trajectoires du transport de masse selon le mécanisme, évaporation condensation (EC), diffusion superficielle(DS), écoulement visqueux(EV), joint de grain (JG) et diffusion en volume(DV) [51].

Le frittage se déroule en trois étapes immédiatement. Ces étapes sont différenciées par la densité (ou la porosité) de la pièce au cours du temps. Ces différentes étapes apparaissent sur la figure I.18 donnant l'évolution de la densité relative au cours du frittage. La densification est la grandeur physique permettant de connaître la qualité du frittage. Plus elle est proche de 100% (porosité proche de 0%), plus la pureté de la pièce est élevée et moins la pièce frittée contient de pores pouvant limiter ses propriétés. Le frittage en phase solide est un procédé se déroulant à haute température mais en dessous des

températures de fusion des différents composants de la poudre à fritter. Le frittage en phase solide se différencie du procédé de brasure par le non existence de phase liquide au cours de son procédé. En effet, le frittage en phase solide est une technique dont tous les composés restent solides au cours du procédé. Cette propriété permet un déplacement moindre des puces lors de l'assemblage [45].

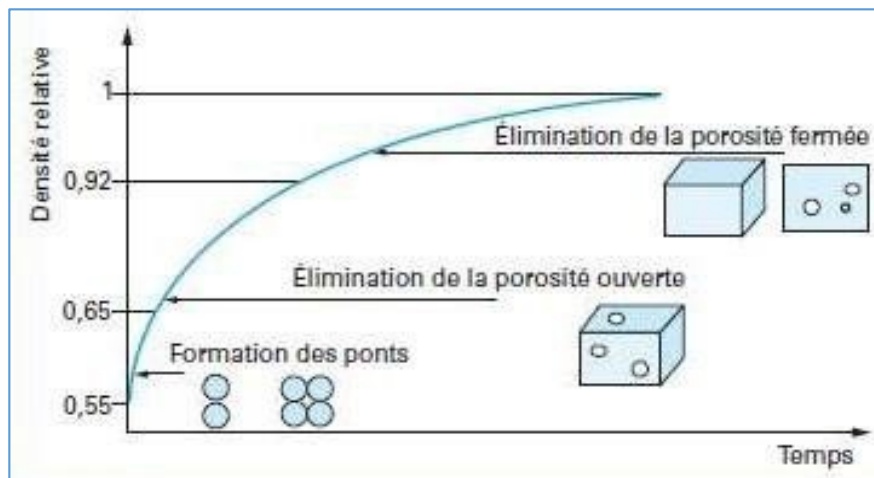


Figure 1.18 : Evolution de la densité relative au cours du frittage

I.4 Etudes Tribologiques

I.4.1 Généralités sur le frottement

La tribologie, est une science qui se concentre sur le frottement, l'usure et la lubrification de mise en contact de surfaces. Étymologiquement, le mot « tribologie » dérive du grec tribo« τριβειν, tribein,» qui signifie « froter » et « logie- logos» qui signifie « étude », « science ». Le mécanicien, s'est heurté aux problèmes liés à la tribologie depuis l'antiquité : des fresques pharaoniques en témoignent. Au début du vingtième siècle, la tribologie s'appuyait sur l'étude des volumes, avec une domination des concepts de la mécanique permettant d'établir des lois de comportement. Au milieu du vingtième siècle, la tribologie s'est tournée vers l'étude des surfaces grâce aux concepts de la physique des surfaces introduites par F. Bowden et D. Tabor [30] qui furent les premiers à émettre des idées claires sur le sujet. Le frottement peut être défini comme étant l'action qui tend à s'opposer au déplacement relatif de deux solides en contact. L'usure est une conséquence du frottement, de l'abrasion...etc. Elle peut donc prendre de très nombreuses formes qui correspondent à la détérioration des surfaces au cours de leur utilisation. L'usure se

caractérisé par une perte progressive de forme et de matière par émission de débris. Expérimentalement, la quantification de l'usure se fait soit par la mesure de la perte de poids, soit par la mesure des variations dimensionnelles, soit par la mesure de la modification géométrique de la trace d'usure. Les phénomènes de frottement ne sont pas décrits par des propriétés intrinsèques des matériaux, ce qui rend leur prédiction particulièrement délicate. En outre, le frottement et l'usure sont des phénomènes indépendants. Théoriquement, il n'existe pas de bon ni de mauvais « matériau de frottement ». Cependant, il existe des couples de matériaux qui, pour des conditions données, forment des troisièmes corps compatibles (ou non) avec les caractéristiques de frottement et d'usure souhaitées.

I.4.2 Notion de Surface

La notion de surface est définie par l'ensemble des propriétés physico-chimiques et mécaniques des matériaux en présence, mais aussi par les caractéristiques géométriques du contact. La topographie par exemple est une caractéristique géométrique de grande importance. En effet la rugosité joue un rôle essentiel puisqu'elle détermine l'aire effective de contact et donc la distribution des pressions superficielles [31]. Quelle que soit la discipline, la surface est communément considérée comme la partie ou la limite externe d'un solide. Compte tenu du fait que tout matériau est généralement utilisé dans un environnement donné (air, gaz, milieu aqueux, phase condensée, lubrifiant, etc.), la surface doit être considérée comme une **interface** : solide – gaz, solide – liquide, voire solide – solide. Actuellement, le cadre le plus général pour analyser et structurer une situation tribologique est l'approche de la tribologie à travers le contact à trois corps.

I.4.3. Notion de troisième corps

Un système tribologique ou **tribo-système** est un ensemble, composé d'éléments en interaction statique ou dynamique généralement organisé en fonction d'un but: transmission d'énergie, étanchéité statique ou dynamique, freinage, guidage. Un tribo-système se caractérisera par un ou plusieurs contacts par lesquels transiteront les efforts, la chaleur et éventuellement, l'électricité.

Le concept du triplet tribologique a été introduit par M. Godet [31, 32] et prévoit :

- ✓ Un mécanisme de contact : Tout le système (Charge ; dynamique du mouvement, l'environnement)
- ✓ les surfaces en contact : Les deux (premiers) corps

- ✓ Un troisième corps : l'intermédiaire (intercalaire) qui transmet la charge d'un corps à l'autre. Il est constitué de films superficiels (molécules absorbées, films d'oxydes...) et de particules issues du mécanisme (frottement) ; ce sont les produits d'usure.

L'ensemble des détériorations de la surface et la perte de matière sont caractéristiques de l'usure pour un système donné. Le processus, c'est-à-dire l'enchaînement d'événements liés à la présence du troisième corps : détachement des particules (débit de source interne), piégeage et formation de débris (débit de source externe), conduit à l'établissement d'un régime stationnaire traduisant l'équilibre entre détachement et élimination des particules. Si aucun lubrifiant n'est apporté au contact le terme de débit de source ne représente que le débit de source interne.

I.4.4 Le coefficient de frottement

Lorsque deux solides immobiles sont en contact, il existe une « adhérence » qui correspond à la force nécessaire pour mettre le système en mouvement. Le coefficient de frottement est défini dans la norme ASTM G 40 [31,33] comme le rapport sans dimension, de la force de frottement (tangentielle) (F_t) à la force normale (F_n) entre deux corps pressés l'un contre l'autre. Le coefficient de frottement statique est défini comme le « coefficient de frottement correspondant à la force maximale qui doit être surmonté pour initier le mouvement macroscopique entre deux corps (ASTM G 40) ».

$$\mu = \frac{F_t}{F_n} \quad (1)$$

La force tangentielle (F_t) nécessaire au déplacement est due aux irrégularités microscopiques des deux surfaces en contact (rugosité) et aux interactions entre deux corps. Ce coefficient est révélateur de l'intensité de l'interaction entre les deux corps. En général une interaction forte entraîne un échauffement accompagné d'une modification et d'une détérioration de l'état de surface de l'un des deux corps. Un coefficient de frottement élevé implique une augmentation de l'usure et de la défaillance de l'interface des deux corps. Réduire le coefficient de frottement est donc devenu un axe d'étude scientifique aux enjeux industriels importants. La réduction du coefficient de frottement permet d'une part d'augmenter la durée de vie des composants soumis aux contraintes mécaniques (les outils de coupe, par exemple), et d'autre part de réduire la dissipation d'énergie [33].

I.4.5 L'Usure

La durée de vie d'une pièce mécanique est directement liée à la perte des fonctionnalités de son volume ou de sa surface. Afin de pouvoir mieux maîtriser cette durée de vie, il est nécessaire que les ingénieurs et les chercheurs étudient les phénomènes influant sur cette dernière. Dans le cas des surfaces, les phénomènes sont souvent désignés par le terme général « usure ». Une pièce, partie d'un assemblage, dont tout le volume est sain peut conduire tout l'ensemble à la panne si certaines de ses surfaces fonctionnelles sont usées. S'il s'agit d'une pièce de fabrication complexe et à forte valeur ajoutée, perdre toute la pièce pour seulement quelques surfaces est regrettable et peut revenir très cher. Ainsi, la connaissance des phénomènes d'usure devient primordiale dès lors que des moyens pour lutter contre ceux-ci doivent être mis en place.

I.4.5.1. Définition

Le dictionnaire Larousse [34] donne la définition suivante du mot : « usure (nom féminin) : Détérioration progressive par frottement, érosion, utilisation ». Une première notion inhérente à l'usure des surfaces est évoquée dans cette définition, la progressivité. En aucun cas l'usure n'est un phénomène instantané. Toutefois, la progression de l'usure n'est pas nécessairement linéaire. L'évolution d'un paramètre, par exemple la température, peut réduire ou diminuer la vitesse d'usure. Lorsqu'un seuil critique sur l'un des paramètres est atteint, l'usure peut alors devenir brutale.

Il y a dans le chapitre « Usure des surfaces » du Wikibooks tribologie [35] une définition exprimant plus spécifiquement les mécanismes mis en jeu et donnant des pistes d'étude : « l'usure est un ensemble complexe de phénomènes difficiles à interpréter, amenant une émission de débris avec perte de masse, de cote, de forme, et s'accompagnant de transformations physiques et chimiques des surfaces ». En effet, l'usure ne peut pas être définie comme la conséquence d'un phénomène unique régi par des lois et des constantes. L'usure d'une surface, au sens général de la perte des fonctionnalités, met en jeu différents phénomènes complexes ayant chacun leurs spécificités. Un classement des types d'usures existe donc pour les décrire chacun selon leurs particularités. Toutefois, l'interprétation du processus d'usure est difficile. Il n'est pas évident face à une pièce de nommer la manière dont elle s'est usée, car seule la surface usée, c'est-à-dire l'état final, est là pour fournir des informations. L'usure étant progressive et irrégulière, chaque étape intermédiaire est détruite par la suivante. En effet, à moins d'observer le mécanisme et l'évolution de tous

ces paramètres en cours de fonctionnement grâce à des systèmes de laboratoire pointus, il n'est pas possible d'établir une chronologie de l'usure d'une surface.

Les débris qui sont récupérés et les transformations physiques et chimiques de la surface sont des informations importantes pour l'étude de l'usure. Enfin, cette définition exprime bien la perte des fonctionnalités de par les mots « perte de masse, de cote, de forme ». Une notion primordiale que n'expriment pas les deux précédentes définitions est donnée dans les Techniques de l'Ingénieur par Cartier et Kapsa [36] pour qui l'usure est la « perte progressive de matière de la surface active d'un corps, par suite du mouvement relatif d'un autre corps sur cette surface ». Il s'agit de la notion de mouvement relatif d'un autre corps sur la surface active du corps étudié. En effet, l'usure va également dépendre des caractéristiques du corps antagoniste.

I.4.5.2. Types d'usure

I.4.5.2.1. Usure adhésive

L'usure adhésive est due à la création de liaisons entre les deux corps en contact. Plus précisément, il s'agit de la jonction des aspérités de rugosité des deux surfaces. Le phénomène d'usure intervient lors de la rupture de ces jonctions. La matière de l'un ou des deux corps est alors arrachée de la surface. Les paramètres principaux ayant une influence sur l'usure adhésive sont la charge, la vitesse de glissement relative, les propriétés des surfaces, la température et l'environnement. Ce type d'usure est commun lors du glissement d'une pièce sur une autre [32, 34,36].

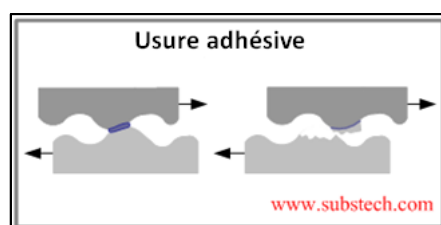


Figure I.19 : Usure adhésive

La charge a pour conséquence de faire varier le nombre et la taille des jonctions. Plus la charge est élevée et plus il y a de jonctions. En effet, sous la charge, les aspérités

sont déformées plastiquement (Figure I.11) et des liaisons se forment. La vitesse relative d'un corps par rapport à l'autre a une influence sur la température locale des aspérités.

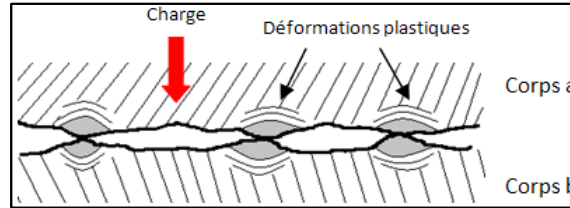


Figure I.20 : Déformation des aspérités sous charge

Ainsi, des soudures se forment si la température de fusion de l'élément qui a le plus bas point de fusion est atteinte.

La température a également un effet sur la diffusion des éléments. L'usure adhésive par diffusion est un phénomène thermiquement activé. À température élevée, des atomes peuvent être transférés d'un corps à l'autre. C'est par exemple le cas du couple carbone / acier. La dureté, la ductilité et la résistance mécanique ont de l'influence sur la déformation plastique des aspérités et la rupture des liaisons. Lorsqu'elle se brise, une liaison aura tendance à le faire sous l'interface entre les deux corps du côté du matériau avec les plus faibles caractéristiques mécaniques, une partie de ce matériau restant donc collée sur l'autre. Ainsi, une plus grande dureté et une moindre ductilité réduisent les déformations plastiques et l'usure. L'humidité relative a également de l'influence, et d'après Köckeret al. Selon le matériau l'effet peut être positif, réduisant le coefficient de frottement, ou négatif, augmentant l'usure. La lubrification réduit évidemment l'usure adhésive en formant un film « isolant » entre les deux matériaux.

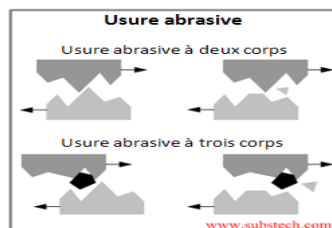


Figure I.21 : Usure abrasive à trois corps

I.4.5.2.2. Usure abrasive

L'usure abrasive est la conséquence du glissement d'éléments durs contre une surface plus tendre. Si les éléments durs font partie de l'un des deux corps en contact,

Les paramètres influents sont pour les éléments abrasifs leur taille, leur forme, leur dureté et leur quantité, la charge qui les presse sur la surface tendre, leur vitesse de déplacement et pour le corps tendre sa dureté et sa structure atomique. Dans le cas de l'usure abrasive à deux corps, la rugosité du corps le plus dur a une importance primordiale et il faut veiller à réduire cette rugosité pour réduire l'usure [33].

I.4.5.2.3. Autres modes d'usure

Il existe d'autres modes d'usures très spécifiques, qui ne rentrent pas le cadre de cette étude. Notamment l'érosion et la cavitation. L'érosion est une usure abrasive obtenue par des particules en mouvement dans un liquide. Par exemple, les canalisations peuvent être affectées par ce type d'usure. La cavitation est due à l'explosion au contact de la surface de bulles de gaz dans un liquide, générant des ondes de choc qui usent petit à petit la surface [34,35].

I.4.5.3 Quantification de l'usure : volume d'usure et taux d'usure

Le volume d'usure d'une pièce peut être défini comme le volume obtenu lorsque le volume usé, c'est-à-dire le volume après service ou essai sur la pièce, est soustrait au volume brut, c'est-à-dire le volume de la pièce neuve. C'est la quantité de matière usée.

Dans le cadre de cette étude, il s'agit de matière usée sur une sphère et sur un plan suite à un contact sphère / plan (type de contact utilisé et défini dans la suite de l'étude). Il existe de nombreuses études sur la définition et la mise au point de modèles et des formules permettant de calculer les volumes usés suite à un contact sphère / plan [30-35]. Seulement, ces études se veulent toutes plus précises les unes que les autres et nécessitent pour le calcul de très nombreux paramètres qui les rendent peu applicables. Les modèles géométriques de base donnent des résultats satisfaisants lorsqu'un ordre de grandeur du volume usé est recherché. Pour la sphère, l'hypothèse de base est que le volume usé est une calotte sphérique. La formule géométrique de la calotte sphérique est

$$V = \frac{\pi h}{6} \left(\frac{3D^2}{4} + h^2 \right), \quad (\text{Équation 1})$$

Avec D le diamètre de la calotte et h la hauteur de la calotte définie par

$$h = R - \sqrt{R^2 - \frac{D^2}{4}}, \quad (\text{Équation 2})$$

Avec R le rayon de la bille. Pour le plan, le volume est obtenu en calculant une aire moyenne grâce à des sections du volume usé et en multipliant cette aire par la longueur du volume usé. Cette méthode est bien adaptée aux surfaces avec un volume usé ayant une forme pouvant être assimilée à une forme géométrique définie (Figure I.22)

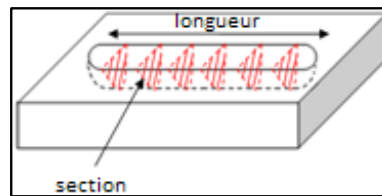


Figure I.22 : Modèle de volume d'usure d'une surface plane.

Dans cette figure, on peut assimiler le volume usé à une portion de cylindre et à deux portions de sphère.

Le taux d'usure est un moyen de quantifier l'usure d'une surface en fonction de la charge appliquée par le corps antagoniste sur cette surface, de la distance de glissement de ce corps sur cette surface et du volume d'usure de cette surface.

Le taux d'usure k en $\text{mm}^3/(\text{N}/\text{m})$ est défini par la loi de Archard comme

$$k = \frac{V}{F_N d}, \quad \text{Équation 3}$$

Avec V le volume d'usure en mm^3 , F_N la charge en N et d la distance de glissement en m. La charge et la distance de glissement sont des paramètres opérationnels dont le taux d'usure ne doit pas dépendre. C'est-à-dire que par exemple si la distance de glissement double, tous les autres paramètres restant constants (charge, température, humidité...), le taux d'usure lui ne change pas, ce qui implique que le volume usé double également [30,31]

Références bibliographiques

1. Jean-Marie, B., Matériaux composites (5e éd.). 2012: Lavoisier.
2. Courleux, A., Physico-chimie des échanges matrice/renfort dans un matériau composite acier/TiC. 2011, Université Claude Bernard-Lyon I.
3. CLYNE, T. and P. WITHERS, An introduction to metal matrix composites. Cambridge: Cambridge University Press, 1993. 509 p. 155 [DALM, 1997] DALMAZ, A. Etude du comportement en fatigue cyclique à hautes températures du composite tissé fibres de carbone/matrice carbure de silicium 2, 5D C/SiC. 1997, Thèse de doctorat: Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
4. Gay, D., Matériaux composites. 2015: Lavoisier.
5. Nathalie VILLAR, J.M., Élaboration des composites à particules. 2006: Ed. Techniques Ingénieur.
6. Kaw, A.K., Mechanics of Composite Materials, Second Edition. 2005: CRC Press.
7. Ly, E.H.B., Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose. 2008, Grenoble, INPG.
8. German, R.M., Supersolidus liquid phase sintering. II: Densification theory. International journal of powder metallurgy (1986), 1990. **26**(1): p. 35-43.
9. Dermakar, S., Matériaux composites à matrice métallique. Techniques de Techniques de l'Ingénieur, 2001. **M**(250): p. 1-16
10. Lepetitcorps, Y., et al., Forgeage de précision de matériaux composites à matrice d'alliage d'aluminium. Matériaux & Techniques, 1999. **87**(3-4): p. 23-28.
11. Kaczmar, J.W., K. Pietrzak, and W. Wlosinski, The production and application of metal matrix composite materials. Journal of Materials Processing technology 2000(106): p. 58-67.
12. Kremer, A., Étude du choix structurel d'outils coupants en diamant revêtu ou polycristallin massif pour l'usinage compétitif et environnemental des composites à matrice métallique et renfort céramique particulaire (CMMP Al/SiC.). 2009, Arts et Métiers ParisTech.
13. Mertens, A., et al., Processing of Carbon Fibers Reinforced Mg Matrix Composites Via Pre- infiltration with Al. Journal of Materials Engineering and Performance, 2012. **21**(5): p. 701-706.
14. Ho, P.W., Q.F. Li, and J.Y.H. Fuh, Evaluation of W–Cu metal matrix composites produced by powder injection molding and liquid infiltration. Materials Science and Engineering, 2008. **485**: p. 657-663.
15. Hong, S.H. and B.K. Kim, Fabrication of W–20 wt % Cu composite nanopowder and sintered alloy with high thermal conductivity. Materials Letters 2003. **57**: p. 2761-276.
16. Manufacture Custom Titanium Screws, Cutting Blades and Industrial Knives, in (<http://www.superweartech.com/screws.html>). (page consultée en décembre 2017).
17. Bernache-Assollant, D. and J.-P. Bonnet, Frittage: aspects physico- chimiques. 2005: Ed. Techniques Ingénieur.
18. Fu, Z.Y., et al., Composites fabricated by self- propagating hightemperature synthesis. Journal of Materials Processing Technology 2003. **137**: p. 30-34.
19. Villar, N. and J. Masounave, Elaboration des composites à particules. 1996: Ed. Techniques Ingénieur.
20. Shaikh, M.A., et al., Alloying of immiscible Ge with Al by ball milling. 2003. **57**: p. 3681-3685
21. W, P., H.Q.F. Li, and J.Y.H. Fuh, Evaluation of W–Cu metal matrix composites produced by powder injection molding and liquid infiltration. Materials Science and Engineering 2008. **485**: p. 657-663.

22. Quinard, C., Experimentation, modelisation et simulation dans le domaine de l'elaboration de micro-composants injectes a partir de poudres. 2008, Ph. D. Thesis, University of Franche- Comté.
23. Ye, H., X.Y. Liu, and H. Hong, Fabrication of metal matrix composites by metal injection molding-A review. *Journal of materials processing technology*, 2008. **200**: p. 12-24.
24. Naimi, F., et al., Synthèses de poudres nanostructurées par broyage mécanique, in *Materiaux 2006*. 2006: Dijon, France. p. 13-17
25. Legendre, F., et al., Poudres nanostructurées d'hydrure de magnésium élaborées par un
26. procédé de broyage réactif contrôlé, in *Matériaux 2006*. 2006: Dijon, France. p. 13-17
27. Hendaoui, A., Optimisation des procédés SHS, MASHS et ETEPC pour l'obtention de phases MAX (poudres et matériaux denses) dans le système Ti-Al-C. 2008, Paris 13.
28. Paris, S., et al., Le procédé MAFAPAS: une solution alternative pour élaborer des massifs nanostructurés. *Congrès Matériaux*, 2002.
29. Gaffet, E., et al., Some recent developments in mechanical activation and mechanosynthesis. *Journal of Materials and Chemistry* 2006. **9**: p. 305-314
30. M.Foller, A.Lammer, and H.Meyer. Wear and Corrosion of Ferro-Titanit and Competing Materials. in *5th International Conference on Tooling*. 1.10.1999. Leoben, Austria.
31. Tossoukpe, H., Modélisation et simulation du frittage de matériaux dopés et de multimatériaux à l'échelle de la microstructure. 2013, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.
32. Le Henaff, F., Contribution à l'étude, la mise en oeuvre et à l'évaluation d'une solution de report de puissance par procédé de frittage de pâte d'argent à haute pression et basse température. 2014, Université Sciences et Technologies-Bordeaux I.
33. German, R., Sintering: From Empirical Observations to Scientific Principles. 2014: Elsevier Science.Olmos, L., C.L. Martin, and D. Bouvard, Sintering of mixtures of powders : Experiments and modelling. *Powder Technology*, 2009. **190**(1): p. 134-140.
34. Munoz, D.H.P., Calcul intensif en simulation de frittage à l'échelle des particules. 2012, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.
35. Gendron, D., Etude numérique et expérimentale du frittage à l'échelle du grain. 2001, Université Sciences et Technologies-Bordeaux I.
36. German, R.M., Sintering Theory and Practice. 1996: Wiley.
37. Olmos, L., Etude du frittage de poudres par microtomographie in situ et modélisation discrète. 2009, Institut National Polytechnique de Grenoble-INPG.
38. German, R.M., A-Z of Powder Metallurgy. 2005: Elsevier.
39. Zambelli, G. and L. Vincent, *Matériaux et Contact—Une approche tribologique*, Editions Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 1998. ISBN 9-782880-743383.
40. Peterson, M., L. SHIZHUO, and X. JIANG, Friction of alloys at high temperature. *Journal of Materials Science and Technology*, 1994. **10**(5): p. 313-320.
41. Barrau, O., Étude du frottement et de l'usure d'acier à outils de travail à chaud. 2004, Institut National Polytechnique de Toulouse.
42. DENAPE, J. and N. LARAQI, Aspect thermique du frottement : mise en évidence expérimentale et éléments Méc. Ind, 2000. **1**: p. 563-579.

43. Denape, J., Science Friction—introduction à la tribologie. DEA sciences des matériaux, 2001.
44. Godet, M., The third-body approach: A mechanical view of wear. *Wear*, 1984. **100**(1): p. 437- 452.
45. Descartes, S. and Y. Berthier, Frottement et usure étudiés à partir de la rhéologie et des débits de 3ème corps solide: cas d'un 3ème corps issu d'un revêtement de MoSx. *Matériaux & Techniques*, 2001. **89**(1-2): p. 3-14.
46. Mathieu, H.J., E. Bergmann, and R. Gras, Analyse et technologie des surfaces: couches minces et tribologie. Vol. 4. 2003: PPUR presses polytechniques.
47. Nourouzi, S., Contribution à l'étude du procédé arc-fil pour la réalisation de dépôts métalliques durs résistants à l'usure abrasive. 2004, Limoges.
48. Cautain, S., Etude des mécanismes d'usure en oxygène liquide. 2014, Châtenay-Malabry, Ecole centrale de Paris.
49. CLOUPET, S., L. CHEVALIER, and H. CHOLLET, Simulation de l'usure superficielle par microglissement d'un contact roulant entre un galet et une came, in 16 ème Congrès Français de Mécanique 2003: Nice, France.
50. Gazanion, F., Amélioration de la résistance à l'usure abrasive du titane grâce à la réalisation de traitements de surface par laser. 2001.
51. Barrau, O., Etude tribologique de revêtement en régulation de turbines. Rapport de stage Turboméca-ENIT, 1999.

Chapitre II :

Matériaux et Techniques

Expérimentales

II. Matériaux, techniques d'élaboration et de caractérisation

II.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à l'ensemble des techniques d'élaboration et de caractérisation mises en œuvre dans le cadre de ce travail. Les paramètres d'élaboration du composite ont été adoptés suite aux nombreuses expériences initiales d'élaboration réalisées dans le laboratoire des composites de **Etablissement Nationale de Réalisation Industrielle ERIS -BATNA**. Les mesures de densité, l'observation microstructural, l'analyse par EDS, la cartographie X, la dureté et l'indentation instrumentée pour la mesure du module de Yong, ont les principales caractérisations. Néanmoins, les tests tribologiques ont eu une part importante lors de l'étude réalisée sur quelques échantillons.

II.2 Élaboration

II.2.1 Matériaux utilisés

Le choix de la composition de notre matériau, c'est-à-dire les poudres de départ, a été porté sur les propriétés mécaniques recherchées telles que de la dureté, la densité relative et la résistance à l'usure. dont la combinaison de ces deux critères nous a conduit à choisir le fer (Fe) et le Nickel (Ni) comme matrice et WC comme renfort ainsi que leurs disponibilité au niveau du laboratoire pour l'élaboration de nos échantillons.

La connaissance des caractéristiques chimiques et physiques de ces matériaux est nécessaire pour la compréhension de l'évolution de la structure et des propriétés durant toutes les étapes de l'élaboration. Les caractéristiques de la poudre utilisée dans le présent travail sont listées dans le tableau II.1.

Poudre	Pureté (%)	Granulométrie (μm)	T°C de fusion (°C)
Fe	99,97	45	1535
WC	99,89	45	2870
Ni	99,99	45	1455

Tableau II.1: Granulométrie, pureté et température de fusion des poudres de départ.

Les compositions chimiques des échantillons préparés sont comme suit :

- Composition 1: 80% Fe, 15% WC, 5% Ni

- Composition 2: 85% Fe, 12% WC, 3% Ni
- Composition 3: 85% Fe, 10% WC, 5% Ni

Il convient de noter que les 03 groupes de composition ont été frittés à 1300°C.

II.2.2 Élaboration des échantillons étudiés

Pour l'élaboration de ce matériau, plusieurs facteurs ont été pris en considération dont l'influence régit d'une manière prédominante la réalisation de ce travail :

II.2.2.1 Préparation des comprimés

Les échantillons (comprimés à verts) ont été préparés comme suit :

- la pesée
- le broyage

Le broyage mécanique sert à réduire la taille des particules et augmenter la réactivité des poudres initiales. Le broyage implique simultanément et de façon répétitive la fracture, la déformation et le soudage à froid des particules soumises à des impacts agressifs à l'intérieur des jarres. Le broyage de poudres commerciales de WC, de Fe et de Ni a été réalisé à l'aide d'un broyeur à bille. Le mélange a été broyé pendant 10 heures avec un rapport masse bille/masse poudre (3:1) et une vitesse de rotation de 100 tr/min.

- Le Collage

Les poudres préparées ont été mélangées avec 5% en poids de cire de paraffine

- Pressage à froid

On utilise des presses hydrauliques à haute pression pour comprimer la poudre obtenue.

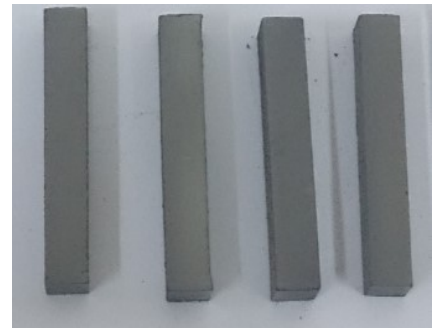
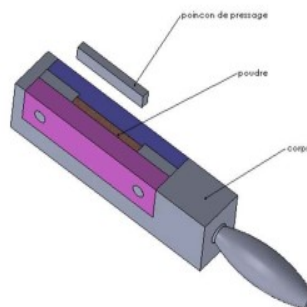


Figure II.1: Presse utilisée pour le pressage, le dispositif de pressage et le Comprimés à verts.

Cette étape donne la forme finale de la pièce, mais on tient toujours compte du retrait après le frittage. Les poudres de mélanges ont été compactés en rectangles (5 mm × 40 mm carré de haut) avec une pression de 20 MPa.

- **Mise en nacelle** : Cette opération s'effectue en introduisant des échantillons au sein des nacelles remplies par la poudre d'alumine Al_2O_3 .



Figure II.2: système de mise en nacelle

II.2.2.2 Frittage

Le frittage permet de transformer la poudre compactée en une masse solide dense et cohérente sous l'action de la chaleur. Ce traitement présente l'étape essentielle du processus d'élaboration des composites. Le frittage a été réalisé en cinq (05) étapes dans un four à hydrogène.

Nous avons suivi un régime de frittage représenté par la figure II.3.

Une montée en température jusqu'à 800°C à une vitesse de chauffage de 10°C/min, suivie d'un maintien de 1h30 puis une montée jusqu'à la température de frittage finale qui varie entre 1100 et 1520°C (pas de 100°C) et un maintien de 2h et un refroidissement lent dans le four.

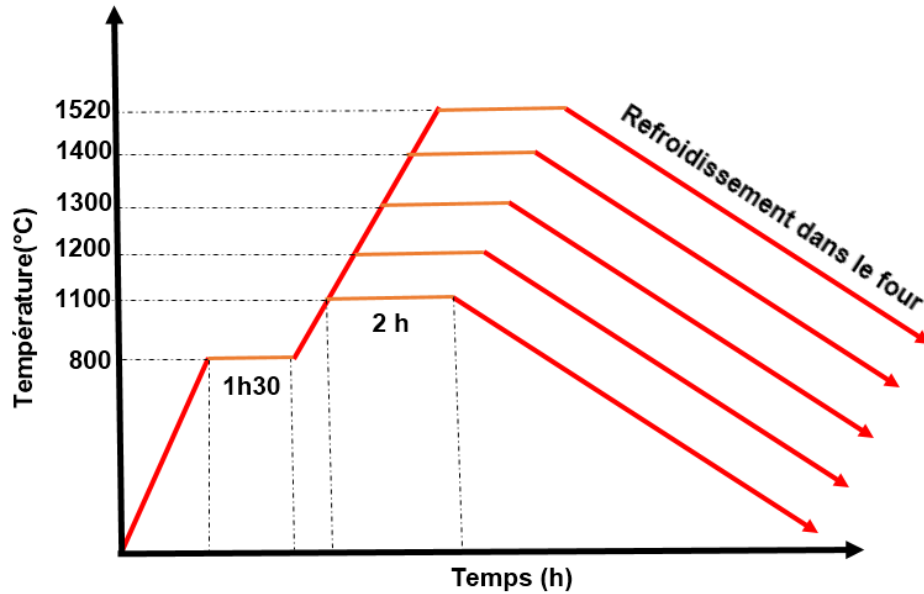


Figure II.3 : Régime de frittage.

II.2.2.3 Traitement thermique (Trempe à l'eau)

La trempe de ces composites a été réalisée à 02 Température 800 et 1200 C°.

II.2.2.4 Préparation de la surface

La préparation de la surface est une étape indispensable pas seulement pour l'observation microstructural et l'analyse chimique mais aussi pour les essais mécaniques, notamment la mesure du module de Young par indentation instrumentée et les tests de frottement.

La préparation commence par l'enrobage à chaud des échantillons, ce qui permet de manipuler plus soigneusement et facilement les échantillons petits, Il est réalisé dans une presse d'enrobage où l'échantillon est placé dans un cylindre d'enrobage et recouvert de la résine adéquate. Les échantillons ont subi ensuite un cycle de polissage réalisé sur une polisseuse automatique tournant de 150 à 300 tours/min sur lequel un papier abrasif est collé. Le polissage est réalisé sous lubrification continue (jet d'eau) pour éviter tout échauffement local suite au frottement, en utilisant des papiers abrasifs de différentes granulométries : 120, 180, 240, 320, 600, 800, 1000, 1200, 2000, 4000. Les papiers ont été utilisés successivement dans l'ordre décroissant de la granulométrie en prenant soin de tourner l'échantillon de 90° afin d'éliminer les rayures laissées par le polissage précédent. Sur chaque papier, on maintient en contact l'échantillon pendant 4 à 6 minutes. Pour la finition, nous avons utilisé une suspension d'alumine Al_2O_3 dispersée sur un feutre collé à un disque tournant.

II.3. Techniques de caractérisation des échantillons

II.3.1. Caractérisations structurale

II.3.1.1 Microscope optique

L'analyse métallographique permet d'observer et d'expertiser les structures ainsi que les phases qui composent les matériaux. Nous avons utilisé Le microscope optique De Marque Nikon LV1500N de laboratoire URASM Annaba \CRTI équipé d'un système d'acquisition il est possible de visualiser tous types de surfaces avec un grossissement pouvant aller jusqu'à 1500 fois. L'analyse microstructural sous différents grossissements, nous a permis de mettre en évidence, d'une part l'évolution de la porosité (changement de forme et de dispersion) et celle de la formation de nouvelles phases:

L'examen des échantillons élaborés par frittage nécessite une préparation, ceux-ci doivent présenter une surface propre, plane et polie miroir.

Un échantillon préalablement poli selon le protocole défini à la section précédente, a subi une attaque chimique. L'échantillon est ensuite rincé avec de l'eau distillée puis séché et la surface est observée par microscopie optique [1].



Figure II.4 : Microscope optique à réflexion Nikon éclipse LV1500N

II.3.1.2. Microscope électronique à balayage MEB

Est une technique de microscopie électronique capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon en utilisant le principe des interactions électrons-matière. Le MEB consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules [2]. Ces particules sont analysées par

différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface.

Lorsqu'un faisceau d'électrons est accéléré sous haute tension, il bombarde la surface d'un échantillon. Cette dernière réagit en émettant en retour une série de particules et d'ondes.

- Des électrons secondaires
- Des électrons rétrodiffusés
- Des électrons Auger
- Des photons de différents niveaux d'énergie (X, visible)

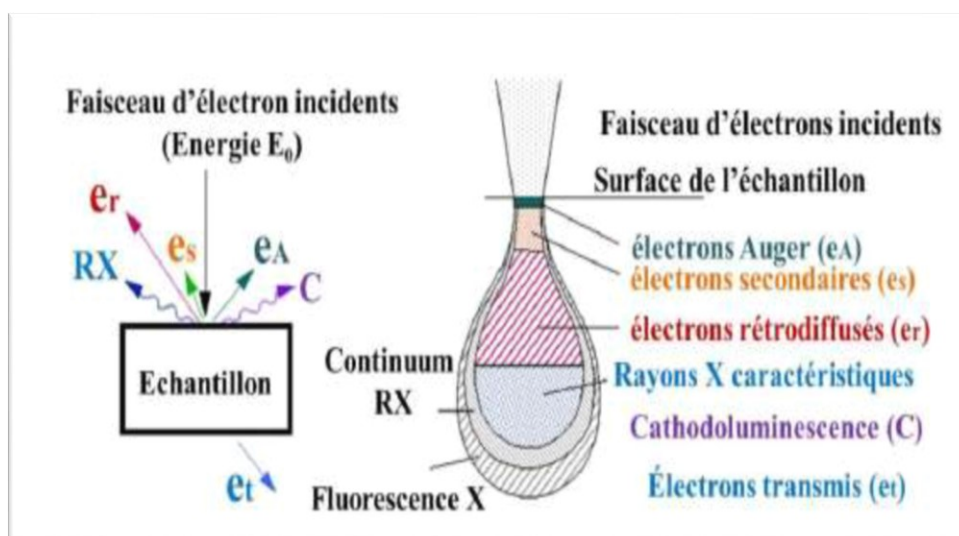


Figure II.5 : Interaction d'un faisceau d'électron avec la surface d'un échantillon.

Différents modes d'imagerie peuvent être générés selon le choix des espèces détectées. En général, les électrons secondaires et rétrodiffusés représentent la majorité des espèces émises. Les électrons secondaires sont des espèces de faible énergie qui sont issus de l'interaction entre le faisceau d'électrons primaire et le nuage électronique d'un atome [3]. Les électrons rétrodiffusés sont des électrons de plus haute énergie. Ils résultent d'une diffusion vers l'arrière lorsqu'un électron primaire passe très près du noyau d'un atome. Le MEB nécessite de travailler sous un vide secondaire de 10^{-5} à 10^{-6} mbar. Il a généralement une capacité de grossissement de 10 à 100 000 fois. Le faisceau d'électrons est généré par un canon à électrons (filament de tungstène), puis il est focalisé par une série de lentilles électromagnétiques. Le faisceau est dévié par un système de balayage constitué d'un diaphragme et de deux bobines déflectrices. Le faisceau d'énergie E_0 entre dans la chambre d'analyse et fait le balayage de la surface de l'échantillon.

Le détecteur d'électrons secondaires capte les électrons issus de l'ionisation par le faisceau incident d'atomes situés immédiatement sous la surface. Ces électrons sont de faible énergie et ils renseignent sur le relief de l'échantillon. Le détecteur d'électrons rétrodiffusés identifie les électrons du faisceau incident renvoyés élastiquement par les atomes situés dans le haut du volume d'interaction et qui sont de forte énergie ($E \approx E_0$).

Les observations ont été réalisées sur un microscope électronique à balayage de Laboratoire LaBoMaP de l'école arts et métier Cluny (Lyon- France) de marque Jeol JSM-5900LV avec un grossissement qui varie de 4x à 300.000x et une résolution de 25 à 4 nm. Équipé d'un détecteur pour la spectroscopie dispersive en énergie (EDS) et d'un détecteur pour la spectroscopie dispersive en longueur d'onde (WDS).

II.3.1.3 Diffraction des rayons X

La diffraction de rayons X est une technique simple, facile à mettre en œuvre et non destructive. Elle permet l'obtention d'informations sur les caractéristiques structurales et microstructurales telles que: les phases existantes et leurs proportions, la structure cristalline, la taille des grains et le taux de microdéformations. Les diffractogrammes des échantillons ont été réalisés sur un diffractomètre de type PanAlytical en utilisant une anticathode en cuivre de longueur d'onde $\lambda_{Cu} = 0,15406$ nm. Les diffractogrammes ont été enregistrés en géométrie Bragg-Brento ($\theta-2\theta$) dans la gamme angulaire de 5 à 120° avec un pas de 0,01°. Les diffractogrammes ont été ajustés par la méthode Rietveld en utilisant le programme MAUD (Material Analysis Using Diffraction) qui permet une caractérisation moyenne des paramètres structuraux et microstructuraux du matériau (Lutteroti, 2000).

II.3.1.4. Affinement des diagrammes de diffraction des rayons X

La méthode de Rietveld (Rietveld, 1969) consiste à comparer les profils des pics expérimentaux avec ceux générés par une fonction des intensités intégrées, par la minimisation de type moindres carrées. L'algorithme de Rietveld tient compte des caractéristiques instrumentales (courbe de résolution du diffractomètre), des paramètres structuraux (paramètres de maille, positions atomiques et paramètres de déplacement) et paramètres microstructuraux de l'échantillon (taille et déformation des cristallites).

II.3.2. Profilométrie optique

Le profilomètre optique est un appareil qui permet généralement de déterminer les paramètres de rugosité d'une surface donnée et d'établir sa cartographie en 2D et 3D. Pour observer et analyser de façon approfondie la surface des échantillons, le profilomètre optique analyse les surfaces sans contact, à 3 dimensions (x, y, z) ; où x et y régissent le plan d'observation et z l'écart entre le capteur et le plan (x, y). Deux modes de fonctionnement sont disponibles : PSI (Phase Shift Interférence) et VSI (Vertical Shift Interférence).

Le mode PSI est utilisé pour améliorer l'analyse de surface lisse ou quasiment lisse. Son mode opératoire est basé sur l'intégration de la variation de l'intensité lumineuse en fonction de la hauteur z. Un faisceau de lumière blanche passe à travers quelques lentilles permettant de focaliser (condenser) le faisceau. Puis il arrive sur une lame séparatrice qui va envoyer une partie directement sur le capteur et l'autre partie de la lumière sur l'objectif du microscope. La portion arrivée sur l'objectif va passer à son tour par un interféromètre avant d'être réfléchi sur la surface test. Ainsi les deux faisceaux de lumière vont se retrouver sur le capteur avec un décalage qui va former des franges d'interférences. Ces franges sont nécessaires pour une bonne analyse de l'échantillon.

Typiquement, le mode VSI sert à analyser des surfaces à forte rugosité. Il est basé sur l'interférométrie en lumière blanche à balayage vertical. Le principe de fonctionnement est que la lumière est réfléchi sur l'échantillon pour produire des franges d'interférences. Plus les franges sont nettes, meilleur est le focus. De plus, dans ce mode, la lumière est filtrée à densité neutre. Durant la mesure, l'objectif interférométrique bouge verticalement, scannant la surface à différentes hauteurs. Ainsi, plus la rugosité est grande, plus le débattement vertical est important. Dans nos travaux nous avons utilisé le mode PSI .

Les essais ont été réalisés sur un profilomètre VEECO Wyko NT-1100 de Laboratoire LaBoMaP de l'école arts et métier Cluny (Lyon- France).

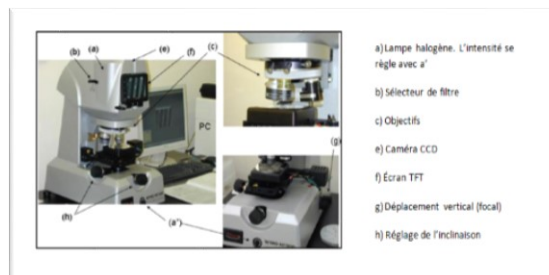


Figure II.6 : Optical profilometer Wyko NT1100

II.3.3 Caractérisation physique et mécanique

II.3.3.1 Mesure de la densité apparente

La densité est une grandeur très intéressante, elle permet de caractériser un produit fritté. Pour la détermination de la densité des pastilles frittées, trois méthodes sont généralement utilisées : méthode d'Archimède, méthode des volumes et méthode d'Arthur.

Dans notre travail, on a utilisé la méthode d'Archimède, qui consiste à peser l'échantillon dans l'air (m_{air}) puis dans l'eau (m_{eau}). La densité du matériau d apparente d'un échantillon est donnée par la relation :

$$d \text{ (g/cm}^3\text{)} = (m_{\text{air}} \cdot d_{\text{eau}}) / (m_{\text{air}} - m_{\text{eau}})$$

Avec m_{air} : masse de l'échantillon dans l'air,

m_{eau} : masse de l'échantillon dans l'eau

d_{eau} : densité de l'eau (0.9978 g/cm³ à 22 °C).

II.3.3.2 dureté

Les essais de dureté ont été réalisés au niveau de laboratoire de département de métallurgie et génie des matériaux. Nous avons utilisé la machine de dureté présentée ci-dessous.

Avec Les spécifications suivantes :

- Constructeur : ZWICK / ROELL.
- La dureté : HRC



Figure II.7 : d'uromètre universel.

II.3.3.3. indentation instrumentée

L'indentation instrumentée est un formidable outil de caractérisation mécanique de tous types de matériaux, massifs ou revêtus, hétérogènes ou poreux. Il permet d'étudier, à différentes échelles de mesure (de la nano à la macro), un grand nombre de propriétés mécaniques (dureté, module d'élasticité, ténacité) et de comportements mécaniques (loi de comportement en traction, étude du comportement en fatigue et en fluage, en mode simple ou combiné). C'est sans doute pourquoi c'est la technique de caractérisation mécanique la plus employée aujourd'hui.

La caractérisation des propriétés mécanique des matériaux métallique a été généralisée avec l'utilisation de l'essai d'indentation Vickers qui utilise un indenteur de forme pyramidale à base carrée, l'avantage de cet essai est qu'il est simple d'utilisation

L'indenteur Vickers utilisé est une pointe en diamant, de forme pyramidale à base carrée.

L'angle d'ouverture de l'indenteur est de $\theta = 68^\circ$.

La technique d'indentation est donc sur le principe un outil complet de caractérisation mécanique pouvant opérer sur de petits volumes de matière. Ce qui nous permet de mesure le module de Young de nos échantillons qui est déterminé sur la base de 6 mesures sur chaque échantillon, la moyenne est donc la valeur prise comme module de Young.

Les machines actuelles permettent de mesurer l'enfoncement h de la pointe en fonction de la charge F appliquée pendant la charge et la décharge (Figure II.11). La déformation irréversible se traduit par une hystérésis de cette courbe. La courbe de décharge est souvent supposée purement élastique, ce qui permet de déterminer la pénétration de contact donc l'aire de contact

A. Le module élastique d'indentation E_r est lié à la pente à la décharge S et vaut (β étant un facteur relatif à la géométrie de la pointe)

Type de pénétrateur	Vicker	s
Point de charge	1500	N
Temps d'attente sur le point de charge	15	s
Vitesse du point de contact	1	mm/min
Vitesse de charge	3000	N/min
Vitesse de décharge	3000	N/min
Nombre d'essais pour chaque échantillon	6	

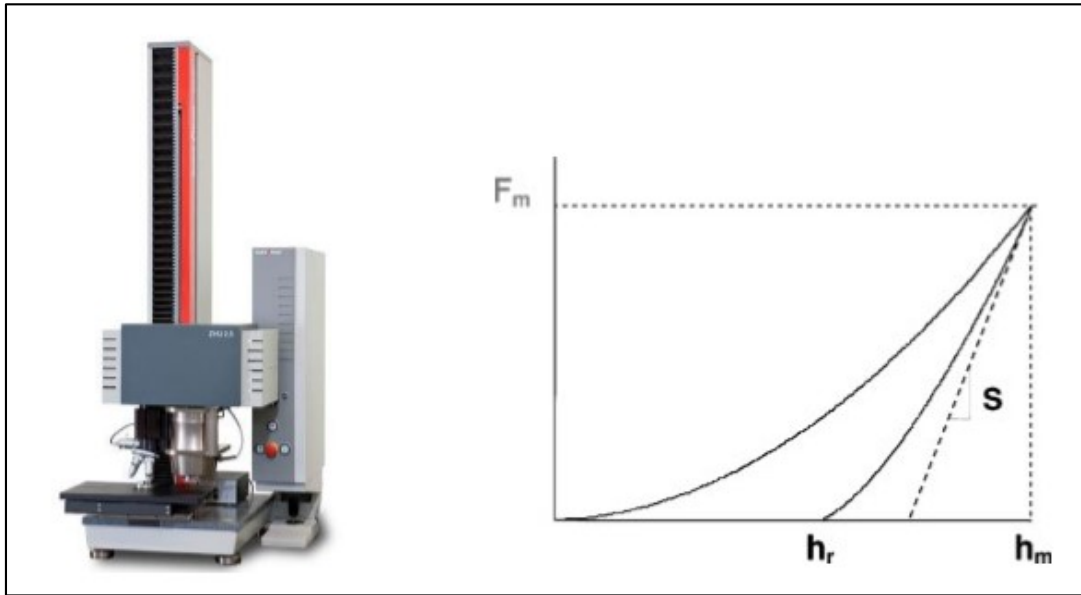


Figure II.8 : Appareil de teste d'indentation, Courbe de charge décharge.
Universal/Vickers ZHU/Z2.5 utilisé pour les essais.

Les paramètres utilisés lors des essais d'indentation pour mesurer le module de Young de tous les échantillons sont cités dans le tableau ci-dessus.

II.3.4 Caractérisation tribologique

II.3.4.1 Moyens d'essai tribologique et de caractérisation d'usure

II.3.4.1.1 Évolution du coefficient de frottement μ

Un tribomètre est un appareil de laboratoire utilisé pour définir les propriétés de frottement et d'usure d'un matériau. L'appareil crée un mouvement relatif entre les deux premiers corps, l'échantillon et le corps antagoniste, celui-ci soumettant une force normale donnée sur l'échantillon. Ce mouvement est en général une translation ou une rotation dans le plan de l'échantillon. Le corps antagoniste est tel que le contact est considéré comme ponctuel (une bille), ou plan (un pion). L'effort normal, la vitesse et la distance de glissement sont des paramètres opératoires à renseigner dans l'interface de pilotage de l'appareil. Des capteurs enregistrent l'effort tangentiel nécessaire pour vaincre le frottement. De là est déduit le coefficient de frottement [7,8].

II.3.4.1.2. Moyens d'essai tribologique

Nos avant effectuée les manipes tribologique au LaBoMaPécole art et métier Cluny (France) le laboratoire est équipé d'un tribomètre rotatif CSM Instrument à haute température bille – disque. L'appareil est équipé d'un four pour la réalisation d'essais

jusqu'à 800 °C. À l'issue de chaque essai, les résultats exploitables sont la courbe de coefficient de frottement correspondant aux matériaux du couple bille – disque, le disque et la bille usés qui vont être le point de départ pour l'étude de l'usure et les éventuels débris générés lors du test.

La courbe de coefficient de frottement donnée par le logiciel renseigne notamment sur les variations au cours de l'essai, ce qui doit permettre d'identifier différentes phases de l'essai comme le rodage, la destruction brutale...

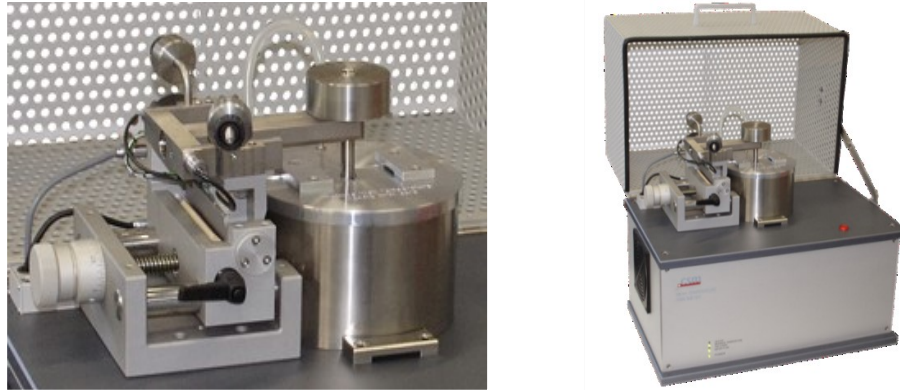


Figure II.9 : Tribomètre rotatif CSM Instrument.

II.3.4.1.3. Conditions opératoires

Les paramètres d'essai c'est-à-dire la charge, la vitesse de glissement, la distance de glissement et le rayon sont des paramètres opératoires à renseigner dans l'interface de logiciel pour lancer l'essai. Les données mesurées (coefficient de frottement, ...) sont affichées à l'écran en temps réel.

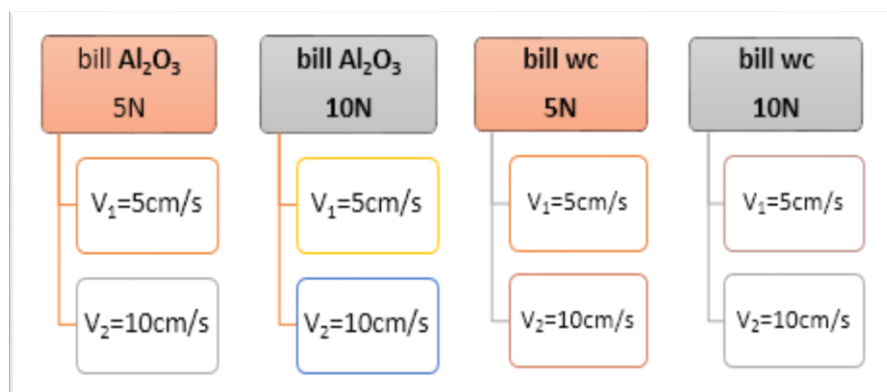


Figure II.10 : plan des essais tribologique

On a utilisé des billes en WC et Al₂O₃ comme des partenaires statistiques sur notre alliage comme disque. Dans des conditions de frottement (sec) et à la température ambiante, nous avons effectué des essais tribologiques de l'alliage Fe WC Ni, contre un bill en WC et en Al₂O₃, pour différentes conditions de charge et de vitesse. Deux vitesses différentes (05 et 10 cm /s) et Deux forces normales (5 et 10 N) ont été appliquées, ce qui nous a permis de tester

quatre conditions différents pour chaque bill. Les résultats de ces essais sont complétés par des comparaisons avec eux.

Les paramètres à déterminer pour une mesure de coefficient de frottement sont donc la charge appliquée, le temps de mesure, le matériau de la bille, la vitesse et le parcours de rotation. Le **tableau (II.2)** illustre les valeurs des paramètres de mesure choisis pour de cette étude.

Paramètres	Conditions
Charges appliqués	5N et 10N
Vitesse	5 cm/s et 10 cm/s
Distance	200 m
Diamètre de la bille	6mm
Diamètre de l’empreinte	4mm
Température	20 + 3
humidité	40 +5

Tableau II.3 : Paramètres des essais tribologiques utilisés

Durant les essais de frottement, la force normale F_N est maintenue constante (3,6 et 10N) et la force tangentielle F_T est mesurée pendant chaque cycle. Le rapport (F_N/F_T) permet de connaître le coefficient de frottement instantané, les résultats sont schématisé sous forme de graphe à l’aide d’un logiciel (**figure II.10**).

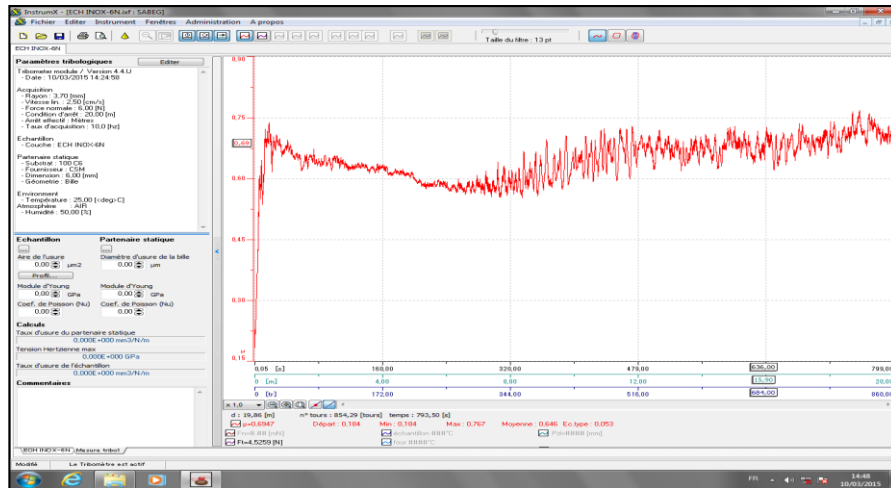


Figure II.11 : Exemple de courbe issue d'un test tribologique (par logiciel).

II.3.4.2 Mécanismes d'usure

L'usure est le processus d'endommagement des surfaces en contact, sous l'effet du frottement. Les principaux mécanismes d'usure connus sont les suivants : usure par adhésion, usure par abrasion, usure par érosion, usure par fatigue, usure par détachement des particules et usure par corrosion. Précisons par ailleurs qu'un tribosystème est susceptible d'évoluer dans le temps et d'être le siège de plusieurs mécanismes d'usure successifs ou simultanés qui agissent alors de manière conjuguée, en synergie (exemple : usure adhésive et abrasive).

Les traces d'usure des échantillons générés au cours des essais ont été observées au MEB et des caractérisations chimiques ont été faites par EDS. Ces deux techniques de caractérisation des traces d'usures utilisées conjointement sont particulièrement utiles pour fournir des informations sur les modes d'usure entrant en jeu lors des essais tribologiques. L'équation d'usure proposée par Archard [9] a été utilisée pour obtenir le taux d'usure d'après la relation suivante :

$$\text{Taux d'usure} = V / P \times L$$

Avec V: le volume d'usure, P: la charge appliquée, et L: la distance de glissement.

Le volume d'usure (W) a été estimé à partir de la section transversale de la piste d'usure sous la ligne horizontale de surface de l'échantillon, obtenue à l'aide d'un profilomètre.

Références bibliographiques

- [1] J. Aurelie- These Microstructure et caractérisation mécanique multi-échelles des composites Al/ ω -Al-Cu-Fe synthétisés par métallurgie des poudres 23 mai 2017.
- [2] Y. Benlatreche, « Contribution à l'amélioration de la durée de vie d'outils carbure pour l'usinage du MDF (Medium Density Fiberboard) par application de dépôts ternaires (CrAlN, CrVN) et modification de l'arête de coupe », thèse de doctorat n° 2011-ENAM- 00432, Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers – Campus de Cluny.
- [3] I. Rahil, « Élaboration et caractérisation de revêtements à base de nitrure de Chrome, carbonitrure et carbure de Titane élaborés par pulvérisation magnétron », thèse de doctorat n° 2013-ENAM-0051, Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers – Campus de Cluny
- [4] K. Aouadi « Développement d'une nouvelle génération de revêtements ultradurs. Etude de leur comportement tribologique et anticorrosif » », thèse de doctorat n° 2017-ENAM-0041, Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers – Campus de Cluny.
- [5] C. F. Michel, Evaluation par nanoindentation des propriétés mécaniques locales d'alliages de titane superélastiques et à mémoire de forme, (2014) INSA de Rennes.
- [6] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mater. Res.* 7 (1992) 1564-1583.
- [7] N. Mitsuo, Mechanical biocompatibilities of titanium alloys for biomedical applications, *Mech behav of biomed.* 1(2008), 30-42.
- [8] A. Hussein, A S. Mohammed, and al., Wear Characteristics of Metallic Biomaterials, *Materials* 8 (2015)2749-2768.
- [9] S. Vishnu Dhandapania, S. Ramesh, T. Elangovan, and al. , Tribological properties, corrosion resistance and biocompatibility of magnetron sputtered titanium-amorphous carbon coatings, *App Sur Sci.* 371(2016)262– 274.

Chapitre III :

Résultats et Discussion

Dans ce chapitre, on a exposé les résultats obtenus et leurs analyses. Ce chapitre est subdivisé en deux grandes parties :

- La première partie est consacrée à l'étude microstructurale, physique et mécanique des échantillons élaborés par frittage. Par contre,
- La deuxième partie est consacrée à la caractérisation tribologique des échantillons de FNW et leurs caractérisations morphologiques et structurale.

III.1. Caractérisation microstructurale, physique et mécanique

III.1.1. Introduction

Cette Caractérisation a pour objectif d'identifier les phases en présence. Elle nous permettra aussi d'avoir des renseignements sur la texture donnée les pores et donc la nécessité de prendre en compte l'effet des températures de frittage sur la structure.

III.1.2. Caractérisation microstructurale

III.1.2.1. Caractéristiques des poudres de départ

Pour l'élaboration du composite à matrice métallique à renforts particuliers (CMMp) Fe- WC-Ni, la composition chimique des poudres de départ composés de liant riche en fer représente une fraction volumique de l'ordre de 85 % et la poudre de carbure de tungstène a été utilisée comme renfort a une fraction volumique de l'ordre de 10 %. Pour obtenir une répartition homogène du liant riche en fer autour des particules de carbure de tungstène après frittage, il est préférable d'utiliser des tailles de particules de fer et de carbure de tungstène du même ordre de grandeur. Une poudre plus fine pour faciliter la répartition et la dissolution des grains de carbure. En effet, la dissolution des grains de WC lors du traitement thermique se traduit par la formation de pores [1]

La forme des particules de chaque poudre a été mise en évidence par observation au microscope électronique à balayage en mode d'électrons secondaires. Les micrographies obtenues sont illustrées sur les figures suivantes.

La caractérisation des poudres d'un point de vue morphologie, forme, taille est de premières importances en MDP.

Il est à remarquer que la Morphologies des poudres utilisées Fe Ni et WC présente une forme irrégulière

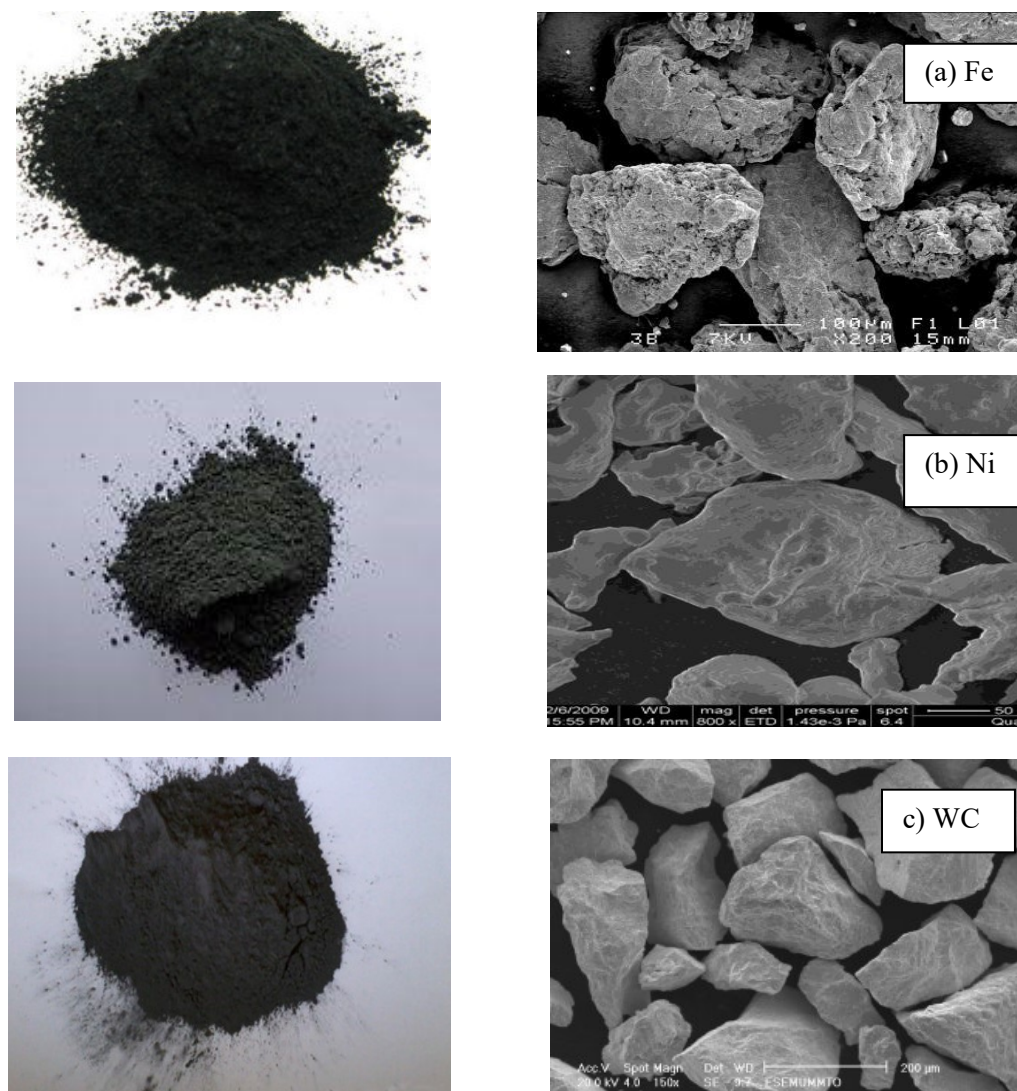


Figure III.1 : Micrographies des poudres utilisées dans le mélange ; (a)Fe, (b) Ni. (c)

III.1.2.2. Préparation des échantillons pour observation

Pour observer les échantillons, ceux-ci doivent présenter une surface propre, plane et polie miroir. Pour cela, un polissage mécanique est nécessaire. Les différentes étapes de polissage permettent de supprimer les déformations induites aux étapes d'élaborations. Pour se faire, des passages successifs sont effectués avec des particules abrasives de plus en plus fines. Dans cette étude, deux types de séquence de polissage sont appliqués en fonction des observations à réaliser : le pré-polissage, le polissage diamanté.

L'étape de pré-polissage permet d'obtenir une surface plane avec un taux d'enlèvement de matière important tout en supprimant les dommages et déformations existants en surface.

Le polissage diamanté assure un enlèvement de matière élevé et rapide avec une meilleure planéité.

Un échantillon préalablement poli selon le protocole défini à la section précédente, a subi une attaque chimique de Nitale à 3%. Une goutte de cette solution a été déposée sur la surface de l'échantillon, à l'aide d'une pipette, pendant une dizaine de secondes. L'échantillon est ensuite rincé avec de l'eau distillée puis séché et la surface est observée par microscopie optique. [2]

III.1.2.3. Etude métallographique

III.1.2.3. 1.Porosité

L'observation au microscope optique des échantillons compactés et fritte sous différentes température (a) 1100 ° C, (b) 1300 ° C, (c) 1400 ° C et 1520 ° C

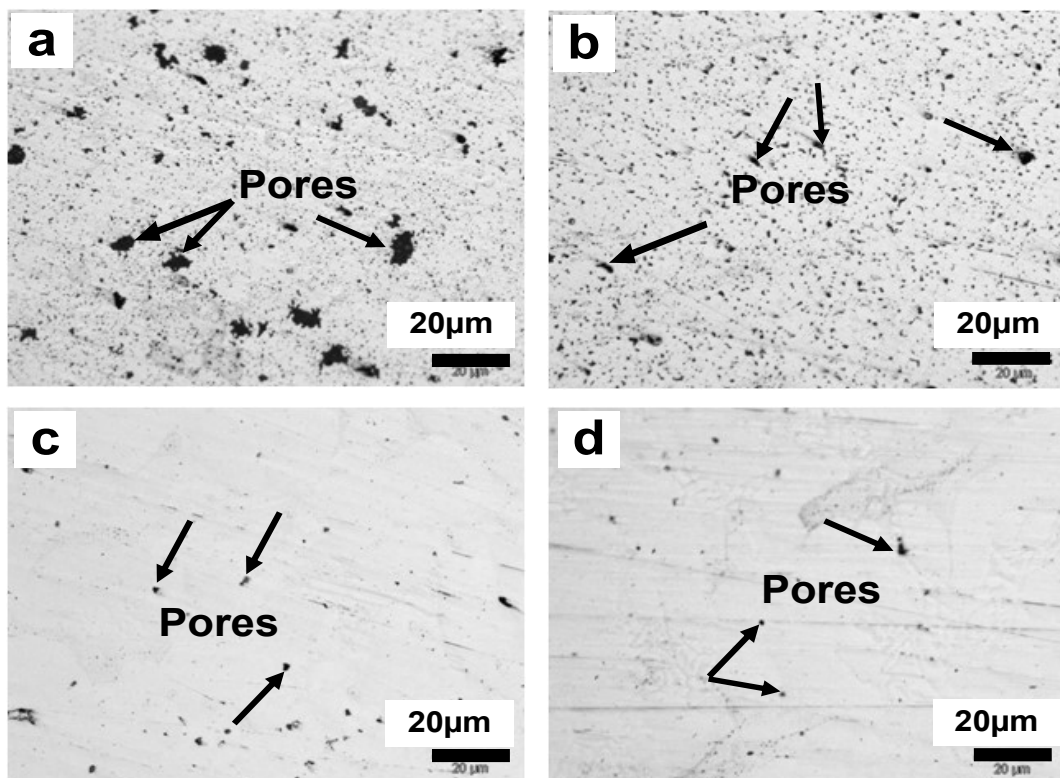


Figure III.2. Métallographie de FNW a déférant température de frittage : (a) 1100 ° C, (b) 1 300 ° C, (c) 1400 ° C et 1520 ° C. sans attaque.

Sur la **Figure III.2.** Le matériau présente une porosité fermer comprise entre 1 et 10 μm répartie de manière hétérogène et ont une forme complexe. Cette porosité résiduelle va diminuer les propriétés mécaniques du matériau. Le fait qu'elle soit répartie de manière hétérogène va concentrer la fragilisation du matériau au niveau des amas de pores. Une distribution de taille large dans les 2 premières températures 1100 et 1200°C, les figures

montrent clairement que les pores les plus fines ont disparu. En outre et que les pores les plus grands aient légèrement diminué. On peut constater que ces changements augmentent après la température de 1200 °C. La forme des plus grands pores est devenue moins distincte car le matériau semble être plus compact (densification pendant le frittage). Lorsque la température de frittage augmente, la porosité diminuée comme le montre la Fig.III.2. Consequently. Ce résultat a été confirmé par la mesure des densités après divers température de frittage

III.1.2.3.2. Microstructure

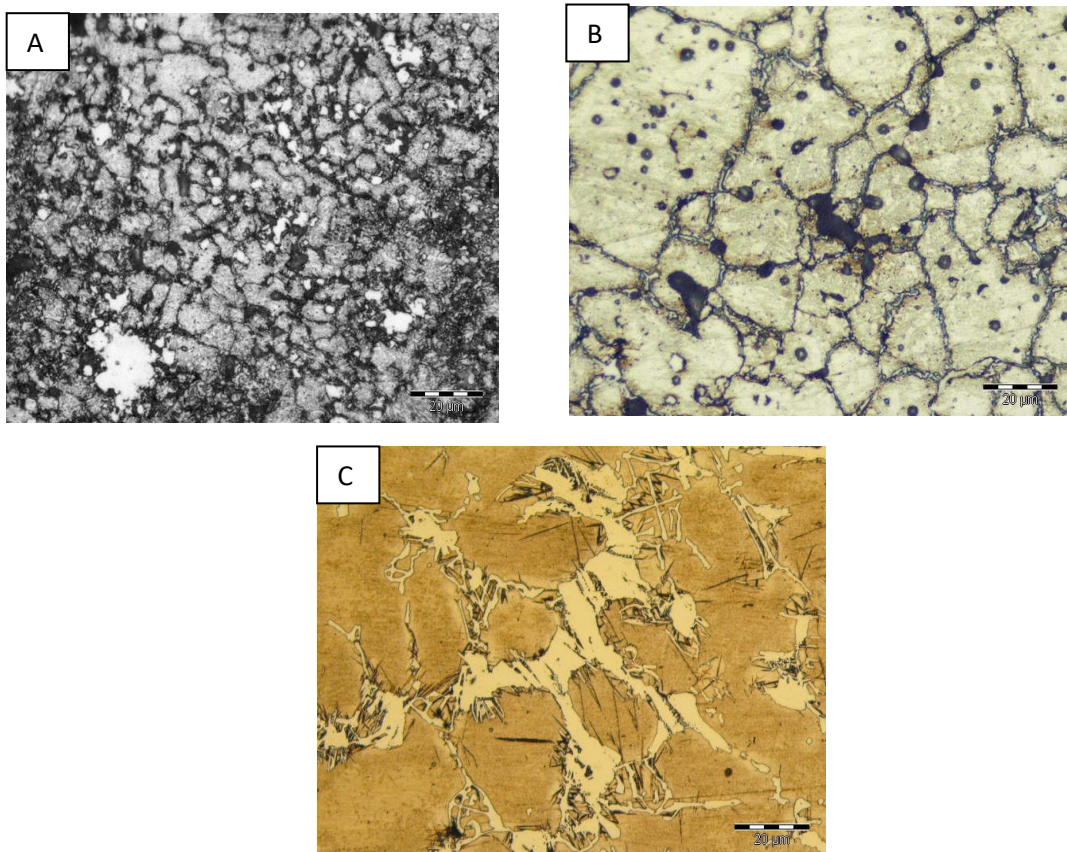


Figure III.3. Micrographies des échantillons FNW frittés à (a)1100, (b) 1200 et (c)1300 °C

Les observations microscopiques montrent une certaine inhomogénéité de répartition des particules de carbures dans la matrice. Cette ségrégation affecte les caractéristiques mécaniques du matériau. Il est raisonnable de penser que les alliages frittés à 1100 et à 1200 C n'ont pas atteint le frittage complet en phase liquide. Certains grains de carbure raffinés présentent une distribution dispersée dans les échantillons, comme illustré à la **Figure III.3** Ceci est représentatif du fait que le mécanisme de frittage est incomplet. Après avoir augmenté la température de frittage, les grains de WC raffinés ont progressivement disparu. Lorsque la température a été augmentée à 1300 ° C, les grains de WC raffinés ont évidemment disparu et ont donné une structure uniforme.

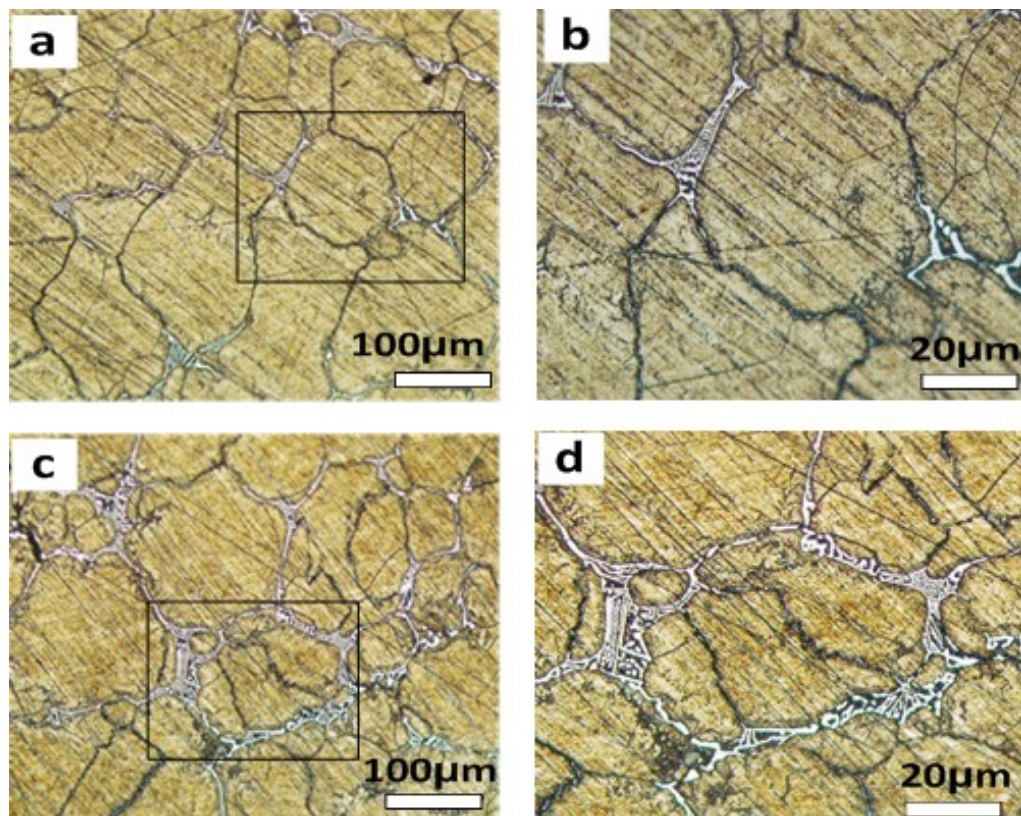


Figure III.4. Micrographies des échantillons FNW frittés à (a) 1400 et (c) 1500 °C

La **Figure III.4** montre les observations par microscopie optique de l'alliage après différentes températures de frittage. La **Figure III.4 (a)** et **Figure III.4 (b)** montre la morphologie de l'alliage Fe-Ni-WC à 1400 ° C, Le taux de retrait en volume le plus élevé est apparu dans le frittage à 1400 C par conséquent, il ne peut pas remplir efficacement les pores entre la matrice Fe et les particules WC ceci montrait que la température de frittage était proche de la température de frittage en phase liquide [9].

Toutefois, lorsque la température de frittage a été portée à 1520 ° C, le liant a été fusion, et il n'existait pratiquement pas de pores connectés dans les alliages frittés Fe-Ni-WC, comme montré dans la **Figure III.4 (c)** et **Figure III.4 (d)**. En outre, le liant a été distribué entre les particules de WC pour former un alliage métallique. De manière significative, il existe une relation positive entre la microstructure et la température de frittage.

III.1.2.4. Microstructure MEB

L'analyse au MEB montre une évolution des phases formées lorsqu'en augmente la température de frittage. L'observation microscopique de l'échantillon montre un bon mouillage et une meilleure homogénéité de répartition des particules de carbures dans la matrice de Fe ainsi qu'une faible porosité dans les températures élevées 1400 et 1520, La bonne distribution des particules est due à une large répartition granulométrique du renfort après broyage.

Il est évident que lorsque la température de frittage a augmenté, la porosité a diminué qui conduisent à augmenter la densité d'obtenir un alliage métallique dense et dur. En outre, à partir d'une température de frittage de 1300 ° C comme le montre la figure 5 (b-b'), le liant (Ni) et de la matrice de fer (Fe) ont été partiellement fondus. Par conséquent, de nombreux pores se sont créés à l'intérieur de l'alliage à cause d'une quantité insuffisante de liant, nécessaire pour reboucher les pores. Lorsque la température de frittage a atteint 1400 ° C comme le montre la figure VI.5 (c-c'), le liant a été en fusion, et presque pas de pores connectés existaient. A 1520 ° C, la matrice de fer a été complètement en fusion, donc tous les pores ont été remplis par le métal liquide pour en faire un alliage dense.

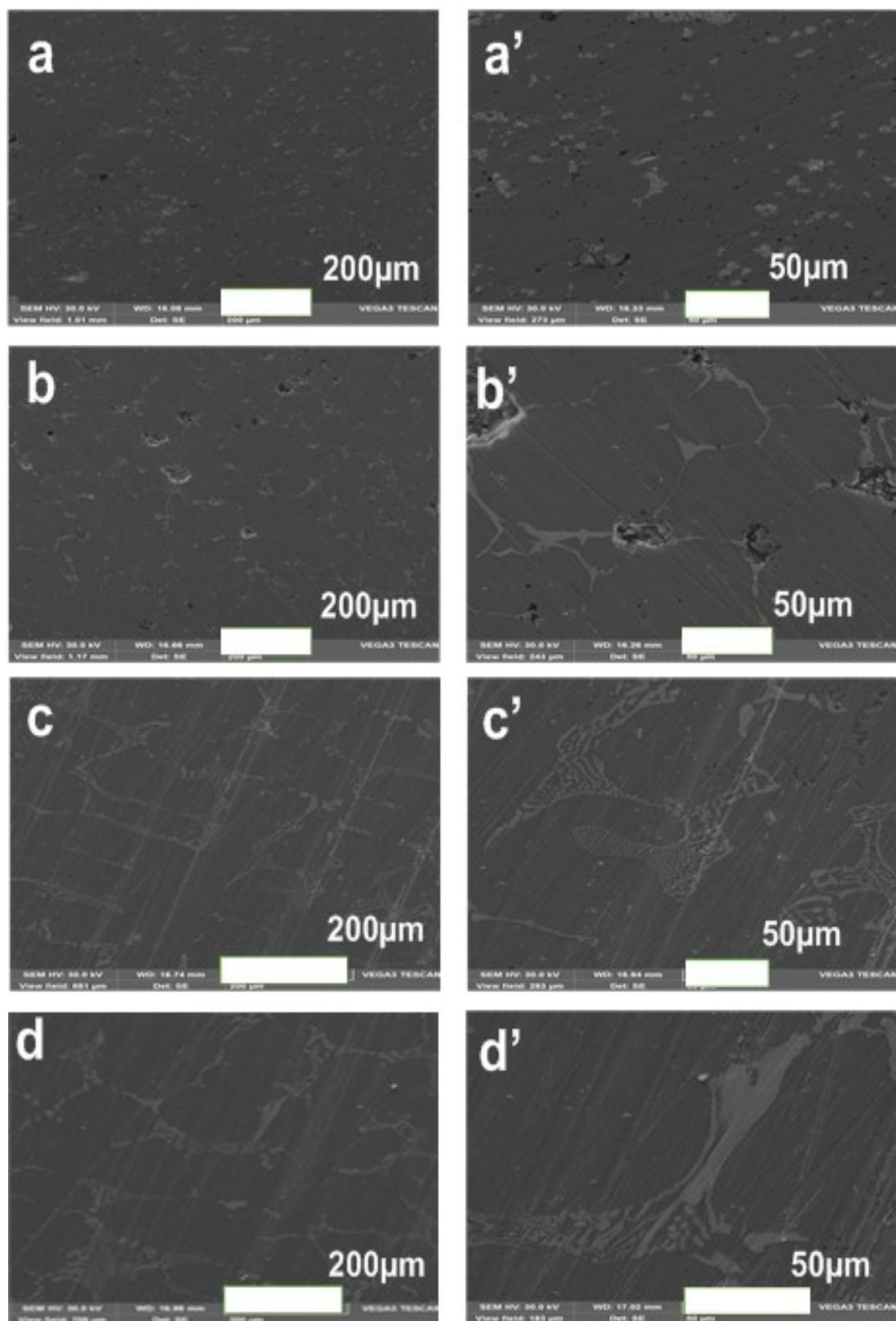


Figure III.5. Micrographies MEB des échantillons a déferrant température de frittage (a et a') à 1100°C, (b et b') à 1300°C, (c et c') à 1400°C (d et d') à 1520°C.

III.1.2.5. Analyse EDS

Pour vérifier les résultats obtenus par MEB, des microanalyses EDS permis d'identifier et de quantifier la composition chimique en des zones de l'échantillon, **Figure VI.6** illustre les zones ciblées de la microstructure et montre les spectres des rayons X caractéristiques

Etant donné que les comprimés de FNW sont principalement densifiés par frittage en phase liquide, la température de frittage de 1520 ° C a été choisie pour avoir au moins une phase des systèmes à l'état liquide et se situe au-dessus de la température eutectique.

La connaissance du diagramme d'équilibre de phase de (Fe – Ni) – WC est généralement utilisée pour prédire ensuite les phases après l'étape de frittage. Les systèmes Fe – Ni – WC montrent des compositions eutectiques plus riches en composant carbure [3]. En outre, dans le spécimen étudié des travaux en cours, la phase principale est la matrice de solution solide. La dernière transformation au cours de la solidification est eutectique.

Des analyses effectuées sur des aires rectangulaires montrent la présence du Fe dans la matrice et du tungstène dans les particules. La microstructure doit donc comporter au moins trois phases, à savoir la matrice (solution solide de fer), les carbures primaires et la phase eutectique.

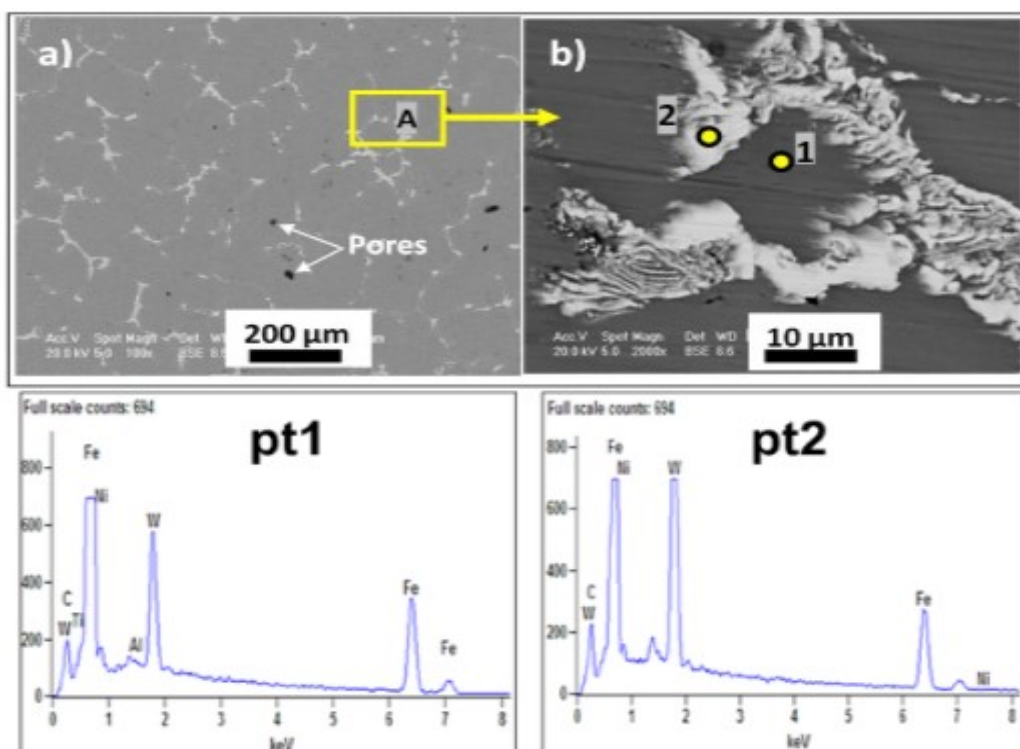


Figure III.6. Images MEB en combinaison avec la spectroscopie à dispersion d'énergie aux rayons X (EDS) de spécimens de Fe-Ni-WC à 1520°C.

Les micrographies MEB des spécimens étudiés sont présentées aux **figures III.6 (a) à (b)**. En conséquence, la microstructure consiste en une solution solide, c'est-à-dire de l'austénite de fer γ -Fe (figure VI.6 (b); étiquette «1») composée de 79,5% de Fe, de 3,7% de Ni, de 13,4% de W et de la balance en% de C (en% en poids).), Entourés d'un réseau plus ou moins connecté de grands carbures primaires (figure III.6 (b); étiquette «2») de composition nominale de 68,6% Fe, 2,4% Ni, 24,7% W et% C restants (en % en poids) et eutectique [austénite (γ -Fe) + (W, Fe, Ni) C]. Cette microstructure était connue sous le nom de forme eutectique «os-poisson» ou «morphologie de l'écriture chinoise» [4].

Tableau III.1. Analyse EDS de alliage Fe-Ni-WC à 1520°C, dans les différentes régions ; sur la surface de la matrice Fe (PT1) et dans la phase liante (PT2).

WT %						
éléments	c	AL	Ti	Fe	Ni	W
PPT1	3.27	0.11	0.04	79.51	3.66	13.40
PPT2	4.30			68.59	2.42	24.68

Atome %						
éléments	c	AL	Ti	Fe	Ni	W
PPT1	14.8	0.23	0.04	77.54	3.4	3.97
PPT2	20.32			68.59	2.23	7.62

De plus, il existe évidemment quelques pores superficiels et internes dans les échantillons testés après le frittage à 1520 ° C, comme illustré à la figure 6. La température du LPS et la teneur en (Fe + Ni) sont d'une importance cruciale pour éliminer les pores et empêcher la croissance excessive des grains [5].

➤ Répartition des éléments (Cartographie -X)

Pour mettre en évidence la répartition des éléments dans les différentes phases du composite FNW élaboré, une cartographie X a été réalisée et représentée sur la (Figure III.7). Cette figure montre d'abord la micrographie analysée, les différentes Phases apparaissent avec un contraste de couleur en fonction des éléments qu'elle contient.

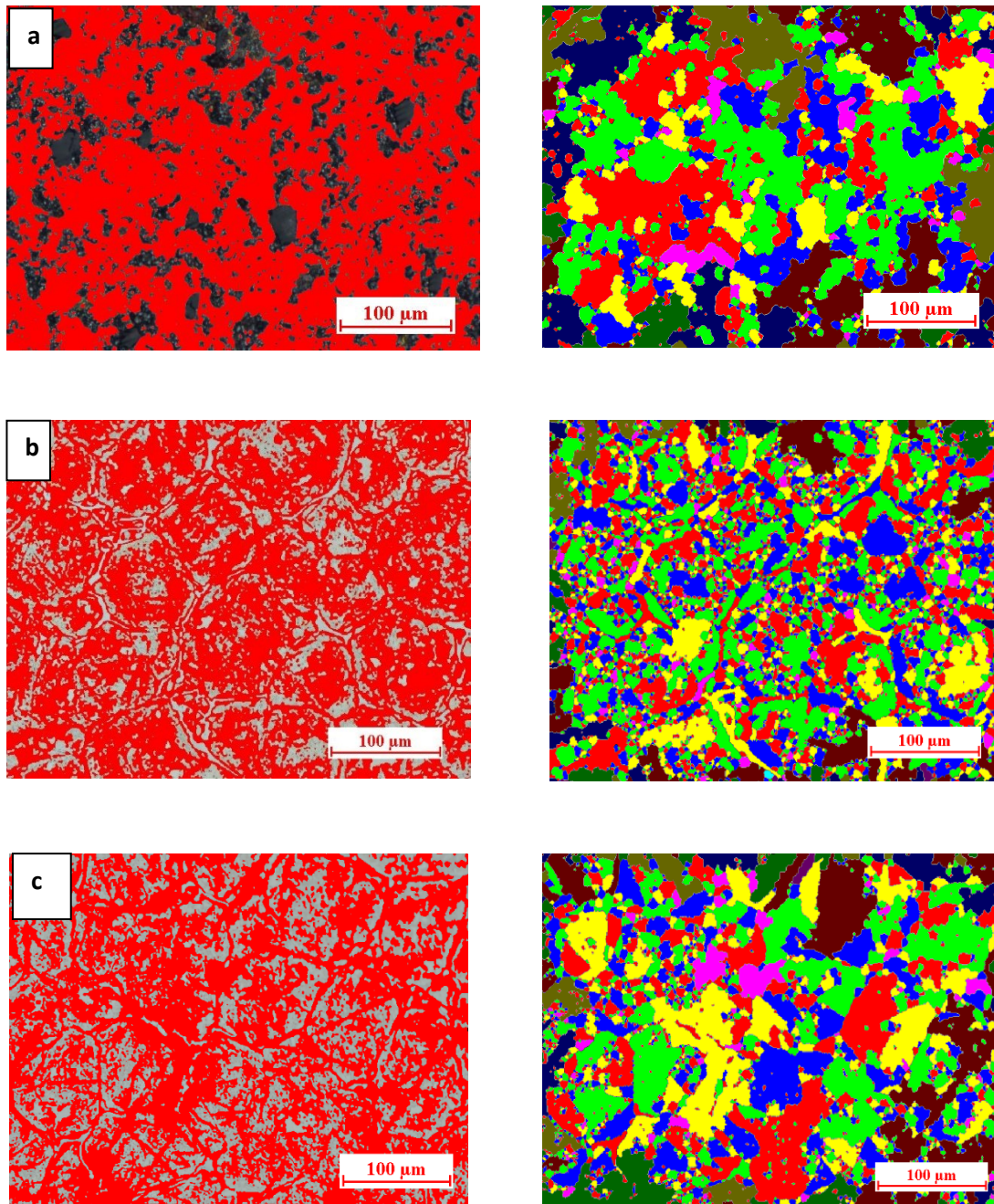


Figure III.7 : Cartographie X de FNW a déférant température de frittage (a) 1100°C , C) (b) 1400°C , (c) A 1500°C.

La Figure III.7 de la Cartographie X de FNW a déférant température de frittage montre que les particules de carbure eutectique couvre presque la moitié de surface de l'échantillon a 1400 et a 1520 ce qui confirme la répartition homogène de WC dans la matrice ou plages de la phase liante riches en Fer apparaissant (en rouge) présente une répartition quasi-homogène dans tout l'échantillon.

III.1.2.6. analyse par diffraction des rayons x

Le diagramme de diffraction des rayons X des échantillons élaborés, nous a permis d'identifier la nature de phases formées après l'élaboration de nos échantillons.

➤ Température 1100, 1200, 1300, 1400

L'indexation des pics permet d'identifier Les phases Fe_3C , $Fe\alpha$, FeY , WC ET W_2C
L'identification des différentes phases dans le composite élaboré a été réalisée par diffraction des rayons X. Les diffractogrammes de rayons X des échantillons frittées à 1100°C 1200 1300 1400 pendant 2 h (Figure III.8) montrent des structures bien cristallisées caractérisées par des pics fins dus à la diminution des défauts cristallins et l'augmentation de la taille des cristallites sous l'effet de la température de frittage.

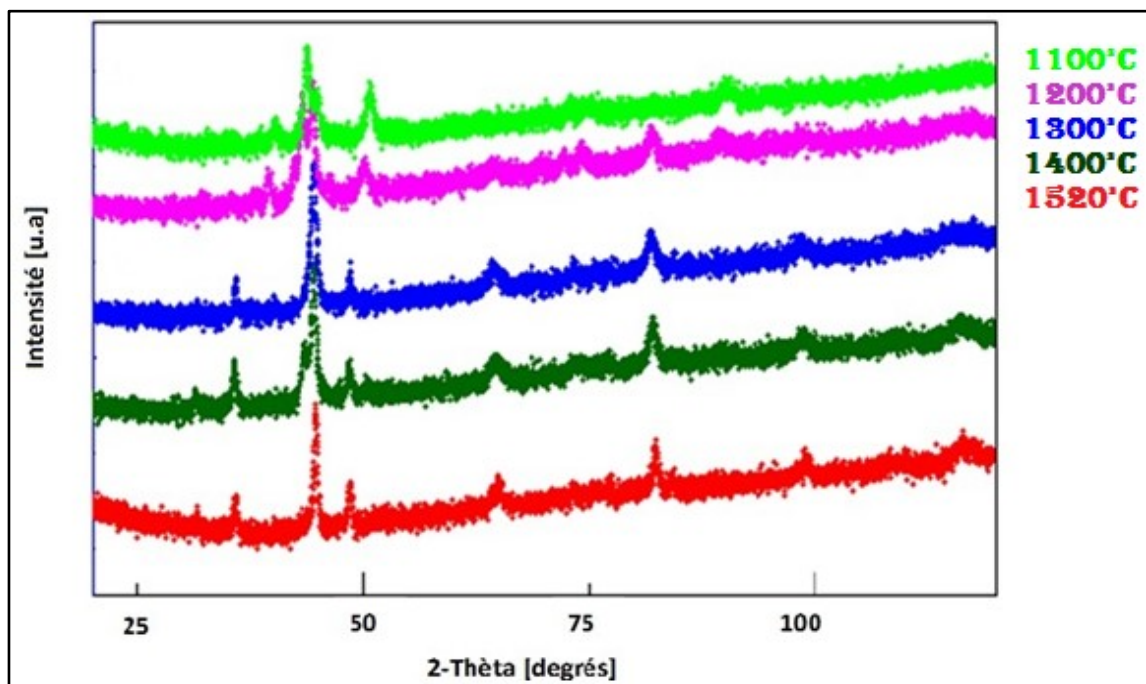


Figure III.8. Diagrammes de diffraction des DRX des échantillons à 1100°C ,1200°C, 1300°C, 1400°C et 1520°C.

Les diffractogrammes sont superposés et montrés sur la (**Figure III.8**) qui met en évidence les raies du monocarbure WC et de l'hémicarbure W₂C. Les pics de WC et de W₂C coïncident respectivement avec les raies des fiches JCPDS 25-1047 et 35-0776.

Une analyse DRX sur cet échantillon révèle la présence de deux phases. La phase majoritaire est une phase ferritique (cc). La phase minoritaire est la cémentite Fe₃C orthorhombique, Le diffractogramme présente plusieurs familles de pics. Les pics les plus intenses correspondent à la matrice de la couche base Fe (ferrite). Ensuite, nous avons identifié les pics du carbure WC. Les pics restant ont été attribués à un carbure de type M₆C. La présence de cémentite M₃C n'est pas exclue, mais elle n'a pas pu être clairement mise en évidence par DRX.

Pour donner une bonne description des propriétés structurales et microstructurales de nos poudres nanostructurées nous avons utilisé la méthode d'affinement de Rietveld. Celle-ci est basée sur l'étude détaillée des profils de pics de DRX par le programme MAUD,

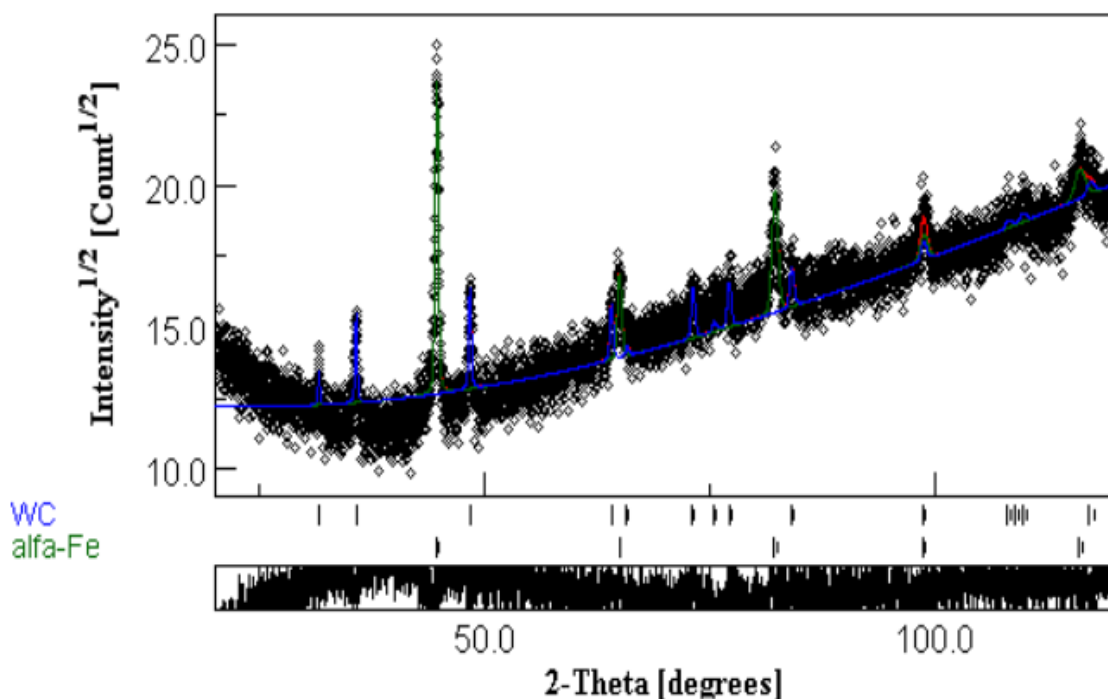


Figure III.9 : Affinement Rietveld du diffractogramme de rayons X de FNW à 1100 C.

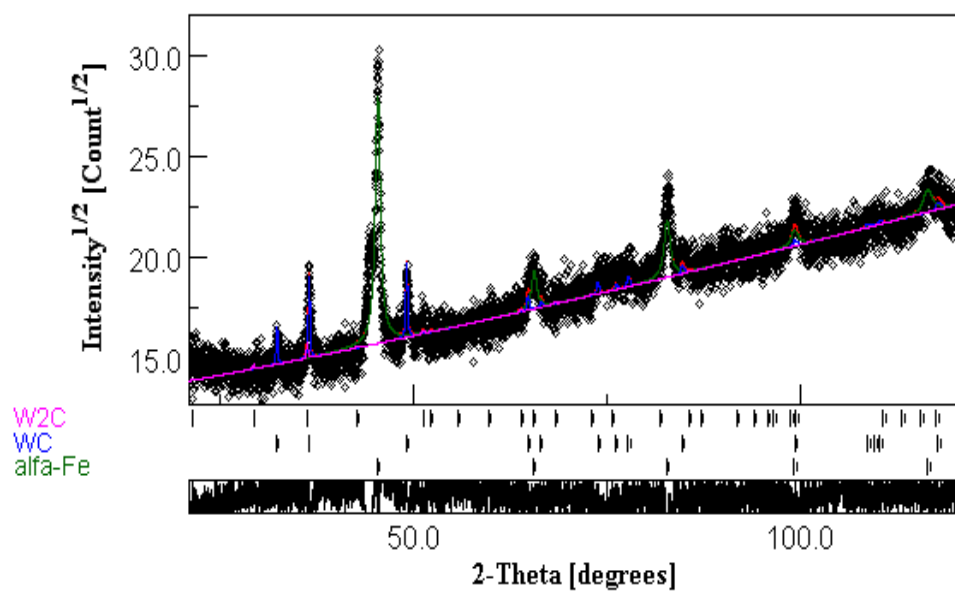


Figure III.10 : Affinement Rietveld du diffractogramme de rayons X de FNW A 1200 C.

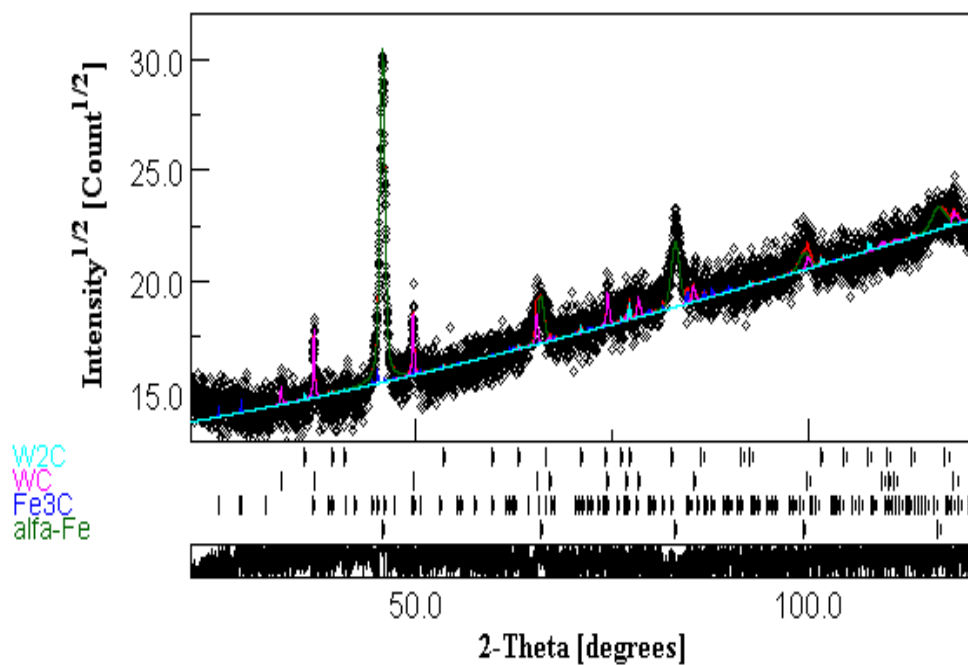


Figure III.11: Affinement Rietveld du diffractogramme de rayons X de FNW A 1300.

C.

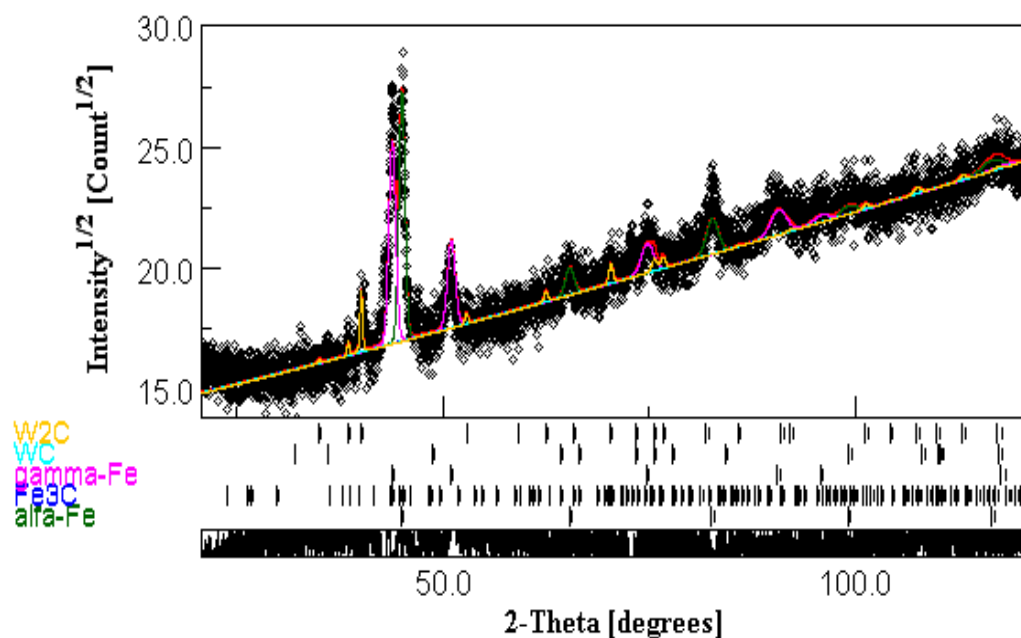


Figure III.12 : Affinement Rietveld du diffractogramme de rayons X de FNW A 1400 C.

✓ Température 1520

Le courbe de la **figure III.13** représentent les spectres DRX du l'échantillon a températures de frittage de 1520 L'identification de phase, à l'aide d'une analyse DRX, a été réalisée en comparant les pics et les intensités relatives du spécimen étudié avec ceux pris dans les fichiers standard actuels. La figure VI.1 montre les diagrammes XRD obtenus (rayonnement Cu-K α). Il se compose de fer austénite (γ -Fe), de M₆C (très probablement de carbures Fe₃W₃C), de carbures W₂C et de carbures de WC primaires correspondant aux fichiers JCPDS n °: 31-0619, 41-1351, 02-1134 et 25-1047, respectivement

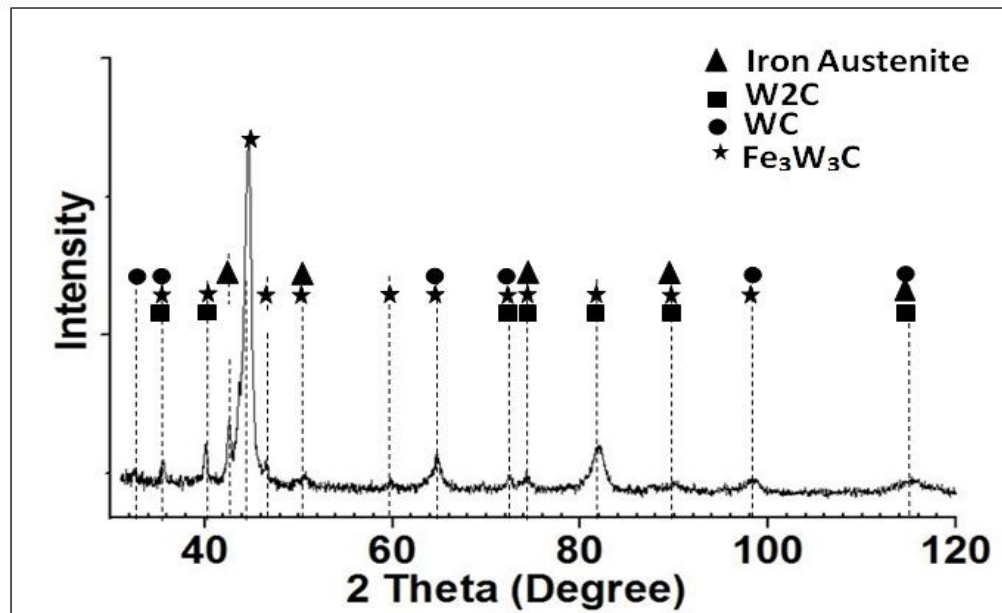


Figure III.13. Diagrammes de diffraction des DRX des échantillons à 1520°C

✓ **Affinement Rietveld**

Le mélange de Fe Ni WC élaboré par la méthode MDP a diffèrent température de frittage conduit à la formation des phases Fe, Fe₃C, WC, W₂C, Fe gamma (**Figures III.9, III.10, III.11, III.12 et III.13**). Les conditions expérimentales utilisées telles que la composition initiale, la méthode d'élaboration, la température et de frittage ont une influence sur la constitution et la formation des phases obtenues.

Tableau III.2 : proportions relatives des phases des échantillons en fonctions de température de frittage.

	Phases	1100°C	1200°C	1300°C	1400°C	1500°C
Proportion de phases (%)	Fe	83,06	93,43	87,23	31,72	8,03
	Fe ₃ C	-	-	6,08	10,15	22,81
	WC	16,94	6,27	4,91	19,63	0,05
	W ₂ C	-	0,30	1,78	3,97	1,04
	Fe gamma	-	-	-	34,53	68,07

La fraction volumique des phases Fe₃C, Fe gamma augmente avec l'augmentation de la température de frittage et La fraction volumique des phases Fe, WC diminue avec l'augmentation de la température de frittage.

Tableau III.3 : Micro-contraintes des échantillons en fonctions de température de frittage et des phases.

	Phases	1100°C	1200°C	1300°C	1400°C	1500°C
Micro-contraintes	Fe	$4,56 \times 10^{-3}$	$3,62 \times 10^{-3}$	$3,06 \times 10^{-3}$	$2,48 \times 10^{-3}$	$1,52 \times 10^{-3}$
	Fe ₃ C	-	-	$2,85 \times 10^{-3}$	$2,45 \times 10^{-3}$	$2,04 \times 10^{-3}$
	WC	$6,29 \times 10^{-3}$	$7,95 \times 10^{-4}$	$5,23 \times 10^{-4}$	$3,95 \times 10^{-4}$	$3,29 \times 10^{-3}$
	W ₂ C	-	-	$3,83 \times 10^{-4}$	$3,03 \times 10^{-4}$	$2,34 \times 10^{-3}$
	Fe gamma	-	-	-	$7,45 \times 10^{-3}$	$2,36 \times 10^{-3}$

Le traitement de frittage favorise la croissance de la taille des cristallites jusqu'à ~ 100 nm en plus de la relaxation et le relâchement des micros contraintes qui sont induites dans le réseau cristallin par l'annihilation de divers défauts structuraux.

Tableau III.4 : Taille des cristallites des phases des échantillons en fonction de température de frittage.

	Phases	1100°C	1200°C	1300°C	1400°C	1500°C
Tailles des cristallites (nm)	Fe	118,28	123,16	123,49	124,04	124,17
	Fe ₃ C	-	-	99,99	100,03	100,06
	WC	99,14	99,28	99,37	99,42	99,44
	W ₂ C	-	-	99,50	99,48	99,52
	Fe gamma	-	-	-	99,31	99,36

III.1.3. Caractérisation physique et mécanique

III.1.3.1. Dureté

Des essais de dureté ont été menés dans le but de mettre en évidence l'influence de la température de frittage.

La **Figure III.14** montre le test des propriétés mécaniques des alliages Fe – Ni – WC après divers température de frittage. La figure 7a montre que la dureté augmente rapidement avec l'augmentation de la température de frittage. Cela peut être attribué à la diminution des porosités, ce qui entraîne une densification croissante et un mécanisme de renforcement. En raison du grand nombre de pores internes existant à 1100 C, la

dureté est seulement d'environ (7,68 HRC) avant le traitement thermique a été augmenté pour atteindre 15,37 HRC après traitement thermique à 800 ° C, et de 23,46 HRC après traitement thermique à 1200 ° C. On observe le même phénomène pour la dureté la plus élevée (58,15 HRC) à 1520 ° C après frittage. En effet, elle a été augmentée pour atteindre 63,47 HRC après traitement thermique à 800 ° C, et 66,63 HRC après traitement thermique à 1200 °. La tendance de la dureté correspond à la porosité. Il est raisonnable de penser que la porosité des éprouvettes frittées joue un rôle important dans la dureté

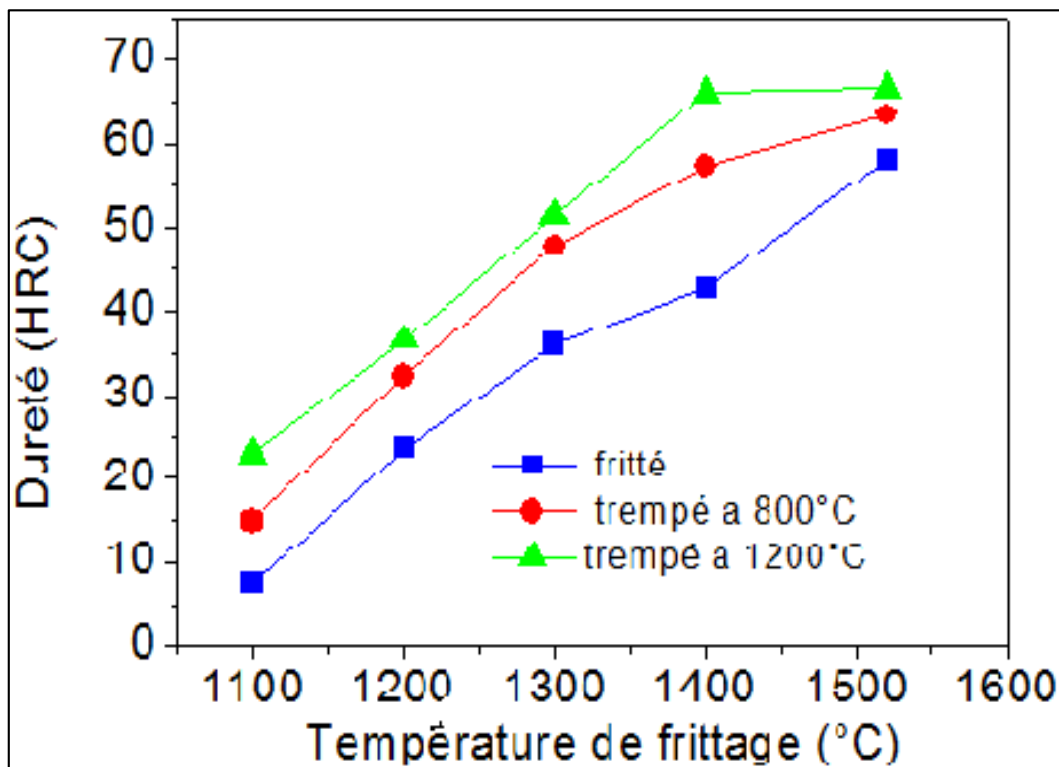


Figure III.14. Dureté des spécimens de Fe-Ni-WC en fonction de la température de frittage.

III.1.3.2. Etude de la densité

III.1.3.2. 1.densité relative

Nous utilisons la densité relative, qui représente le rapport entre la densité du matériau comprimé et la densité théorique du matériau dense. La densité d'un comprimé se calcule à partir de sa masse et de ses dimensions mesurées au pied à coulisse.

L'effet de température de frittage sur la densité est remarquable. La densité relative augmente proportionnellement avec l'augmentation de la température de frittage. Elle

est la plus faible (76%) à 1100 ° C et (81,0%) est apparue sur 1200 spécimens FNW frittés, comme le montre la Fig. 2a. La densité relative a été augmentée lentement jusqu'à 85,0% lorsque la température de frittage a été augmentée jusqu'à 1300 ° C. Toutefois, lorsque la température a atteint 1300 ° C, la densité relative a été rapidement augmentée jusqu'à 98,76%. Lorsque la température a augmenté jusqu'à 1520 ° C ce qui confirme la fonte totale du liant, qui remplissent tous les pores entre les particules. Ce résultat est également en accord avec nos résultats précédents.

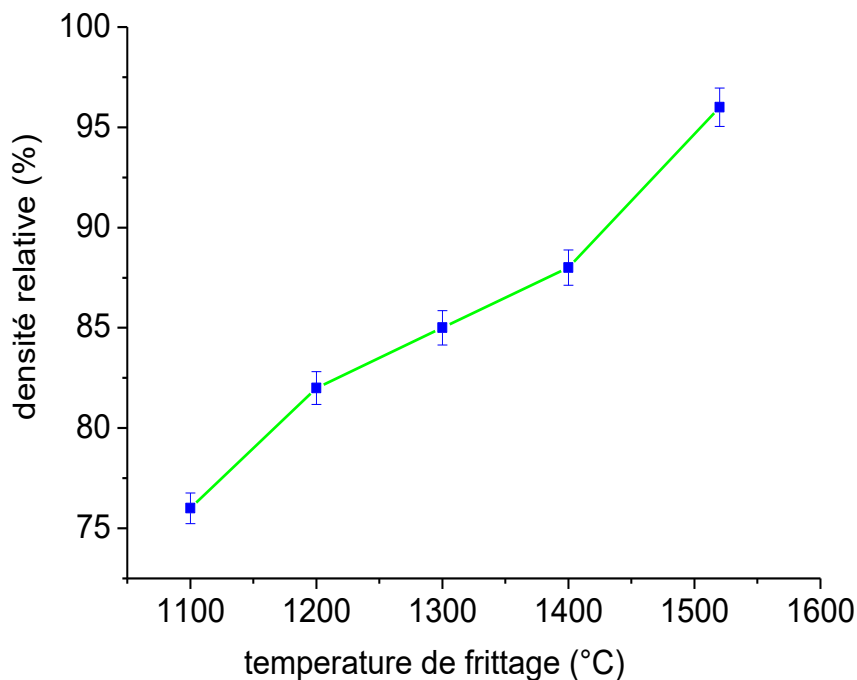


Figure III.15. Densité relative de Fe-Ni-WC spécimens en fonction de la température de frittage.

L'effet de température de frittage sur la densité est remarquable. La densité relative augmente proportionnellement avec l'augmentation de la température de frittage. Elle est la plus faible (76%) à 1100 ° C, comme le montre la **Figure III.15** Elle atteint (98%) à 1520 ° C, ce qui confirme la fonte totale du liant, qui remplissent tous les pores entre les particules.

III.1.3.2.2.densité apparente

La **Figure III.16** représente la densité mesurée des spécimens de Fe-Ni-WC à différentes températures de frittage. Cette densité a été lentement améliorée de 7,3 gr/cm³ à 1100 ° C à 7.56gr / cm³ à 1300 ° C. Toutefois, lorsque la température de

frittage a atteint 1520 ° C, elle a rapidement augmenté à 8.19gr/cm³. Ces résultats confirment les résultats obtenus par les caractérisations MO et MEB. Ainsi, la température de frittage a un grand effet sur la densité mesurée de l'alliage FNW

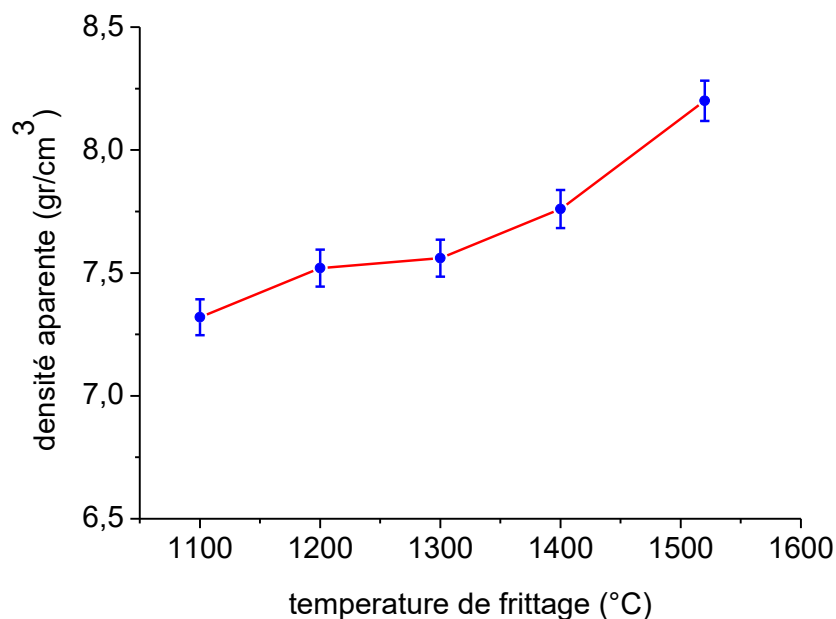


Figure III.16. Densité apparente de Fe-Ni-WC en fonction de la température de frittage.

III.1.3.2.3.la porosité

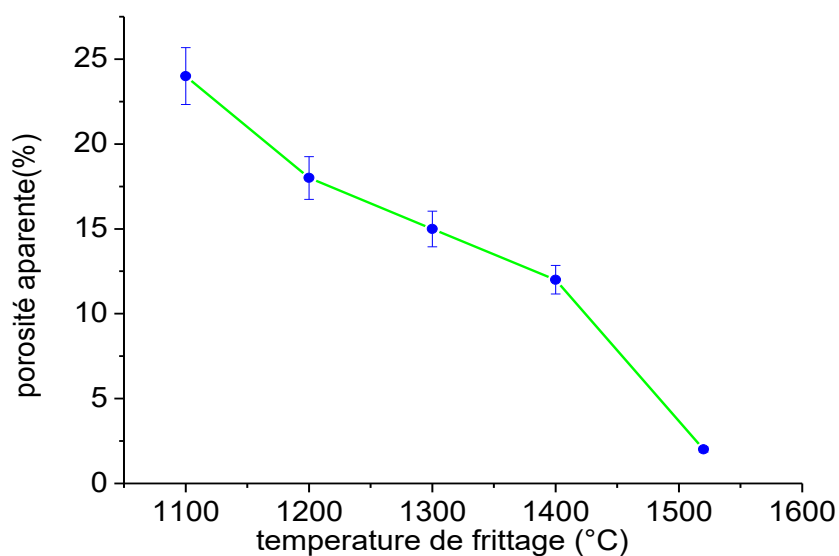


Figure III.17. Porosité apparente de spécimens Fe-Ni-WC à différentes températures de frittage.

Figure III.17 montre La porosité apparente la plus élevée (24%) est apparue en 1100 ° C pendant 2 h frittage .lorsque la température de frittage a été portée à 1200 ° C, la porosité apparente de l'alliage diminué a (18%). La porosité diminue évidemment lorsque la température de frittage augmente. Lorsque la température de frittage a atteint 1300 ° C, la porosité apparente des alliages FNW a rapidement diminué pour atteindre environ 14%. De plus, la porosité apparente des alliages frittés Fe – Ni – WC a atteint 12% après frittage à 1400 C. La porosité apparente la plus faible (2%) est apparue dans le frittage à 1520 C. les petites tailles de grain des poudres WC, Ni,Fe possèdent une force motrice nettement élevé. C'est l'un des principaux facteurs qui ont conduit à de meilleurs résultats de frittage. Un autre facteur important est le point de fusion du liant [13].

III.1.3.3. L'indentation

La **Figure III.18** représente la courbe charge décharge obtenue par indentation instrumentée. Elle consiste à appliquer une charge 1500N, dans des conditions déterminées, à la surface du matériau, à l'aide d'un indenteur ou pénétrateur de forme pyramide pointe en diamant. Après l'essai, le matériau s'étant déformé, on observe une empreinte que l'on peut mesurer La dureté et le module d'Young sont calculés selon la méthode d'Oliver et Pharr [6].

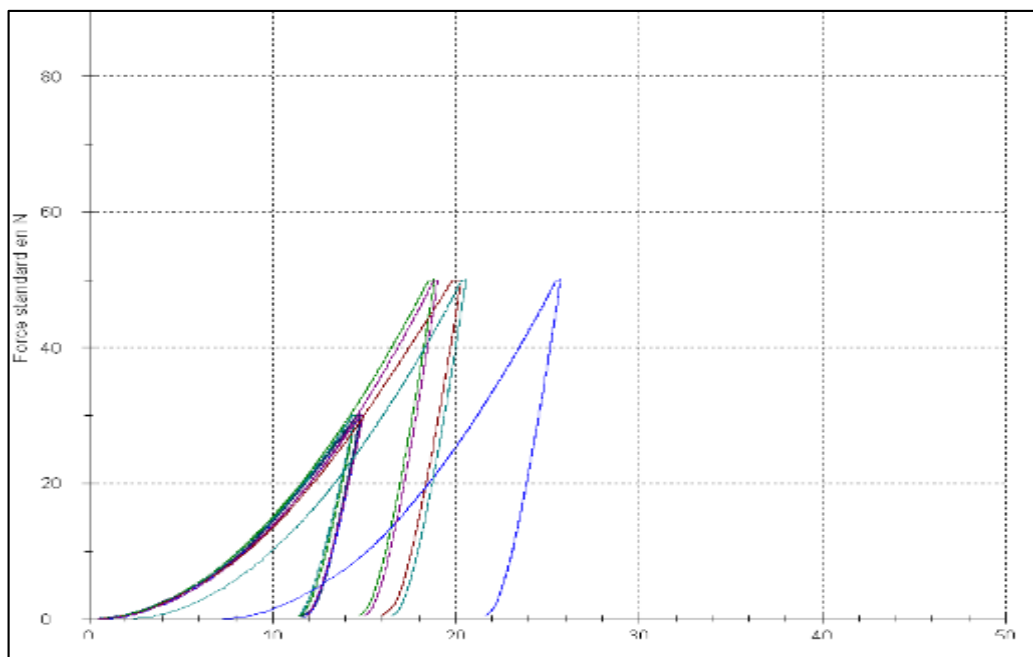


Figure III.18. Courbe charge décharge (indentation instrumentée) sur les échantillons.

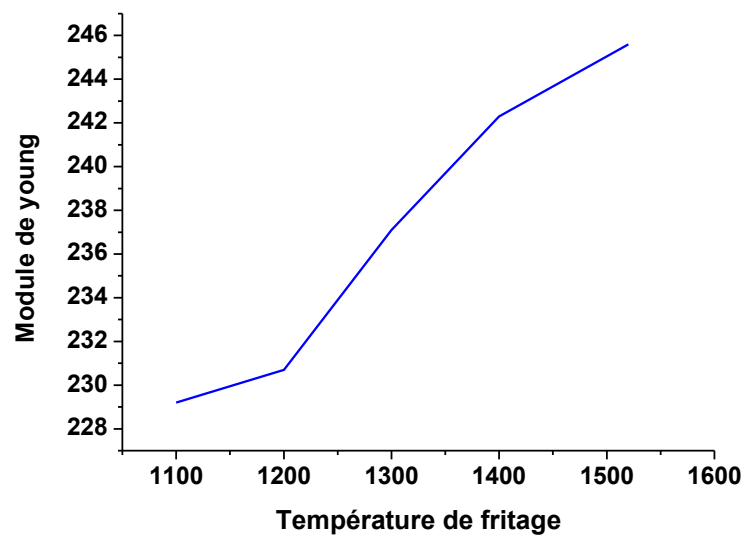


Figure III.19. Augmentation de module de young des échantillons en fonction de température de frittage.

Les résultats de module de young des échantillons en fonction de t de frittage obtenus par indentation instrumentée sont représentés sur la **Figure III.19**. Dans les deux premiers T 1100 et 1200 (porosité élevée) on observe une légère augmentation de module de young quasi linéairement avec l'augmentation de t jusqu'à atteindre la t 1520 (faible porosité) la valeur de module de young est de 245 GPa. Les résultats obtenus montrent que le module de young des composites élaborés à différentes températures de frittage augmente proportionnellement avec la diminution de porosité. La répartition granulométrique de la poudre de carbure influence sur la résistance du matériau [7].

III.2. Caractérisation tribologique

III.2.1. Évolution du coefficient de frottement μ

Le coefficient de frottement est dépendant de nombreux paramètres comme le type de matériau utilisé, la vitesse de frottement, les traitements de surface appliqués à ces matériaux, l'environnement extérieur...etc. Plus ce coefficient est faible, plus les pertes de masse par frottement sont faibles. Les essais réalisés dans ce type de contact sont des essais à mouvement alterné à sec ce qui sera nos conditions de tests dans cette étude.

III.2.1.1. FNW avec une bille de WC

Charge de 5 N

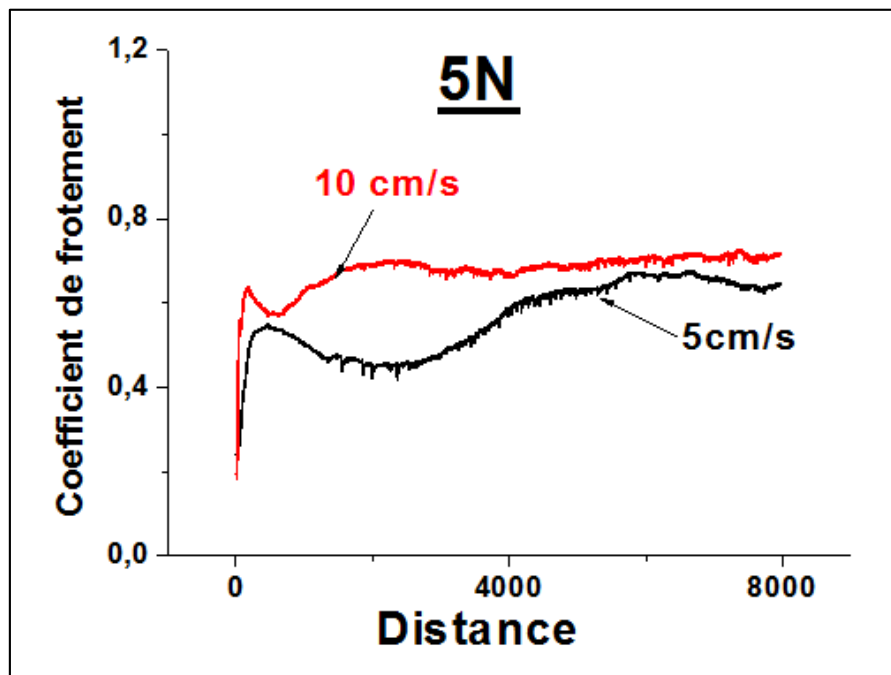


Figure III.20. Evolution de coefficient de frottement μ de l'alliage FNW en fonction de temps a ($V=10$ et 05cm /s)

L'évolution du coefficient de frottement fait apparaître trois phases : pendant la première phase, nous constatons une augmentation du coefficient de frottement jusqu'à une valeur de 0,7. Ensuite, il passe par une étape intermédiaire et tend progressivement vers un état stable (**figures III.20 (a)**). Au stade intermédiaire, le COF des éprouvettes testées a diminué à une valeur minimale de 0,4 et 0,5 pour 5 cms-1 et 10 cm s-1, respectivement. La phase intermédiaire était très courte dans le cas de 10 cm s-1, environ 1000 cycles alors qu'elle est comprise entre [1500-3500] cycles dans le cas de 5 cms-1. La chute du COF pourrait être associée à une composante de frottement lors du labour, résultant du lissage des deux surfaces dures en contact.

À l'étape suivante, le COF augmente à nouveau jusqu'à atteindre un état stable à mesure que le glissement progresse. Cette augmentation est dû à la génération et du piégeage de particules d'usure. Ce phénomène a été décrit en détail par de nombreux auteurs [8, 9].

Les valeurs de COF à l'état d'équilibre sont répertoriées dans le **tableau III.2**.

Charge de 10N

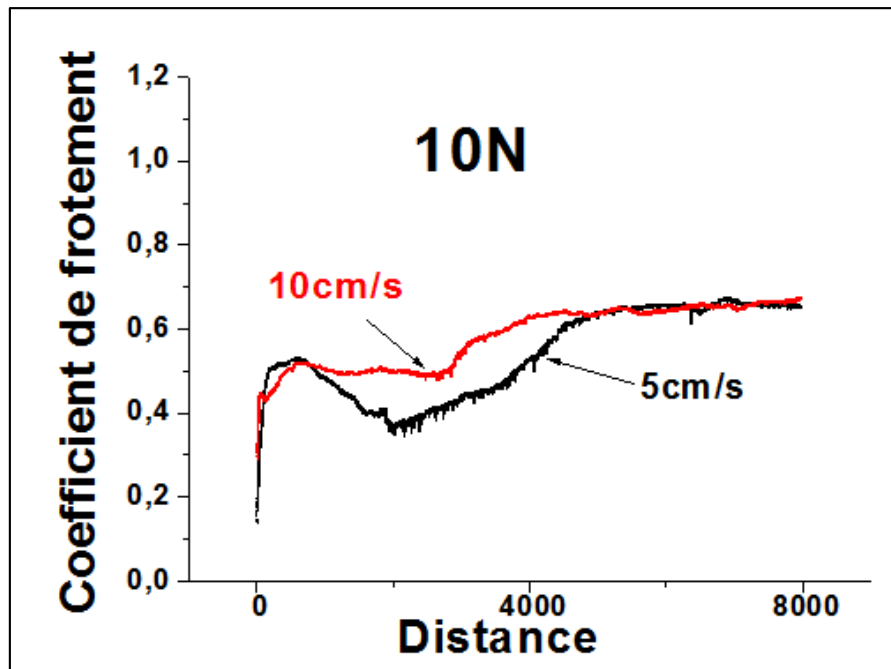


Figure III.21. Evolution de coefficient de frottement μ de l'alliage FNW en fonction de temps t ($V=10$ et 05cm/s).

L'analyse de ces courbes permet de distinguer deux périodes successives de frottement : période de rodage et de stabilisation : Au cours de la première période Le COF augmente rapidement jusqu'à une valeur maximale de 0,5 pour les deux vitesses, ensuite à partir de cycle 1000 le COF commence à diminuer à une valeur minimale de 0,45 pour 10 cm/s et de 0,35 pour 5 cm/s pour le cycle 2000). Cette période est caractérisée par l'usure et la déformation plastique des aspérités de surface. Au cours de la deuxième période, le COF augmente jusqu'à la stabilisation.

III.2.1.2. FNW avec une bille de Al_2O_3

Charge de 5 N

Lors du glissement contre des billes d'alumine (**figures III.22**) Au cours de la phase initiale à 5 N Le COF des éprouvettes testées a atteint une valeur élevée (environ $1,0 \pm 0,15$). Ici, les aspérités ont été fracturées et le coefficient de frottement augmente à mesure que le nombre de particules d'usure augmente rapidement. Ensuite, dans la période intermédiaire, une chute du frottement à une valeur relativement inférieure (1,0 pour 5 cm/s a été observée pour un glissement de 1000 cycles. Cette période n'était pas aussi évidente à 10 cm s⁻¹ et pourrait être due à la quantité de débris éjectés [9]. Le COF augmente lentement pour atteindre un stade stable. Il a fallu environ 2000 cycles pour

que le COF atteigne sa valeur en régime établi de 0,97 et 1,09 à 10 et 5 cm-1 de vitesse de glissement, respectivement.

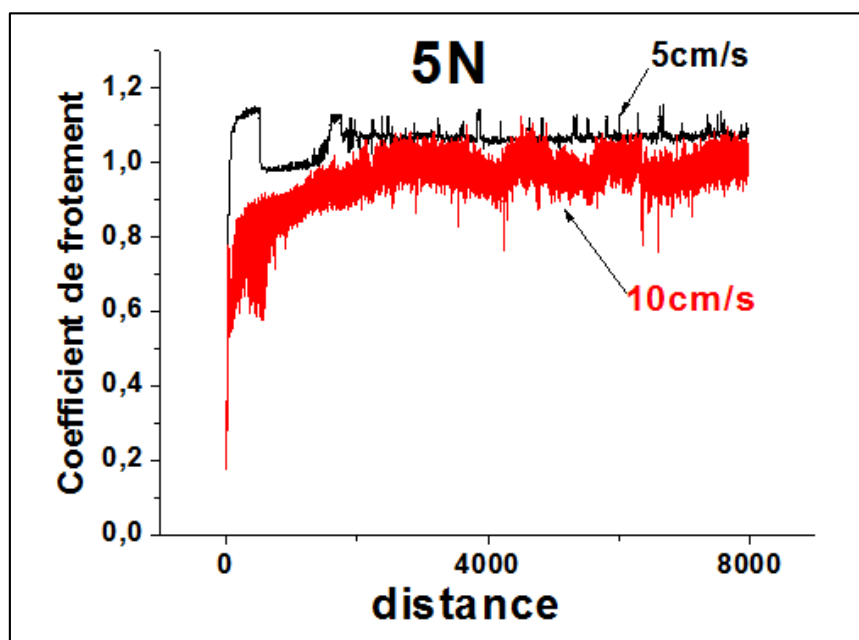


Figure III.22 Evolution de coefficient de frottement μ de l'alliage FNW en fonction de temps Δ ($V=10$ et 05 cm /s).

Charge de 10 N

À 10 N (**figure III.23**), les couples tribologiques présentait un frottement de rodage élevé. Le COF augmente immédiatement au début de l'essai jusqu'à une valeur maximale de $0,93 \pm 0,01$. Ensuite, il diminue jusqu'à la période d'état stable. La chute du frottement est peut-être une conséquence de l'éjection de particules formée lors de la phase de rodage [8]. À la phase de stabilisation, les valeurs de COF sont énumérées dans le tableau (III.2).

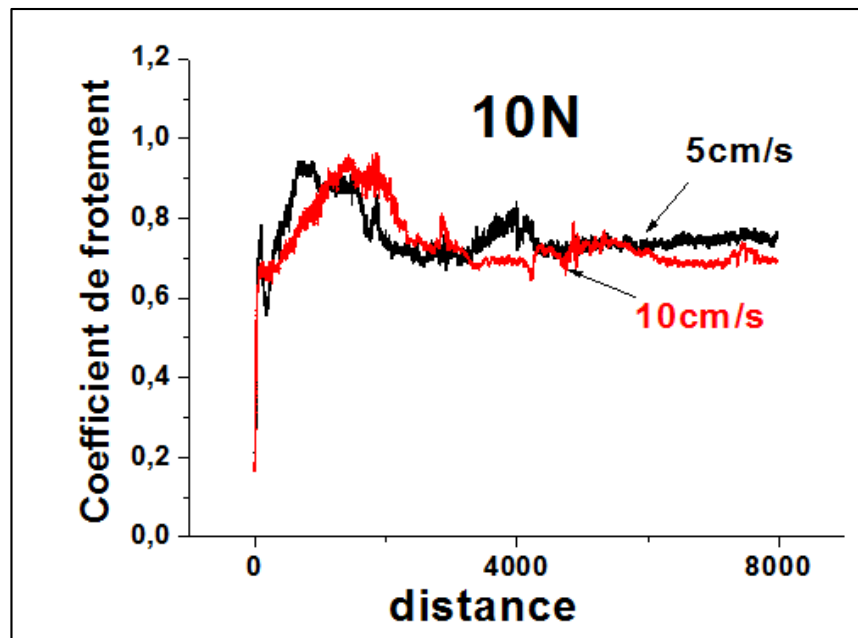


Figure III.23. Evolution de coefficient de frottement μ de l'alliage FNW en fonction de temps a ($V=10$ et 05cm/s)

Enfin, la valeur moyenne du COF, à l'état d'équilibre, dépend de la charge appliquée quelle que soit la vitesse de glissement. Les COF les plus élevés se trouvent dans les contacts avec la bille de Al_2O_3 FNW / Alumina.

Tableau III.5. Valeurs du coefficient de frottement (COF) à périodes constantes et rugosité moyenne de la surface des pistes d'usure.

Parameters	Bille d'alumine			Bille de WC		
	Ra (μm)	Rq (μm)	K [$\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{mm}$]	Ra (μm)	Rq (μm)	K [$\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{mm}$]
5N/5 cm/s	2.36	3.05	1,79	6.05	3.86	0,181
5N/10 cm/s	1.17	1.48	1,75	6.17	3.07	0,252
10N/5 cm/s	1.01	1.40	2,41	4.26	2.49	0,202
10N/10 cm/s	1.48	1.96	2,71	5.01	2.59	0,522

Les paramètres de rugosité (R_a , R_q) des surfaces usées des échantillons FNW sont également répertoriés dans le tableau III.2. Il est bien établi que la rugosité initiale de la surface a une influence considérable sur les propriétés d'usure en fin d'exécution [10].

Dans ce travail, l'influence des paramètres de rugosité de surface, sur les FCO et les taux d'usure (études statistiques) n'a pas pris en considération. Le tableau III.2 montre seulement que la bille de WC produit des paramètres de rugosité de surface supérieurs à ceux de la bille d'alumine. Il est donc difficile de tirer des conclusions générales des résultats obtenus.

III.2.2. Mécanisme d'usure

Plusieurs techniques ont été utilisées pour comprendre l'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles : la microscopie optique, la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) ainsi que l'analyse EDX. L'observation des traces d'usure au microscope optique après différentes durées de frottement permet de comprendre l'évolution de la création des débris et des oxydes en fonction du temps. La surface du plan a été observée. La coloration de la trace d'usure donne des indications sur la présence d'oxydes. Le MEB est utilisé afin de réaliser des analyses chimiques dans la trace d'usure et en dehors de la trace. Ces analyses confirment ou non la présence d'oxydes.

III.2.2.1. FNW avec la bille de WC

Charge 5 N

Micrographies MEB de la trace d'usure d'échantillons FWN contre des billes de WC

-(a) 5 N / 5 cm s⁻¹ ; (b) plan rapproché de la zone A ;

-(c) 5 N / 10 cm s⁻¹ ; (d) gros plan de la zone B ;

Les directions de glissement sont indiquées par des flèches blanches, l'étiquette 1 : zone oxydée et l'étiquette 2 : zone sans oxygène.

La figure (III.24) montre la morphologie SEM des surfaces usées des éprouvettes après une distance de glissement de 200 m dans les conditions mentionnées ci-dessus ([5 N ; 10 N] et [5 cm s⁻¹ ; 10 cms⁻¹]). Ces états de surface correspondent au stade d'usure à l'état d'équilibre. Il se produit quand une quantité suffisante de produit d'usure a été enlevée, impliquant le retrait grains de carbure de la surface. Les figures III.24 (a) à (c) montrent les traces d'usure des éprouvettes à 5 N (5 cm s⁻¹ et 10 cm s⁻¹). Il n'y a pas de

différences marquées entre la basse et la grande vitesse. Des débris d'usure et des rainures profondes parallèles à la direction de glissement peuvent être observés. Ces caractéristiques sont des caractéristiques de l'abrasion, dans lesquelles des aspérités dures (usure sur deux corps) de la face de comptoir ou des particules dures (usure à trois corps) traversent les spécimens FNW. L'abrasion joue un rôle important dans le processus d'usure, comme le décrivent les rainures le long de la piste d'usure. En outre, l'analyse EDS des surfaces usées révèle la présence d'éléments de spécimen, d'éléments de boule et d'oxygène, tels que Fe, W, Ni, C and O, indiqués par l'étiquette «1».

Aux figures III.24 (b) et (d). Par conséquent, il a été constaté que la trio-oxydation prenait place dans le contact glissant initial, suivie d'une usure abrasive sévère, c'est-à-dire que les particules d'usure générées étaient piégées ultérieurement dans le contact glissant, provoquant une usure oxydative et une usure abrasive à trois corps des surfaces. Certaines zones résiduelles (indiquées par l'étiquette «2») ne contiennent pas d'oxydes (pas d'oxygène).

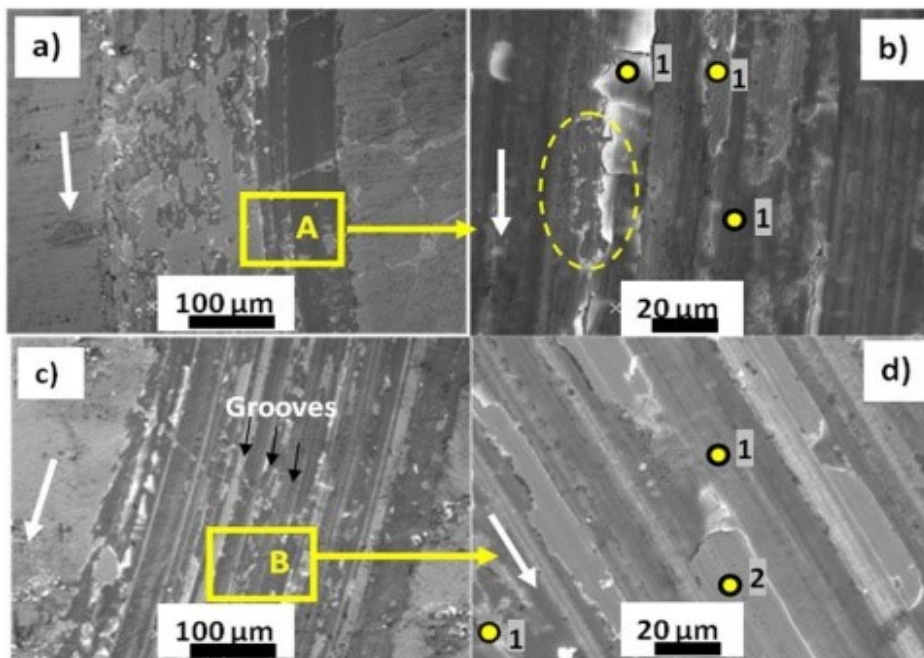


Figure III.24. Micrographies MEB de la trace d'usure d'échantillons FNW contre des billes de WC (a) 5 N / 5 cm s⁻¹ ; (c) 5 N / 10 cm s⁻¹.

Aucune analyse de l'EDS n'a détecté de cobalt (Co). La présence du tungstène (W) ne prouve donc pas qu'il y ait eu transfert de la balle de WC au disque. À l'intérieur

de la piste d'usure, des frottements provoquent des élévations locales de la température entre les surfaces en contact ; de ce fait, une couche mélangée mécaniquement ou une formation de trio-couche apparaît collée à la surface usée. La trio-couche était constituée de débris d'usure de partenaires antagonistes et d'oxygène (oxydation). Après de plus en plus de cycles de glissement, la trio-couche devient fragile. Ensuite, la trio-couche se transforme pour porter les débris comme décrit par Fini [11].

La figure III.24 (b) montre également une micrographie au microscope électronique de piste d'usure révélant la rupture de la trio-couche en «micro puces» de débris d'usure agglomérés (zone elliptique en jaune). **Les figures III.24 (c) à (d)** montrent la cicatrice d'usure de l'échantillon testé à [5N ; 10 cm s⁻¹]. L'augmentation de la vitesse de glissement n'affecte pas les mécanismes d'usure. Dans certaines zones de la cicatrice d'usure, les 'flocons' de débris d'usure ont été complètement éliminés des zones inter-rainures, comme le montre clairement la **figure III.24 (d)**.

Charge 10 N

Les mêmes caractéristiques se retrouvent sur les surfaces usées à 5 cm⁻¹ (ou 10 cm s⁻¹) de vitesse de glissement inférieure à 10 N, comme on peut le voir sur les **figures III.25 (a) à (b)**, à savoir des rainures profondes et parallèles en présence d'oxygène (spectre EDS 1) à l'intérieur de la piste d'usure dans les zones indiquées par «1». Les zones exemptes d'oxydes (spectre EDS 2) sont signalées par l'étiquette «2».

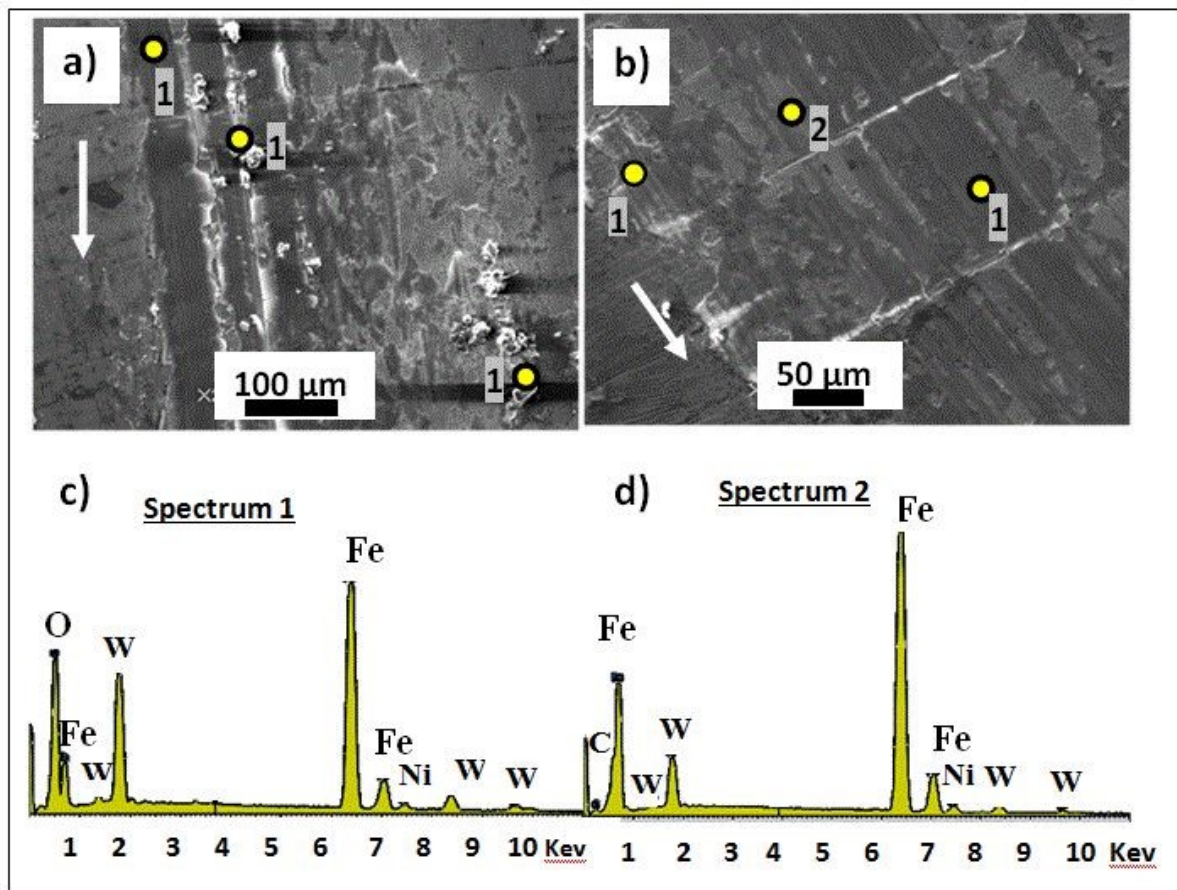


Figure III.25. Micrographies MEB avec Spectre EDS de la trace d'usure des échantillons FWN par rapport au WC dans les conditions.

(a) 10 N ; 5 cm s⁻¹ et (b) 10 N ; 10 cm * s⁻¹.

La formation de rainures est la suivante: la charge appliquée entre la balle et le disque peut être divisée en deux composants: une contrainte normale et une contrainte de cisaillement, comme indiqué dans la littérature [12] : la contrainte normale permet aux particules abrasives (oxydes durs, carbures) pénétrer dans les surfaces du composé FWN tandis que la contrainte de cisaillement permet aux particules abrasives de labourer les surfaces des échantillons parallèlement à la direction de glissement. En conséquence, les particules abrasives retirent ou poussent éventuellement les matériaux dans des "arêtes" situées le long des rainures (**figures III.25** (a) à (b)). Par conséquent, lors de l'usure par glissement à sec de la paire FWN / WC, l'usure par oxydation a été observée comme l'une des caractéristiques communes des charges inférieures et supérieures. En fait, ces deux systèmes (5 N et 10 N) subissent le même mécanisme d'usure mais à 10 N, les surfaces testées sont plus endommagées.

Enfin, deux processus ont eu lieu : l'usure par oxydation et l'usure par abrasion. Le paramètre de vitesse de glissement n'a apparemment aucune influence réelle sur le mécanisme d'usure des paires FNW / bille de WC.

III.2.2.2. FNW avec la bille d'alumine

Charge 5 N

La **figure III.26 (a) - (b)** montre la morphologie SEM de la surface usée du spécimen FNW à [5 N and 5 cms-1]. Des rainures et des débris d'usure sont observés. L'analyse EDS a été réalisée dans de nombreuses zones de la surface usée, au moins six par échantillon. La présence de Fe, W, Ni, C and O pics dans les spectres EDS (étiquette «1», in **figure III.26 (b)** indique l'existence de carbures et d'oxydes dans la zone analysée. Ces éléments sont également détectés sur les particules d'usure agglomérées. Ainsi, les principaux mécanismes d'usure semblent être l'usure oxydante et abrasive. La **figure III.26 (c)** montre une morphologie de vue globale de la surface usée à [5N ; 10 cm s-1]. Il révèle des rainures et de nombreuses particules blanches sur des surfaces usées (débris d'usure). Ces débris d'usure sont des oxydes et des carbures.

Lors de l'abrasion, le matériau est éliminé de la surface par labour. Le matériau a été déplacé vers les bords et il en résulte la formation de "crêtes" comme indiqué à la **figure III.26 (c)**. À 10 cm-1 de vitesse de glissement, la formation de zones oxydées sur la surface usée était facilitée par l'augmentation de la chaleur de friction. Aucune zone

n'était libre d'oxygène telle que présentée par les étiquettes «1» des **figures III.26 (c) à (d)**. Une micrographie SEM à plus fort grossissement montre des défauts causés par des particules individuelles, probablement du carbure primaire, éliminées de la matrice. Par la suite, les vides ont été remplis de produits d'usure. Un exemple a été présenté (entouré) à la **figure III.26 (d)**. De plus, de très petites fissures ont pu être détectées sur la surface usée.

Ces fissures sont provoquées par la fatigue du matériau et se propagent principalement le long des phases eutectiques, comme indiqué par des études antérieures [9, 13, 14]. Ces auteurs ont expliqué que la charge cyclique pouvait provoquer des fissures de fatigue sur les limites interphases ou inter grains après une série de cycles. Les pores dans le sous-sol peuvent agir comme un stress local concentrateurs puis origine des fissures [15]. L'analyse EDS a également confirmé que la concentration en oxygène était riche sur la surface usée et qu'il n'y avait pas de zone exempte d'oxydes dans les pistes d'usure.

Ainsi, l'augmentation de la vitesse entraîne une oxydation totale de la piste d'usure. Le mécanisme d'usure semble être essentiellement oxydant et abrasif.

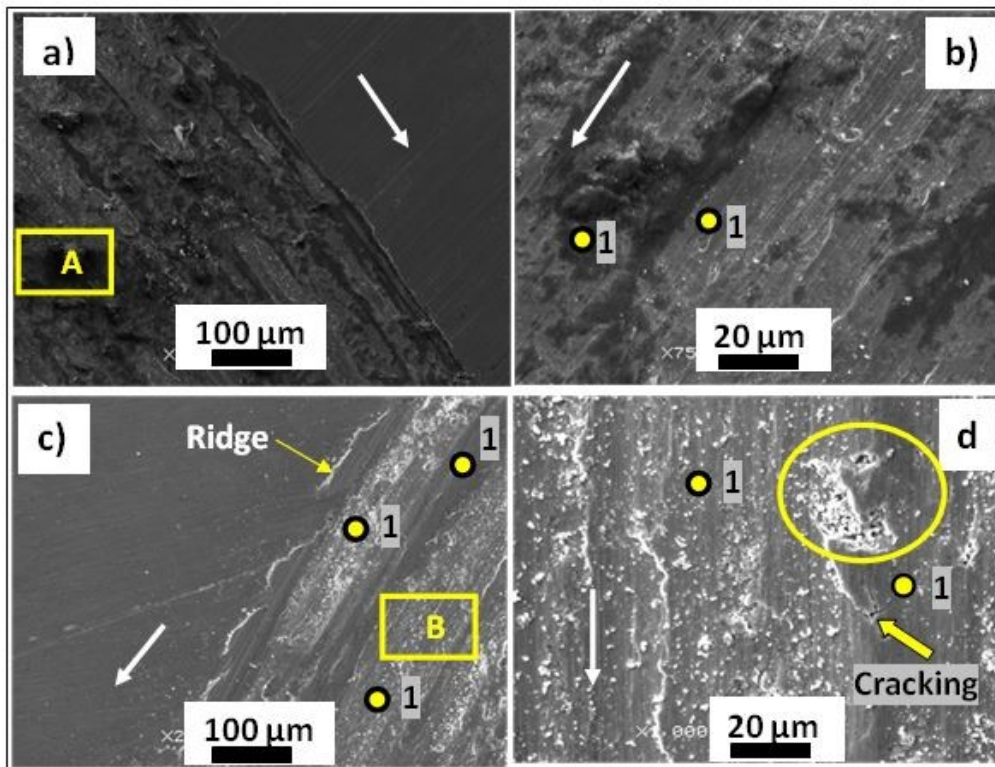


Figure III.26. Échantillons FWN contre des billes d'alumine à 5 N (a) - (b) 5 cm s⁻¹ de vitesse de glissement, (c) - (d) 10 cm s⁻¹ de vitesse de glissement.

Charge 10 N

Les figures III.27 (a) à (b) illustrent la surface usée de l'éprouvette testée à [10 N and 5 cm.s⁻¹]. Les micrographies au MEB ont révélé la formation de rainures et d'arêtes parallèles à la direction de glissement. En outre, certaines caractéristiques eutectiques sont toujours visibles, (b).

Les particules d'usure libérées de la surface sont broyées et broyées en fragments fins. Élimination des fragments de la phase dure de la matrice, laissant des vides et des trous. Un détail de la formation de débris et de fosses à partir de zones eutectiques est présenté dans l'image d'insertion de la figure III.27 (b).

à Figure III.27 montre l'alliage FNW contre la bille d'alumine à 10 N et 5 cm.s⁻¹. (a) Aperçu de la piste d'usure. (b) Détails d'eutectiques ressemblant à des arêtes de poisson

formées à l'intérieur de la piste d'usure. (c) FNW par rapport à la bille d'alumine dans des conditions de 10 N et 10 cm s⁻¹. d) Gros plan de la zone «B».

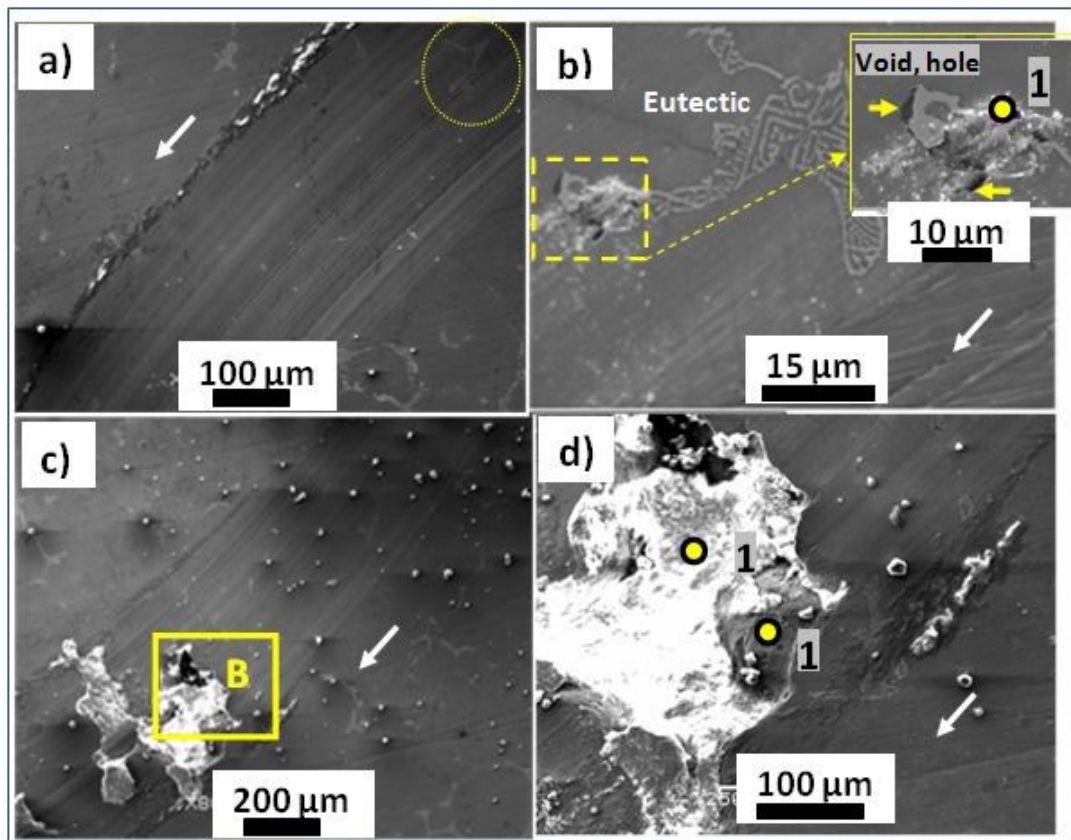


Figure III.27. Spécimen FNW contre la bille d'alumine à 10 N et 5 cm.s⁻¹.

On peut le voir : les régions grises sont des carbures ; les zones les plus claires sont constituées d'une matrice de fer et les points sombres sont des vides. Avec l'augmentation de la vitesse de glissement (essais effectués à [10 N; 10 cm s⁻¹]), outre les traces rayées, la piste d'usure du disque composite a révélé la présence d'une quantité appréciable de débris de type paillettes plus grosses, localisés dans des régions spécifiques **figures III.27 (c) - (d)** suggérant un délaminage de la tribo-couche. Ainsi, un mécanisme d'usure similaire peut être supposé, à savoir :

-La température de surface locale et le taux d'oxydation de la couche de surface ont augmenté (formation d'une tribo-couche). Certaines régions spécifiques sont plus comprimées, déformées et oxydées que d'autres en raison de la microstructure hétérogène et de la composition en phases du matériau composite FNW. En raison de la température élevée localisée et de la pression élevée pendant le glissement, la couche tribo devient par la suite inhomogène.

- La concentration de contraintes à l'interface couche – cœur dans des régions spécifiques augmente et nous observons l'apparition de fissures.

- On prévoit que, dans des conditions de chargement plus intensives et cycliques, les fissures se sont coalescées et se sont propagées à la surface. En conséquence, une défaillance de la tribo-couche se produira, conduisant au délaminage de ces régions spécifiques.

Par conséquent, contre les billes d'alumine, l'augmentation de la charge appliquée au cours du glissement a entraîné une augmentation des fissures sous la surface, de la largeur et de la profondeur des pistes usées. Comme les contraintes de cisaillement appliquées aux couches sous-jacentes du matériau pendant le glissement dépendent directement de la force normale et du coefficient de frottement, l'augmentation de la charge normale entraîne une augmentation des contraintes de cisaillement et conduit à la diminution de la facilité de propagation des fissures. L'augmentation de la vitesse de glissement entraîne une augmentation rapide de la température dans la zone de contact et l'effet synergique (10 N et 10 cm s⁻¹) correspond à un délaminage de la couche tribo sous la forme de très gros flocons ou de débris en forme de plaque.

Le tableau III.3 récapitule les résultats de l'analyse SEM / EDS dans leur ensemble, prélevés dans différentes zones situées à l'intérieur des pistes d'usure. Le **tableau III.3** montre que, quelles que soient les conditions de test, c'est-à-dire la charge appliquée et la vitesse de glissement, EDS a confirmé que, dans la tribo-paire FNW / WC, la présence d'oxygène sur la surface usée indique une usure par oxydation. Les rainures sur les micrographies au SEM sont des signes d'usure abrasive et l'absence de signal de Co implique qu'il n'y a pas de transfert de matière de la bille de WC. Les particules isolées (débris d'usure) sont principalement constituées d'oxydes et de carbures. La tribo-paire FNW / Al₂O₃ montre des signes d'usure par oxydation et abrasive comme dans le cas d'une bille d'alumine. En outre, l'usure de la stratification se produit à [10 N ; 10 cm s⁻¹] conditions.

Tableau III.6. Résultats qualitatifs globaux de l'analyse SEM / EDS réalisée sur les surfaces usées après des tribo-tests.

Paires tribologiques	Piste d'usure			
	Zone 1 Oxydées (02) types de EDS	Zone 2 Zone sans oxydes	debris d'usure (bord, particules isolées) (03) types de spectres EDS	Images MEB
charge = 5 et 10 N V= 5 et 10 cm/s				
FNW/ WC	- Fe, W, Ni, C, O - Fe, W, Ni, O -No Co	- Fe, W, Ni, C -No Co	- Fe, W, Ni, C, O - Fe, W, Ni, O - Fe, W, Ni, C	- labore, sillon
FNW/ Alumine	- Fe, W, Ni, C, O - Fe, W, Ni, O	No zone	- Fe, W, Ni, C, O - Fe, W, Ni, O - Fe, W, C	- Grooves - Débris s/forme d'écailles larges

III.2.3. Taux d'usure

L'usure d'un matériau découle tout naturellement des frottements engendrés à la surface induite par le frottement en rapport à la force appliquée et à la distance parcourue lors du test. Plusieurs méthodes et techniques nous permettent de quantifier l'usure et le frottement d'un couple donné.

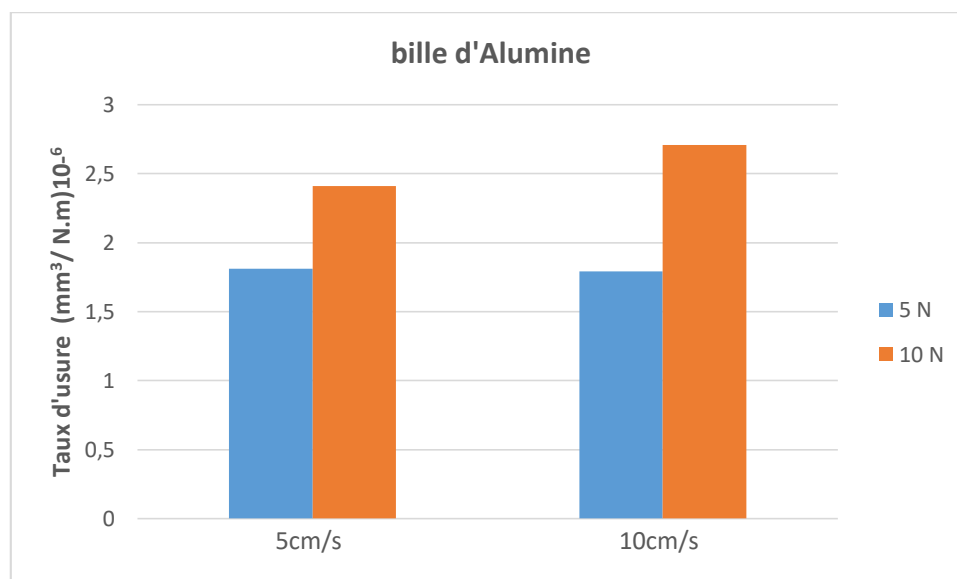
Les taux d'usure (K) sont calculés via la perte de volume des pistes d'usure à différents endroits. À chaque emplacement, par exemple l'emplacement «A» des figures 8 (a) à (b), un profil XY (profil 2D : largeur / profondeur) a été extrait et la surface S a été calculée selon l'équation (2) :

$$S = \sum S_i = \sum_{i=0}^n [(x_{i+1} - x_i) \cdot (y_i)]$$

L'équation (2) donne une meilleure approximation de l'estimation de surface en coupe transversale -S ($S = \sum S_i$; S_i - est la surface des petits rectangles (Δx ; Δy)). La perte de volume a été calculée automatiquement par le logiciel de profilométrie optique, la section transversale -S étant multipliée par la circonférence $2\pi r$ (r étant le rayon de la piste). Les erreurs ($\Delta V / V$) ont été estimées sur la base d'au moins six (06) emplacements par piste d'usure.

Dans ce travail, la quantification de la perte de volume d'usure des billes était difficile et non reproductible. Ensuite, les valeurs obtenues du taux d'usure des billes d'alumine n'étaient pas fiables. C'est pourquoi, les taux d'usure des balles ne sont pas pris en compte.

Les valeurs numériques de rugosité et de taux d'usure (K) obtenues pour différentes paires de contacts après les tests d'usure sont présentées à la figure (III.20.) ; Il est évident que les taux d'usure des échantillons testés sont remarquablement différents. Le taux d'usure minimum a été trouvé dans la paire FNW / WC contact à [5 N ; 5 cm s⁻¹]. Le taux d'usure maximum a été obtenu dans la paire de contacts WWW / Alumine à [10 N ; 10 cm s⁻¹]. Le taux d'usure K Alumina est dix fois supérieur à K_{WC} .



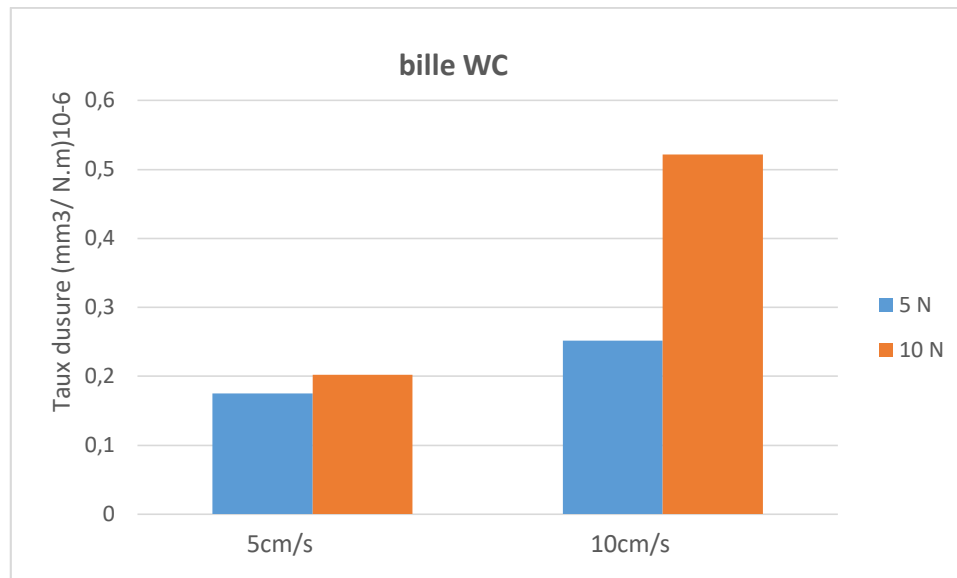


Figure III.28. Analyse quantitative de l'usure, Taux d'usure des paires de contacts.

Les billes d'alumine causent donc plus de dégâts que les surfaces des échantillons de WC on Contre les billes de WC, le rapport K_{10N} / K_{5N} à [5 cm s-1 et 10 cm s-1] était respectivement de 1,1 et 2. Les échantillons chargés de moins de 5 ans interdisent des taux d'usure approximativement similaires à [5 et 10 cm s - 1]. Cependant, lorsqu'il est chargé à 10 N, le taux d'usure à 10 cm s-1 est deux fois plus élevé que celui à 5 cms-1.

Le rapport K_{10N} / K_{5N} évolue de $1,3 \pm \pm 0,02$ à 5 cms - 1 à $\pm 1,5 \pm \pm 0,02$ à 10 cm s - 1 pour les billes d'alumine. Par conséquent, l'augmentation de la charge entraîne une augmentation du taux d'usure quelle que soit la vitesse de glissement et quelle que soit la contrepartie (boule ou alumine WCor) attendue.

La différence entre les morphologies des pistes d'usure et les taux d'usure des échantillons FN glissant contre deux matériaux de contrepartie différents ne peut pas être attribuée uniquement à la différence de dureté démontrée dans une étude précédente [15].

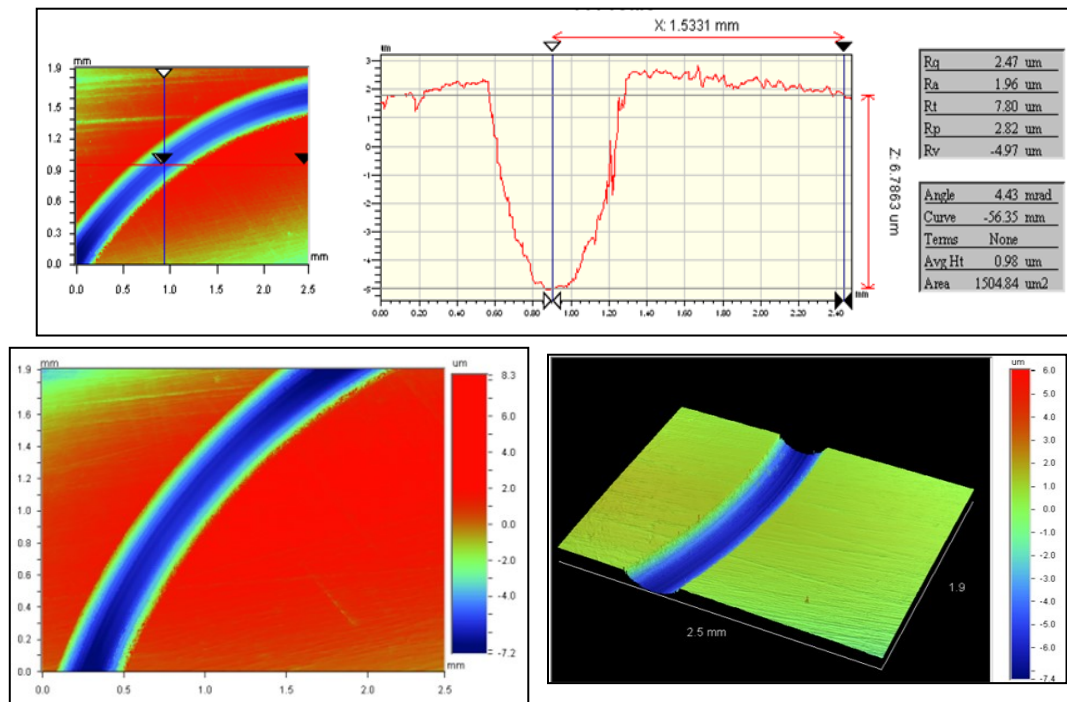


Figure III.29. Exemple de profil de surface 3D de la piste d'usure. (b) Image 2D et profil extrait sur la ligne A.

Le produit d'usure joue un rôle clé dans une telle situation [17]. En effet, Li et al expliquent que les WC débris (particules de bille de WC) produisent moins de perte d'usure que les débris d'Alumina en raison de leurs faibles quantités et de leur forme [18] : les particules d'Al₂O₃ sont tranchantes et angulaires, donc plus abrasives. En plus de l'usure abrasive, des échantillons testés à [10 N et 10 cm s⁻¹], subissent une usure par décollement entraînant une perte d'usure plus importante comme le montre l'analyse MEB des **figures III.27 (c) à (d)**. Ainsi, la différence entre l'usure de ces deux systèmes de contact (FNW / WC et FNW / Alumina) résulte également de leurs mécanismes d'élimination des débris d'usure différents.

Conclusion générale

On peut conclure que l'élaboration d'un matériau à base de fer renforcé par des particules de WC à partir de poudres métalliques par frittage en phase liquide ayant un bon comportement à l'usure reste possible.

Les proportions arrêtées dans le cadre de cette étude sont 85%Fe, 5%Ni, 10%WC et ne demeure pas néanmoins unique mais d'autres compositions peuvent être envisagées. Le cycle de fabrication préconisé est le broyage, le compactage et le frittage à 1520°C. On constate que la densification et le choix de la granulométrie permettent de diminuer considérablement la taille des pores. A cet effet, la densité relative des alliages Fe-Ni-WC est de 98% et la porosité apparente réduite à 2% après 2 h de frittage à 1520 ° C alors qu'elle est de 19 % à 1200 ° C .

L'échantillon fritté à 1520°C (porosité minimale) présente une dureté optimale de l'ordre de 59 HRC par contre les échantillons frittés à 1100, 1200 ,1300°C présentent des duretés relativement faibles (inférieure à 35 HRC).

Les essais tribologiques ont montré que les principaux mécanismes d'usure observés dans cette étude sont l'usure oxydante et abrasive. Cependant, une usure par décollement en tant que troisième processus se produit sous une charge de 10 N et une vitesse de glissement de 10 cm. s⁻¹ pour la bille en alumine.

Les taux d'usure du couple FNW / Al₂O₃ sont supérieurs à ceux du couple FNW / WC à [10 N; 10 cm s⁻¹]. Le taux d'usure de K Alumina est dix fois supérieur à celui de K WC. Les billes d'alumine causent donc plus de dégâts que les WC sur des échantillons cela est lié à la forme angulaire des particules.

Ce matériau présente de meilleures caractéristiques physiques et mécaniques avec un meilleur comportement à l'usure et s'avère bien adapté aux conditions de travail des cales de l'installation de forage. Il répond à ce niveau aux attentes fixées par cette étude. Toutefois une mise à l'épreuve dans les conditions réelles d'exploitation peut apporter une réponse concrète et pragmatique à cette question.

Perspectives

- Compléter le travail par une étude détaillée sur la corrosion et la tribocorrosion dans les milieux de NaCl, hydrocarbure (Pétrole , houille).
- Une étude de mise à l'épreuve du matériau élaboré est en cours de réalisation au niveau de laboratoire en simulant les conditions de travail sur site.

References

bibliographiques

References bibliographiques

- [1] Pascal, C, Chaix, JM, Doré, F et Allibert, CH, Design of multimaterial processed by powder metallurgy: Processing of a (steel/cemented carbides) bilayer material, Journal of Materials Processing Technology, 2009, **209**, 1254-1261.
- [2] 2017-Joseph-
- [3] Fernandes C M and Senos A M R 2011 Cemented carbide phase diagrams: a review Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 29 405–18
- [4] Li Z, Jiang Y, Zhou R, Chen Z, Shan Q and Tan J 2014 Effect of Cr addition on the microstructure and abrasive wear resistance of WC reinforced iron matrix surface composites J. Mater. Res. 29 778–85
- [5] Gong X, Fan J L, Ding F, Song M and Huang B Y 2012 Effect of tungsten content on microstructure and quasi-static tensile fracture characteristics of rapidly hot-extruded W–Ni–Fe alloys Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 30 71–7
- [6] Li Z, Jiang Y, Zhou R, Chen Z, Shan Q and Tan J 2014 Effect of Cr addition on the microstructure and abrasive wear resistance of WC reinforced iron matrix surface composites J. Mater. Res. 29 778–85
- [7] S.Azem, M. Nechiche, M. Hakkoum : Elaboration et caractérisation d'un composite céramique-métal (WC-bronze) par la méthode d'infiltration. Laboratoire d'Elaboration, Caractérisation et Modélisation des Matériaux (LEC2M). Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, Algérie
- [8] B .Bhushan , 2013 Principles and Applications of Tribology (Chichester: Wiley)
- [9] Gras R 2008 Tribologie principes et solutions industrielles (Paris: Dunod) pp 131–73
- [10] T Hisakado, K .Miyazaki, A .Kameta and S .Negishi , 2000, Effects of surface roughness of roll metal pins on their friction and wear characteristics Wear 239 69–76
- [11] F .Findik , 2014 Latest progress on tribological properties of industrial materials Mater. Des. 57 218–44
- [12] J. Wang and S. Fu , 2014 Production of in situ vanadium carbide particulate reinforced iron matrix composite Mater Sci Medzg 20 409–13
- [13] J. Pirso, S. Letunoviš and M. Viljus, 2004 Friction and wear behaviour of cemented carbides Wear 257 257–65
- [14] Q. Niu, X. Zheng, M. Chen and M. Weiwei , 2014 Study on the tribological properties of titanium alloys sliding against WC–Co during the dry friction Ind Lubr Tribol 66 202–8

-
- [15] Prabu S S, Prathiba S, Asokan M A, Jain A, Jain N K and Chourasiya P K 2014 Investigations on dry sliding wear behaviour of sintered/ extruded P/M alloy steels(Fe–C–W–Ti) *Procedia Eng* 97 2119–26
- [16] Beliardouh N E, Nouveau C and Kaleli H 2014 Wear performance of duplex treated low alloyed steel against wood (beech) as static partner *J. Balk. Tribol. Assoc.* 20 84–92
- [17] Zivic F, Babic M, Grujovic N, Mitrovic S, Adamovic D and Favaro G 2012 A comparison of reciprocating sliding at low loads and scratch testing for evaluation of TiN(PVD) coating *J Balk Tribol Assoc* 18 80–91
- [18] Li C X, Xia J and Dong H 2006 Sliding wear of TiAl intermetallics against steel and ceramics of Al₂O₃, Si₃N₄ and WC/Co *Wear* 261 693–701