

Ministère de l'Enseignement Supérieur

Université Badji Mokhtar Annaba



جامعة مختار عنابة

Badji Mokhtar University Annaba

Année 2008

Faculté des Sciences de l'Ingénieur

Département de Métallurgie et Génie des Matériaux

Mémoire

Présenté en vue de l'obtention du Diplôme de Magister en Matériaux

Modification de la Tenue à l'Usure des Cermets  
(W,Ti)C - 9%Co par Traitements Thermo-chimiques

Option

Métallurgie des poudres

Par

Besma Bouledroua

Directeur du mémoire : Dr Saïd Boudebane

M.C U.A

Devant le Jury

Président : Dr Labaiz Mohamed Pr U.A

Examineurs : Dr Boulanouar Lakhdar Pr U.A

Dr Touhami Mohamed Zine M.C U.A

*Il ne suffit pas de vouloir une chose, il faut insister à l'avoir.*

*Besma B.*

موضوع هذه الدراسة هو السرميت (W,Ti)C-Co المتحصل عليه عن طريق التليبيد في المرحلة السائلة حسب التكنولوجيا الكلاسيكية لتعدين المساحيق. من أجل تحسين مقاومة أدوات القطع للتآكل، تمت تجربة عدة معالجات كيميائية كمتردة الغازية و التردة السائلة و الكربوتردة.

بغض النظر عن نوع المعالجة كشفت العينات عن تغيرات في طبيعة المراحل المحدثة في الطبقات السطحية.

ظهر  $Ti(CN)$ ،  $TiN$  و أوكسيكاربونات أخرى أدى إلى تصلب على السطح بقيم صلادة تفوق  $MPa45.000$  في عمق الطبقة المتغيرة.

أما بالنسبة الى أكثر من 6 ساعة من المسك نسجل نقص ملحوظ في التصليد السطحي، إن تغيير عمق التصليد سيعتمد على نوع العوامل المحددة للمعالجة.

معامل الإحتكاك كان أيضا حساس للإنتشار الكربون و الأزوت.

أدوات القطع المعالجة التي تم إستغلالها كشفت عن مدة صلاحية أكبر مقارنة بالأدوات الغير المعالجة.

# RÉSUMÉ

---

*L'objet de cette étude est le cermet (W,Ti)C – 9%Co obtenu par frittage en phase liquide selon la technologie classique de la métallurgie des poudres. Dans le but d'améliorer la tenue à l'usure des plaquettes de coupe, plusieurs traitements thermo-chimiques (nitruration gazeuse, cyanuration, carbonitruration) ont été testés. Indépendamment du type de traitement, les plaquettes ont révélé une modification de la nature des phases mise à jour dans les couches superficielles. L'apparition de TiN, Ti(CN) et autres oxycarbonitrures a engendré un durcissement de la surface, avec des valeurs de la microdureté dépassant 45.000 MPa. Cependant, pour des maintiens de plus de 6 heures, on enregistre un net abaissement de la dureté de la surface. La profondeur de la couche modifiée dépendra du type et des paramètres du traitement. Le coefficient de frottement a été également sensible à la diffusion du carbone et/ou de l'azote. Les plaquettes de coupe traitées mises en exploitation accusent une durée de vie supérieure à celle des plaquettes de référence.*

# ABSTRACT

---

*The object of this study is the cermets (W,Ti) C-9% Co obtained by sintering at liquid phase according to classical technology of powder metallurgy. For the sake of improving the resistance to wearing of the cut plates, several thermo-chemical treatments (gaseous nitride, liquid nitride, carbonitride) have been tested. Independently from the types of treatment, the plate revealed a modification of the nature of the update phases at the superficial layers. The appearance of TiN, Ti (CN) and other oxycarbonitride generated a hardening of the surface with micro-hardness values exceeding 45.000 MPa. The depth of the modified layer will depend on the type and parameters of the treatment. The friction coefficient has also been sensitive to carbon and /or nitrogen. The treated cut plates put into exploitation show up a lifetime superior to that of reference plates.*

# REMERCIEMENTS

---

*Ce travail a été réalisé dans le cadre des activités scientifiques du Laboratoire de Métallurgie et Génie des Matériaux, LMGM du Département de Métallurgie et Génie des Matériaux de l'Université Badji Mokhtar d'Annaba.*

*J'exprime tous mes sentiments de gratitude à Monsieur Saïd BOUDEBANE Maître de Conférences à la Faculté des Sciences, Université Badji Mokhtar, qui m'a proposé le sujet de ce mémoire et m'a fait bénéficier de ses conseils bienveillants. Je le remercie sincèrement d'avoir toujours trouvé le temps pour faire avancer mon travail.*

*Je tiens à remercier Monsieur Mohamed LABAIZ, Professeur à l'Université Badji Mokhtar d'Annaba, Département de Métallurgie et Génie des Matériaux, qui m'a fait l'honneur de présider le jury de mon mémoire. Qu'il trouve ici l'expression de mon profond respect.*

*Je remercie Monsieur Lakhdar BOULANOUAR, Professeur à l'Université Badji Mokhtar d'Annaba, Département de Mécanique, pour avoir accepté de faire partie de mon jury de mémoire. Qu'il reçoive de ma part tous mes remerciements les meilleurs.*

*Je remercie également Monsieur Mohamed Zine TOUHAMI, Maître de Conférences à la Faculté des Sciences, Département de Métallurgie et Génie des Matériaux de l'Université Badji Mokhtar d'Annaba, pour avoir accepté de participer au jury de ce mémoire. Qu'il trouve ici l'expression de mes vifs remerciements.*

*J'adresse mes sincères remerciements à Messieurs Réda BELHADJ, Directeur Unité Laminoir à Chaud et Chems Eddine MATTALAH, Directeur Unité Laminoir à Froid du complexe ARCELOR MITTAL (ex SIDER), pour leur compréhension et soutien pour la réalisation de ce mémoire.*

*Je tiens aussi à témoigner ma profonde reconnaissance à l'ensemble des travailleurs de l'Unité carbure à ERIS Industrie, et du complexe CMT El Khroub pour leurs aides à réaliser les traitements thermochimiques au niveau de leur unité.*

*Je ne saurai oublier mes collègues et amis surtout Mr Keblouti Wahid pour leurs aides et dévouements pour la réalisation de ce modeste travail. Qu'ils trouvent ici l'expression de mes remerciements les plus sincères.*

# TABLE DES TABLEAUX

---

Tableau 1 : Effet des traces d'éléments dans le métal dur pendant le frittage .....	31
Tableau 2 : Classification internationale des carbures cémentés (NF ISO 513) .....	51
Tableau 3 : Propriétés essentielles de certaines nuances de carbures cémentés .....	52
Tableau 4 : Composition Chimique de l'acier usiné.....	55
Tableau 5 : Constantes d'autodiffusion en volume dans quelques carbures réfractaires.....	68

# TABLE DES FIGURES

---

Fig. 1 : Phases dure et liante dans la microstructure des carbures cémentés (Vue au MET).....	4
Fig. 2 : Micro-soudage entre l'outil et le copeau et la formation du cratère sur l'outil.....	6
Fig. 3 : Diagramme d'équilibre W-C .....	8
Fig. 4 : Procédés de fabrication des carbures cémentés (1).....	9
Fig. 5 : Micrographie de carbure de tungstène (en gris) à 9% cobalt (en blanc) (x1500).....	12
Fig. 6 : Diagramme d'équilibre W-Co .....	14
Fig. 7 : Formation de cous (ou ponts) par frittage (MEB) (9) .....	15
Fig. 8 : Section isotherme à 1400°C du carbure cémenté WC-Co.....	21
Fig. 9 : Évolution de la microdureté en fonction de la température.....	25
Fig. 10 : Variation des paramètres $\sigma_c$ et $\sigma_{0.2}$ en fonction de la température .....	26
Fig. 11 : Microstructure du cermet (W,Ti)C-TiC-Co.....	27
Fig. 12 : Variation de la dureté en fonction de la taille moyenne du grain de WC .....	28
Fig. 13 : Microstructure du carbure cémenté WC-20TiC-10Co.....	28
Fig. 14 : Évolution de la dureté de WC-TiC-10Co en fonction de la teneur en TiC.....	29
Fig. 15 : Microstructure type de WC-Co).....	30
Fig. 16 : Évolution de la dureté en fonction de la teneur en inhibiteurs.....	30
Fig. 17 : Structure en anneau dans la solution solide (Ti,Mo,Ta,W)(C,N).....	31
Fig. 18 : Microstructure de Ti(C,N) ultrafin.....	32
Fig. 19 : Phase précipitée dans la phase liante .....	33
Fig. 20 : Gain de masse du métal dur en fonction de la température (temps d'exposition 2h) .....	33
Fig. 21 : Épaisseur de la couche d'oxydation en	34

Fig. 22 : Stades de diffusion entre l'outil en carbure et l'acier à usiner .....	36
Fig. 23 : Courbes concentration-pénétration et de la dureté correspondante.....	37
Fig. 24 : Diagramme d'équilibre Ti-N.....	40
Fig. 25 : Géométrie des fissures résultant de l'indentation Vickers.....	44
Fig. 26 : Représentation de l'usure de l'outil durant la phase de formation du copeau. ....	46
Fig. 27 : Schéma de la caractérisation de l'usure d'un outil .....	46
Fig. 28 : Usure en dépouille.....	47
Fig. 29 : Évolution de l'usure en fonction du temps .....	47
Fig. 30 : Usure en cratère .....	48
Fig. 31 : Positions des empreintes de dureté .....	53
Fig. 32 : Stand d'usure.....	55
Fig. 33 : Usinage d'une ébauche XC32 par une plaquette en carbure cémenté.....	55
Fig. 34 : Stand de détermination du coefficient de frottement .....	57
Fig. 35 : Plaquettes amovibles .....	59
Fig. 36 : Microstructure de l'échantillon à l'état brut (G x1200) .....	60
Fig. 37 : Microstructure du bord de l'échantillon (G x600).....	60
Fig. 38 : Spectre de diffraction de l'échantillon à l'état brut .....	61
Fig. 39 : Profil de microdureté de l'échantillon à l'état brut .....	63
Fig. 40 : Micrographies des carbures cémentés (W,Ti)C-Co.....	65
Fig. 41 : Évolution de la densité de défaut autour d'un pore.....	65
Fig. 42 : Diagramme d'équilibre TiC .....	66
Fig. 43 : Spectre de diffraction de l'échantillon nitruré pendant 1h30 (gazeux).....	69
Fig. 44 : Spectre de diffraction de l'échantillon nitruré pendant 4h30 (gazeux).....	69
Fig. 45 : Spectre de diffraction de l'échantillon nitruré pendant 6h (gazeux) .....	70
Fig. 46 : Spectre de diffraction de l'échantillon carbonitruré pendant 3h.....	70
Fig. 47 : Spectre de diffraction de l'échantillon nitruré pendant 2h (liquide).....	71
Fig. 48 : Spectre de diffraction de l'échantillon nitruré pendant 4h (liquide).....	71
Fig. 49 : Spectre de diffraction de l'échantillon nitruré pendant 6h (liquide).....	72
Fig. 50 : Spectre de diffraction de l'échantillon nitruré pendant 12h (liquide) .....	72
Fig. 51 : Spectre de diffraction de l'échantillon nitruré pendant 18h (liquide) .....	73
Fig. 52 : Spectre de diffraction de l'échantillon nitruré pendant 24h (liquide) .....	74

Fig. 53 : Profil de microdureté après nitruration liquide pendant 2h.....	75
Fig. 54 : Profil de microdureté après nitruration liquide pendant 4h.....	75
Fig. 55 : Profil de microdureté après nitruration liquide pendant 6h.....	76
Fig. 56 : Profil de microdureté après nitruration liquide pendant 12h.....	76
Fig. 57 : Profil de microdureté après nitruration liquide pendant 18h.....	77
Fig. 58 : Profil de microdureté après nitruration liquide pendant 24h.....	77
Fig. 59 : Profil de microdureté après nitruration gazeuse pendant 1h30.....	78
Fig. 60 : Profil de microdureté après nitruration gazeuse pendant 4h30.....	78
Fig. 61 : Profil de microdureté après nitruration gazeuse pendant 6h .....	79
Fig. 62 : Profil de microdureté après carbonituration pendant 3h.....	79
Fig. 63 : Dureté en surface à $0.4, 5 \mu\text{m}$ de profondeur.....	82
Fig. 64 : Dureté en surface à $0.4, 5 \mu\text{m}$ de profondeur.....	82
Fig. 65 : Perte de masse pour un temps de glissement 15mn (nit. liquide) .....	83
Fig. 66 : Perte de masse pour un temps de glissement 30mn (nit. liquide) .....	84
Fig. 67 : Perte de masse pour un temps de glissement 15mn (nit. gazeuse) .....	85
Fig. 68 : Perte de masse pour un temps de glissement 30mn (nit. gazeuse) .....	86
Fig. 69 : Microrelief de surface après usure des échantillons traités par nitruration gazeuse.....	88
Fig. 70 : Microrelief de surface après usure des échantillons traités par nitruration liquide.....	88
Fig. 71 : Paramètre cristallin des plans les plus intenses (nit. gazeuse).....	89
Fig. 72 : Paramètre cristallin des plans les plus intenses (nit. liquide).....	89
Fig. 73 : Empreinte Vickers présentant des fissures et écaillage.....	90
Fig. 74 : Longueur de la fissure d'un échantillon traité par carbonituration.....	90
Fig. 75 : Longueur de la fissure d'un échantillon traité par nitruration gazeuse.....	91
Fig. 76 : Longueur de la fissure d'un échantillon traité par nitruration liquide.....	91
Fig. 77 : Longueur de la fissure d'un échantillon traité par nitruration liquide.....	92
Fig. 78 : Longueur de la fissure d'un échantillon traité par nitruration liquide.....	92
Fig. 79 : Macrostructure de l'arête de coupe avant et après usure (usure en cratère) (x4).....	94
Fig. 80 : Macrostructure de l'arête de coupe après usure (usure en dépouille) (x4) .....	94
Fig. 81 : Usure en dépouille en fonction du temps de maintien (nitruration gazeuse) .....	95
Fig. 82 : Évolution de la rugosité de l'ébauche usinée (nitruration gazeuse) .....	95
Fig. 83 : Usure en dépouille en fonction du temps de maintien (nitruration liquide).....	95

Fig. 84 : Évolution de la rugosité de l'ébauche usinée (nituration liquide) .....	96
Fig. 85 : Courbes du coefficient de frottement (nituration gazeuse).....	97
Fig. 86 : Courbes du coefficient de frottement (nituration liquide).....	97

# TABLE DES MATIÈRES

---

ملخص.....	i
RÉSUMÉ.....	ii
ABSTRACT .....	iii
REMERCIEMENTS .....	iv
TABLE DES TABLEAUX.....	vi
TABLE DES FIGURES .....	vii
TABLE DES MATIÈRES .....	x
INTRODUCTION .....	1
<b>Chapitre 1 GÉNÉRALITÉS SUR LES CARBURES CÉMENTÉS .....</b>	<b>3</b>
1.1 Généralités.....	3
1.1.1 Historique.....	3
1.1.2 Les Carbures Cémentés .....	4
1.1.3 Le frittage en phase liquide.....	4
1.1.4 La diffusion .....	5
1.2 Élaboration des carbures cémentés.....	7
1.2.1 Fabrication du mono-carbure de tungstène.....	7
1.2.2 Opérations de fabrication .....	9
1.2.3 Le liant cobalt .....	10
1.2.4 Préparation des mélanges.....	10
1.2.5 Mise en forme (consolidation).....	11
1.2.6 Moulage par injection .....	12
1.2.7 Déliantage.....	13
1.3 Frittage avec phase liquide .....	13
1.3.1 Définition .....	13
1.3.2 Principe et schéma général du frittage.....	14

1.3.3	Formation du liquide et réarrangement .....	15
1.3.4	Phénomène de dissolution-précipitation.....	17
1.3.5	Grossissement du grain.....	17
1.3.6	Frittage des pièces en carbures de tungstène.....	18
1.3.7	Évolution de la porosité .....	19
1.3.8	Atmosphère du frittage.....	19
1.4	Finition et revêtement .....	19
1.5	Traitements et recyclage des déchets de carbures cimentés .....	21
1.6	Tendances actuelles des carbures cimentés.....	22
<b>Chapitre 2</b>	<b>ANALYSE DES TRAVAUX SUR LES CARBURES CÉMENTÉS.....</b>	<b>23</b>
2.1	Introduction .....	23
2.2	Influence du carbone sur la microstructure.....	24
2.3	Influence de la température.....	24
2.4	Influence de la taille du grain .....	26
2.5	Microstructure des carbures cimentés WC-TiC-Co .....	28
2.6	Influence des carbures VC et TaC.....	29
2.7	Microstructure et propriétés de Ti(C, N).....	31
2.8	Résistance à l'oxydation .....	33
2.9	Les revêtements.....	34
2.10	Traitements thermochimiques .....	35
2.11	Dégradation d'un outil de coupe en carbure au contact d'un acier en cours de l'usinage.....	35
<b>Chapitre 3</b>	<b>PARTIE EXPÉRIMENTALE.....</b>	<b>37</b>
3.1	Traitements de durcissement et mise en précontrainte.....	37
3.1.1	Principe .....	37
3.1.2	Caractéristiques générales .....	39
3.1.3	Mécanisme de la nitruration.....	40
3.1.4	Nitruration à l'ammoniac ou en milieu gazeux.....	40
3.1.5	Nitruration liquide ou en bain de sel.....	41
3.1.6	Carbonituration .....	42
3.2	Techniques de caractérisation .....	42
3.2.1	Préparation de l'échantillon pour observation au microscope .....	42
3.2.2	La Diffraction des Rayons X .....	43
3.2.3	Filiation de dureté (microdureté).....	43
3.2.4	Détermination de la ténacité par indentation VICKERS.....	44
3.2.5	La rugosité.....	45
3.2.6	Test d'usure par abrasion.....	45
3.2.7	Usure des outils de coupe.....	45
3.2.8	Détermination du coefficient de frottement.....	48
<b>Chapitre 4</b>	<b>TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES .....</b>	<b>50</b>
4.1	Introduction .....	50
4.2	Caractéristiques générales .....	50
4.2.1	Paramètres de fabrication.....	50
4.2.2	Composition chimique du carbure cimenté P35 .....	51
4.2.3	Caractéristiques mécaniques.....	51
4.2.4	Classification internationale des carbures cimentés.....	51
4.2.5	Propriétés essentielles de certaines nuances de carbures cimentés.....	52
4.3	Paramètres des traitements thermochimiques.....	52
4.3.1	Nitruration liquide.....	52
4.3.2	Nitruration gazeuse.....	52
4.3.3	Carbonituration .....	52
4.4	Techniques de caractérisation .....	53

4.4.1 Observation de la structure microscopique.....	53
4.4.2 Profil de la microdureté.....	53
4.4.3 Indentation VICKERS (ténacité).....	53
4.4.4 La rugosité.....	54
4.4.5 La Diffraction des Rayons X.....	54
4.4.6 Test d'usure par abrasion.....	54
4.4.7 Essai d'usinabilité.....	55
4.4.8 Test de détermination du coefficient de frottement.....	56
<b>Chapitre 5 ANALYSE ET DISCUSSION DES RESULTATS.....</b>	<b>58</b>
5.1 Introduction.....	58
5.2 Caractérisation de la pastille à l'état brut (fritté).....	59
5.2.1 Macrostructure.....	59
5.2.2 Microstructure.....	60
5.2.3 Analyse par Diffraction des Rayons X.....	61
5.2.4 Microdureté.....	63
5.3 Résultats de la caractérisation métallographique.....	63
5.3.1 Sur la macrostructure.....	63
5.3.2 Sur la microstructure.....	63
5.3.3 Sur l'évolution microstructurale.....	69
5.4 Influence du temps de maintien.....	75
5.4.1 Sur la microdureté.....	75
5.4.2 Sur la dureté en surface.....	82
5.4.3 Sur la perte de masse.....	83
5.4.4 Sur le microrelief (rugosité).....	88
5.4.5 Sur le paramètre cristallin de la maille de TIC.....	89
5.4.6 Sur l'amorçage de la fissure (indentation Vickers).....	90
5.4.7 Sur l'usure en dépouille et la rugosité de l'ébauche usinée.....	94
5.4.8 Sur la détermination du coefficient de frottement.....	96
<b>CONCLUSION.....</b>	<b>98</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>	<b>99</b>

# INTRODUCTION

---

Les cermets constitués, pour la plupart, de particules réfractaires, tels que les carbures, les oxydes et les nitrures entourées d'un liant métallique, accusent une dureté élevée et par conséquent associe une tenue à l'usure élevée à une ténacité acceptable.

Les traitements thermochimiques classiques n'ont trouvé d'application que sur les aciers et les alliages métalliques, où on recherche l'augmentation de la dureté des couches superficielles. Ces traitements n'ont malheureusement pas ou peu été appliqués aux carbures cémentés, en partant de l'idée, que leur dureté était déjà trop élevée et qu'une carburation ou une nitruration serait d'aucune utilité pratique.

De ce fait, seuls les dépôts et les revêtements de type PVD ou CVD ont été préconisés pour ce genre de matériaux durs, dans le but d'améliorer les caractéristiques mécaniques et l'état de surface. Certains revêtements tels que le TiN, par exemple, modifie l'aspect extérieur en conférant à l'échantillon une couleur jaune or.

Convaincus que toute modification structurale s'accompagne obligatoirement de répercussion sur le comportement de la surface du cermet, nous nous sommes fixé comme objectif d'élucider l'influence des traitements thermochimiques classiques sur les modifications des phases qui en découlent et par conséquent, sur la tenue à l'usure et sur le comportement lors de l'usinage des plaquettes en carbures cémentés, ce qui confère à ce travail une originalité certaine.

Dans le premier chapitre, nous présentons les carbures cémentés, les spécificités de leur frittage en phase liquide, de leur fabrication par la technique de la métallurgie des poudres et l'importance du phénomène de diffusion dans le processus a été mise en évidence. Ce même phénomène et les traitements thermochimiques conditionnent le frottement mécanique entre l'outil de coupe et l'ébauche usinée.

Dans le deuxième chapitre a été exposé le mode d'élaboration des carbures cémentés. On y retrouve les différentes opérations de fabrication, la préparation des mélanges, la mise en forme par consolidation et le frittage. Un petit aperçu a été donné sur les traitements de finition et de recyclage.

Le troisième chapitre est consacré à l'analyse des différents travaux portant sur les carbures cémentés.

Le quatrième chapitre comporte la description des techniques expérimentales, et de caractérisation utilisées pour l'étude de l'influence des traitements sur la morphologie et le comportement des carbures cémentés.

Le cinquième chapitre comporte les résultats des différents traitements. De l'analyse de ces résultats, il s'ensuit que les traitements thermo-chimiques et plus précisément la nitruration gazeuse et la nitruration liquide, améliorent sensiblement la tenue à l'usure des plaquettes en carbures cémentés qui se traduit par un meilleur comportement dans les conditions réelles d'exploitation.

Nous terminons ce mémoire par une conclusion générale.

Une partie de ce travail a été présentée à la première Conférence Internationale sur les matériaux et l'environnement, qui s'est déroulée entre le 23 et le 25 Avril, 2007 à Annaba.

Annaba, le 10 Mai 2008.

# CHAPITRE 1

## GÉNÉRALITÉS SUR LES CARBURES CÉMENTÉS

---

### 1.1 GÉNÉRALITÉS

#### 1.1.1 Historique

Au début du 19<sup>ème</sup> siècle un besoin de matériaux réfractaires et d'alliages complexes a été pressenti, ce qui a limité le champ d'utilisation de la technologie de la fusion. Un domaine de la métallurgie appliquée s'est alors développé pour apporter des solutions s'inspirant des procédés millénaires de la céramique.

Il s'agit de la technique de la métallurgie des poudres. Son but étant de transformer, sans les fondre, des poudres de métaux, de métalloïdes ou d'alliages métalliques en des corps résistants en utilisant la pression et la chaleur.

Les métaux durs, en particulier les carbures cémentés, ont été élaborés par la technique de la métallurgie des poudres. Ce n'est qu'en 1922 que le premier produit en carbure de tungstène fritté avec un métal auxiliaire du groupe du fer, a été obtenu, et c'est en 1927 que le premier outil à base de carbure de tungstène avec 6% de cobalt a été commercialisé.

### 1.1.2 Les Carbures Cémentés

Les carbures cémentés sont des matériaux composites consistant en des particules dures de carbures (uniquement ou principalement WC) cimentées entre elles par un liant métallique (généralement le cobalt) (figure 1). La phase carbure représente 70 à 97% du poids total du composite et la taille moy

Les nuances binaires WC-Co forment la structure de base des carbures cémentés. Elles sont utilisées pour l'usinage des fontes et des alliages non ferreux à de grandes vitesses de coupe. Afin d'éviter l'usure par cratérisation qui en résulte, un ajout de TiC (5 à 25% en poids), matériau très dur qui forme une barrière de diffusion envers l'acier (1).

Le TaC (ou un mixte (Ta,Nb)C moins onéreux) a été ajouté (5 à 10% en poids) pour améliorer la dureté à chaud et prévenir la déformation plastique de l'arête de coupe. Ces carbures sont totalement solubles entre eux et peuvent dissoudre un fort pourcentage de WC. On parle alors de nuances ternaires WC- (W,Ti,Ta,Nb)C-Co (1).

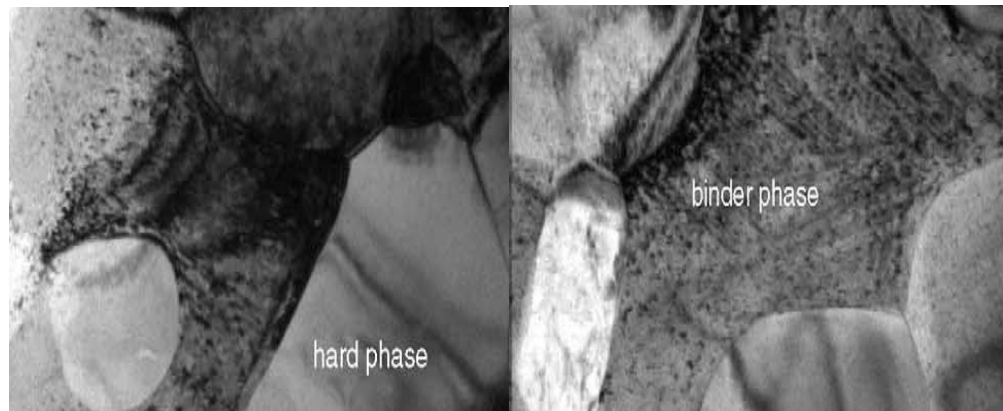


Fig. 1 : Phases dure et liante dans la microstructure des carbures cémentés (Vue au MET) (2)

### 1.1.3 Le frittage en phase liquide

Le frittage avec phase liquide est un procédé d'élaboration de matériaux à partir de poudre ayant au moins deux constituants. L'un d'eux doit être susceptible de fondre à la température de frittage, permettant ainsi la présence d'une phase liquide qui assure la densification du matériau par écoulement du liquide et l'élimination de la porosité.

La température du frittage étant inférieure à la température de fusion des composants les plus réfractaires, elle constitue le premier intérêt de cette méthode pour élaborer des matériaux denses à base de tungstène à moins de 1500°C. Le second intérêt est

d'élaborer des composites qui allient la dureté du carbure à la ténacité apportée par le liant cobalt (3).

Cette opération est réalisée dans des fours à moufles, à résistance graphite ou des fours HIP etc. Plusieurs paramètres régissent les caractéristiques physiques et mécaniques des pièces frittées. Les plus importants sont:

- La composition chimique du substrat (différents carbures) ;
- Le taux du cobalt ;
- La granulométrie du carbure de tungstène ;
- Le mode de frittage ainsi que son atmosphère.

#### 1.1.4 La diffusion

La diffusion dans les métaux constitue un chapitre important de la métallurgie-physique. Elle est à la base des phénomènes macroscopiques observés au terme d'un traitement thermique pour améliorer les propriétés de volume ou de surface et elle contrôle l'évolution d'un matériau dès qu'interviennent le temps et la température.

Les phénomènes de diffusion à l'état solide correspondent à des sauts effectués par les atomes dans les défauts du cristal, sous l'effet de l'agitation thermique. Plusieurs cas sont à considérer suivant la nature des éléments présents et le type de réseau cristallin (4).

##### *a) Diffusion dans le frittage*

Les techniques de frittage correspondent, au stade initial de l'élaboration du produit, en une compression de la poudre suivie d'un recuit en atmosphère protectrice. Les points de soudure qui se forment au début du frittage, entre les grains de poudre, se comportent comme de véritables couples de diffusion où interviennent les paramètres : solubilité, température de fusion, effet Kirkendall, diffusion superficielle, etc.

L'évolution géométrique du contact entre deux sphères constitue un moyen de calcul des coefficients de diffusion (figure 7). L'évolution au frittage, d'un produit fritté, contenant une quantité importante de pores, se poursuit dans le temps par élimination progressive des lacunes provenant des pores, dans la mesure où il y a recristallisation et migration des joints de grains. C'est ainsi que s'élimine une partie de la porosité (4).

Les nouvelles techniques de frittage par compression isostatique à chaud, permettent d'éliminer rapidement la porosité, répondent à des vitesses de densification qui tiennent

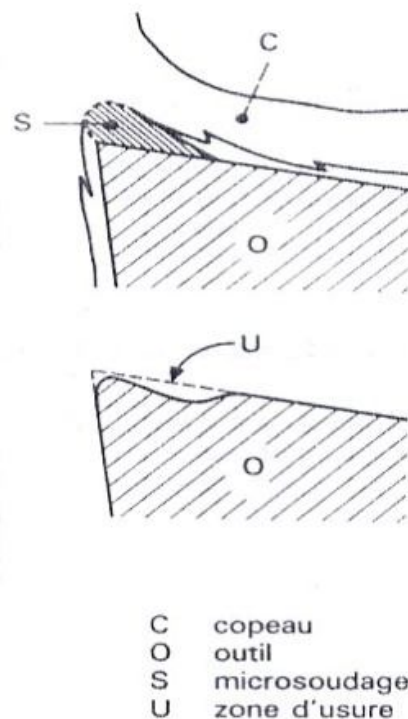
compte à la fois de la diffusion en volume, de la diffusion aux joints et des mécanismes de fluage.

### *b) Diffusion dans les traitements de surface*

Les traitements superficiels, tels que la carburation, la carbonitruration, la cémentation et la nitruration font intervenir les mécanismes de diffusion. La qualité de ces couches dépend de la complexité des cinétiques de réaction aux interfaces, de l'effet Kirkendall (porosité) et des affinités chimiques multiples (4).

### *c) Diffusion et frottement mécanique*

En absence de lubrifiant, les pièces frottantes, se dégradent par différents processus superficiels conduisant au grippage : usure par adhésion, par fatigue, par corrosion ou par diffusion. Cette dernière est à la base du mécanisme d'usure des outils de coupe WC-Co qui se manifeste, à des températures de service, par des micro-soudages outil-copeau puis l'apparition de cratères d'où la dégradation de l'outil (4).



*Fig. 2 : Micro-soudage entre l'outil et le copeau et la formation du cratère sur l'outil.*

## 1.2 ÉLABORATION DES CARBURES CÉMENTÉS

Le procédé classique de fabrication des carbures cémentés comprend trois étapes essentielles qui conduisent à une densification totale du produit :

- la préparation de la poudre ;
- la compression à froid ;
- le traitement thermique appelé frittage.

L'étape cruciale de l'élaboration des carbures cémentés est la définition et la préparation de la nuance qui donnera un produit final conforme aux caractéristiques désirées.

### 1.2.1 Fabrication du mono-carbure de tungstène

Les minerais de départ sont essentiellement les concentrés de scheelite ( $\text{CaWO}_4$ ) si la teneur environnante en calcium est élevée ou la wolframite ( $(\text{Fe}, \text{Mn}) \text{WO}_4$ ) si elle est faible. Ils sont traités par voie hydrométallurgique pour obtenir le paratungstate d'ammonium (APT) ou l'acide tungstique ( $\text{H}_2\text{WO}_4$ ) pur.

Après concassage et broyage du minerai, l'enrichissement est effectué par flottation, séparation magnétique ou électrostatique et aboutit à l'APT. Un traitement final chlorhydrique permet de diminuer le taux des impuretés dans le minerai qu'il serait difficile et cher d'éliminer plus tard (5).

La finesse des poudres obtenues dépend essentiellement de la température et de la durée de l'opération de réduction. Ces poudres sont, en fait, constituées de monocristaux arrangés en agrégats et agglomérats, de pureté variant de 99,8 à 99,99% et de taille comprise entre 0,5 et 100 $\mu\text{m}$ , typiquement 3 à 10 $\mu\text{m}$  pour les applications usuelles de frittage (6).

La poudre de tungstène métal obtenue par réduction est ensuite mélangée au noir de fumée et le WC se forme alors par chauffage du mélange à 1350 ÷ 1600°C. Il faut noter qu'à ces hautes températures de nombreuses impuretés s'éliminent par vaporisation.

Au cours de la carburation, l'hémicarbure  $\text{W}_2\text{C}$  se forme en phase intermédiaire, mais qui peut néanmoins subsister si la teneur en carbone est nettement inférieure à la stœchiométrie de WC (7). La température de carburation a une influence sur la substructure

du WC et par conséquent, sur les propriétés mécaniques des carbures cémentés WC-Co, elle influence la taille des sous-grains, les micro-contraintes et la micro dureté.

La carburation continue conduit à une répartition granulométrique plus resserrée. Les poudres à gros grains polycristallins s'obtiennent par carburation de poudres de tungstène à gros grains à température élevée (1600°C) ; tandis que les poudres fines et quasiment monocristallines sont obtenues par carburation à 1350 ÷ 1400°C de poudres de tungstène submicroniques (1).

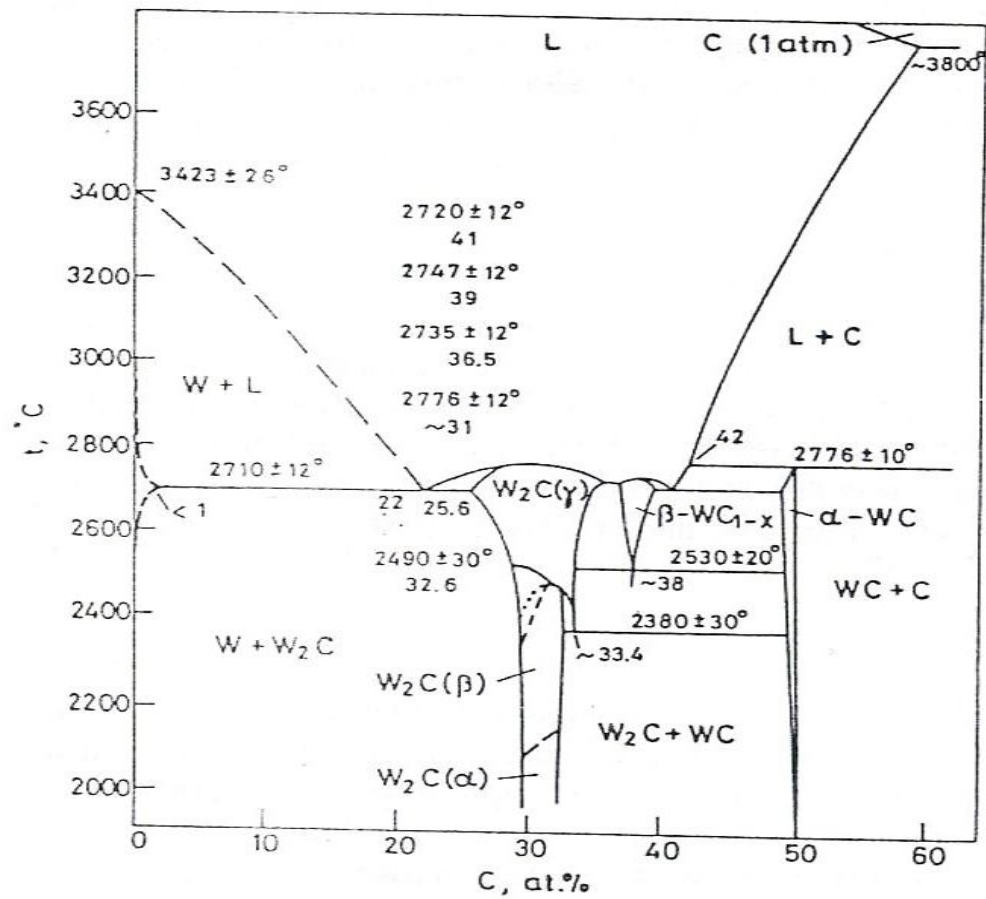


Fig. 3 : Diagramme d'équilibre W-C (8)

## 1.2.2 Opérations de fabrication

Les diverses étapes de la fabrication sont schématisées sur la figure 4.

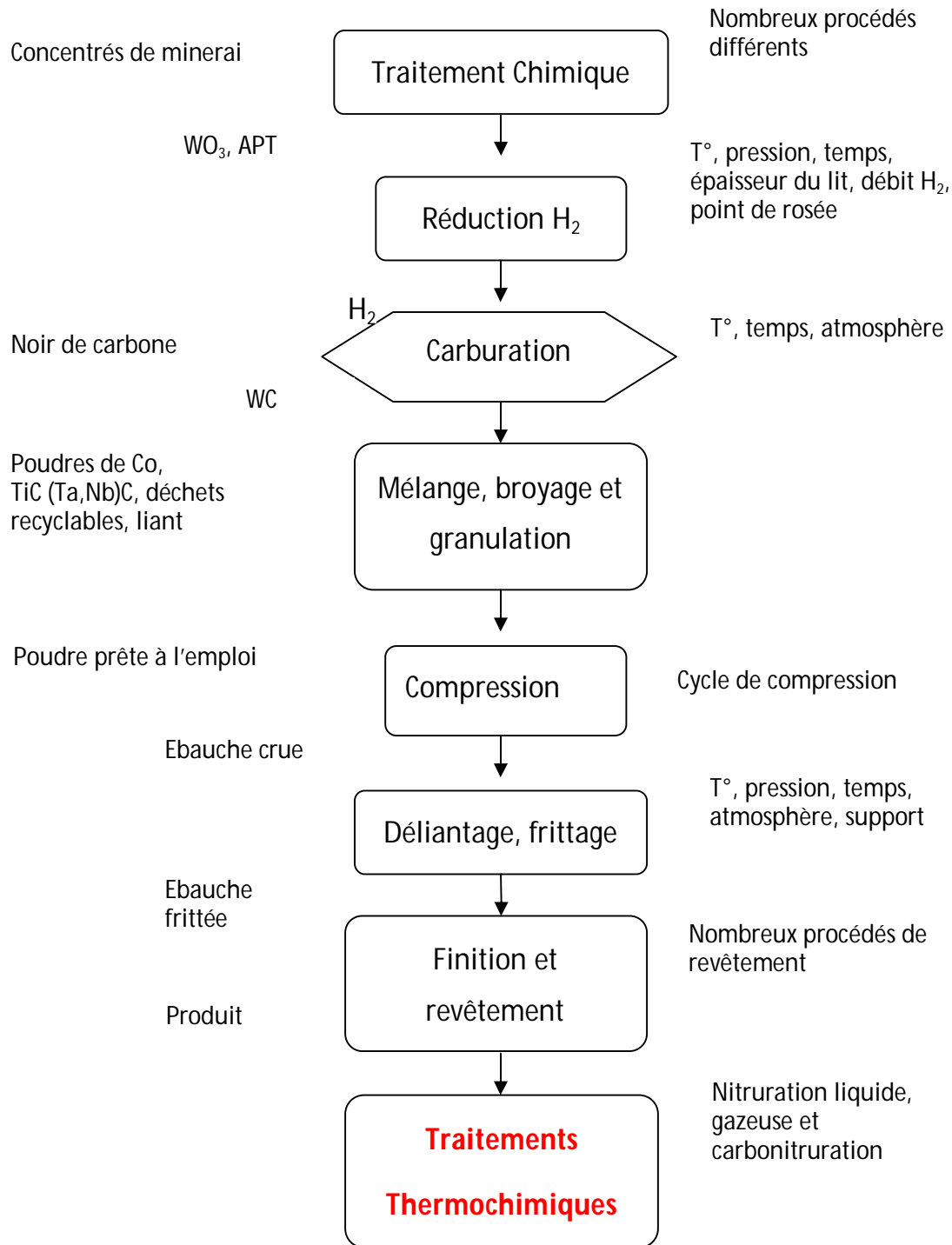


Fig. 4 : Procédés de fabrication des carbures cimentés (1)

### 1.2.3 Le liant cobalt

La poudre du liant cobalt est préparée industriellement par la réduction par l'hydrogène à  $600 \div 800^{\circ}\text{C}$  de l'oxyde de cobalt. La poudre, d'une taille de grain moyenne de  $1.5 \text{ à } 4 \mu\text{m}$ , est ~~co~~ irréguliers et agglomérés. Les ~~impuretés~~ impuretés majeures sont le nickel (400 à 6000ppm) qui ne nuit en rien à la qualité des carbures cémentés et l'oxygène (0.5 à 1%) qui disparaît dans l'étape de frittage de ces derniers (1).

### 1.2.4 Préparation des mélanges

Les poudres des divers constituants des carbures cémentés doivent être mélangées dans les proportions de la nuance désirée. La préparation du mélange est l'une des principales étapes de la fabrication. La qualité de la nuance à produire dépend largement du soin avec lequel le mélange est effectué. La méthode essentiellement utilisée pour mélanger les divers composants de façon uniforme et obtenir une taille moyenne de grains souhaitée est le broyage.

#### *a) Mélange mécanique par broyage*

Pour produire une nuance déterminée, on pèse les poudres de WC, Co et d'autres carbures (TiC, TaC...etc.) et de carbures recyclables. Un liant/lubrifiant, le plus souvent de la paraffine ou du polyéthylène glycol est ajouté pour faciliter les opérations intérieures de granulation et de mise en forme et pour protéger la poudre de l'oxydation. Les broyeurs sont soit à bille ou attritor ou les agents broyant sont en carbures cémentés, de sorte que leur usure n'est pas contaminante pour la charge.

La contamination de la charge par l'oxygène, qui croit avec la durée du broyage, est sans conséquence pour les nuances binaires, car elle n'y concerne que le cobalt et disparaît lors du début du frittage sous hydrogène.

La prise d'oxygène est un problème plus difficile pour les nuances ternaires (avec TiC) ou les cermets à base de TiC, en raison de la forte affinité du titane pour l'oxygène. Par frittage à haute température, une partie de l'oxygène liée au titane peut être réduite aux dépens du carbone de la charge, nécessitant donc un ajustement préalable de la teneur en carbone de celle-ci.

Au cours du broyage, la phase cobalt passe de la structure cubique à la structure hexagonale avec un accroissement de la densité de défauts du réseau. La répartition du cobalt s'affine avec la durée du broyage. Cependant, dans les nuances à haute teneur en cobalt, celui-ci a tendance à former des îlots qui emprisonnent les fractions fines des grains de WC (1).

Le broyage est un procédé permettant d'obtenir aisément une répartition uniforme du cobalt, notamment pour les nuances les plus classiques titrant de 6 à 10% en poids de cobalt.

### *b) Granulation des mélanges*

Comme elles sont constituées de poudres microniques, leur aptitude à l'écoulement est pratiquement nulle. Cette propriété étant essentielle au bon remplissage automatique des matrices de compression, les poudres sont essentiellement granulées par atomisation séchage (spray-drying) en atmosphère non oxydante en générale l'azote.

La suspension (poudres + liant + alcool ou acétone) issue du broyage est injectée, de bas en haut par une buse d'atomisation, dans une chambre de séchage au sommet de laquelle est injecté un tourbillon d'azote chaud ( $170 \div 210^{\circ}\text{C}$ ). Les gouttelettes de suspension sèchent instantanément et les granulés en résultant tombent au fond de la chambre (1).

### **1.2.5 Mise en forme (*consolidation*)**

La mise en forme a pour but d'obtenir, à partir des granulés, des pièces crues de forme, à dimensions et densité déterminées, cohérentes et manipulables. Elle permet aussi de rapprocher suffisamment les grains pour faciliter le frittage ultérieur.

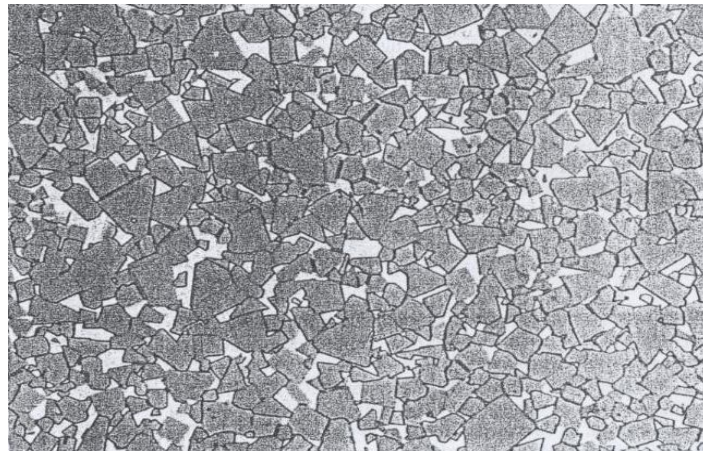
Pour les plaquettes de coupe la méthode de consolidation la plus appropriée est la compression en matrice. Afin de diminuer les risques de présence d'hétérogénéité de densité, on utilise la compression bilatérale et la lubrification de la poudre. Le lubrifiant, qui a été introduit lors de l'étape de broyage a pour but de diminuer le frottement des grains entre eux et sur la paroi de la matrice.

Une presse automatique équipée d'un robot manipulateur des pièces à crues à leur éjection de la matrice est équipée d'outils de compression de très haute précision, fabriqués en carbures cémentés. La pression utilisée est relativement basse (100 à 200 MPa) et conduit à une densité d'environ 50% de la densité théorique.

La poudre est comprimée de manière à obtenir une masse volumique la plus élevée possible autrement dit une porosité résiduelle la plus faible. La compression de la poudre est le plus souvent uniaxiale mais, comme cela conduit à une certaine limitation de forme, d'autres moyens sont parfois employés et notamment le pressage isostatique à froid et à chaud ainsi que l'extrusion.

Ces techniques utilisent des machines hydrauliques ou mécaniques. La résistance mécanique des pièces comprimées à froid est généralement inférieure à 10MPa.

La densification correspondant à une diminution de l'énergie interfaciale totale, les tensions interfaciales ont une grande importance dans les phénomènes de mouillabilité. Des problèmes peuvent également surgir de l'anisotropie de ces grandeurs, certains plans cristallographiques peuvent être moins énergétiques que d'autres, c'est d'ailleurs ce qui provoque la forme facettée des grains de carbures WC (3) (figure 5).



*Fig. 5 : Micrographie de carbure de tungstène (en gris) à 9% cobalt (en blanc) (x1500) (1)*

Pour les propriétés mécaniques élevées, on recherche dès cette opération une forte masse volumique, donc une porosité résiduelle assez faible. Les pièces mécaniques ont une porosité finale comprise entre 5 et 15%, et il arrive qu'après compression seule, elle atteigne 20%. Une bonne compressibilité ou tenue à vert est utile pour les manipulations entre les presses et les fours (1).

### **1.2.6 Moulage par injection**

L'intérêt du moulage par injection est de réaliser des pièces de forme très complexe de taille réduite et présentant des densités relatives élevées.

La poudre est mélangée à un liant polymère, qui lui confère des propriétés rhéologiques la rendant apte à être injectée. La pâte chargée est injectée dans un moule froid. Après démoulage, la pièce subit différentes opérations afin d'extraire la totalité du

liant. En fonction de la nature de celui-ci, ces traitements sont d'origine chimique ou thermique (1).

### 1.2.7 Déliantage

L'unique rôle du liant est de véhiculer la poudre dans le moule pendant la phase d'injection. Chaque particule de poudre est enveloppée par un film mince de liant. A la fin de l'injection, le liant se solidifie et maintient le réseau de poudre. Il est ensuite éliminé.

Le délantage est effectué en une seule étape avec le frittage. Il est effectué à basse pression et avec un programme température-temps qui assure une évaporation lente du liant afin d'éviter tout cloquage des pièces. On augmente ensuite la température jusqu'à la température de frittage, à laquelle certaines impuretés disparaissent sous forme de composés volatils (1).

## 1.3 FRITTAGE AVEC PHASE LIQUIDE

### 1.3.1 Définition

Le frittage permet de passer d'une poudre mise en forme à froid à un matériau consolidé. Il résulte d'un traitement thermique à une température où le produit est majoritairement solide, de sorte que la forme de la pièce à cru est peu modifiée. La consolidation du matériau découle de la formation de liquide aux joints de grains et de l'élimination de la porosité et des phases volatiles introduites lors de la mise en forme.

Dans le cas des carbures, il y a formation d'une nouvelle phase au cours du frittage, en plus des transferts atomiques. Au début du frittage se produit une désagglomération. Il s'ensuit une diminution de la taille de grain, traduite par un accroissement de la surface spécifique. On peut observer deux différentes étapes:

- Le frittage du cobalt vers 200°C se produit par diffusion entre grains de cobalt en contact ;
- À 600°C, la diffusion du carbone ou du carbure de tungstène dans le cobalt commence en formant la solution solide (figure 4). Plus les grains sont fins, plus le mélange est homogène et plus la formation de la solution solide sera facilitée, ce qui souligne le rôle primordial du broyage. En fait, le premier liquide qui apparaîtra résultera de la fusion de cette solution solide qui se forme avec un retrait appréciable (environ 10%) (3).

### 1.3.2 Principe et schéma général du frittage

Le frittage avec phase liquide intervient lorsque l'on mélange un constituant de base majoritaire avec un additif à bas point de fusion. Au-delà d'une certaine température, l'additif fond ou forme un liquide eutectique par réaction avec le constituant de base. Le liquide s'écoule alors dans les pores par capillarité, entraînant un réarrangement des grains (figure 6).

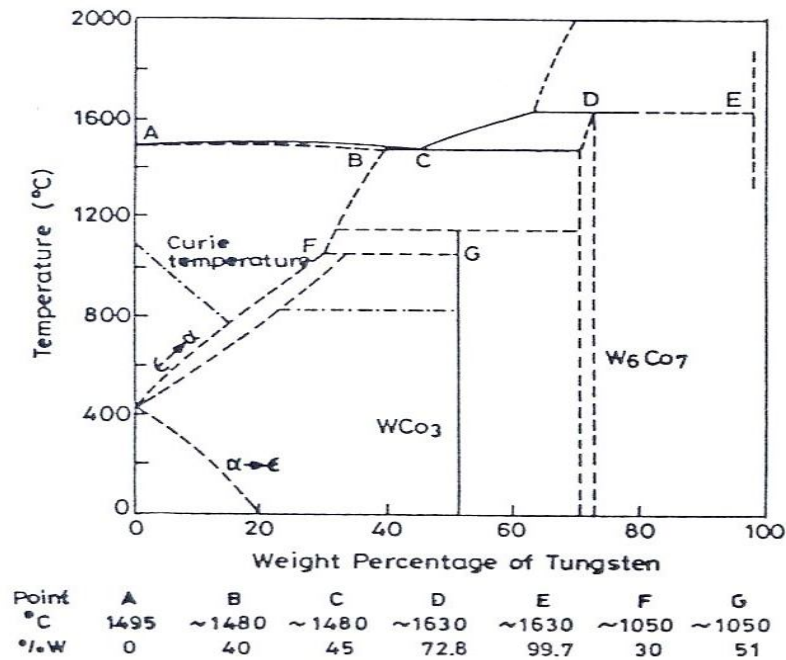
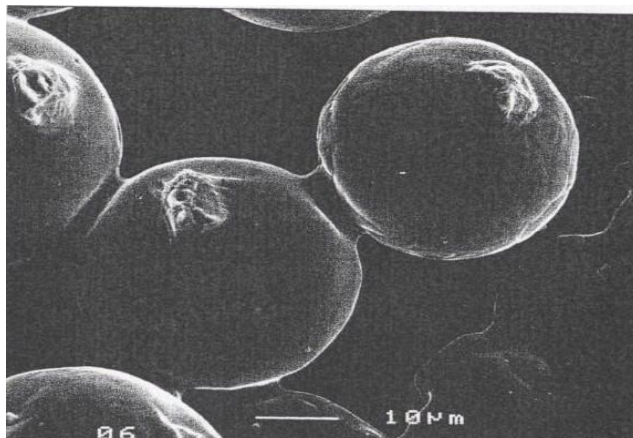


Fig. 6 : Diagramme d'équilibre W-Co (8)

A la fusion du liquide, les « gouttes » qui se forment constituent des ponts entre les grains (figure 7). Ces ponts créent des forces entre les particules qui peuvent être soit répulsives, soit attractives selon la quantité du liquide et la mouillabilité du solide par le liquide.



*Fig. 7 : Formation de cous (ou ponts) par frittage (MEB) (9)*

S'il y a attraction, les particules se rapprochent jusqu'à ce que la force capillaire soit convertie en contrainte de compression des particules. La distance entre particule décroît entraînant une densification par rapprochement ou réarrangement (figure 7).

S'il y a répulsion, c'est une contrainte de gonflement de l'échantillon qui est observée. Le frittage avec phase liquide n'est donc pas réussi avec la nature des composants choisis pour l'élaboration du matériau.

Une bonne mouillabilité du solide par le liquide est nécessaire pour atteindre rapidement un équilibre mécanique où les grains de la phase solide sont en contact, avec une répartition plus ou moins uniforme du liquide. La densification se poursuit alors par des mécanismes plus lents de dissolution-précipitation dans la phase liquide. La solubilité du solide dans le liquide joue alors un rôle primordial, plus elle est importante plus la densification est facilitée (3).

### **1.3.3 Formation du liquide et réarrangement**

La cinétique et l'évolution microstructurale lors du réarrangement est difficile à prévoir, car elle résulte de l'effet des forces capillaires exercées par un liquide en mouvement et l'écoulement du liquide est lui-même dépendant de la microstructure, et de la nature hétérogène du milieu poreux.

La formation et l'écoulement du liquide dans le milieu poreux est très rapide et le réarrangement qui en résulte est, généralement, terminé après quelques minutes. Le réarrangement est suivi d'un retrait provoqué par le déplacement des particules solides les unes sur les autres et par l'effondrement des ponts entre particules sous l'action des forces capillaires.

L'efficacité des mécanismes de dissolution-précipitation pour l'élimination de la porosité du matériau, va dépendre de la microstructure générée par le réarrangement (1) (3).

#### 1.3.4 Phénomène de dissolution-précipitation

A la fin de l'étape de réarrangement, on se trouve avec un empilement de grains en équilibre mécanique. Les forces capillaires exercées par le liquide ont pour effet de mettre le squelette solide en compression.

Les forces sur les contacts entraînent un aplanissement des grains par dissolution préférentielle aux contacts ou par diffusion aux joints de grains. Cet aplanissement des grains produit un retrait par rapprochement des centres, ou une densification par remplissage des pores.

Lorsque l'équilibre est atteint le système ne peut évoluer que par grossissement des grains, ce qui augmente le rayon du pore critique, les pores vont alors se remplir séquentiellement au fur et à mesure que les grains grossissent d'où l'importance de la densification à cru.

Jusqu'à ce que le liquide ait dissout assez de solide pour être saturé, un réarrangement massif des particules se produit, accentué par la dissolution des particules (en surface pour les plus grosses, complète pour les plus fines) et l'action lubrifiante du liquide (1) (3).

#### 1.3.5 Grossissement du grain

La concentration en soluté au voisinage d'une petite particule est plus grande qu'au voisinage d'une grosse, d'où le flux de diffusion dans le liquide qui entraîne la dissolution des petites particules au profit des plus grosses. Le mécanisme est la fusion de deux particules en une seule après la formation entre elles d'un joint de grain due à la bonne mouillabilité du solide par le liquide.

La coalescence des grains se fait par migration des joints. Elle se traduit par la formation de grains plus gros, l'élimination des pores résiduels par diffusion vers la surface, la croissance des grains par dissolution-précipitation et la croissance de la taille des pores.

Les mécanismes de dissolution-précipitation conduisent donc à une croissance de grains par dissolution des petits au profit des plus gros (1) (3).

### 1.3.6 Frittage des pièces en carbures de tungstène

Le frittage des carbures de tungstène est un frittage avec phase liquide. Comme on peut le voir sur la section isotherme du diagramme de phase W-C-Co présentée dans la figure 8, Il existe un domaine biphasé Co(W,C)-WC relativement large.

L'équilibre du carbone doit être assuré de sorte que la composition du produit fritté ne tombe pas hors des limites de ce domaine, sous peine de voir apparaître les phases  $\epsilon$  ( $M_6C$ ) ou graphitique, toutes deux préjudiciables aux propriétés mécaniques.

Le diagramme de phase montre que le cobalt liquide dissout une assez grande quantité de tungstène et de carbone et de ce fait, la phase liquide occupe un plus grand volume que la phase liante solide après frittage. Il y a également une solubilité considérable du WC au-dessous de la température du solidus.

Il y a un gradient de W dans la phase liante solide dont le centre a une composition correspondant à l'équilibre à environ 1000°C. La diffusion du tungstène étant trop lente au-dessous de cette température, et compte tenue de l'épaisseur de la phase liante, le WC ne peut continuer à précipiter (figure 8).

Lorsque la température atteint 1280°C qui est celle de l'eutectique WC-Co, le cobalt dissout environ 35% de carbure. Par les forces capillaires et la tension superficielle, le liquide tend à tasser le solide sur lui-même et élimine ainsi la porosité. De plus le carbure tend à faire grossir les grains les plus gros aux dépens des plus petits (coalescence). Le moteur du phénomène est la diminution de l'énergie interfaciale liquide-solide.

La porosité est rapidement éliminée par un frittage entre 1350 et 1500°C. Lors du refroidissement au-dessous de l'eutectique, le cobalt et le carbure étant très peu solubles l'un dans l'autre, les atomes composants le carbure précipitent sur les grains existants. Les pièces sont alors formées de grains de carbures noyés dans une matrice de cobalt presque pur. Le retrait linéaire est de l'ordre de 10%.

### 1.3.7 Évolution de la porosité

La porosité est un paramètre essentiel dans les matériaux frittés, définie comme le rapport du volume des pores au volume total et, par conséquent, égale à un moins la densité relative :

$$\varepsilon = 1 - \delta \quad (1)$$

La porosité diminue au cours du frittage avec phase liquide, même pendant la dernière étape de l'évolution microstructurale.

### 1.3.8 Atmosphère du frittage

L'atmosphère sert de protection contre l'influence de l'oxygène et la vapeur d'eau qui sont responsables de la formation d'un film superficiel d'oxyde sur les particules, film qui change complètement la mouillabilité du solide. La protection peut être obtenue par :

- Un gaz inerte purifié qui réduit la pression partielle d'oxygène et de la vapeur d'eau, empêchant ainsi l'oxydation, mais un tel gaz ne peut briser le film d'oxyde préexistant ;
- l'hydrogène qui réduit de nombreux film d'oxyde, améliorant et accélérant ainsi le frittage puisque la surface est propre ;
- le vide qui est une protection passive d'une part puisqu'il ne réduit pas le film d'oxyde, mais active d'autre part puisqu'il favorise l'évaporation du film et des gaz adsorbés, ainsi que les gaz remplissant les pores provoquant ainsi une accélération du frittage (3).

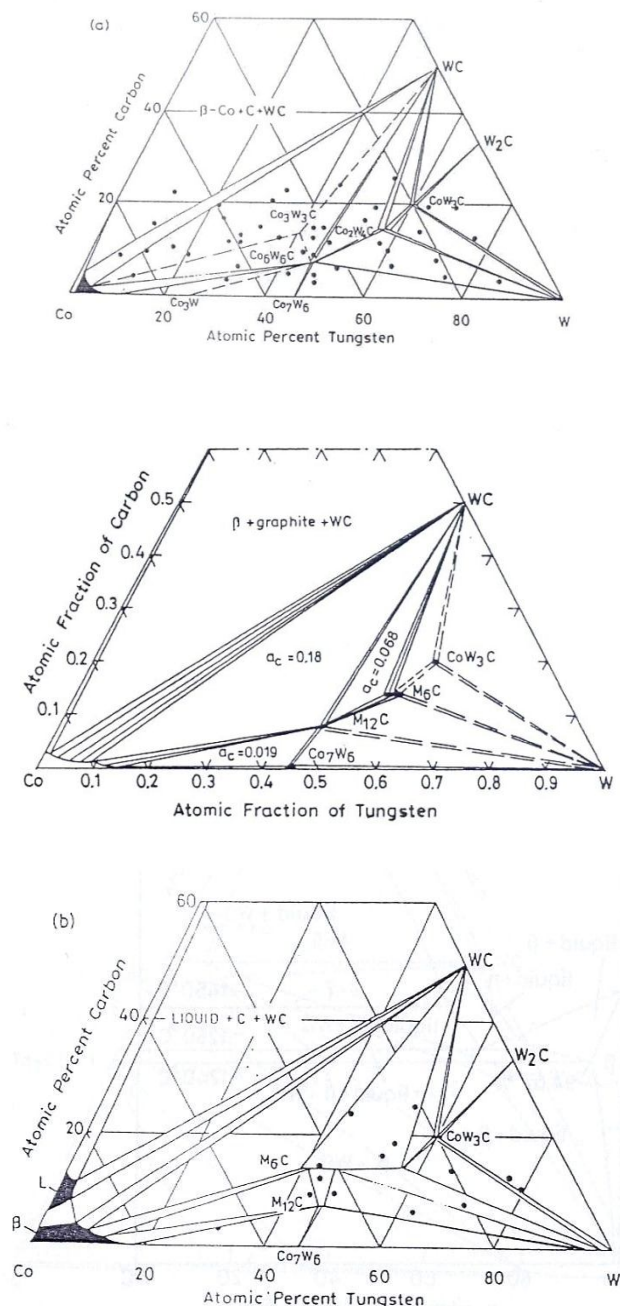
## 1.4 FINITION ET REVÊTEMENT

Les produits en carbures cémentés sont soumis, avant utilisation, à des opérations de rectifications, polissage, mouchage d'arêtes, etc. Il faut toutefois souligner que les performances d'un outil dépendent fortement du champ de contraintes résiduelles engendré par l'usinage.

Depuis 1969, le carbure cémenté revêtu a fait son apparition dans l'industrie. Il existe un grand nombre de nuances revêtues conçues pour donner une performance optimale dans un domaine d'application donné. Ces revêtements à base de composés réfractaires plus durs que les substrats sont essentiellement : TiN, TiC, Ti(C,N), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiB<sub>2</sub> et dernièrement TiAlN, voire même de diamant ou de nitrure de bore cubique (10).

Ces revêtements sont déposés en monocouche ou en stratifiés d'une épaisseur de 3 à 15µm par dépôt physique (PVD) ou chimique (CVD) en phase vapeur. Ils possèdent des propriétés intéressantes telle qu'une microdureté élevée (2000 à 3000H<sub>v</sub>), qui leur permet de résister plus longtemps à l'usure par abrasion, un faible coefficient de frottement qui retarde l'usure par cratérisation et peuvent constituer aussi une barrière de diffusion et/ou thermique entre l'outil et le métal usiné (11).

Les inconvénients de ce procédé sont la décarburation superficielle du substrat et la formation de contraintes de tension et de fissures, dues à l'inadéquation des coefficients de dilatation thermique du substrat et du revêtement, ainsi que la faible adhérence, qui ont pu être surmontés en créant à la surface du substrat un enrichissement en cobalt (12) (13).



## 1.5 TRAITEMENTS ET RECYCLAGE DES DÉCHETS DE CARBURES CÉMENTÉS

Il est possible d'injecter les déchets de carbures cimentés dans le circuit de traitement chimique des minerais. Les déchets sont normalement nettoyés et triés, puis régénérés par trois méthodes à des coûts toujours nettement inférieurs à celui de la régénération chimique.

La méthode la plus communément utilisée est le « procédé au zinc ». Les déchets sont dégraissés et débarrassés des revêtements ou traces de brasage éventuel. Ils sont ensuite traités par le zinc liquide qui réagit avec le cobalt qui libère les carbures pour former un composé intermétallique ( $\text{CoZn}_{13}$ ) avec un fort accroissement concomitant de volume, entraînant la désintégration des déchets jusqu'à l'état de poudre.

Après distillation du zinc (à 900°C, sous vide), la poudre obtenue est directement recyclable. A l'heure actuelle, environ 60% des déchets récupérés sont recyclés par ce procédé (14).

Le recyclage n'a aucun effet purificateur, d'où la recherche de déchets « purs » sans risque de contamination. En outre, la composition et la granulométrie des poudres obtenues ne correspondent pas nécessairement à celles requises par la production.

La perte de carbone étant inévitable, il est nécessaire de réajuster en carbone la charge contenant la poudre de recyclage. Il est également difficile d'ajuster la granulométrie des poudres de recyclage à celle désirée par la production, d'où la nécessité de la réajuster par des additions de poudre de WC « vierge », avec en conséquence, un élargissement de la répartition granulométrique (10).

## 1.6 TENDANCES ACTUELLES DES CARBURES CÉMENTÉS

Les nouvelles contraintes d'usinage (micro-usinage, usinage de nouveaux alliages) ont conduit à de nouveaux matériaux (d'outils) adaptables pour chaque application. La tendance actuelle est à la production des nuances WC-Co à structure nanométrique, qui présentent une plus grande dureté à ténacité identique (donc à teneur en Co identique) par rapport aux nuances microniques d'où une résistance à l'usure deux à six fois plus élevée.

Le progrès le plus marquant ces trente dernières années est sans doute le revêtement en métal dur. Les développements ont été très rapides ces dernières années et l'on estime actuellement à 80% la proportion des plaquettes de coupe revêtues.

Des nouveaux revêtements sont apparus récemment tels que des revêtements « diamant », des revêtements nano-structurés en TiAlN ou autres composants, des substrats à gradient de composition, des inserts diamants, des inserts en nitrure de bore cubique, et même des combinaisons de différents revêtements (CVD, PVD, et PECVD).

A noter aussi un nouveau développement, des substrats à gradient (enrichissement ou appauvrissement en cobalt, des zones proches de la surface) qui confère au matériau de nouvelles propriétés mécaniques en surface tout en conservant les caractéristiques du massif.

Une attention particulière a été portée à la granulométrie des carbures de tungstène en utilisant des particules micro-grains. La difficulté principale de leur utilisation réside dans deux points principaux : leur compression et leur frittage du fait de leur forte tendance à l'oxydation.

De nouvelles recherches dans le domaine des liants 5Fe-Ni sont entreprises dans différents laboratoires. Des nouvelles techniques de frittage comme SPS (Spark Plasma Sintering), de finition des pièces frittées (traitement des arêtes, rectification, polissage...) ont commencé à apparaître et qui peuvent apporter des améliorations sensibles quant à la qualité des produits.

# CHAPITRE 2

## ANALYSE DES TRAVAUX SUR LES CARBURES CÉMENTÉS

---

### 2.1 INTRODUCTION

Les carbures cémentés doivent la diversité de leur structure aux différents procédés de fabrication, aux paramètres du frittage, à la composition chimique, au spectre granulométrique des poudres de départ ainsi qu'aux traitements finaux de conditionnement tels que la finition, les revêtements, etc.

La recherche bibliographique sur les carbures cémentés a montré de nombreux travaux portant sur l'étude de la structure des cermets en général, et l'influence des différents paramètres sur la microstructure et la formation des différentes phases. Des études comparatives entre des carbures conventionnels et nanocristallin ont été faites, vue les tendances actuelles à utiliser des poudres nanométriques.

Il résulte de ces travaux que les améliorations des propriétés mécaniques des carbures cémentés sont principalement liées à la finesse et à la régularité des microstructures susceptibles d'être obtenues par la spécificité de l'élaboration et des paramètres du frittage.

## 2.2 INFLUENCE DU CARBONE SUR LA MICROSTRUCTURE

Le contrôle de la teneur en carbone dans le mélange initial a été étudié, pour permettre d'orienter la réaction de carburation du tungstène durant le frittage (7). Ce présent travail se propose d'explorer le frittage réactionnel d'un mélange pulvérulent W-C-Co riche en W. Un déficit de carbone consommé, en partie, par la réduction des films d'oxydes superficiels des poudres métalliques, et par la réaction avec l'oxygène adsorbé par l'installation, mène au mélange WC + W<sub>2</sub>C et à la formation du carbure mixte Co<sub>x</sub>W<sub>y</sub>C<sub>z</sub>. Ce carbure est le résultat de la réaction du cobalt avec l'hémicarbure W<sub>2</sub>C. Ce dernier se transforme en monocarbure de tungstène WC lorsqu'il est saturé en carbone (il est donc impératif que la teneur en carbone atteigne ou dépasse les 7% en masse).

Pour le frittage des mélanges W-C-Co, la formation des carbures mixtes peut constituer un inconvénient car ils consomment le cobalt destiné au départ à la densification des particules du monocarbure WC. En outre, la présence de carbure mixte enrichi par le cobalt, provoque un appauvrissement en cobalt dans les zones avoisinantes, ce qui engendre un accroissement de la porosité.

Ce qui permet de dire que la quantité de carbone dans le mélange de poudre de départ a une grande importance dans la composition finale du carbure. Un excès de carbone, dans les cermets, s'identifie par des taches libres de carbone bien mis en évidence dans la microstructure (15).

## 2.3 INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE

L'influence de la température sur la microstructure des cermets WC-Co a été étudiée par différents chercheurs (16) (17) afin de montrer son influence sur la microstructure et par conséquent sur les propriétés mécaniques des cermets.

Les études de la dureté de WC-6Co à différentes tailles de grain, dans l'intervalle de température entre -196 et 20°C, a confirmé que la dureté diminue avec l'augmentation de la température et que le taux d'adoucissement est élevé entre -196 et 20°C, diminue entre 20 et 600°C, et augmente à nouveau au-dessus de 600°C (17).

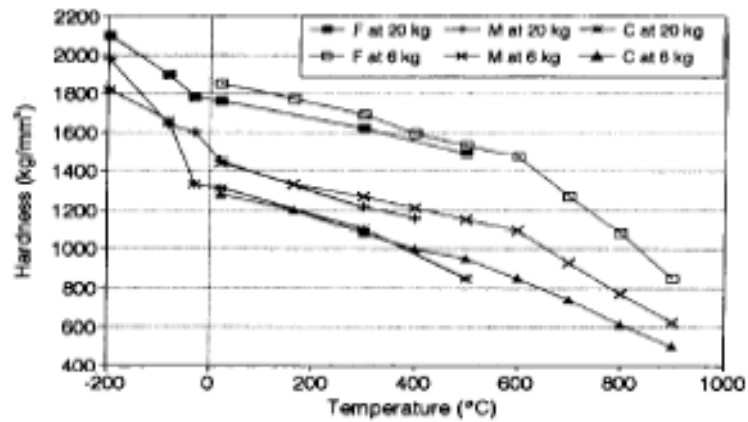


Fig. 9 : Évolution de la microdureté en fonction de la température

Ce travail a montré que le taux d'adoucissement était plus élevé en structure grossière que celle fine dans l'intervalle de température étudié. L'adoucissement de ces carbures est dû au glissement rapide à travers le joint de grain.

Pour expliquer l'intervalle de dureté en température de WC-Co, Lee & Gurland ont montré qu'à toutes les températures, la dureté de WC-Co augmente avec la diminution de la taille du grain suivant la relation de type Hall-Petch (16) (17) (18) (19).

Ils proposent donc qu'au-dessus de 600°C, la diminution de la dureté de WC-Co est due principalement à la diminution de la valeur du premier terme de l'équation de type Hall-Petch (16).

$$H = H_0 + K_y d \quad (2)$$

Où :

H est la dureté de l'alliage ;

d est la taille de grain de WC ;

et sont fonction des propriétés des phases individuelles, de la composition et des paramètres microstructuraux de l'alliage.

La diminution monotone de avec l'augmentation de la température reflète la diminution de la dureté de WC et le liant avec l'augmentation de la température.

Le comportement de  $H_{10}$  reflète l'effet de la température sur la résistance au transfert à travers le joint de grain. La valeur constante de  $K_{10}$  entre 20 et 600°C explique le bas taux d'adoucissement de WC-Co dans cet intervalle de température.

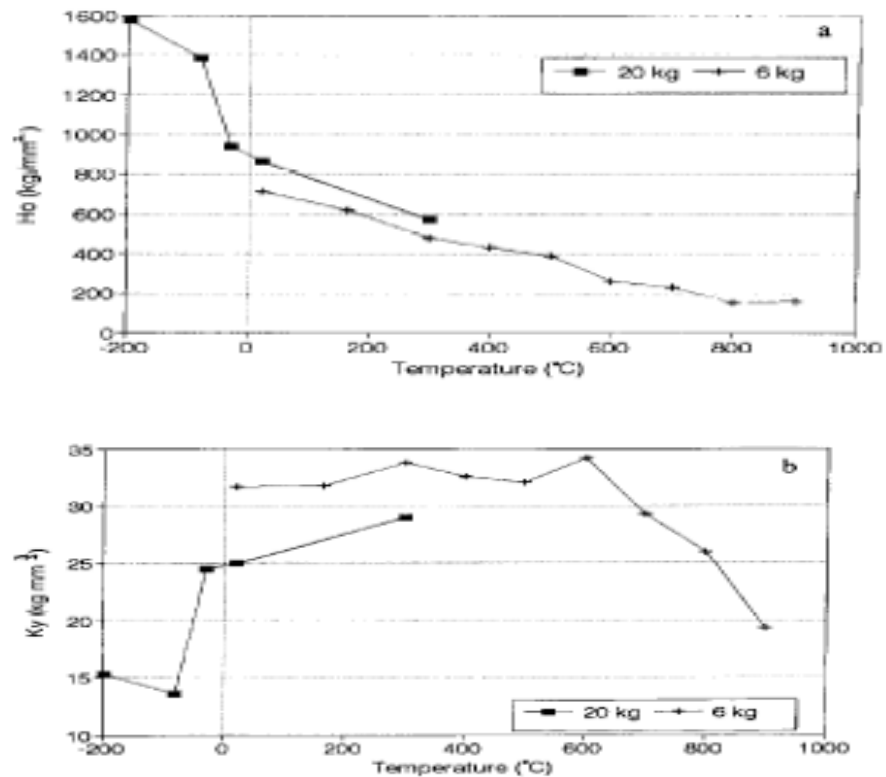


Fig. 10 : Variation des paramètres  $H_{10}$  et  $K_{10}$  en fonction de la température

Cette étude a montré que les carbures à grains fins et à teneur faible en cobalt préservent leur dureté à haute température aussi bien que les autres carbures, c'est l'avantage d'utiliser des matériaux à grains fins qui augmentent leur dureté avec l'augmentation de la température.

## 2.4 INFLUENCE DE LA TAILLE DU GRAIN

Dans les présents travaux (2) (19) (20), l'influence de la taille du grain de WC et TiC sur la microstructure et les propriétés mécaniques du carbure cimenté WC-TiC-10Co a été mise à jour. Les cermets fabriqués à partir de poudre ultrafine ont une dureté et une résistance plus élevées que ceux fabriqués à partir de poudres conventionnelles.

Le grain de WC étant comparable à celui de TiC, une partie de WC est substituée par TiC pour donner (W,Ti)C dans la microstructure de WC-TiC-10Co (figure 11).

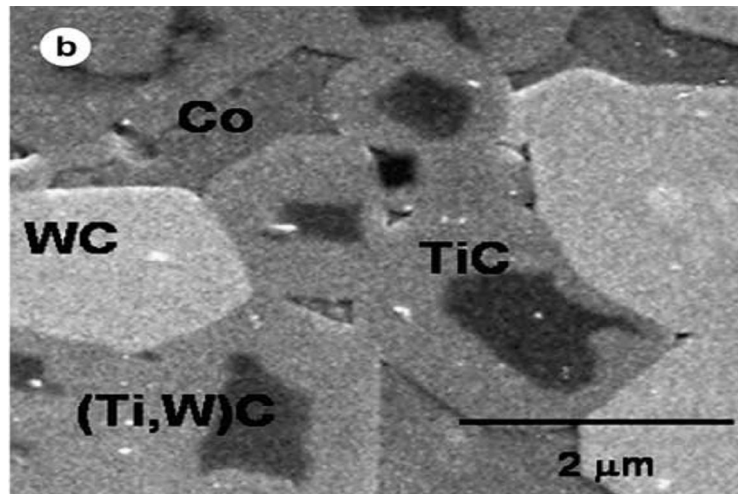


Fig. 11 : Microstructure du cermet (W,Ti)C-TiC-Co (18)

La dureté de WC-TiC-10Co augmente en diminuant la taille de grain de WC suivant des équations type Hall-Petch (18) :

$$H_{WC-TiC-10Co} = H_0^A + K^A (V_{WC} d_{WC} + V_{TiC} d_{TiC})^{-1} \quad (3)$$

Où :

$H_{WC-TiC}$  : est la dureté de WC-TiC-10%Co ;

$V_{WC}$  , sont les fractions volumiques de WC et TiC/(Ti,W)C ;

$d_{WC}$  : sont les tailles moyenne du grain de WC et TiC/(Ti,W)C ;

$H_0^A$  e: sont fonction de la teneur en TiC.

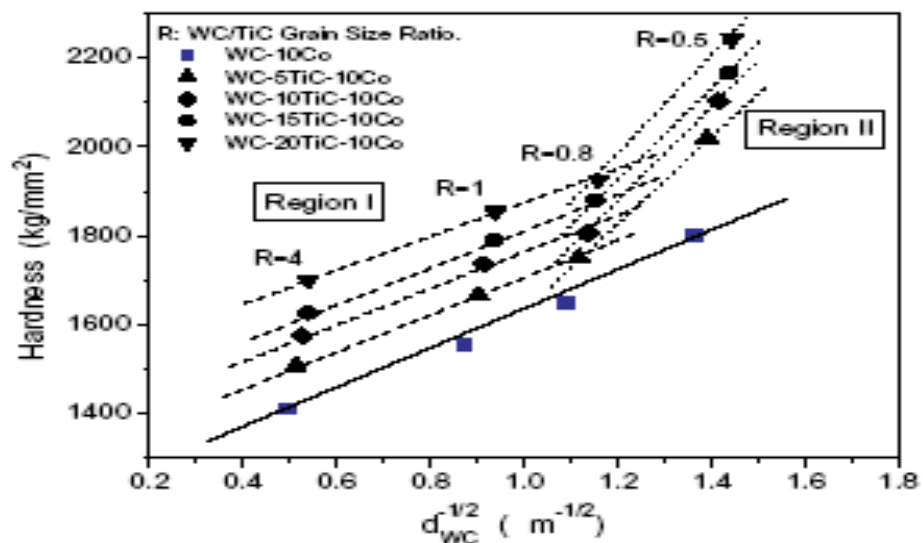


Fig. 12 : Variation de la dureté en fonction de la taille moyenne du grain de WC

La taille et la distribution du grain de WC peuvent être contrôlées par l'addition des inhibiteurs de croissance du grain. Ces inhibiteurs sont généralement des carbures de métaux de transition tels que VC, TaC.etc.

## 2.5 MICROSTRUCTURE DES CARBURES CÉMENTÉS WC-TiC-Co

La microstructure des carbures cémentés WC-TiC-Co dépend sensiblement de la teneur de TiC et du rapport de la taille des grains WC/TiC. Il existe quatre différentes phases incluant WC, TiC, (W,Ti)C et le liant Co. La substitution de WC avec TiC privilégie la formation de la phase (W,Ti)C sur la surface de la phase TiC à travers la solution solide entre TiC et WC (18).

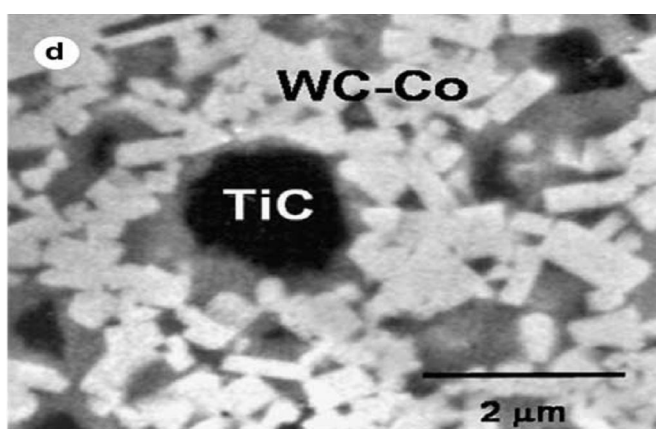


Fig. 13 : Microstructure du carbure cémenté WC-20TiC-10Co (18)

Au cours du frittage, il y a réaction avec les grains de TiC pour former à la surface de (W,Ti)C une bordure de TiC. Il en résulte un meilleur mouillage de la phase dure par le liant cobalt. Le pouvoir du liant cobalt à mouiller le carbure est sensible à la structure atomique à l'interface (21).

Quand la taille du grain de WC est aussi fine que celle de TiC, les phases grossières de TiC et (W,Ti)C sont distribuées en renforcement dans la matrice fine de WC-Co. C'est la raison de la dureté élevée de la microstructure de WC-TiC-Co.

La taille de grain de WC diminue légèrement, quand la taille du noyau-bord de TiC/(W,Ti)C augmente avec l'augmentation de la teneur en TiC (18).

La dureté augmente avec l'augmentation de la teneur en TiC parce que la dureté de la phase noyau-bord est plus élevée que celle de la phase WC.

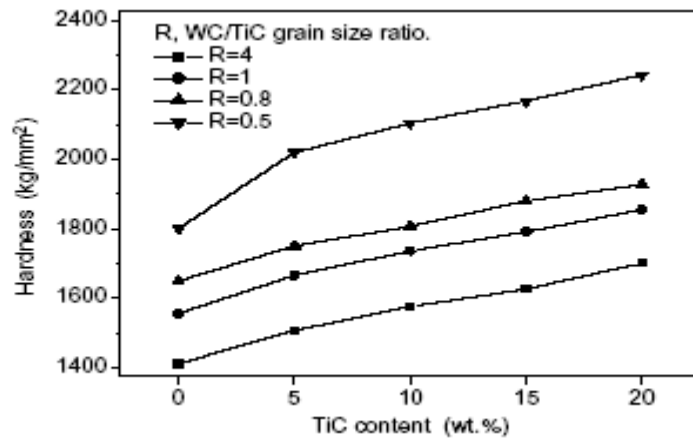


Fig. 14 : Évolution de la dureté de WC-TiC-10Co en fonction de la teneur en TiC

## 2.6 INFLUENCE DES CARBURES VC ET TAC

Les propriétés mécaniques de WC-Co et la dureté dépendent de la composition chimique, de la microstructure et de la pureté chimique des carbures. En général, la diminution des particules de WC augmente les propriétés mécaniques telles que la dureté et la résistance à l'usure (19).

Au cours du frittage, les particules des carbures initialement rondes tendent à devenir facettées à la fin du frittage tel qu'il est montré sur la figure 15, avec un ordre de grandeur élevée variant de 0.1 à 2 $\mu$ m. Cependant les particules nanophasiques de WC-Co grossissent rapidement pendant le frittage en phase liquide cela est due à la surface spécifique élevée entre les particules de carbure et le liquide cobalt (20).

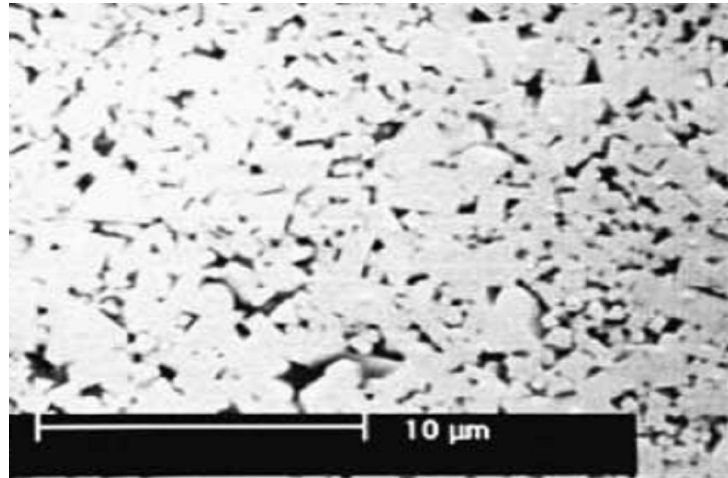


Fig. 15 : Microstructure type de WC-Co (18)

Pour diminuer le grossissement rapide des particules de WC, les carbures VC et TaC sont utilisés comme inhibiteurs de croissance de grain (22). Une microstructure fine est obtenue si les inhibiteurs de croissance du grain atteignent une concentration de saturation dans la phase liquide cobalt. Cette phase liquide réduit la solubilité de WC et réduit le taux de croissance des grains. Les inhibiteurs de croissance des grains peuvent changer l'énergie interfaciale avec l'étape interfaciale de dissolution-précipitation (20).

Le carbure de vanadium VC est le plus effectif inhibiteur de croissance de grain, l'échantillon à 0.7% VC montre une valeur élevée de la dureté allant jusqu'à 1950kgf/mm<sup>2</sup>.

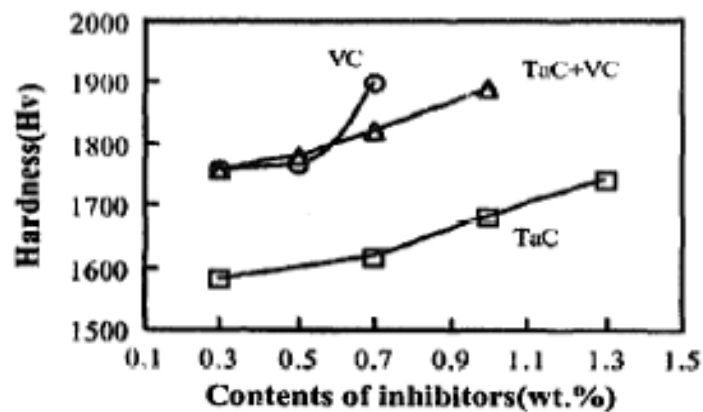


Fig. 16 : Évolution de la dureté en fonction de la teneur en inhibiteurs

L'effet des éléments d'alliage sur le métal dur pendant le frittage est rapporté sur le tableau 1.

Effet	Éléments
-------	----------

<i>Inhibiteurs de croissance de grain</i>	Ni, Si, B, Sn, Al, As, Sb, Bi, Na, K, S, Ca, Ti, V, Nb, Ta, Cr, Mo, Fe, Li, U
<i>Accélérateurs de croissance de grain</i>	Ni, Si, B, Sn, Al, As, Sb, Bi, Mg, P, Zn, Ba, terre rare
<i>Sans effet</i>	Ni, Si, B, Na, K, S, Ca, Ti, Mg, P, Cu, Zr, Hf
<i>Formation de pore</i>	Si, Al, Ca, Ti, Mg, Fe, N, O

Tableau 1 : Effet des traces d'éléments dans le métal dur pendant le frittage (10)

## 2.7 MICROSTRUCTURE ET PROPRIÉTÉS DE Ti(C, N)

Le composé Ti(C,N) a été introduit dans la fabrication des outils de coupe sous forme de poudres nanométriques à cause de sa dureté élevée, bonne résistance à l'usure et sa stabilité à haute température. Il améliore les propriétés mécaniques et son bas prix comparé aux carbures microniques WC-Co, a fait qu'il a été utilisé pour remplacer quelques outils là où les carbures cimentés ont été jusque là dominants (23).

Nombreux chercheurs se sont intéressés à l'étude de la structure du Ti(C,N) et ont étudié l'influence de ces cermets ultrafins sur la microstructure et les propriétés mécaniques des cermets (2).

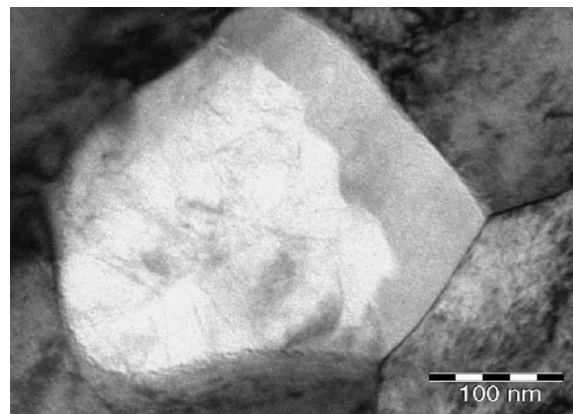
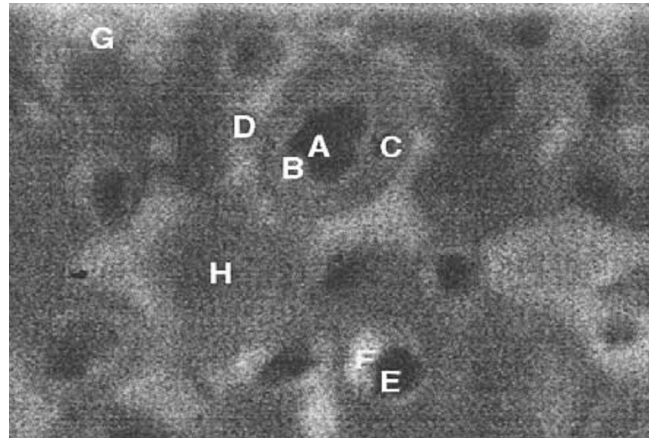


Fig. 17 : Structure en anneau dans la solution solide (Ti,Mo,Ta,W)(C,N)

Le composé Ti(C,N) a une microstructure en noyau-bord. La combinaison de poudre à différente taille de particule et mode de fabrication confère différente microstructure de la phase noyau-bord-liant. Cette microstructure est le résultat des éléments d'alliage distribués de part et d'autre dans la particule de Ti(C,N) pendant le processus de diffusion (23).

Les noyaux dissolvent partiellement les particules brutes de Ti(C,N) sur quoi la structure du bord augmente avec le processus de dissolution-précipitation. Généralement le bord est une solution solide type (W,Ti) (C,N). Il est constitué de deux couches, le bord intérieur et le bord extérieur de différente composition chacun (figure 17).

Les noyaux sont noirs et ont une taille moyenne de 0.3 $\mu$ m, les bords internes et externes apparaissent avec une variation de degré du gris (figure 18).



*Fig. 18 : Microstructure de Ti(C,N) ultrafin (2)*

Il y a un changement graduel dans la structure du noyau-bord en variant la teneur de WC. L'épaisseur du bord interne augmente avec l'augmentation de la teneur en WC et le contraste entre le liant et le bord disparaît quand la teneur en WC dépasse 50% ce qui indique que le liant contient une quantité maximale de tungstène.

Quand la teneur en WC atteint 60%, les précipités insolubles de WC commencent à apparaître dans la microstructure. De petites phases blanches ont été identifiées par Rayons X comme des précipités de WC. Le prolongement du frittage ne permet que la croissance de ces phases sans affecter la dimension du noyau de Ti(C,N) (2).

Sans égard à leurs tailles, les particules des carbures instables se dissolvent préférentiellement et précipitent autour des carbures stables quand les deux carbures existent dans le système pendant le frittage en phase liquide (23).

Il existe un type de précipitation fine inconnue dans la phase liante avec une taille de grain d'une dizaine de nanomètre (figure 19). En variant les angles de diffraction, et le contraste d'image, il y a une cohérente relation entre les particules de la phase précipitée et la matrice de la phase liante. Les particules fines de la phase précipitée améliorent la résistance de la matrice (2).

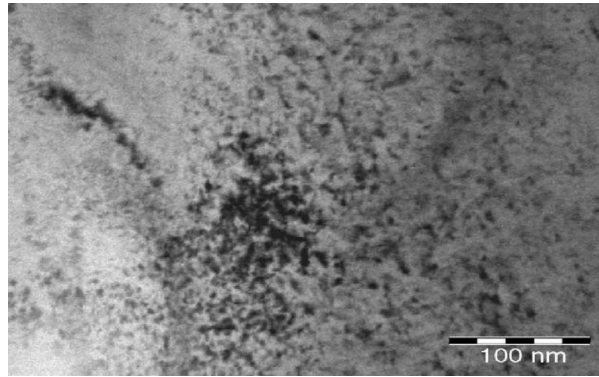


Fig. 19 : Phase précipitée dans la phase liante

## 2.8 RÉSISTANCE À L'OXYDATION

L'oxydation du métal dur WC-TiC-Co ainsi que le comportement à l'usure du composite WC-8TiC-8Co/CuZnNi revêtu a été étudié, on en déduit que l'oxydation du métal dur WC-Co n'est pas sérieuse quand la température d'oxydation est inférieure à 700°C. Mais quand la température dépasse 700°C, le taux d'oxydation augmente remarquablement. Avec l'augmentation de la température et le temps d'exposition, le gain de masse du métal dur augmente sensiblement (24).

Le gain de masse du carbure cémenté WC-8TiC-8Co est moins élevé que celui de WC-8Co, ce qui indique que WC-8TiC-8Co a une résistance à la corrosion élevée par rapport à WC-8Co. L'effet de la température sur le degré d'oxydation peut être observé par la couleur des échantillons.

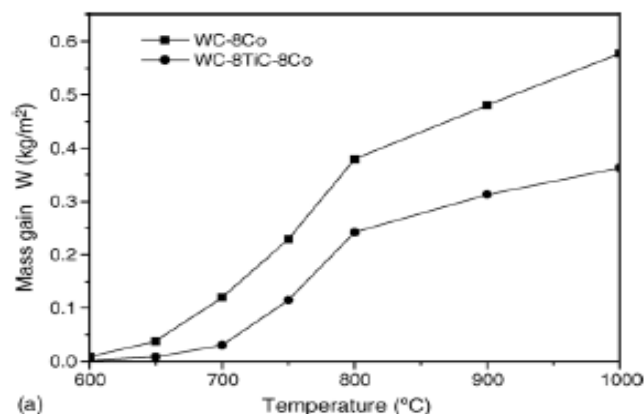


Fig. 20 : Gain de masse du métal dur en fonction de la température (temps d'exposition 2h)

Avec l'augmentation de la température, le métal dur devient bleu et les couches d'oxydation sont dans le bleu clair. Ces colorations indiquent la présence des phases d'oxydations telles que  $TiO_2$ ,  $WO_3$  et  $CoWO_4$ . Ces phases d'oxydation détruisent la cohérence de la phase carbure et diminuent la dureté du métal dur.

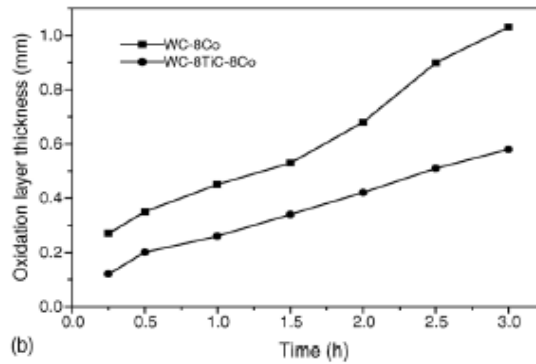


Fig. 21 : Épaisseur de la couche d'oxydation en fonction du temps à 800 °C

## 2.9 LES REVÊTEMENTS

Les conditions de travail des outils de forage sont très compliquées et très différentes. Ils souffrent à la fois des effets d'usure, de l'oxydation et l'impact de la charge pendant le forage ou l'extraction. La durée de vie des outils en carbures est donc influencée par les changements de propriétés acquises au cours de leur exploitation. Le choix des nuances de carbures pour une opération particulière doit entraîner la considération de l'environnement où l'outil est mis en service (25).

Dans le but d'améliorer la durée de vie des outils, des renforcements en composite à résistance à l'usure élevée sur la surface des arêtes des outils ont été effectués ou des revêtements qui permettent de déposer des couches protectrices de ces matériaux sur des substrats en acier par exemple (11).

Dans cette étude, la méthode de projection thermique appelée *high velocity oxy-fuel* (HVOF) a été utilisée pour revêtir des plaquettes d'acier 13-4 d'une couche de WC-Co d'environ 300µm (12) (13).

Une comparaison a été faite des performances de revêtements réalisés dans des conditions différentes (12) (13). Les résultats montrent qu'il y a une dissolution du carbure de tungstène WC dans la phase liante pendant la projection thermique et une perte de carbone, lors de l'opération de revêtement, qui se traduit par l'apparition du sous-carbure  $W_2C$ , qui réagit à son tour avec le cobalt pour former des carbures composés  $Co_xW_yC_z$  (12). Le carbone réagit avec l'oxygène injecté dans la flamme du procédé HVOF.

Cette réaction se produit à la surface des grains, le carbone qui diffuse de l'intérieur vers l'extérieur, provoque une perte de carbone à la périphérie des carbures WC non

dissous, conduisant ainsi à l'apparition de sous-carbures  $W_2C$  en épitaxie par rapport à WC. Ceci atteste qu'une diffusion en phase solide a eu lieu.

Dans les zones où les carbures sont dissous, la diffusion du carbone vers l'extérieur du grain a lieu en phase liquide. La concentration en tungstène atomique dans la phase liante est supérieure à celle du carbone.

En conséquence, le revêtement n'est pas un cermet idéal composé de particules de WC lié à la matrice du métal de base, mais il contient plusieurs microstructures complexes qui dépendent de la température et du procédé de dépôt de ces revêtements (26).

## 2.10 TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES

La recherche bibliographique n'a révélé aucune référence aux traitements thermochimiques subits aux carbures cémentés, ce qui prouve l'actualité du sujet traité dans ce mémoire. La nitruration par plasma ionique a été étudiée pour l'acier fritté Fe-Cr-Mo. Les paramètres de la nitruration ont été optimisés et il a été déduit que la température de 500°C donne le meilleur compromis entre la dureté (qui augmente avec la température) et la décarburation (qui diminue avec la température) (27).

Les propriétés tribologiques dépendent de plusieurs paramètres liés aux modifications de la structure (amorphisation, présence de phases dispersées...), de la mouillabilité, des processus de passivation des couches superficielles (nature, cinétique de formation des films réactionnels).

L'implantation d'azote agit particulièrement sur la tenue à l'usure, tandis que les éléments tels que le titane et le carbone libre influent sur le coefficient de frottement des aciers (11).

## 2.11 DÉGRADATION D'UN OUTIL DE COUPE EN CARBURE AU CONTACT D'UN ACIER EN COURS DE L'USINAGE

L'étude faite sur le mécanisme d'usure des outils de coupe WC-Co et sur l'élévation de la température au niveau du contact outil-matière à usiner, a montré l'influence de la solubilité des éléments les uns dans les autres à l'état solide, et par conséquent la diffusion. L'usure se manifeste, à la température de service, par des microsoudages outil-copeau puis par l'apparition de cratères.

La dégradation de l'outil au contact de l'acier à usiner se fait par la migration du cobalt vers le copeau, changeant ainsi le potentiel chimique du carbone dans l'austénite, et vient se localiser à l'interface pour former un nouveau carbure dispersé  $(Fe_xCo_yW_z)C$ , aux dépens des carbures initiaux WC (28). Il y a donc une modification importante des phases présentes, qui s'accompagne d'une décohésion des grains de carbures les plus superficiels, formant ainsi les débris d'usure (figure 22).

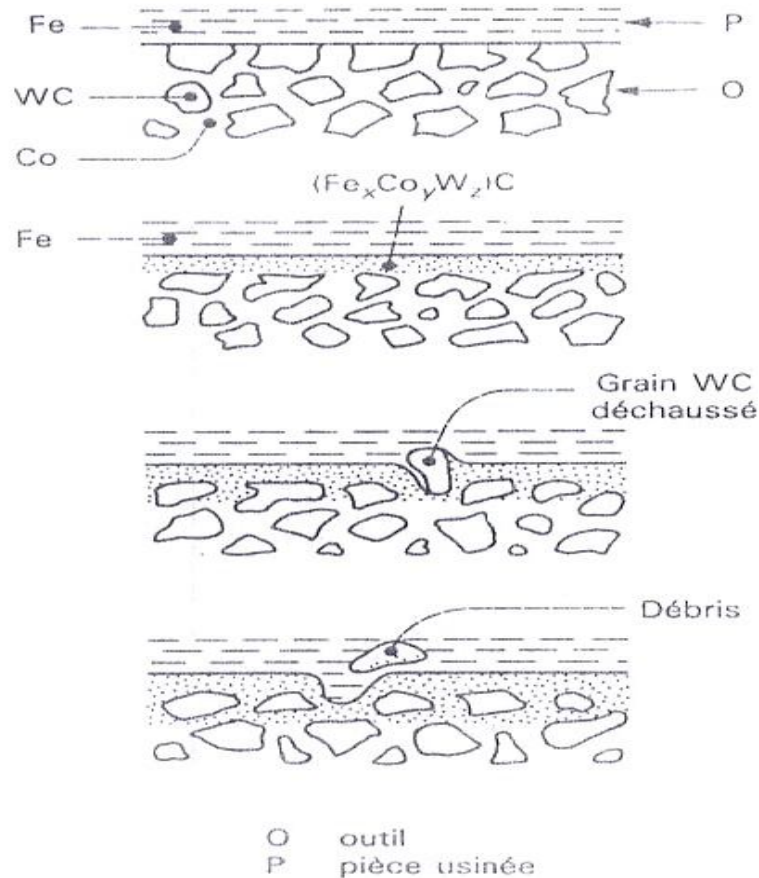


Fig. 22 : Stades de diffusion entre l'outil en carbure et l'acier à usiner

La courbe de la microdureté Vickers indique, par l'élévation de dureté à une distance de 2 à 2,5 $\mu$ m du côté du fer, la formation du carbure complexe  $(Fe_xCo_yW_z)C$ , plus dur que WC-Co.

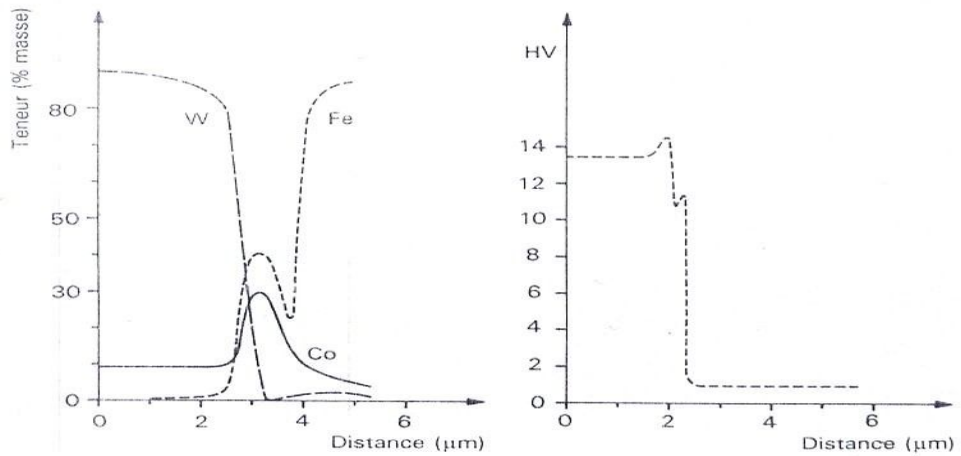


Fig. 23 : Courbes concentration-pénétration et de la dureté correspondante

## CHAPITRE 3

### PARTIE EXPÉRIMENTALE

---

#### 3.1 TRAITEMENTS DE DURCISSEMENT ET MISE EN PRÉCONTRAİNTE

##### 3.1.1 Principe

Le principe général des traitements de durcissement est l'accroissement de la dureté superficielle sur des profondeurs variant de moins de 10µm à plusieurs dizaines de mm et la création de contraintes résiduelles de compression. Les applications sont essentiellement destinées à l'amélioration du comportement en frottement des pièces.

L'effet de durcissement et la création de contraintes résiduelles de compression permettent de réaliser un bon compromis entre les caractéristiques tribologiques (résistance à l'usure) et mécanique (tenue à la fatigue) des pièces traitées (11).

Les nitrurations procurent la meilleure stabilité à chaud. Les températures maximales admissibles en utilisation correspondent à celles du traitement soit 500°C, tandis que les contraintes résiduelles ne subissent une évolution sensible qu'à partir de 400°C. Ces avantages sont exploités pour les applications de frottement en température.

### 3.1.2 Caractéristiques générales

La nitruration est un traitement thermochimique superficiel d'enrichissement en azote réalisé en différents milieux : gazeux, liquide ou plasmatisé. C'est à la fois un traitement de conversion chimique superficiel conduisant en extrême surface à la formation de nitrures finement dispersés. Il s'agit d'un durcissement par renforcement structural sur une profondeur appelée couche de diffusion.

La nitruration ou apport d'azote par diffusion à des températures comprises entre 350 et 600°C est un traitement thermochimique superficiel d'enrichissement. Le durcissement de la couche traitée est obtenu par apparition de nouvelles phases lors de la diffusion généralement des nitrures ou oxynitrures selon la nature du traitement et de ce fait, aucun traitement complémentaire n'est nécessaire.

Les nitrurations conduisent, dans le cas général, à la formation de deux couches distinctes, dites « de combinaison » et « de diffusion », qui régissent respectivement les propriétés superficielles (comportement tribologique) et les caractéristiques en sous-couche.

La couche de combinaison dénommée aussi « couche blanche », a une épaisseur qui peut aller de 0 à 30µm. Elle est souvent composée, dans le cas des aciers, des nitrures de fer et en particulier le composé le plus riche Fe<sub>4</sub>N. Le carbone diffuse aussi mais reste dans la couche superficielle sous forme de cémenté (29).

La couche de diffusion, qui peut atteindre une profondeur de quelques dixièmes de mm, est le siège de contraintes résiduelles de compression. Ses caractéristiques sont surtout influencées par la solubilité en insertion de l'azote libre ou combiné sous forme de nitrure, ce qui occasionne une bonne résistance à la fatigue. Les niveaux et gradients de dureté et contraintes résiduelles dépendent de la composition de l'échantillon et, plus précisément, de la teneur en éléments d'alliage à forte affinité pour l'azote.

Dans notre cas, la composition chimique des carbures contient le titane qui a une forte affinité pour l'azote. Le TiN est le composé le plus probable à précipiter selon le diagramme d'équilibre Ti-N donné par la figure 24.

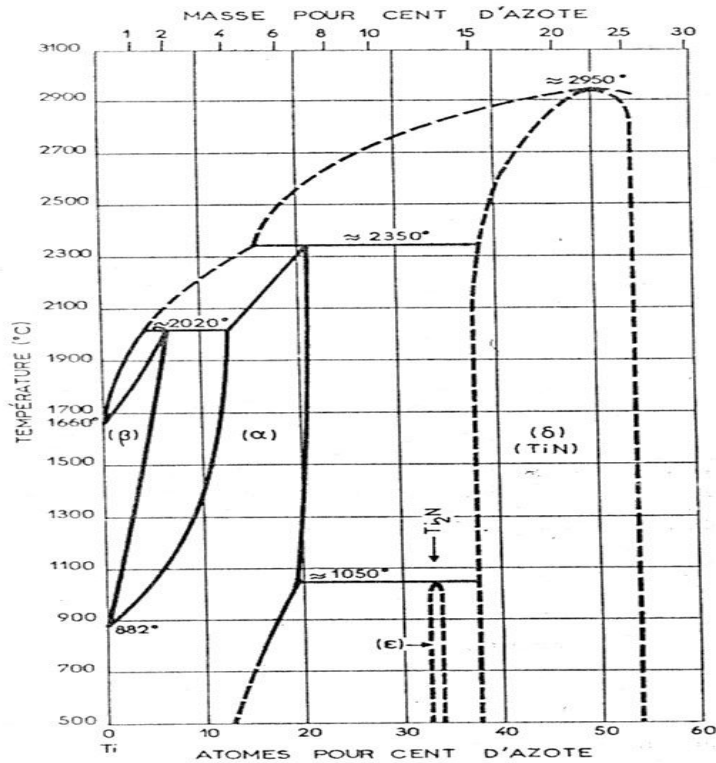


Fig. 24 : Diagramme d'équilibre Ti-N (8)

### 3.1.3 Mécanisme de la nitruration

L'azote diffuse aisément dans le métal parce que c'est un élément d'insertion et l'accroissement de dureté dû à la nitruration est attribué à la formation de nitrures qui, pour le cas des aciers, insolubles dans le fer, précipitent en particules submicroniques réparties au sein de la ferrite. La finesse de cette répartition entraîne le blocage de presque tous les plans de glissement, ce qui engendre l'augmentation de la dureté (30).

Lors de la nitruration le carbone et l'azote s'installent sur les sites octaédriques et tétraédriques de la maille.

### 3.1.4 Nitruration à l'ammoniac ou en milieu gazeux

La nitruration gazeuse consiste à soumettre l'échantillon à traiter à l'action d'un courant d'ammoniac gazeux, celui-ci se dissocie partiellement grâce à la présence du fer (catalyseur) et l'azote naissant est absorbé superficiellement par l'échantillon.

La nitruration s'opère dans un four étanche à moufle métallique maintenu à une température constante pour une charge de pièces déterminée, fixent le taux de dissociation de l'ammoniac selon la réaction :

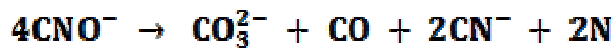


Seule la fraction de gaz non dissocié aura une action nitrurante. La durée de l'opération varie de quelques heures à quelques jours, et la nitruration a lieu sur une épaisseur qui peut atteindre 0.6mm.

### 3.1.5 Nitruration liquide ou en bain de sel

La nitruration liquide en bain de sels est due à la décomposition thermique à 580°C d'un cyanure alcalin. Les bains industriellement utilisés sont des bains à base de cyanates et de carbonates (60% NaCN, 40% KCN), aérés par insufflation d'air.

L'agent actif étant le cyanate, il libère l'azote et l'oxyde de carbone, mais la diffusion du carbone est faible par rapport à celle de l'azote. L'élément nitrurant  $CNO^-$  se décompose suivant une double réaction de dismutation et d'oxydation :



L'épuisement du cyanate aboutit à la formation de carbonate qu'il faut reconvertir en cyanate par régénération à l'aide d'un sel spécial dont la nature exacte constitue le savoir-faire des procédés commercialisés sous les marques SURSULF et TENIFER.

Ces procédés d'origine SURSULF et TENIFER utilisent le cyanure comme élément de production du cyanate, grâce à l'insufflation d'air pour le procédé TENIFER et à la présence de soufre produisant des oxydes de soufre pour le procédé SURSULF.

Les fours utilisés pour la nitruration liquide sont des fours à cuve ou à creuset chauffés extérieurement par des brûleurs à gaz de type tangents ou des résistances. Le revêtement intérieur du four est en titane, métal résistant à l'action chimique du bain. La durée de l'opération varie de quelques minutes à quelques heures.

La composition du bain est rajustée par addition de cyanures. Les carbonates sont éliminés par précipitation au fond du bain et décrassage lors d'un léger refroidissement du bain.

Les cyanures sont très toxiques et leur usage nécessite des précautions très sévères.

### 3.1.6 Carbonituration

Elle consiste à faire soumettre l'échantillon à traiter, dans un milieu gazeux, à l'action d'un gaz carburant et à l'ammoniac. Les diffusions du carbone et de l'azote sont simultanées et la carbonituration est suivie de trempe.

La carbonituration est un perfectionnement de la cémentation gazeuse dans lequel l'azote agit conjointement au carbone dans l'opération chimique et dans le durcissement.

Le traitement est réalisé dans un four à cloche ou à chambre étanche dans lequel on maintient une atmosphère contrôlée, constituée d'un gaz support auquel on ajoute si nécessaire pour atteindre le potentiel carbone souhaité, un gaz d'enrichissement en carbone et d'azote. L'ammoniac intervient sur la dissociation du CO par effet de dilution d'une part et par transfert de réaction d'autre part (31).

Il est important de contrôler la température de rosée, température à partir de laquelle, dans des conditions opératoires déterminées de température et de pression, la vapeur d'eau se condense.

## 3.2 TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

### 3.2.1 Préparation de l'échantillon pour observation au microscope

#### *a) Le polissage mécanique*

Le but du polissage est de réaliser sur une coupe de l'échantillon, une surface plane spéculaire afin d'obtenir une image représentative de sa structure. Il ne faut donc pas lors de cette opération engendrer des détériorations (écrouissage, échauffement ou arrachement d'un constituant).

Le principe de base du polissage est d'usiner l'échantillon avec des abrasifs de granulation de plus en plus fine (papier SiC). Chaque étape doit éliminer l'endommagement produit par la précédente. La finition permet l'obtention du poli miroir à l'échelle du microscope optique (finition sur tissu soie au diamant  $6 \mu\text{m}$  puis  $1.5 \mu\text{m}$ ).

La dernière étape du polissage est le séchage des échantillons qui ne doit laisser aucune trace sur la pièce. Après avoir rincé avec un solvant volatil (alcool), on sèche à l'air chaud (32).

## *b) Attaque*

La microstructure est examinée par révélation progressive des phases après attaque chimique. Il existe plusieurs méthodes d'attaque chimique des surfaces des métaux durs pour l'examen métallographique.

### **3.2.2 La Diffraction des Rayons X**

La Diffraction par les Rayons X permet l'identification des différentes phases en présence et leur évolution, elle permet aussi la détermination de l'orientation des grains sur les couches superficielles du matériau. Les composés cristallins obtenus ( $\mu\text{m}$ ) sont caractérisés à partir de la position des raies et en se basant sur les données des fiches ASTM (American Society for Testing Materials), on peut identifier et indexer, dans les limites de précision de la technique, les phases et les constituants du matériau.

La présence d'une phase nécessite l'identification d'au moins trois de ces pics caractéristiques, alors que sa prédominance est indiquée par ceux les plus intenses (33).

### **3.2.3 Filiation de dureté (microdureté)**

La microdureté permet de connaître la dureté du métal lui-même, ce qui est spécialement intéressant pour apprécier la résistance à l'usure. La mesure est très délicate car il faut s'assurer que l'empreinte n'intéresse qu'un seul grain et que celui-ci a un diamètre et une épaisseur supérieure à trois fois le diamètre ou la diagonale de l'empreinte. Comme l'épaisseur du grain est inconnue, on est conduit à éliminer les deux résultats les plus faibles sur cinq empreintes (34).

L'essai consiste à réaliser des essais de dureté sous faible charge, depuis la surface vers le cœur de la pièce, sur une coupe perpendiculaire à la surface nitrurée. L'épaisseur conventionnelle de nitruration correspond à la distance entre la surface et la tranche dont la dureté correspond à la dureté du cœur.

La surface sur laquelle sera effectué le mesurage doit être polie, afin de permettre un mesurage correct des dimensions de l'empreinte de microdureté (35).

Toutes précautions doivent être prises en vue d'éviter d'arrondir les bords de cette surface, d'échauffer la pièce et d'éviter toute altération des pores par étalement du métal.

La préparation de l'échantillon peut être facilitée lorsque celui-ci est imprégné à l'aide d'une matière plastique thermodurcissable.

### 3.2.4 Détermination de la ténacité par indentation VICKERS

La ténacité représente l'aptitude d'un matériau à absorber de l'énergie et à se déformer plastiquement avant de rompre. Elle peut être définie aussi comme la capacité du matériau à s'opposer à une propagation brutale de la fissure. La grandeur prise en compte à cet effet est la valeur critique du facteur d'intensité de contraintes,  $K_{1c}$ , exprimé en MPa. (11).

La ténacité peut être évaluée par la longueur critique de fissure susceptible de se propager brutalement sous l'action d'une contrainte appliquée. Pour les métaux qui ont un certain allongement avant rupture, elle fait essentiellement appel à l'énergie de déformation plastique au voisinage de la fissure (36) (37) (38).

Les alliages frittés ont donc une bonne ténacité d'autant que, souvent, l'extrémité de la fissure rencontre un pore dont le rayon de courbure n'est pas négligeable. La concentration de contrainte sera limitée localement par ce rayon. Cela est vrai lorsque la porosité dépasse environ 7%. Lorsque la porosité diminue, on se rapproche du comportement des métaux compacts.

La forme de la fissure que peut provoquer une indentation à l'aide d'un diamant Vickers est de deux types, soit elle est radiale, et elle apparaît sur les extrémités de la diagonale de l'empreinte type Palmqvist (type « P ») ou médiane, et elle apparaît sous l'empreinte et sur les bords de celle-ci type Half-Penny (type « M »).

Suivant le cas, la profondeur de l'empreinte est faible (type « P ») ou importante (type « M »), et la longueur de la fissure est mesurée par  $l$  ou  $c$ , ces valeurs sont reliées entre elles par l'intermédiaire de la demi-diagonale de l'empreinte  $a$  :

$$l + a = c \quad (4)$$

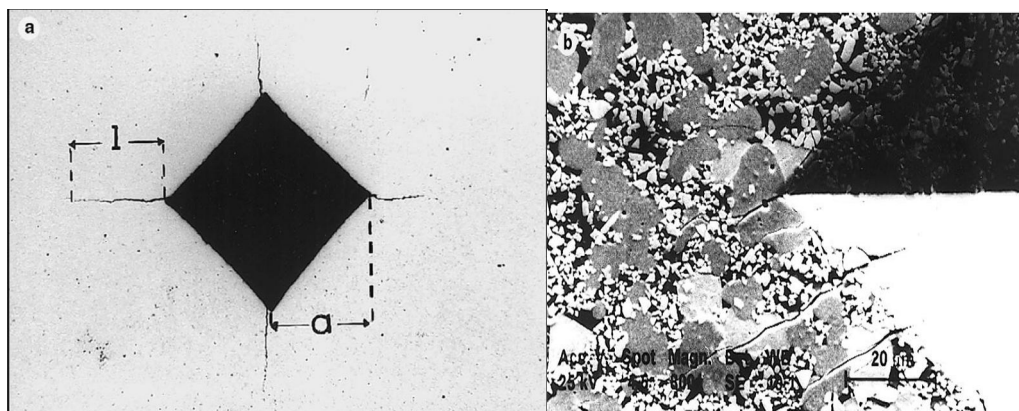


Fig. 25 : Géométrie des fissures résultant de l'indentation Vickers (22)

### 3.2.5 La rugosité

La rugosité (Ra) est la représentation des motifs géométriques élémentaires à caractère répétitif. Ces motifs correspondent, généralement, aux traces d'outils générées par l'usinage. La mesure de rugosité permet de quantifier la grandeur des écarts géométriques par rapport à la surface théorique. Les paramètres d'état de surface sont obtenus au moyen d'appareils dont le plus utilisé est le rugosimètre à palpeur, ou profilomètre, qui délivre, à partir de l'exploration suivant une ligne de contact une valeur moyenne des écarts géométriques compris entre 2 et 500 à 800 microns (11).

La rugosité influe sur la réactivité de la surface. Une augmentation de rugosité favorise la réaction de nitruration et en particulier, la germination et la formation de la couche blanche et en début de cycle la croissance de la couche de diffusion (30).

### 3.2.6 Test d'usure par abrasion

L'usure par abrasion se manifeste, généralement, par une perte de masse. L'abrasion de deux corps, l'un plus dur que l'autre, est la diminution de la rugosité du matériau le plus dur.

Les deux corps en contact, qui constituent le couple tribologique à étudier, sont, pour ce cas, l'échantillon et le papier abrasif. Les paramètres pris en compte pour cet essai sont la charge appliquée, la vitesse de rotation et le temps de l'essai qui doivent être maintenus constants. La perte de masse est la différence de poids de l'échantillon, pesé avant et après l'essai. La rugosité de la face testée de l'échantillon est mesurée avant et après le test.

### 3.2.7 Usure des outils de coupe

#### *a) Introduction*

L'usure de l'outil est due aux contraintes qu'on lui fait subir lors de l'usinage. En effet, la coupe des métaux est une opération de déformation plastique qui doit se terminer par la rupture de la matière. Les sollicitations mécaniques et thermiques subies par l'outil sont donc très importantes. Il s'ensuit une usure de l'outil qui peut être d'origine thermomécanique ou chimique (39).

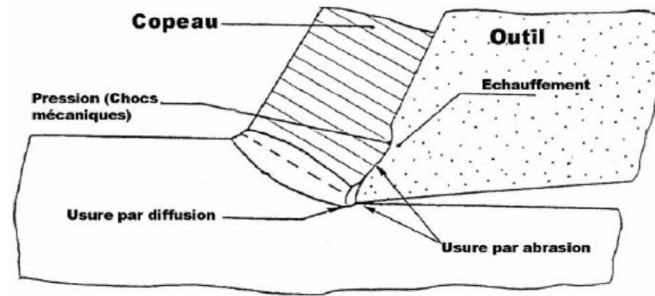


Fig. 26 : Représentation de l'usure de l'outil durant la phase de formation du copeau.

Cette usure est provoquée par la concentration de contraintes en divers endroits de l'outil, elle dépend des paramètres de l'usinage, mais aussi, de la géométrie de la plaquette : angle de coupe, présence de brise copeau, etc.

L'ensemble des processus décrits dans les deux paragraphes précédents, en se combinant les uns aux autres, conduit à une détérioration par usure des outils. Dans ce paragraphe, nous décrivons les conséquences de ces usures. Ces dernières sont mesurables (figure 27).

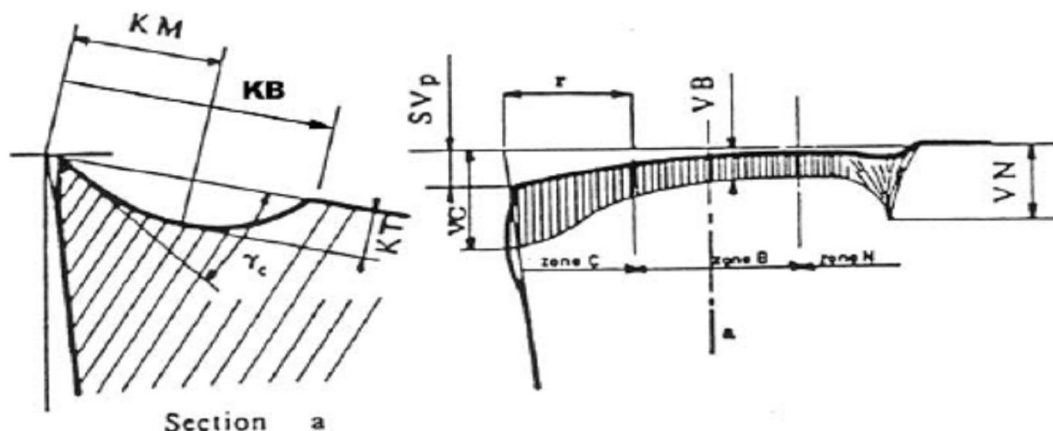


Fig. 27 : Schéma de la caractérisation de l'usure d'un outil

- KM : Distance du centre du cratère / pointe initiale de l'outil
- KT : Profondeur d'un cratère
- KB : Largeur du cratère
- $\gamma_c$  : Angle de cratérisation
- VB : Hauteur de l'usure en dépouille
- VN : Profondeur d'entaille par rapport à l'arête de coupe initiale
- VBC : Profondeur entre l'arête initiale et la zone usée
- SV : Profondeur entre l'arête initiale et la pointe de l'outil usée

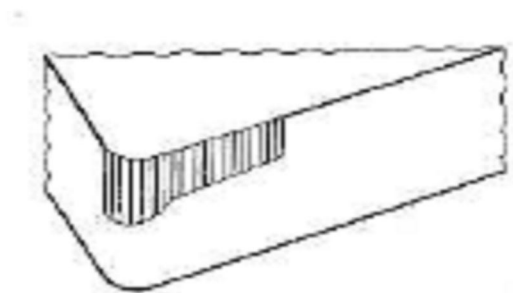
### *b) Usure en dépouille*

Elle est due au frottement de la pièce sur la face de dépouille de l'outil et provoque une bande striée parallèle à l'arête de coupe. Elle influe sur l'état de surface de la pièce usinée et sur la précision dimensionnelle de l'usinage car elle modifie la position de l'arête de coupe (28).

C'est un critère général pour la tenue de l'outil, caractérisée par une valeur d'usure admissible VB :

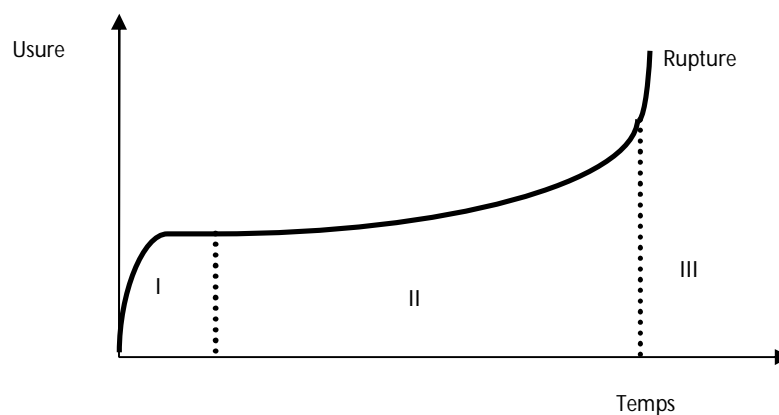
- VB critique = 0,6 mm en ébauche et, 0,3 mm en finition

L'usure en dépouille est dû à une vitesse de coupe excessive ou à une mauvaise position angulaire de l'outil (face de coupe /pièce).



*Fig. 28 : Usure en dépouille*

L'usure est fonction du temps, elle est définie par la courbe représentée sur la figure 29, et elle comprend trois périodes : la période de jeunesse ou rodage, la période de maturation caractéristique de l'usure normale ou admissible et la période de vieillesse caractérisée par l'usure catastrophique ou accélérée.



*Fig. 29 : Évolution de l'usure en fonction du temps*

### c) Usure en cratère

C'est une usure en creux sur la face de coupe, caractérisée par la profondeur de cratérisation (indice KT) et le rapport KT/KM ou son angle de cratérisation  $\gamma_c$ . Elle peut avoir à terme une incidence sur la tenue de l'outil (durée de vie : effondrement ou recul de l'arête de coupe) (28).

Elle est due au frottement du copeau sur la face de coupe de l'outil. Lors de l'usinage, la température élevée à l'interface et les pressions de contact entre le copeau et l'outil, provoquent une diffusion importante de la matière de l'outil vers le copeau par le processus d'adhésion. L'usure est souvent constatée sur les outils carbures, elle provoque généralement la rupture de la pointe de l'outil :

$$\text{Valeur limite : } KT \text{ critique} = 0,06 + 0,3 f$$

f : avance par tour

La valeur critique est celle à partir de laquelle l'outil est considéré comme hors d'usage avec risque important de rupture de l'outil. L'usure en cratère est généralement due à une vitesse de coupe excessive ou à une avance trop faible.

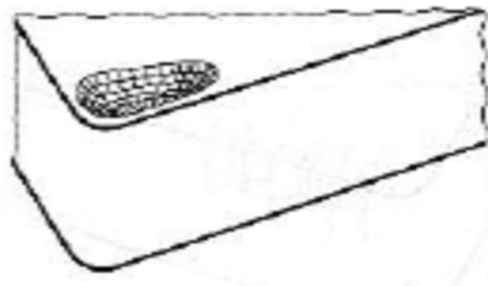


Fig. 30 : Usure en cratère

### 3.2.8 Détermination du coefficient de frottement

Le coefficient de frottement est l'expression directe de l'énergie dépensée qui se dissipe sous forme de chaleur. Cette énergie est proportionnelle aux trois facteurs suivant : la charge, la vitesse et le coefficient de frottement. Ce dernier est une fonction aléatoire de la plupart des paramètres de contact. Ainsi pour un couple de matériaux donnés, les variations du coefficient de frottement peuvent être liées à celles des propriétés mécaniques, physiques et chimiques de surface, qui évoluent, elles même avec la charge, la vitesse et le milieu ambiant (11).

Les fluctuations du coefficient de frottement peuvent être à l'origine d'instabilité de comportement agissant sur la précision des mouvements, la génération de vibrations et de bruits. La lubrification permet de maîtriser tout ces phénomènes.

Les coefficients de frottement sont soit statiques ou dynamiques. Les forces tangentielles prises en compte pour ces deux paramètres correspondent respectivement :

- Aux efforts résistants à vaincre pour provoquer le mouvement ;
- Aux efforts résistants à vaincre pour maintenir le mouvement à vitesse constante.

Le coefficient de frottement n'est donc pas une propriété intrinsèque des matériaux, puisqu'il dépend de toutes les variables du système tribologique qui influent sur ces phénomènes.

# CHAPITRE 4

## TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

---

### 4.1 INTRODUCTION

Les alliages durs à base de carbure de tungstène sont de différentes formes et dimensions. On retrouve parmi les alliages des plaquettes amovibles et à braser, des outils pour pressage, des matrices pour emboutissage, le découpage et le poinçonnage ainsi que des plaquettes de renforcement pour tête de forage, etc.

Les échantillons sélectionnés pour l'étude expérimentale sont en carbures cémentés, pris sous la forme de plaquettes amovibles fabriquées à ERIS Industrie (Entreprise des Réalisations Industrielles de Sérïana) selon le procédé cité dans le Chapitre 1. Les plaquettes amovibles étant destinées à l'essai de chariotage, le choix des plaquettes est conditionné pour leur emploi, ultérieur, aux tests d'endurance par l'essai d'usinage.

Les traitements thermo-chimiques ont été réalisés au Complexe Moteur Tracteur (CMT) d'El Khroub.

### 4.2 CARACTÉRISTIQUES GÉNÉRALES

#### 4.2.1 Paramètres de fabrication

Ces paramètres sont :

- Température de frittage (°C) : 1480 ~ 1520 ;
- Temps de broyage (heures) : 120 ;

- Type de broyage : humide (alcool).

#### 4.2.2 Composition chimique du carbure cémenté P35

Les échantillons utilisés pour l'étude expérimentale sont des carbures cémentés dénommé aussi P35, dont la composition chimique est la suivante :

Éléments	WC	Co	(W,Ti)C	TaC	NbC
Teneur (%)	61	9.5	27.5	1	1

#### 4.2.3 Caractéristiques mécaniques

- Dureté (HRA) : 88 ~ 89;
- Densité (g/cm<sup>3</sup>) : 11.96 ;
- Rétrécissement (%): 1.18;
- Résistance à la rupture (N/mm<sup>2</sup>) : 1815.16.

#### 4.2.4 Classification internationale des carbures cémentés

Symbole	Applications	Composition (%)	Dureté Hv	Résistance à la flexion (N/mm <sup>2</sup> )
<b>K</b>	Métaux à copeaux courts (alliages non ferreux, plastique, bois)	WC-Co avec 4 à 12% Co 0 à 3% TiC 0 à 4% (Ta,Nb)C	1300 à 1800	1200 à 2200
<b>P</b>	Métaux à copeaux longs (aciers, métaux non ferreux)	WC-TiC-Co WC-TiC-(Ta,Nb)C-Co Avec 5 à 14% Co Plus de 50% de TiC + (Ta,Nb)C	1300 à 1700	800 à 1900
<b>M</b>	Multi-usages	WC-TiC-Co; WC-TiC- (Ta,Nb)C-Co Avec 6 à 15% Co ; de 6 à 12% TiC + (Ta,Nb)C	1300 à 1700	1350 à 2100
<b>G</b>	Autres que la coupe (outils de mine et forage...)	WC-Co avec 6 à 30% Co 0 à 2% (TiC,Ta,Nb)C	800 à 1600	2000 à 3000

Tableau 2 : Classification internationale des carbures cémentés (NF ISO 513) (40)

#### 4.2.5 Propriétés essentielles de certaines nuances de carbures cémentés

Nuance (%)	Dureté Hv30	Résistance à la compression (N/mm <sup>2</sup> )	Résistance à la flexion (N/mm <sup>2</sup> )	Module de Young (kN/mm <sup>2</sup> )	Ténacité à la rupture (MPa.m <sup>1/2</sup> )
WC-4Co	2000	7100	2000	665	8,5
WC-25Co	780	3100	2900	470	14,5
WC-6Co-9,5 (Ti,Ta,Nb)C	1700	5950	1750	580	9,0
WC-9Co-31 (Ti,Ta,Nb)C	1560	4500	1700	520	8,1

Tableau 3 : Propriétés essentielles de certaines nuances de carbures cémentés (40)

### 4.3 PARAMÈTRES DES TRAITEMENTS THERMOCHIMIQUES

#### 4.3.1 Cyanuration

- Four à cuve ;
- Procédé TENIFER ;
- Température 580°C ;
- Temps de maintien variable (heures) : 2, 4, 6, 12, 18 et 24.

#### 4.3.2 Nitruration gazeuse

- Four électrique ;
- Dissociation de NH<sub>3</sub> ;
- Température 490°C ;
- Temps de maintien variable (heures) : 1.5, 4.5, 6.

#### 4.3.3 Carbonituration

- Four à chambre ;
- Débit d' NH<sub>3</sub> : 40(nm<sup>3</sup>/h) ;
- Atmosphère à 0.8% carbone ;
- Point de rosé : 3°C ;

- Température : 930°C ;
- Temps de maintien (heures) : 3.

## 4.4 TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

### 4.4.1 Observation de la structure microscopique

L'observation microscopique a été effectuée sur les échantillons polis avant et après attaque. La méthode d'attaque à froid 50% HCl et 50% H<sub>2</sub>O pendant 10 à 15mn est recommandée pour la mise en évidence des carbures, on veillera à ce que l'attaque révèle la vraie microstructure.

Le microscope optique utilisé est un microscope muni d'objectif dont le grossissement est 5, 10, 20, 50 et 100x. Il est relié à un micro-ordinateur et dispose d'une caméra numérique.

### 4.4.2 Profil de la microdureté

Le microscope utilisé, pour ce type de mesure, est un microscope métallographique d'une charge ne passant pas 200g. Le pénétrateur est de type Vickers. La charge étant appliquée après un temps donné, on mesure la longueur de la diagonale du carré de base de la pyramide faite sur le métal. Pour l'étude de la diffusion, le profil de la microdureté se fait selon les positions des empreintes de la dureté montrées sur la figure 31 (35).

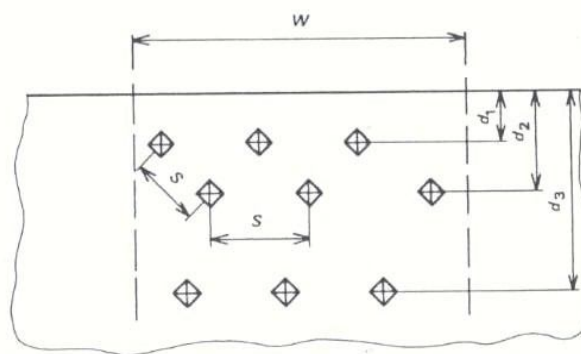


Fig. 31 : Positions des empreintes de dureté

### 4.4.3 Indentation VICKERS (ténacité)

L'indentation a été effectuée sur microduromètre ZWICK/H<sub>V10</sub>, disposant des charges 0.2kg à 10kg. L'indenteur est une pyramide en diamant à base carrée d'angle au sommet est 136°. L'appareil est équipé d'objectifs de grossissement 200, 400 et 600x. L'appareil est

relié à un ordinateur, l'essai est sous logiciel d'essai testXpert. La dureté VICKERS est liée à la longueur de la diagonale de l'empreinte  $d$  (mm) et à la charge appliquée  $P$  (kg) par la relation (5) (41):

$$H_v = 1.8544 P/d^2 \quad (5)$$

Pour cet essai on a utilisé des charges allant de 1 à 9kg. L'essai consiste à déterminer la charge critique d'amorçage de fissure puis à mesurer la longueur de la fissure radiale. Celle-ci se propage uniquement aux extrémités de la diagonale de l'empreinte (type Palmqvist).

Les fissures se forment pendant le retrait du pénétrateur et dépendent du champ de contraintes résiduelles.

#### 4.4.4 La rugosité

La rugosité des plaquettes de pompe a été mesurée avant et après le test d'usure par abrasion. La rugosité de l'ébauche après usinage a été mesurée pour déterminer le degré d'usure des plaquettes après usinage.

#### 4.4.5 La Diffraction des Rayons X

La caractérisation microstructurale des échantillons a été faite au Département de Géologie par Diffractomètre PhilipsXpert ayant les caractéristiques suivantes :

- une anticathode en cuivre (la raie  $K\alpha$  de longueur d'onde  $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ );

Les conditions habituelles sont :

- un voltage de 40 kV,
- un courant d'intensité  $I = 20 \text{ mA}$ ;
- un balayage entre  $10$  et  $79.99^\circ$  et un pas de  $2\theta = 0.02^\circ$ .

L'examen des spectres des échantillons caractérisés a permis d'identifier les phases prédominantes, les phases secondaires et celles apparaissant au cours des différents traitements.

#### 4.4.6 Test d'usure par abrasion

Le test d'usure par abrasion par contact tribologique plan a été effectué au Département de Métallurgie et Génie des Matériaux. Le stand d'usure est une polisseuse électrique munie d'un système de fixation de l'échantillon. L'essai a été effectué sous

charge de 1000g, papier abrasif n°120, vitesse de rotation 60tr/mn et à deux distances parcourues 650 et 1300m (15 et 30mn).

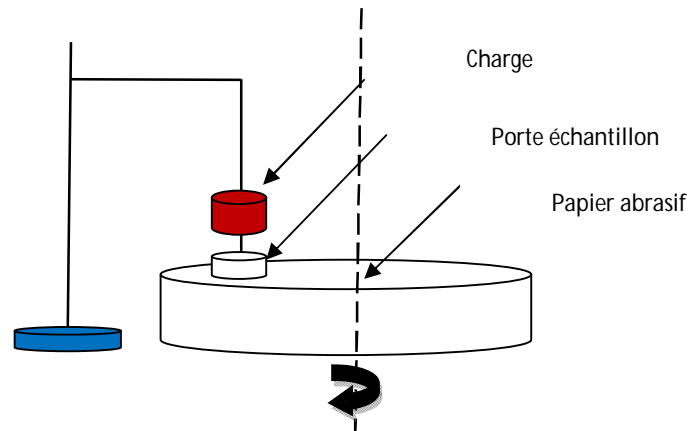


Fig. 32 : Stand d'usure

#### 4.4.7 Essai d'usinabilité

L'essai d'usinabilité des plaquettes a été effectué au Département de Génie Mécanique. Les ébauches utilisées sont de nuance XC32 à l'état recuit dont la composition chimique est donnée dans le tableau 4. La longueur de l'ébauche est de 425mm, le diamètre initial est de 35.75mm.

<b>Éléments</b>	<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>	<b>Ni</b>	<b>P</b>
<b>Teneur (%)</b>	0.32	0.37	0.32	0.166	0.019
<b>Éléments</b>	S	Cr	Ti	Mo	V
<b>Teneur (%)</b>	0.015	0.3	0.003	0.166	0.41
<b>Éléments</b>	Nb	Al	Cu	Sn	
<b>Teneur (%)</b>	0.014	0.026	0.08	0.021	

Tableau 4 : Composition Chimique de l'acier usiné

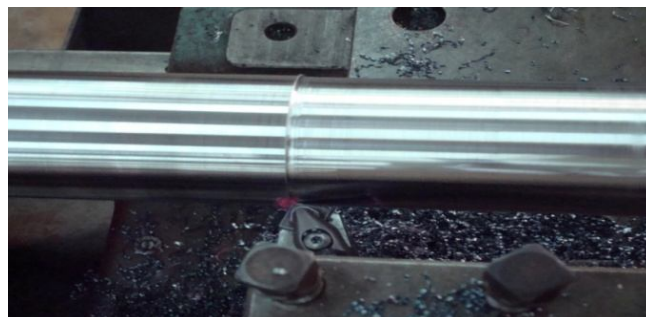


Fig. 33 : Usinage d'une ébauche XC32 par une plaquette en carbure cémenté

L'essai est un essai de chariotage. Le régime de coupe est le suivant :

- Nombre de tour est : 1000 tr/min ;
- Avance de : 0.08mm/tr ;
- Profondeur de passe est : 1mm ;
- Temps d'usinage : 05'09"55.

La vitesse de coupe est fonction du nombre de tour. Elle est donnée par la relation suivante :

$$V_c = \frac{\pi D N}{1000} \quad (6)$$

D : le diamètre de l'ébauche ;

N : le nombre de tour par min.

#### 4.4.8 Test de détermination du coefficient de frottement

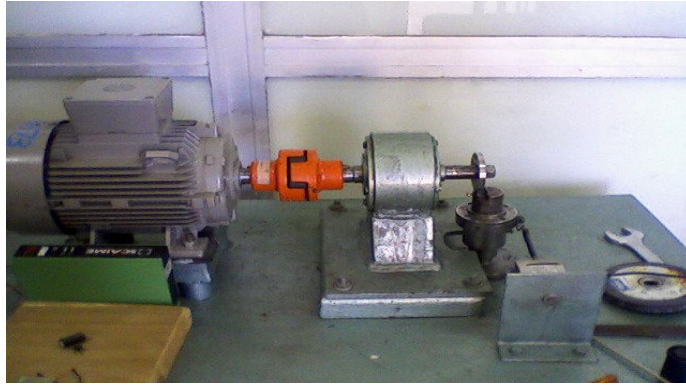
Le stand de détermination du coefficient de frottement (figure 34) a été mis au point par l'équipe de tribologie du Laboratoire de Métallurgie et Génie des Matériaux. Il consiste à mettre en contact linéaire l'échantillon à tester avec un galet en 100C6 trempé et revenu, dont la dureté est de 65 HRC sous une charge de 1kg et à une vitesse de rotation du galet de 600 tr/mn.

Le calcul du coefficient du frottement a été fait selon la formule suivante (42):

$$C_f = \frac{F_t}{F_n} \quad (7)$$

Où  $F_t$  : est la force tangentielle ;

et  $F_n$  : étant la force normale.



*Fig. 34 : Stand de détermination du coefficient de frottement*

# CHAPITRE 5

## ANALYSE ET DISCUSSION DES RESULTATS

---

### 5.1 INTRODUCTION

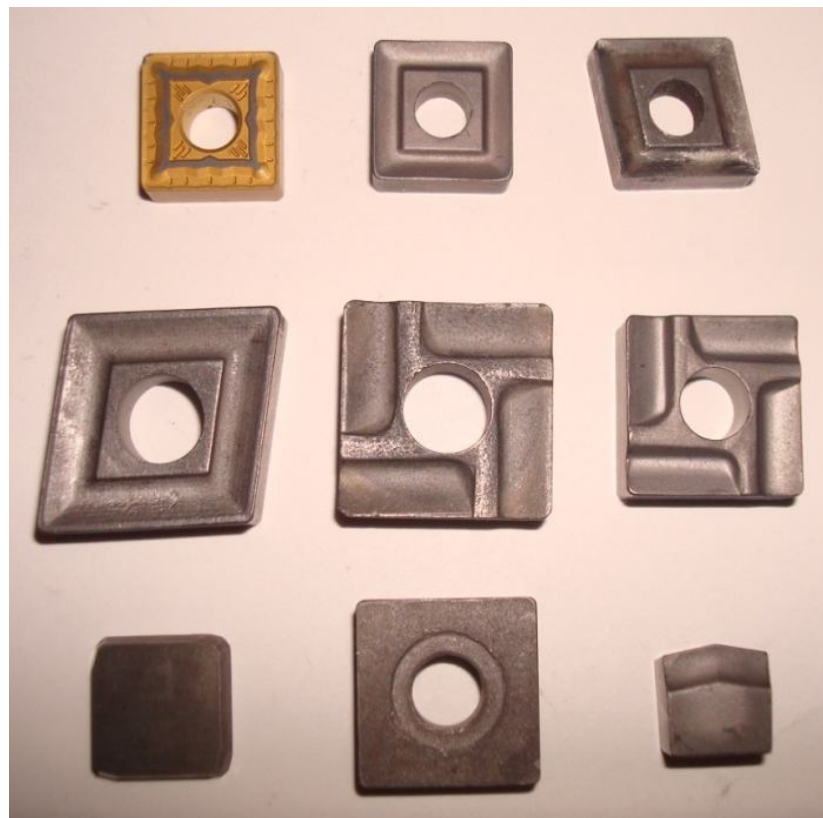
Dans ce chapitre, le but est d'étudier l'alliage dur en carbure de tungstène présenté, dans ce mémoire, par des plaquettes de coupe amovibles. L'intérêt principal est de caractériser d'abord les plaquettes, en carbures cimentés fabriqués à l'usine d'ERIS Industrie (Entreprise des Réalisations Industrielles de Sérïana).

Puis, d'étudier les incidences des traitements thermochimiques sur les propriétés macro et microstructurales ainsi que sur les propriétés mécaniques et tribologiques des plaquettes mises à l'épreuve par le test d'usinage.

## 5.2 CARACTÉRISATION DE LA PASTILLE À L'ÉTAT BRUT (FRITTÉ)

### 5.2.1 Macrostructure

Les plaquettes amovibles sont de formes différentes selon le domaine de leur utilisation. L'aspect extérieur est gris foncé, elles sont exemptes de fissures et d'écaillage.



*Fig. 35 : Plaquettes amovibles*

### 5.2.2 Microstructure

L'examen microstructural a révélé la forme typique des carbures à caractère facetté (figure 36). La phase carbure est gris clair et la phase cobalt est gris foncé. L'origine de la phase sombre pourrait être attribuée au volume occupé antérieurement par les particules de carbures arrachées au cours du polissage. Les pores peu nombreux (porosité résiduelle 2%) sont confondus avec la phase sombre. Le bord présente souvent une porosité ouverte (figure 37).



*Fig. 36 : Microstructure de l'échantillon à l'état brut (G x 1200)*



*Fig. 37 : Microstructure du bord de l'échantillon (G x 600)*

### 5.2.3 Analyse par Diffraction des Rayons X

L'analyse par diffraction des rayons X de l'état brut a révélé la présence des phases dites phases intermédiaires de type  $\text{Co}_x\text{W}_y\text{C}_z$  telles que  $\text{Co}_3\text{W}_3\text{C}$  et  $\text{Co}_3\text{W}_9\text{C}_4$ . La composition de ces phases dépend de la teneur en cobalt dans le mélange de poudre avant frittage, en plus des hémicarbures  $\text{W}_2\text{C}$  et  $\text{W}_3\text{C}$  résultant d'une mauvaise carburation au départ ou à un déficit de carbone lors de la réaction de carburation du tungstène.

Les oxydes  $\text{Ti}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$  et  $\text{TiO}$  dont la présence est irrémédiables vue la grande affinité du titane à l'oxygène, et les oxydes de tungstène  $\text{WO}_2$ ,  $\text{W}_3\text{O}$ , sont, généralement, dus à une réduction incomplète lors du traitement chimique du minerai.

Les phases  $\text{TaC}$  et  $\text{NbC}$  sont très souvent confondus avec celle de  $\text{TiC}$ , mais leur présence est moindre par rapport à celle de  $\text{TiC}$ . Les phases  $\text{WC}$  et  $\text{TiC}$  sont très étroitement liées par le même pic, ce qui confirme leur présence simultanée sous la forme  $(\text{W,Ti})\text{C}$ .

On remarque l'absence des pics du graphite libre sur les spectres de diffraction jusqu'à un temps de maintien de 12h ou leurs apparition indique le début de la sursaturation en carbone.

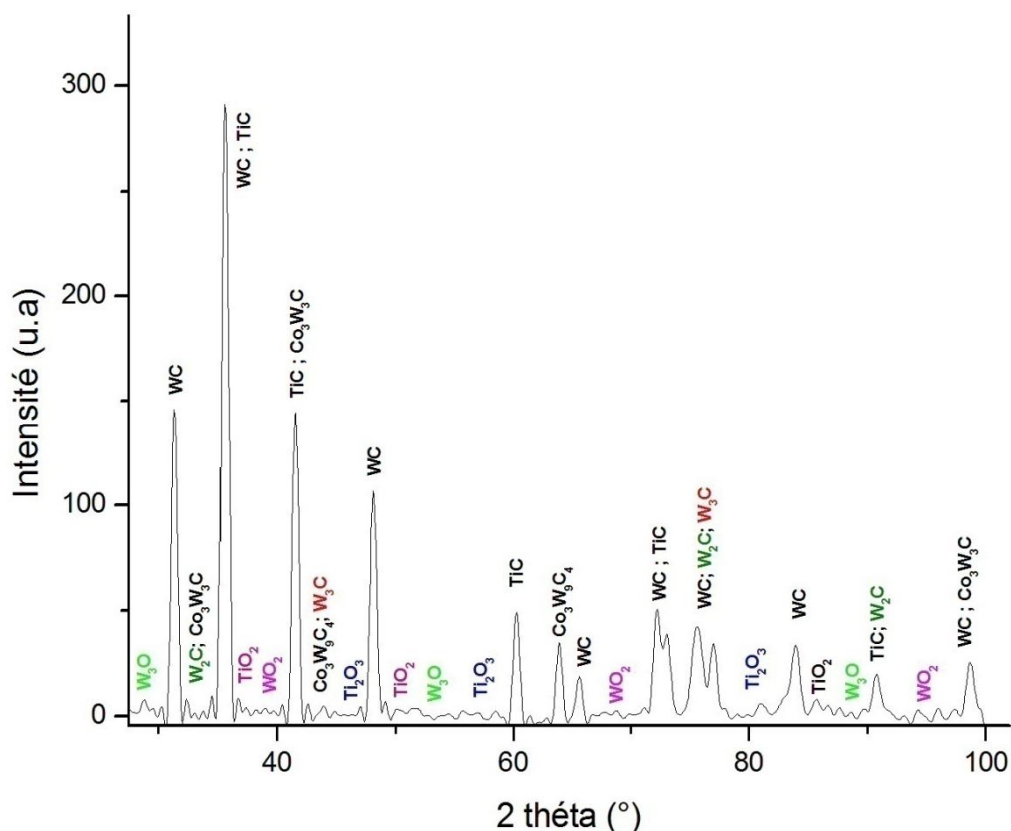


Fig. 38 : Spectre de diffraction de l'échantillon à l'état brut



### 5.2.4 Microdureté

La microdureté n'est pas constante, comme on pourrait le supposer, du fait de l'hétérogénéité de la structure, les composants structuraux n'ayant pas la même dureté, il serait difficile d'avoir une même valeur sur toute la surface de l'échantillon. La courbe de microdureté moyenne de l'échantillon brut, va être considérée comme référence ou dureté à cœur lors de la filiation de dureté.

La dureté HRA de la plaquette brut varie de [89-92]. Cette variation est due à l'hétérogénéité de la structure du carbure cimenté.

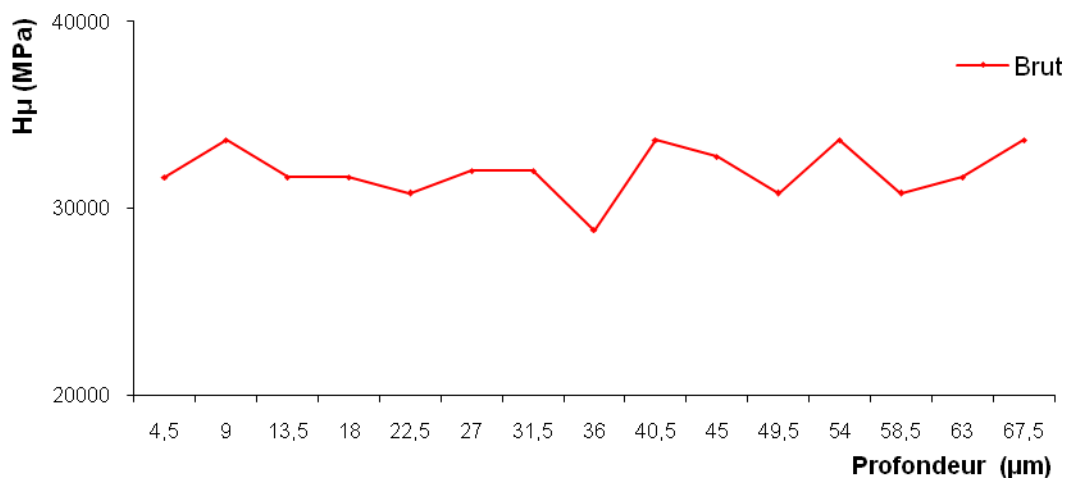


Fig. 39 : Profil de microdureté de l'échantillon à l'état brut

## 5.3 RÉSULTATS DE LA CARACTÉRISATION MÉTALLOGRAPHIQUE

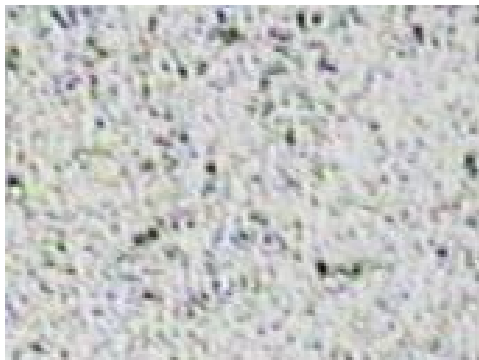
### 5.3.1 Sur la macrostructure

Les échantillons après traitement thermo-chimique, ne présentent aucune anomalie de surface, ni fissure, ni écaillage. Leur coloration varie du gris foncé à l'origine, au gris très foncé après traitement. L'observation macrostructurale des échantillons, après le test d'usinage, a révélé une coloration « jaune or » que l'on pourrait attribuer à la formation des nitrures de titane (figure.79) L'analyse par diffraction des rayons X ayant révélée la présence de ces phases dans la microstructure des échantillons traités.

### 5.3.2 Sur la microstructure

Aucune modification perceptible n'a pu être mise en évidence par microscopie optique (figure 40). La morphologie des échantillons nitrurés demeure inchangée, c'est-à-dire que les mêmes constituants métallographiques sont mis en évidence : les particules de WC, (W,Ti)C et la matrice en cobalt.

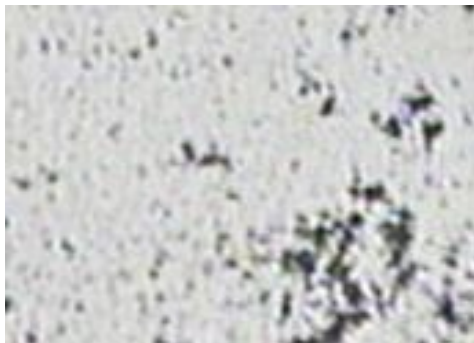
Compte tenu du caractère spécifique de la diffusion dans les matériaux frittés (contenant une certaine porosité), il est impossible d'observer la formation d'une couche nitrurée nette à la surface de l'échantillon comme dans le cas des matériaux compacts (obtenus par fusion).



Brut (x 220)



Brut (x 600)



4h30 nit. gazeuse (x 220)



4h30 nit. gazeuse attaqué (x 600)



4h30 nit. gazeuse attaqué (x 1200)



4h cyanuré (x1200)

Fig. 40 : Micrographies des carbures cémentés (W,Ti)C-Co

Dans le cas précis des carbures cémentés WC-Co résultant d'un frittage en phase liquide, la porosité résiduelle est inférieure à 3% et se distingue par un caractère fermé. L'écoulement du liant au cours du frittage, associé aux mécanismes de dissolution-saturation-précipitation des carbures WC, TiC ou (W,Ti)C, engendrent des changements de la porosité, elle passe d'une porosité ouverte (à canaux ouverts) à une porosité fermée isolée dans la matrice métallique.

L'absence de capillaires ouverts, exclue la pénétration du fluide de saturation (liquide ou gazeux) par les canaux ouverts, il n'y a donc pas de diffusion à cœur. Cependant à notre avis, la diffusion quant à elle est accélérée grâce à la présence d'une porosité à caractère fermé. De nombreux travaux, ont montré que la densité des défauts reste élevée autour du pore même après frittage (Figure 41), et constitue, par conséquent, un court-circuit de diffusion (43).

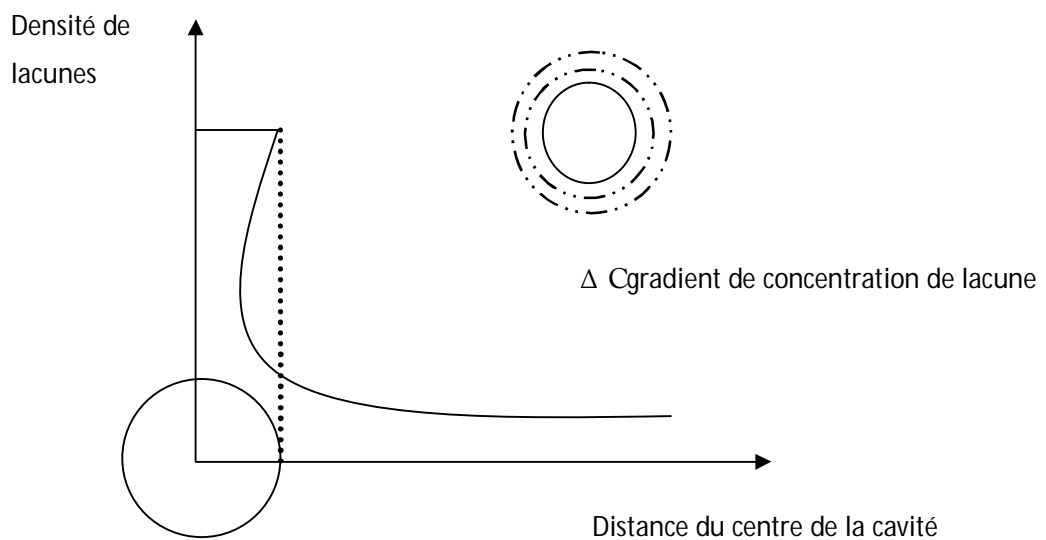


Fig. 41 : Évolution de la densité de défaut autour d'un pore

Quant à la diffusion des atomes de carbone, d'azote et d'oxygène, nous pouvons envisager le cas de la diffusion sélective au cours des traitements thermo-chimiques, elle concerne beaucoup plus les particules de TiC (phase d'insertion) où la diffusion est plus rapide que les particules de carbures tels que WC ou  $W_2C$ . Ces derniers sont considérés



carbure de tungstène, la diffusion sélective à laquelle nous avons fait allusion plus haut est bien confirmée.

Les variations du paramètre cristallin de la maille cubique de TiC vont dans le sens de ces explications. On constate que le paramètre augmente avec le temps de maintien dans les milieux de diffusion jusqu'à un temps critique à partir duquel le paramètre accuse une diminution (figures 71 et 72) Ces constatations confirment la diffusion des éléments d'insertion dans les zones constituées de TiC, c'est-à-dire confirment la diffusion sélective.

La diminution du paramètre cristallin de la maille de TiC à partir de cette valeur critique est probablement due à la saturation de la maille en carbone et l'arrêt de la diffusion dans le sens milieu nitrurant maille de TiC, pour que le phénomène inverse soit observé, c'est-à-dire, perte du carbone depuis la maille de TiC vers le milieu nitrurant qui se décarbure au cours de la nitruration prolongée en vue de rétablir l'équilibre chimique entre les deux milieux.

Carbures	Structure	Traceurs	$D_{ov}$ (cm <sup>2</sup> /s)	$Q_v$ (kJ/mol)
<b>NbC</b>	c.f.c	C <sup>14</sup>	0.5	426.9
		Nb <sup>95</sup>	0.7	535.7
<b>SiC</b>	h.c	C <sup>14</sup>	8.6 10 <sup>5</sup>	713.2
		Si <sup>31</sup>	5 10 <sup>2</sup>	694.8
<b>TaC</b>	c.c	C <sup>14</sup>	3.9	497
<b>TiC</b>	c.f.c	C <sup>14</sup>	45	447.8
		Ti <sup>44</sup>	4.3 10 <sup>4</sup>	736.6
<b>TiC</b>	c.c	C <sup>14</sup>	6.98	399
		Ti <sup>45</sup>	4.3 10 <sup>4</sup>	738.3
<b>UC</b>	c.c	C <sup>14</sup>	1.75	263.7
		U <sup>238</sup>	11.7	593.9
<b>VC</b>	c.f.c	C <sup>14</sup>	1.3 10 <sup>-1</sup>	301.3
		V <sup>48</sup>	1.3 10 <sup>-2</sup>	397.6
<b>WC</b>	h.c	C <sup>14</sup>	0.05	254

$W_2C$	h.c	$C^{14}$	18.3	383
--------	-----	----------	------	-----

Tableau 5 : Constantes d'autodiffusion en volume dans quelques carbures réfractaires (4).



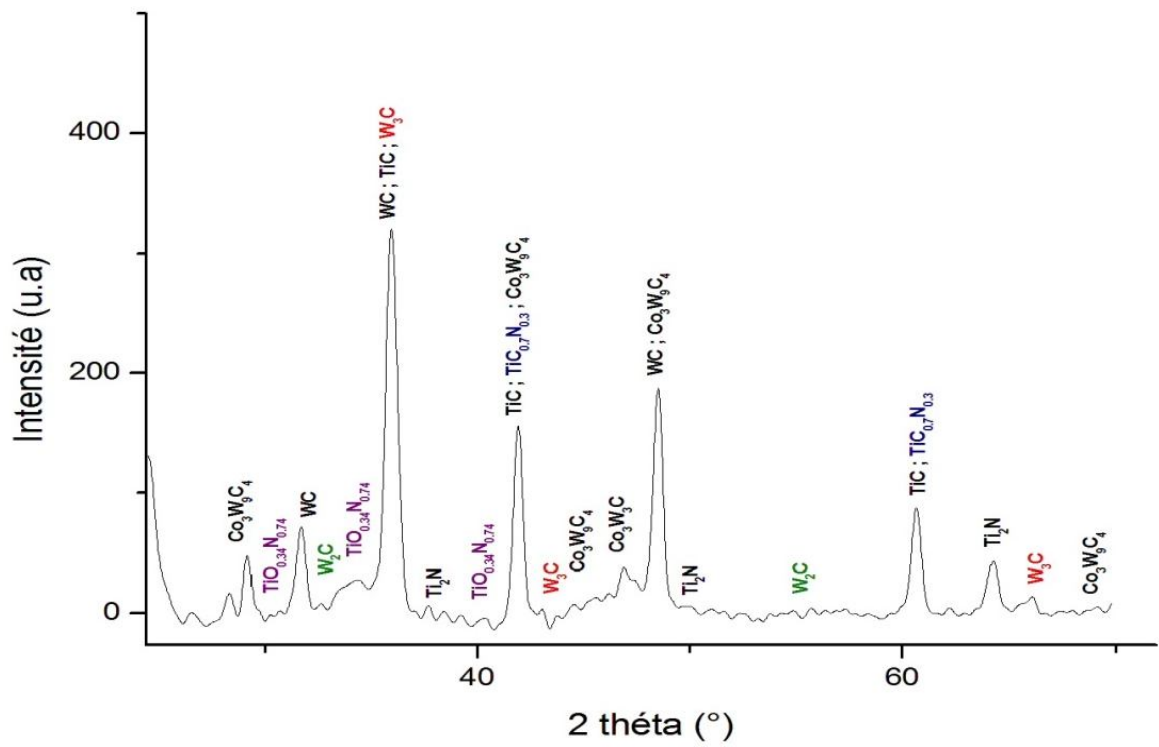


Fig. 45 : Spectre de diffraction de l'échantillon nitruré pendant 6h (gazeux)

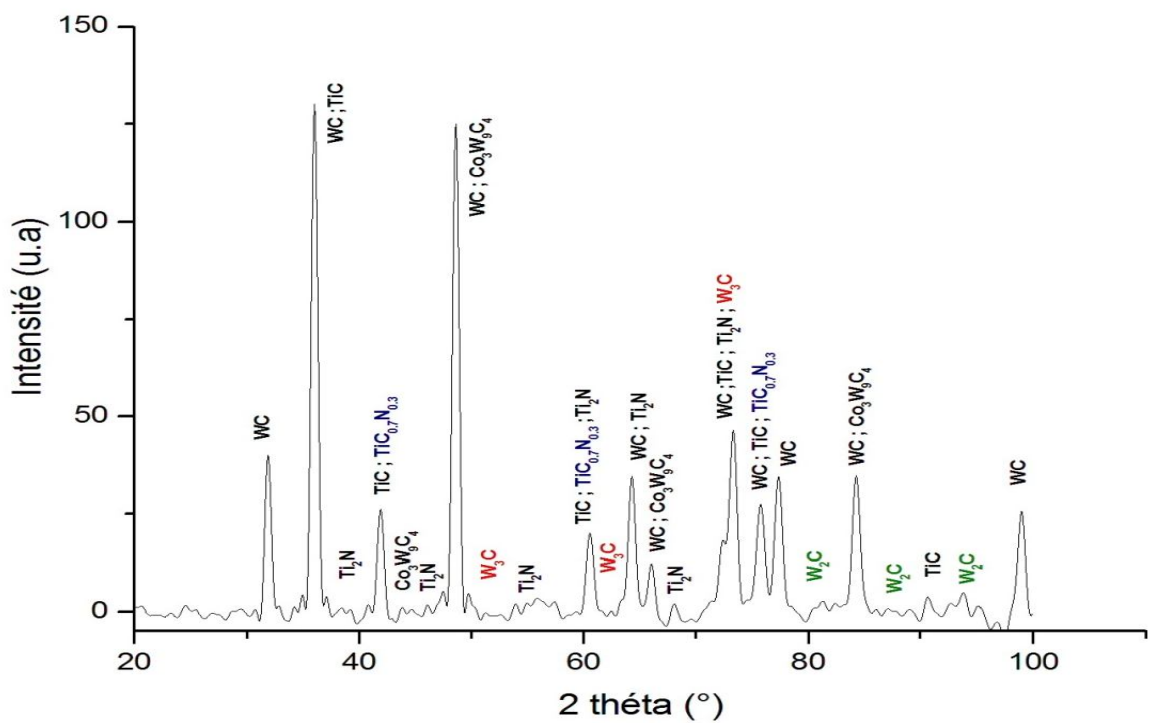


Fig. 46 : Spectre de diffraction de l'échantillon carbonitruré pendant 3h

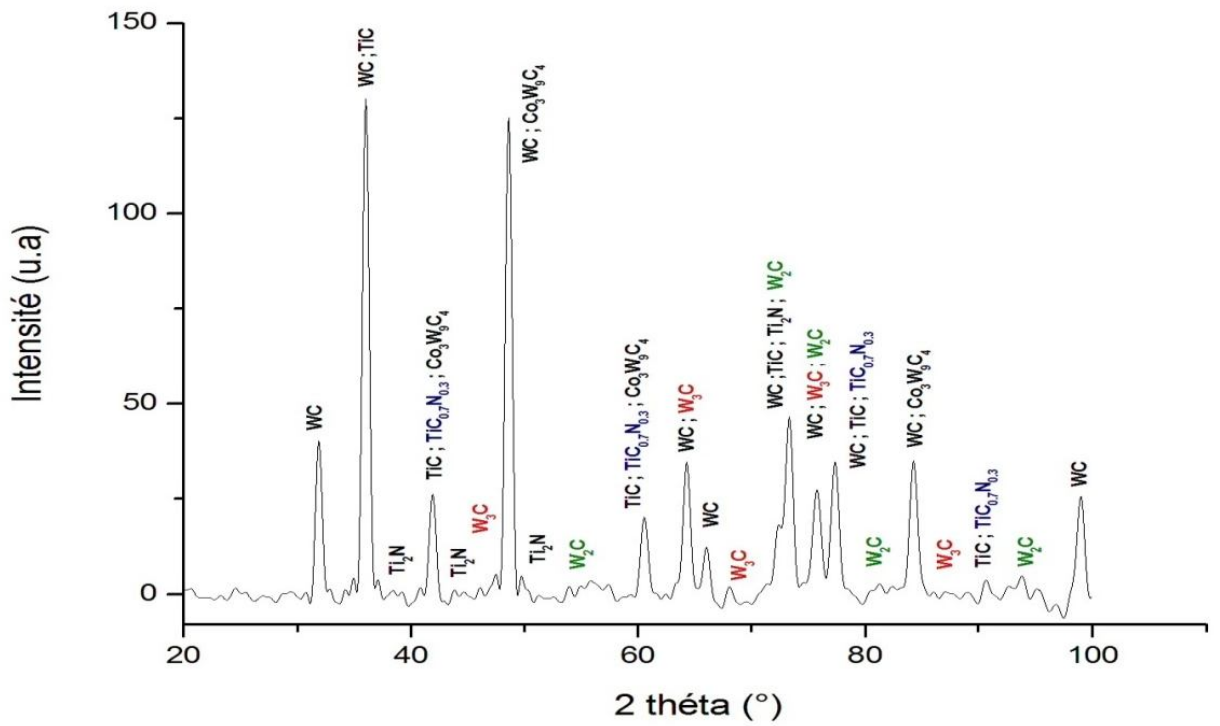


Fig. 47 : Spectre de diffraction de l'échantillon nitruré pendant 2h (liquide)

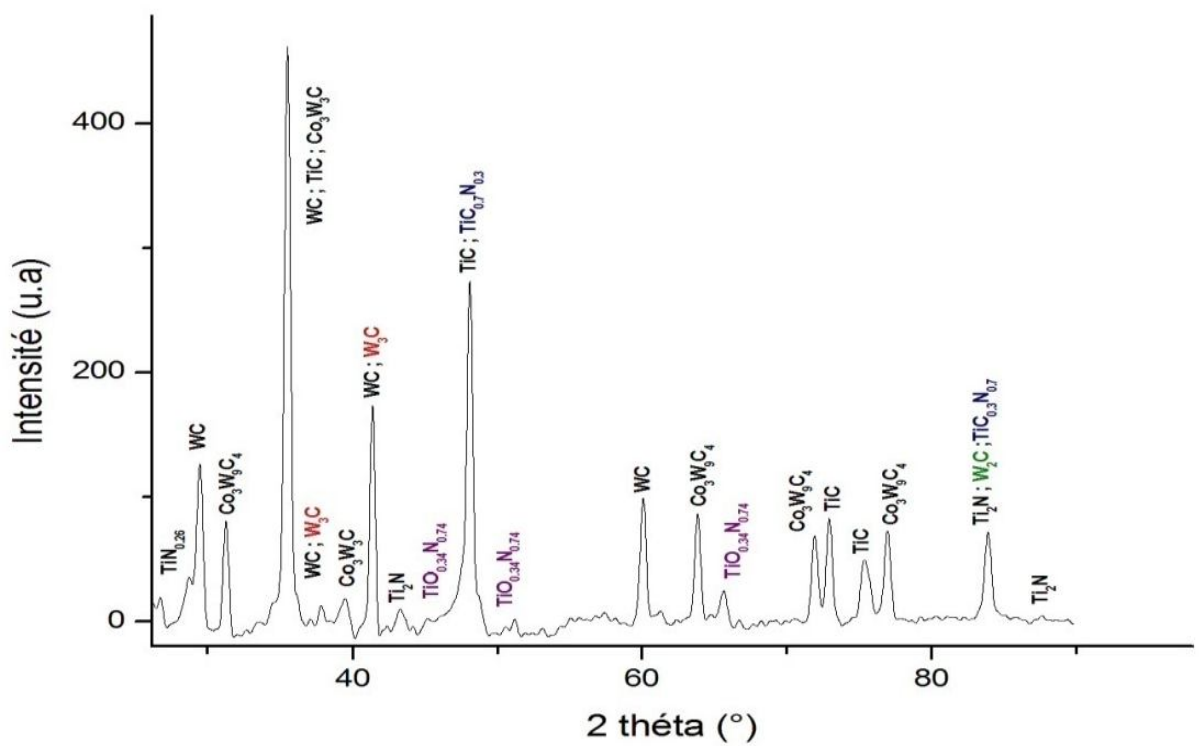


Fig. 48 : Spectre de diffraction de l'échantillon nitruré pendant 4h (liquide)

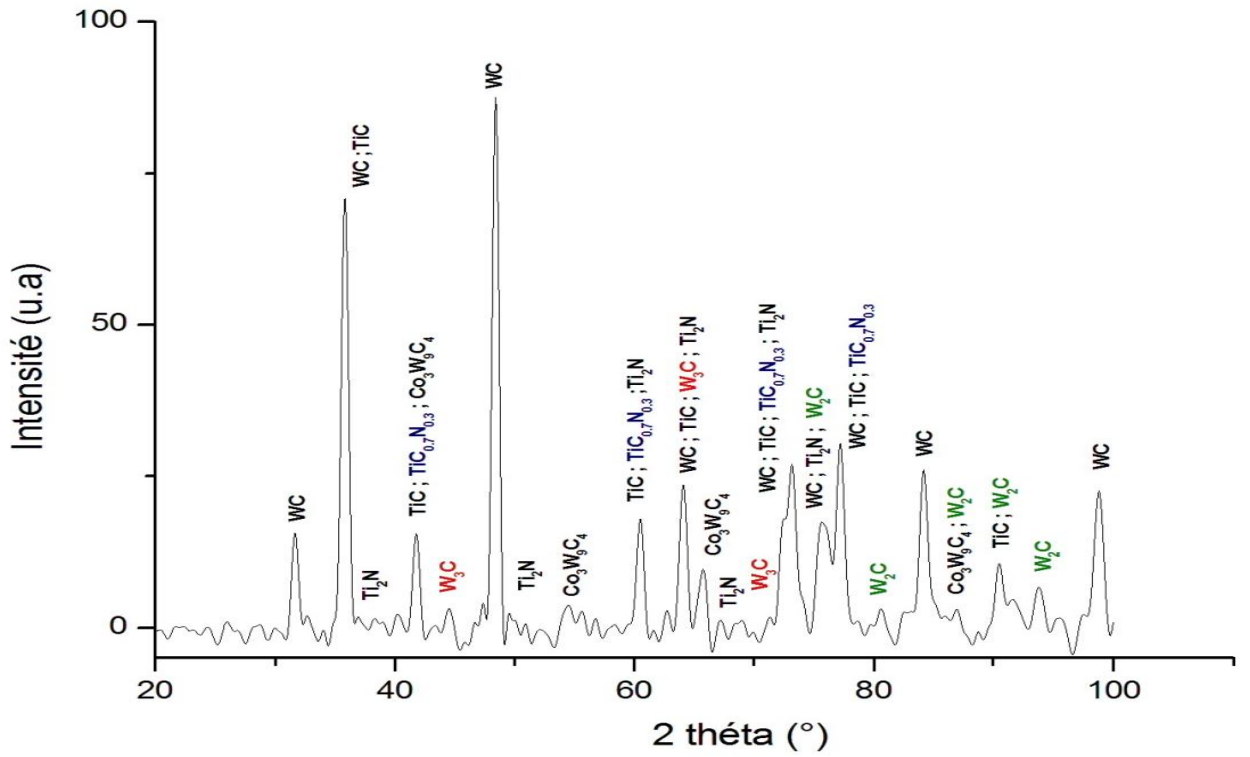


Fig. 49 : Spectre de diffraction de l'échantillon nitruré pendant 6h (liquide)

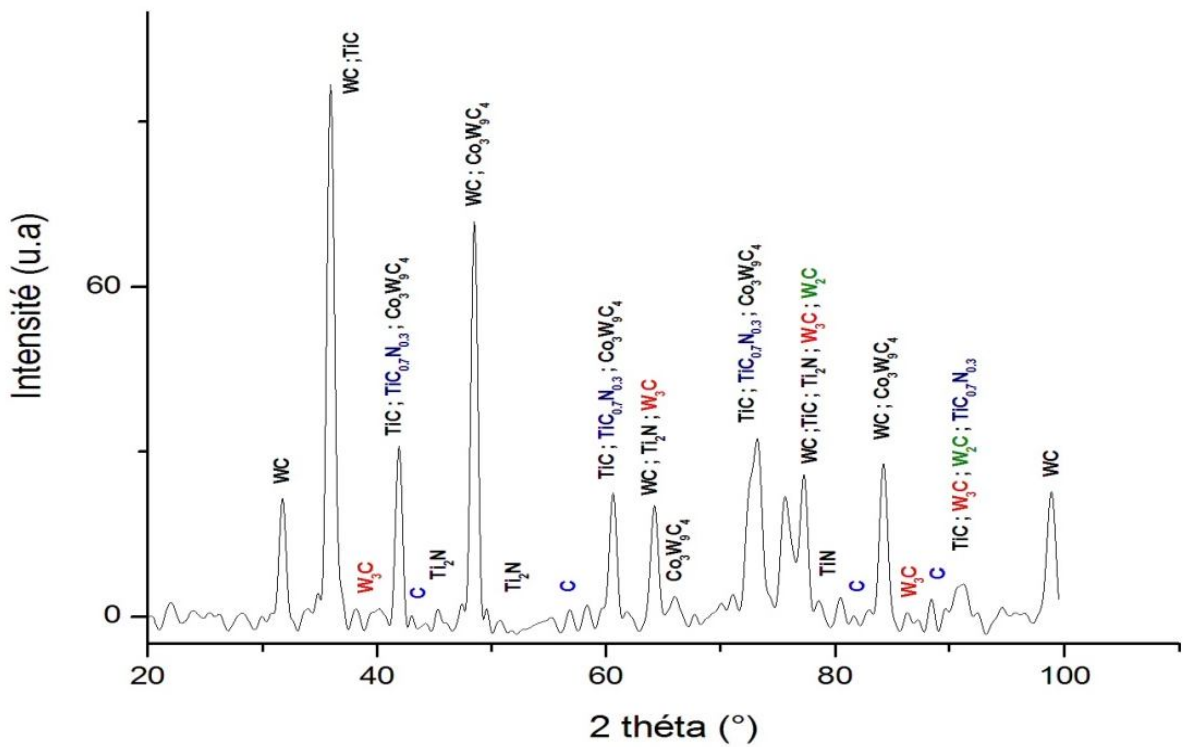


Fig. 50 : Spectre de diffraction de l'échantillon nitruré pendant 12h (liquide)

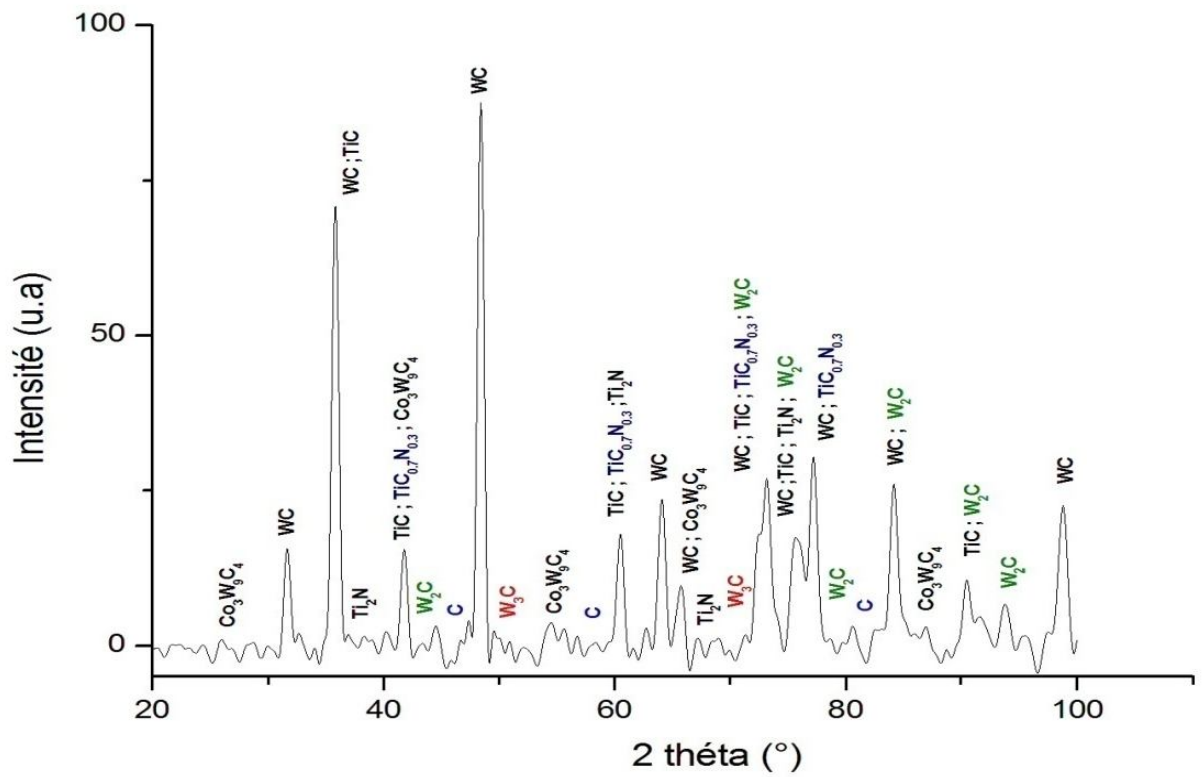
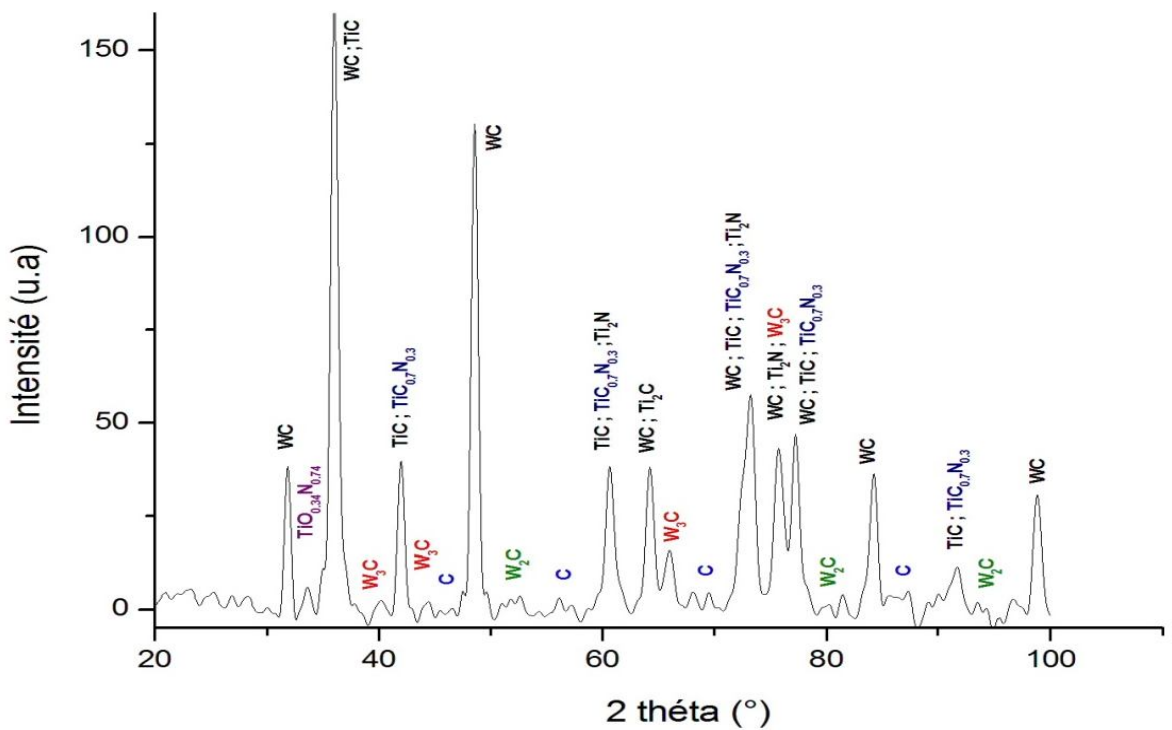


Fig. 51 : Spectre de diffraction de l'échantillon nitruré pendant 18h (liquide)



*Fig. 52 : Spectre de diffraction de l'échantillon nitruré pendant 24h (liquide)*

L'analyse par diffraction des rayons X a mis en évidence une évolution microstructurale après traitement thermo-chimique. Cette évolution se traduit par l'apparition des nitrures de titane  $TiN$ , des oxynitrures  $TiO_xN_y$  et des carbonitrures  $TiC_xN_y$  selon la nature et la durée du traitement, du fait de l'affinité du titane pour le carbone, l'azote et l'oxygène.

Les phases présentes confirment la diffusion simultanée du carbone et de l'azote pendant le traitement par nitruration.

Comparé à l'état brut, la diffusion de l'azote se traduit par l'apparition du nitrure de titane intermédiaire  $Ti_2N$  et des carbonitrures complexes  $TiC_xN_y$ . La présence fortuite des oxynitrures pourrait s'expliquer par l'introduction involontaire de l'oxygène par l'intermédiaire de  $NH_3$  technique (de pureté moyenne).

Aucun changement n'a été remarqué dans la nature des carbures simples  $W_2C$ ,  $WC$  et les carbures complexes  $Co_xW_yC_z$  sur les spectres des échantillons traités comparés à celui de l'échantillon brut. Par contre, la composition stœchiométrique des nitrures de titane évolue. Seul  $Ti_2N$  a été fortement mis en évidence. Quelques pics de  $TiN$  ont été identifiés sur certains spectres (spectre de 12h par exemple).

Ce phénomène est lié au potentiel du bain de nitruration, lorsque le maintien est prolongé jusqu'à 12 heures sans régénération, l'intensité de la diffusion diminue, le processus s'affaiblit, et le transfert a tendance à changer de direction, de la surface de la pièce vers le bain où la concentration des atomes diffusants atteint des niveaux inférieurs à ceux du solide. Ce qui aura pour conséquence le déroulement de phénomène de décarburation et de désoxydation de la surface. On constate, par exemple, la disparition des oxynitrures à partir de 6 heures de maintien (figure 49).

## 5.4 INFLUENCE DU TEMPS DE MAINTIEN

### 5.4.1 Sur la microdureté

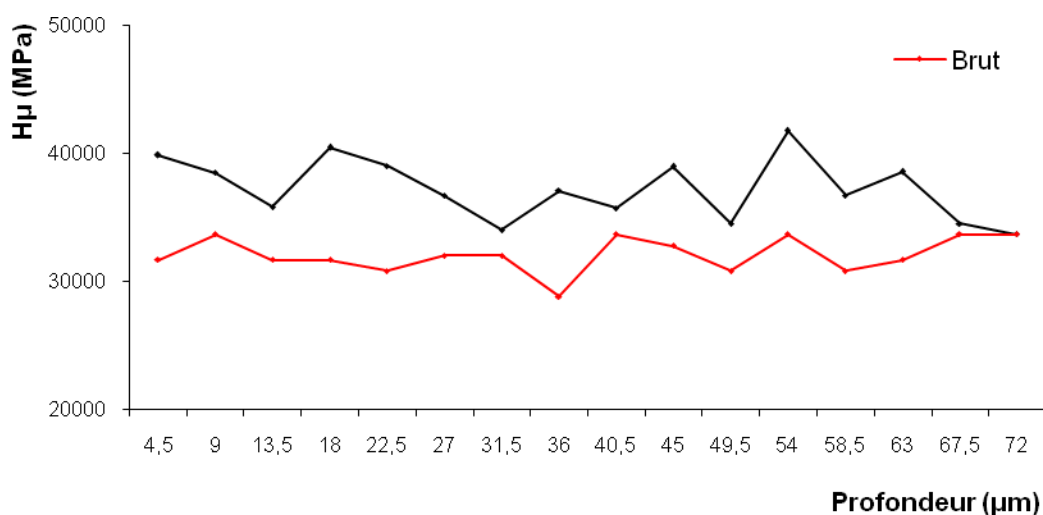


Fig. 53 : Profil de microdureté après nitruration liquide pendant 2h

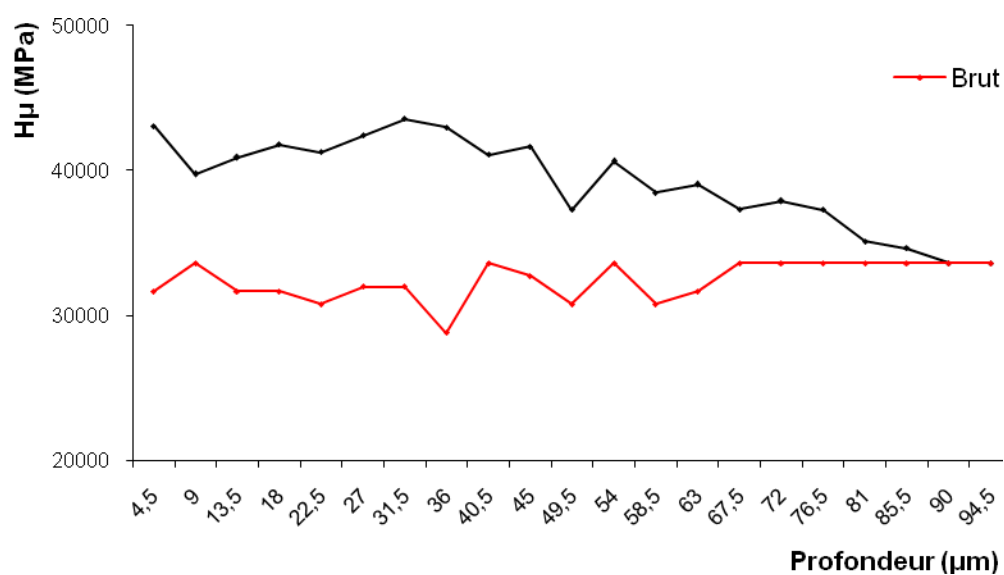


Fig. 54 : Profil de microdureté après nitruration liquide pendant 4h

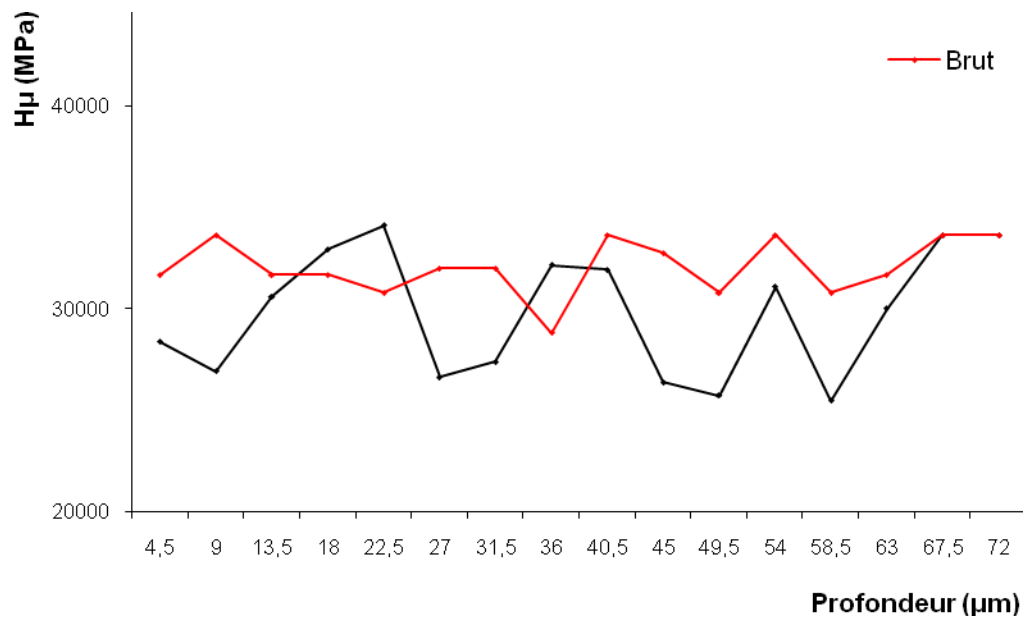


Fig. 55 : Profil de microdureté après nitruration liquide pendant 6h

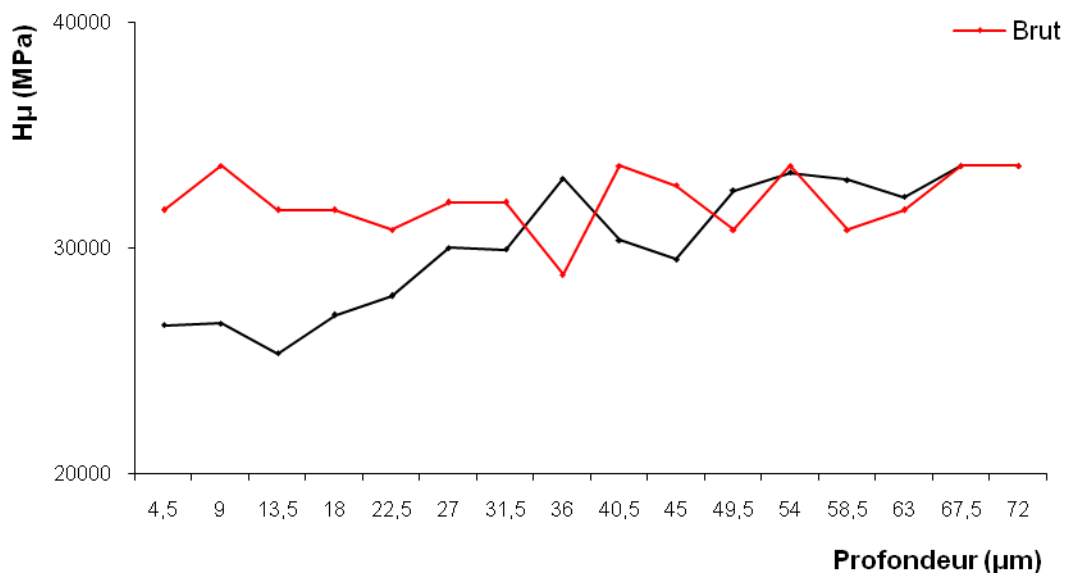


Fig. 56 : Profil de microdureté après nitruration liquide pendant 12h

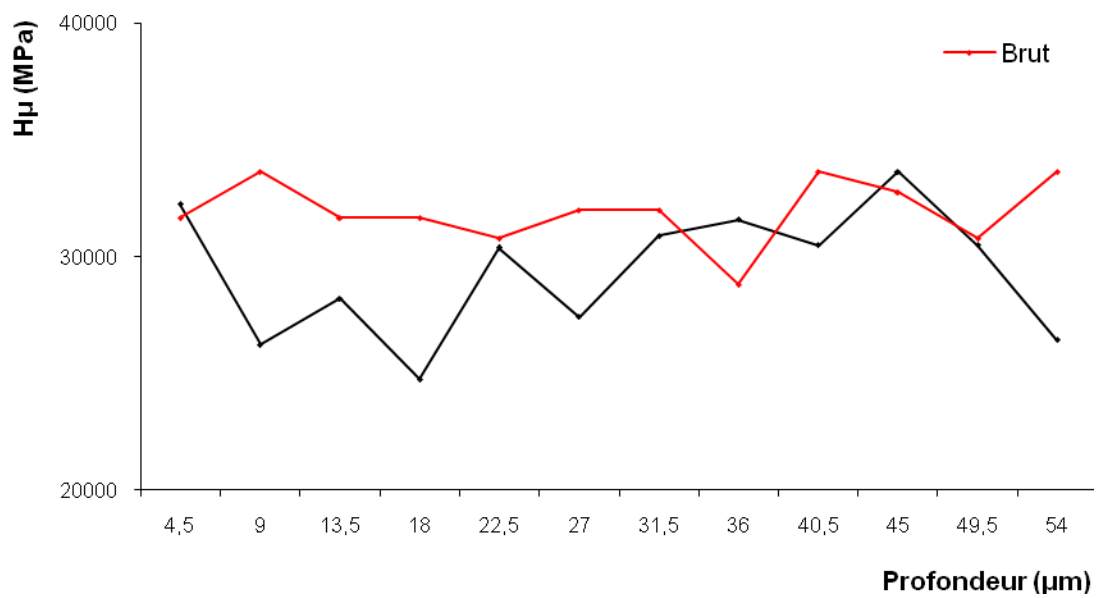


Fig. 57 : Profil de microdureté après nitruration liquide pendant 18h

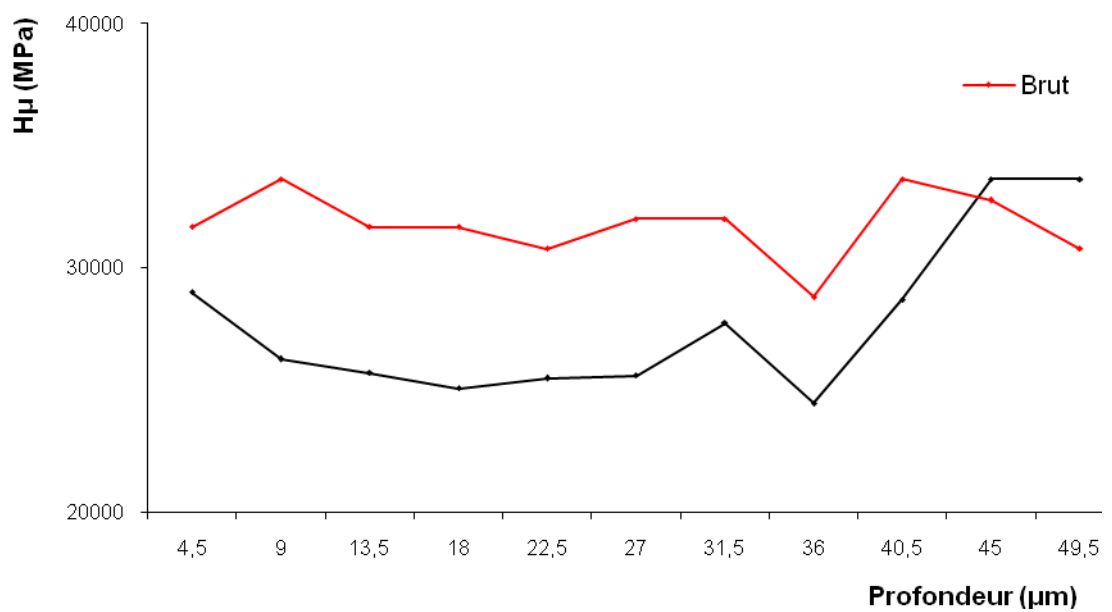


Fig. 58 : Profil de microdureté après nitruration liquide pendant 24h

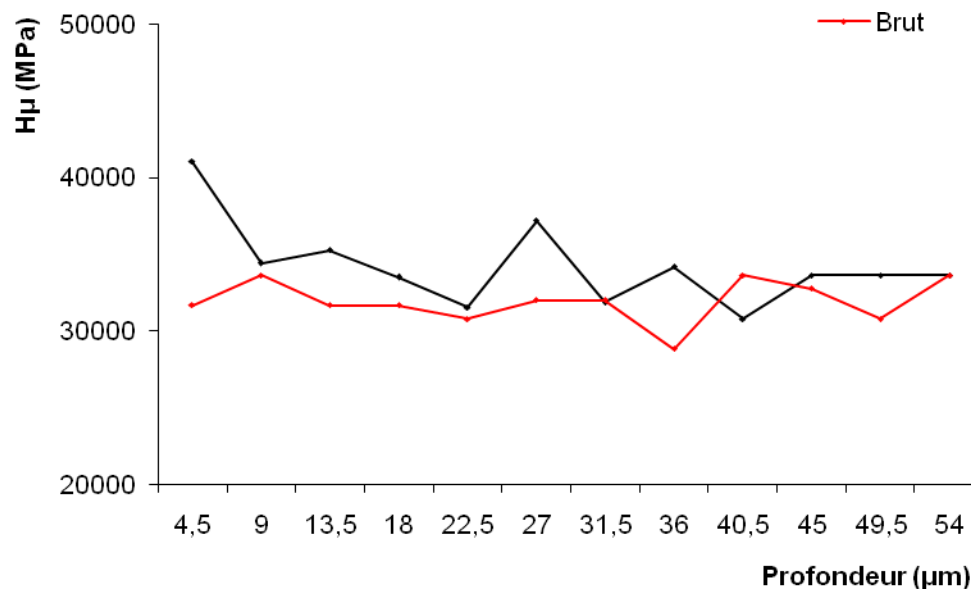


Fig. 59 : Profil de microdureté après nitruration gazeuse pendant 1h30

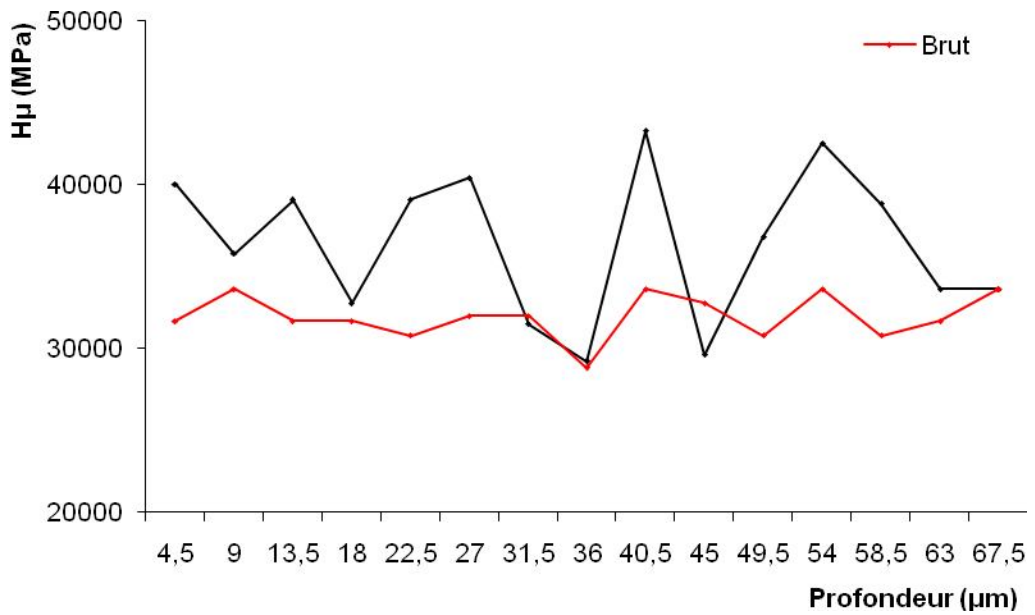


Fig. 60 : Profil de microdureté après nitruration gazeuse pendant 4h30

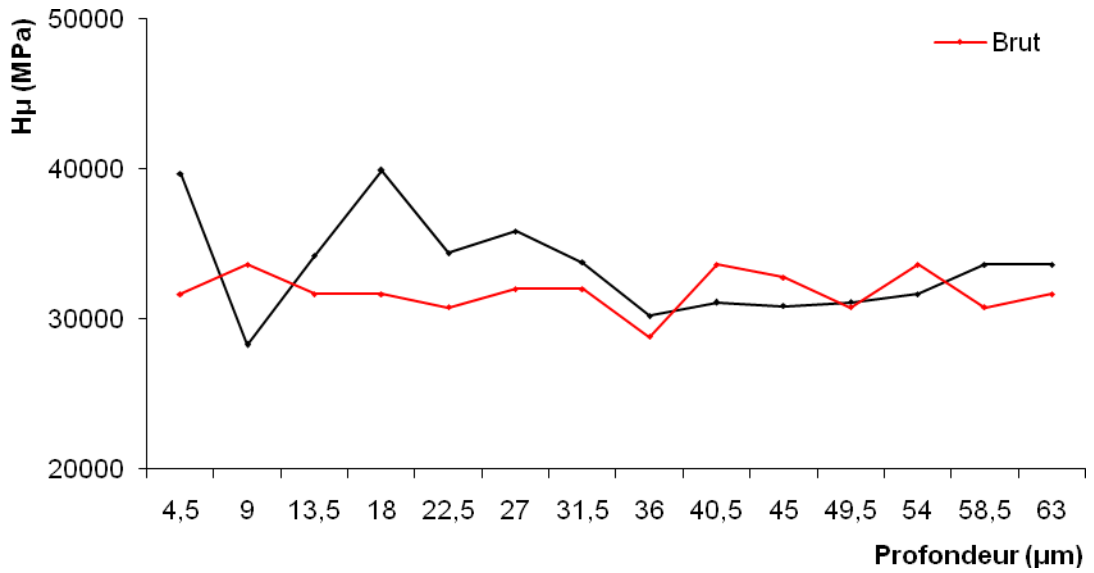


Fig. 61 : Profil de microdureté après nitruration gazeuse pendant 6h

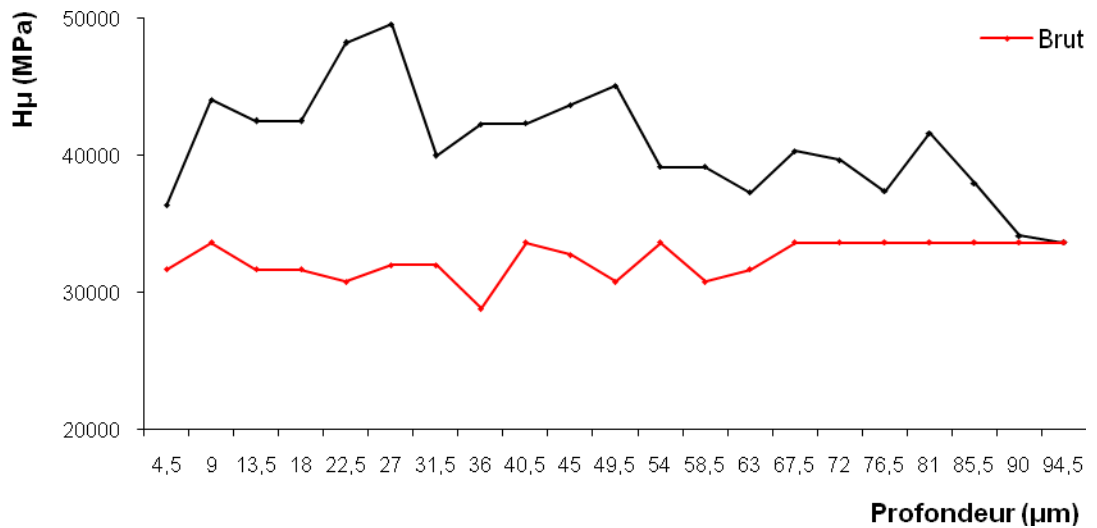


Fig. 62 : Profil de microdureté après carbonitruration pendant 3h

La figure 53, présente le profil de microdureté enregistré sur l'échantillon traité par nitruration liquide pendant 2h. On peut constater un accroissement notable de la dureté de l'échantillon. Elle dépasse largement celle de la référence (état brut). La filiation de microdureté a montré, que dans le cas des carbures cémentés, la loi des couches de diffusions n'est pas respectée.

On n'observe pas de variations de la microdureté en fonction de l'épaisseur des différentes sous couches, dont la formation obéit au diagramme d'équilibre, comme dans le cas des alliages compacts.

Dans le cas des carbures cémentés, la diffusion a lieu d'une manière sélective, principalement dans les zones constituées de carbure de titane (comme il a été établi précédemment) du fait de l'aptitude de cette phase à accepter les atomes d'insertion en mouvement (C, N, O), contrairement aux particules de carbures de tungstène (WC, W<sub>2</sub>C).

La cinétique de diffusion sera alors conditionnée par la présence de la porosité fermée et des joints de grain. Une diffusion en volume peut être alors modifiée lorsque le chemin du flux d'atomes suit les défauts.

La microdureté évoluera donc en fonction du temps de maintien dans le bain et en fonction de la morphologie de la zone de diffusion. La présence des pores fermés accélère le flux migratoire grâce à l'existence de gradient de concentration des lacunes, véritable moteur de la diffusion lacunaire. Cependant la diffusion demeure aléatoire et tributaire de la disposition des particules de TiC dans la morphologie des frittés.

La microdureté évolue progressivement d'un maintien à l'autre de 30.000 à 45.000MPa. Cette évolution est due principalement à l'apparition simultanée des nitrures TiN, des oxynitrures TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> et des carbonitrures TiC<sub>x</sub>N<sub>y</sub> tels a été montrés sur les spectres de diffraction.

Cependant, la microdureté accuse un abaissement à partir de 6 heures (figures 55-58). On a enregistré un écart plus important dans les valeurs de la dureté, dont certaines sont en dessous de celles de l'état brut. L'explication la plus plausible est à mettre sur le compte de l'évolution de la nature des phases lors du maintien. Notre avis et en regard des résultats de la diffraction des rayons X, s'expliquerait par le changement des phases qui s'opèrent dans la structure à partir de 6 heures. Les oxynitrures de titane tel que TiO<sub>0,34</sub>N<sub>0,74</sub>, étant des phases d'insertion, c'est-à-dire des phases constituées de la maille cubique de TiC

dans laquelle, les atomes de carbone, azote et oxygène occupent les sites tétraédriques et octaédriques. Leur disparition permet d'expliquer la diminution de la dureté observée à partir de 6 heures.

A l'origine de ce phénomène, on retrouve l'appauvrissement du bain en élément diffusant ou chute de son potentiel nitrurant. Les éléments d'insertion quittent alors la surface du solide vers le bain, dans la perspective d'équilibrer les concentrations. Ce phénomène de retour vers le bain est facilité par le caractère spécifique du fritté (présence de pores, défauts cristallins).

La diminution de la microdureté est observée pour les temps variant entre 6 à 24h, pour les échantillons nitrurés en milieu liquide (figures 55-58). Cette baisse progressive de dureté est due à la disparition des oxynitrides d'une part, et de la décarburation des échantillons, de l'autre.

Les mêmes phénomènes sont observés sur les profils de microdureté des échantillons nitrurés dans le milieu gazeux présentés par les figures 59-61.

### 5.4.2 Sur la dureté en surface

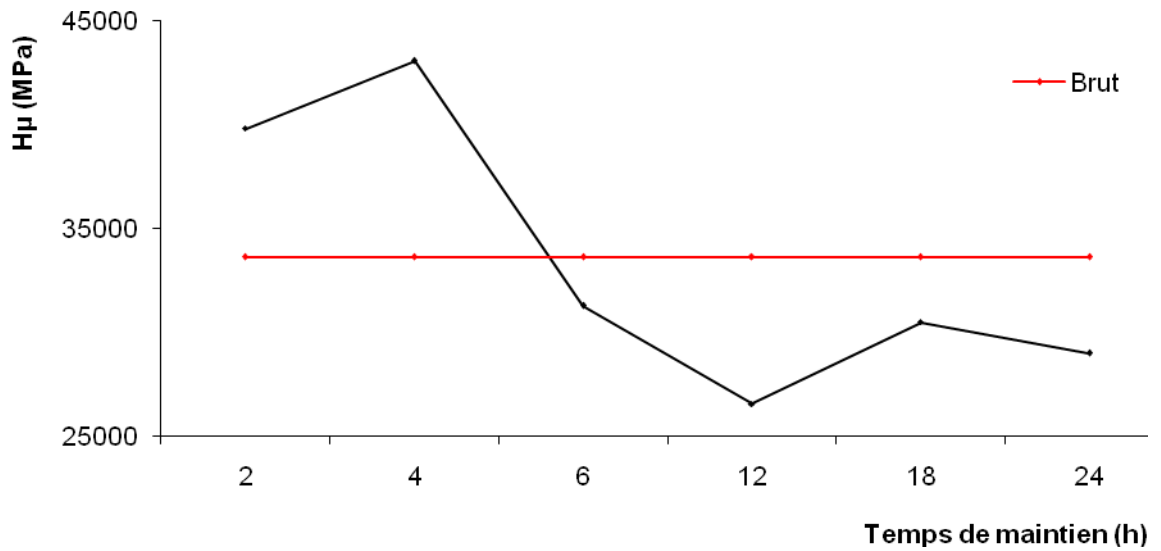


Fig. 63 : Dureté en surface à 4, d5 profondeur (nituration liquide)

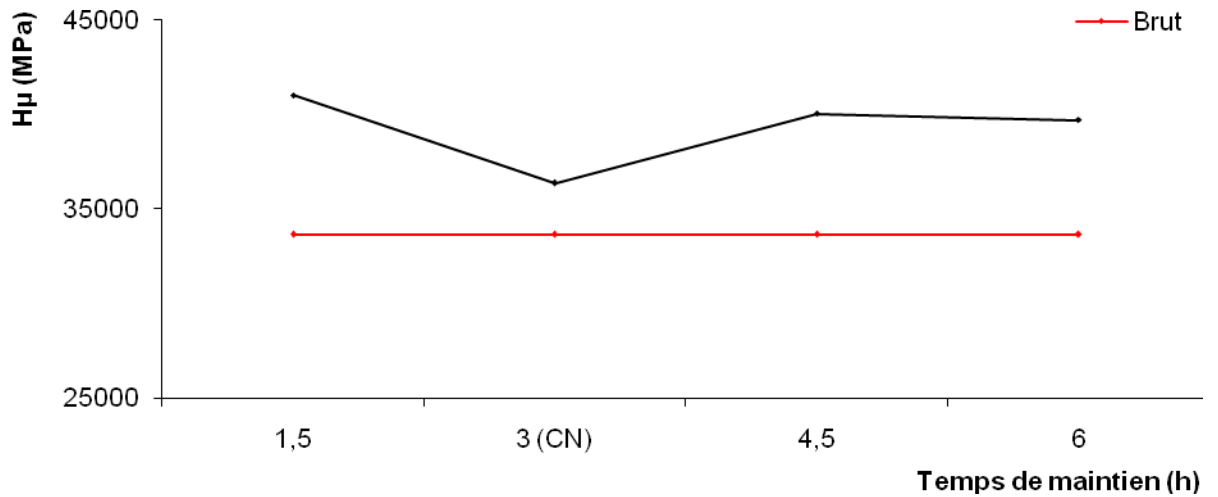


Fig. 64 : Dureté en surface à 4, d5 profondeur (nituration gazeuse)

### 5.4.3 Sur la perte de masse

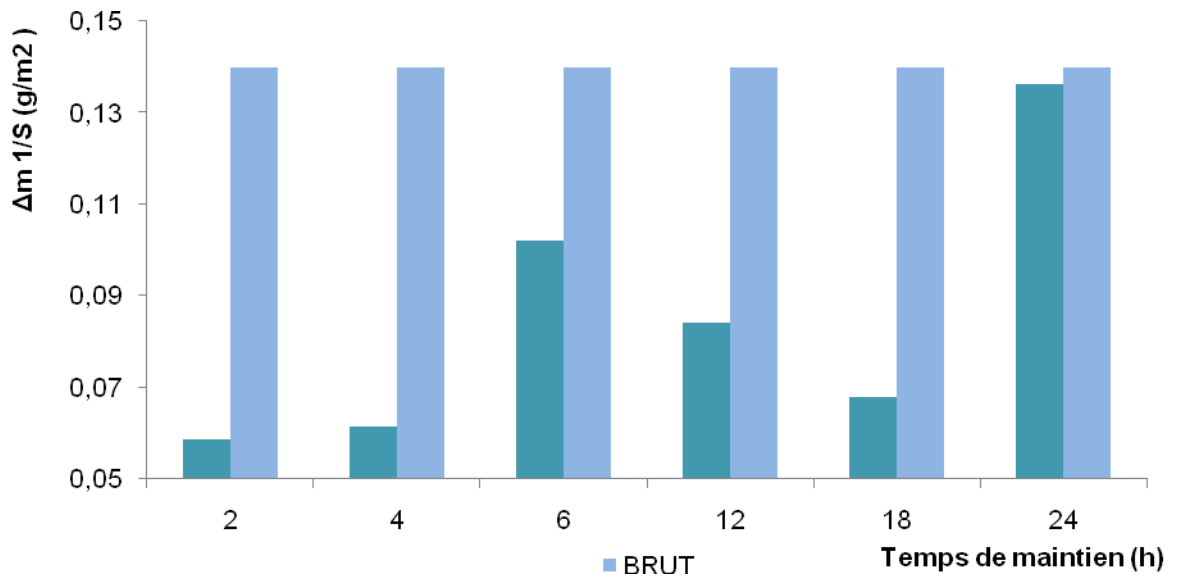
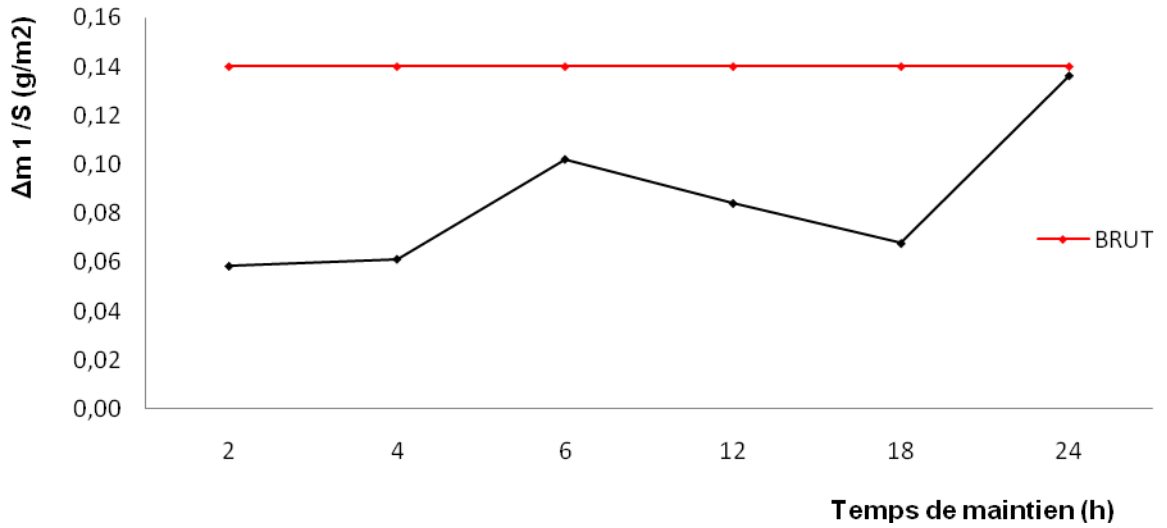


Fig. 65 : Perte de masse pour un temps de glissement 15mn (nit. liquide)

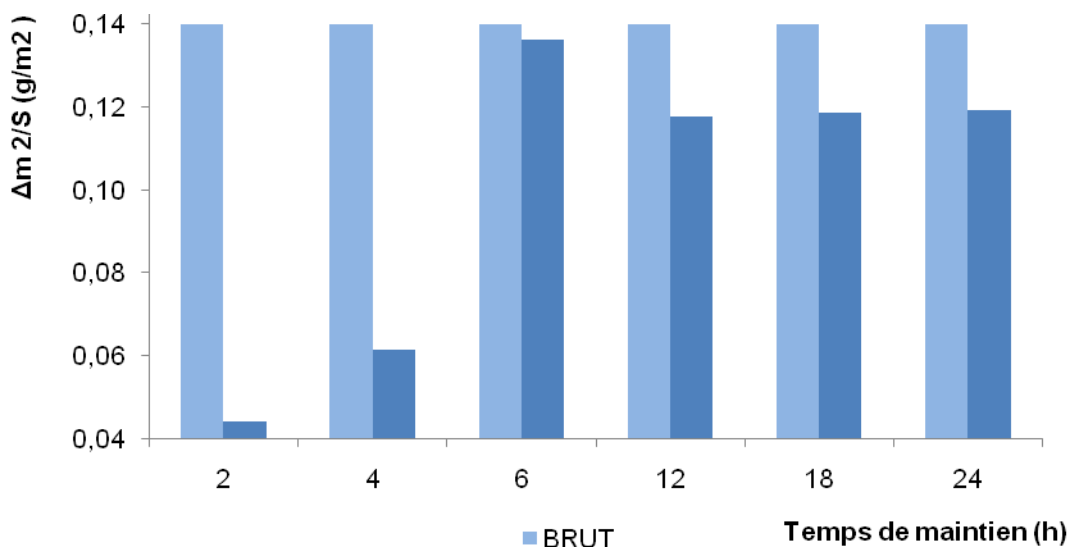
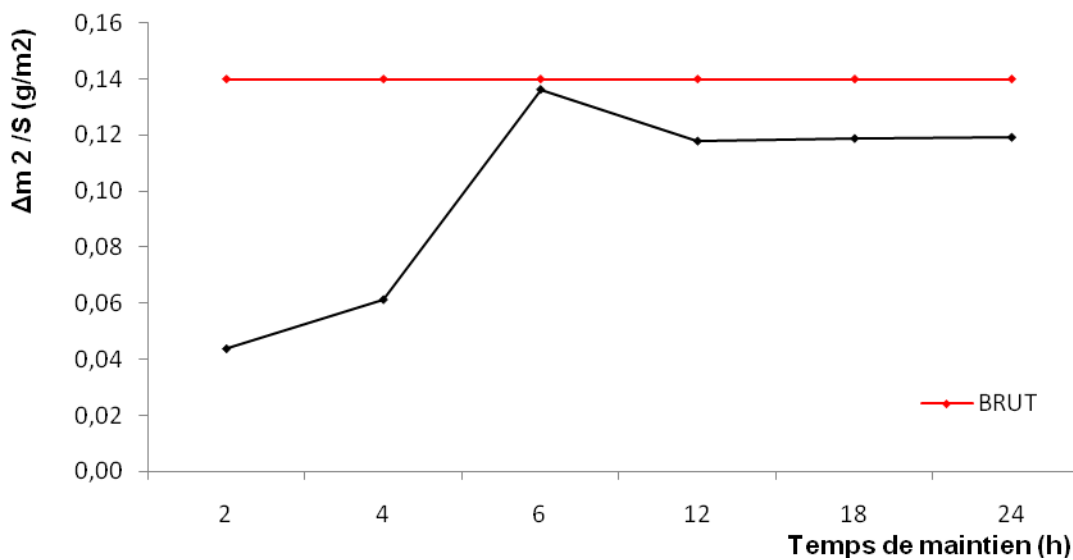


Fig. 66 : Perte de masse pour un temps de glissement 30mn (nit. liquide)

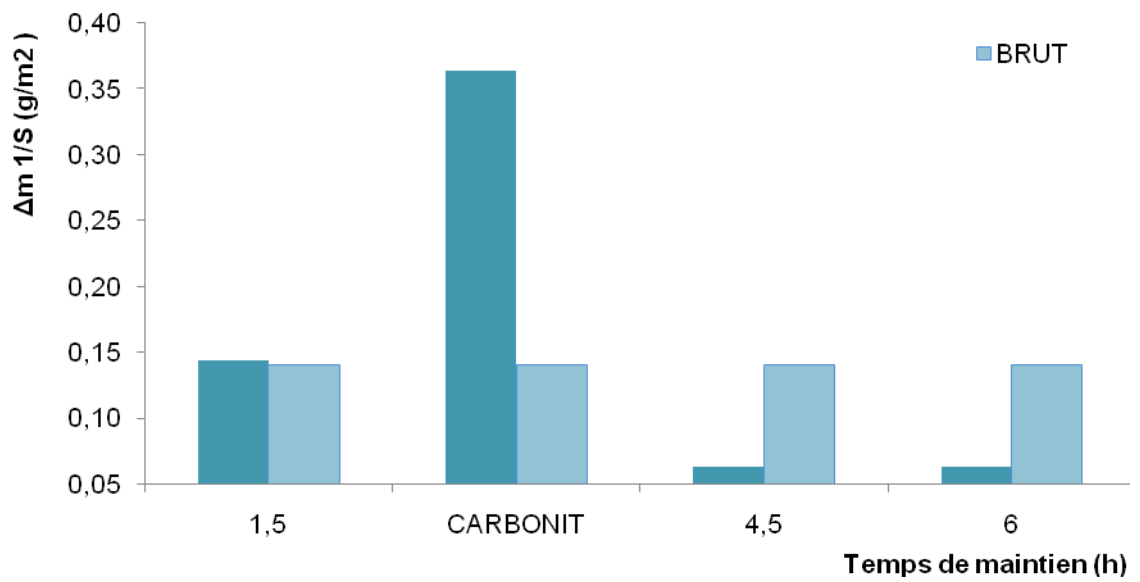
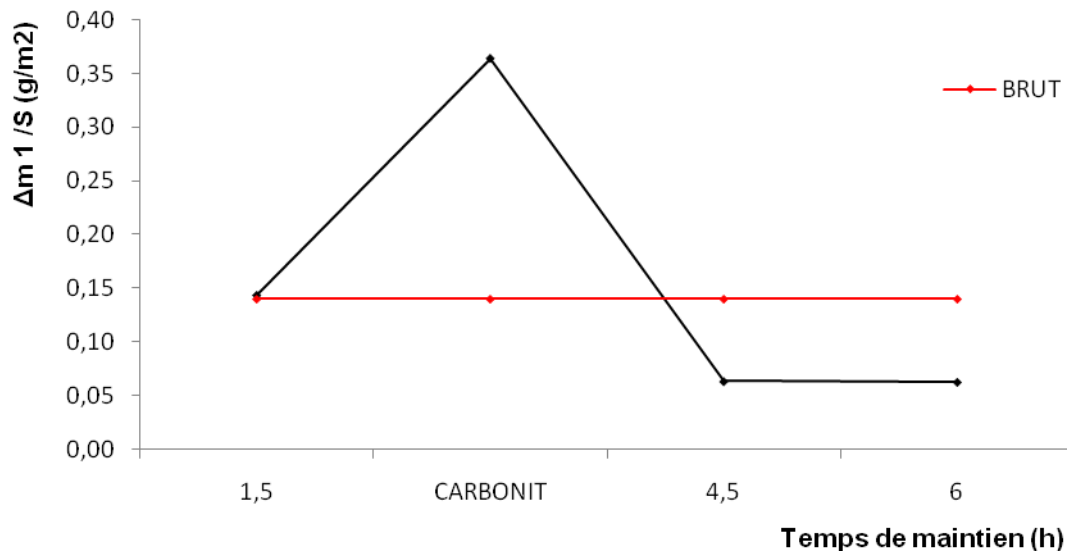


Fig. 67 : Perte de masse pour un temps de glissement 15mn (nit. gazeuse)

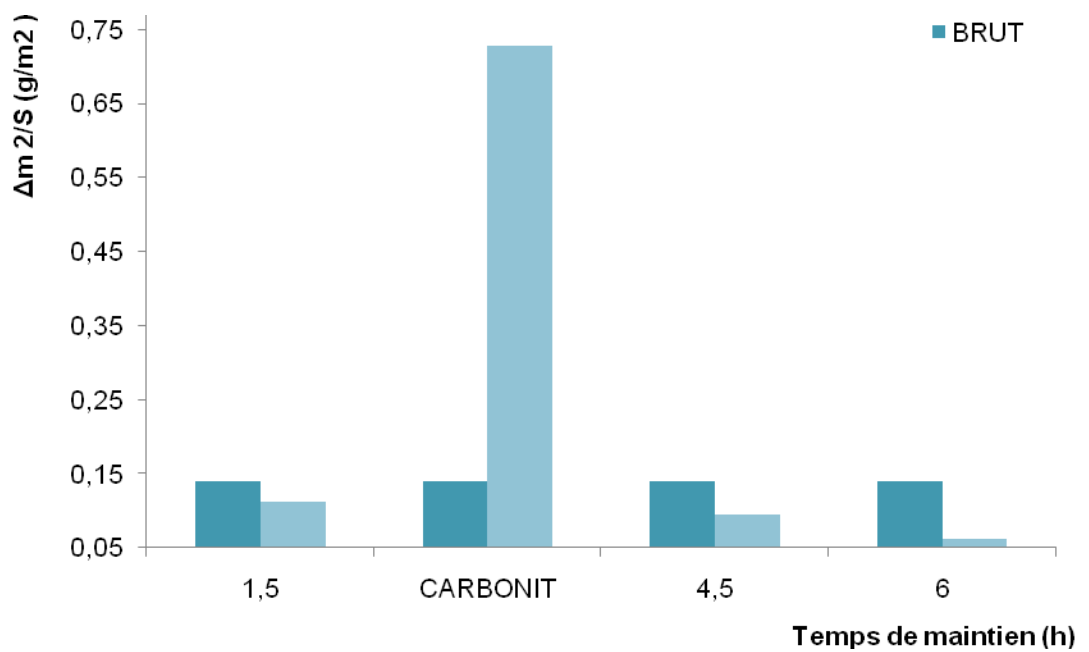
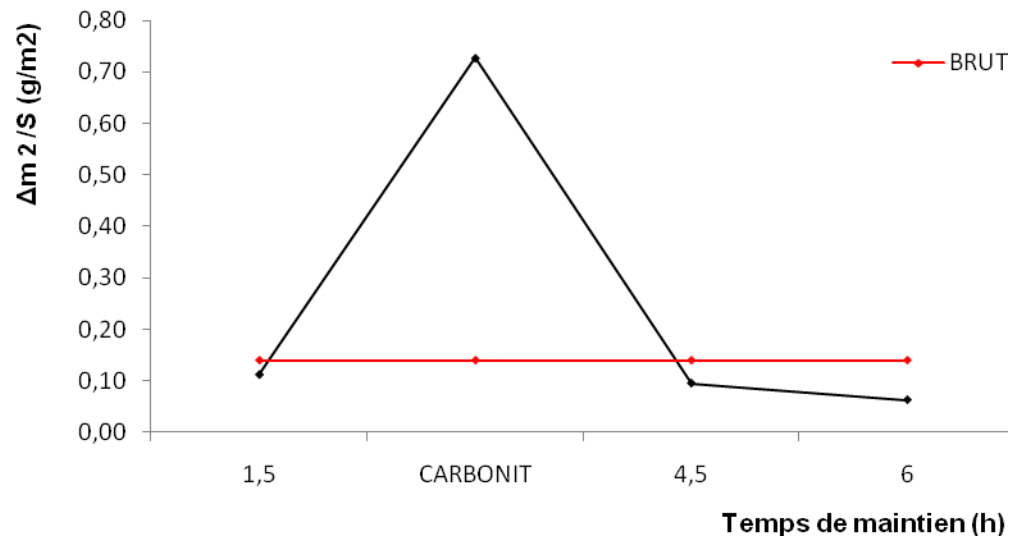


Fig. 68 : Perte de masse pour un temps de glissement 30mn (nit. gazeuse)

Le test d'usure par abrasion a confirmé les observations mises en évidence lors des mesures de la microdureté et de l'identification des phases par diffraction des rayons X, la perte de masse est nettement inférieure pour les temps de maintien compris entre 2 à 4h comparée à celle de l'échantillon brut (figures 65 et 67).

Ce qui atteste de l'amélioration de la tenue à l'usure par abrasion des échantillons traités. Il faut cependant noter la mauvaise tenue de l'échantillon carbonitruré. On pourrait attribuer cela au durcissement excessif (figure 62) de la surface suite à la diffusion similaire à 930°C du carbone et de l'azote.

Une dureté trop élevée (45.000 à 50.000MPa) devient un handicap lors des tests d'usure. Le caractère de l'endommagement passe de l'abrasion à l'arrachement des particules suite à une très grande fragilité.

Le premier parcours (15mn), a permis de réduire les aspérités de la surface ou la rugosité des échantillons. Cependant, lors du second parcours (30mn) les pertes de masse sont accentuées (figures 66 et 68). On pourrait mettre les résultats sur le compte des particules dures (débris de l'usure) qui se seraient détachées lors du premier parcours, pour participer au mécanisme d'abrasion au cours du second parcours.

Les histogrammes de la rugosité avant et après usure sont présentés par les figures 69 et 70. La rugosité initiale se répercute sur le comportement de la surface de l'échantillon. Ainsi un échantillon rugueux au départ, conduit à une faible rugosité, ce qui confirme le caractère de l'usure par abrasion. Ces remarques sont également valables pour la nitruration liquide et gazeuse.

#### 5.4.4 Sur le microrelief (rugosité)

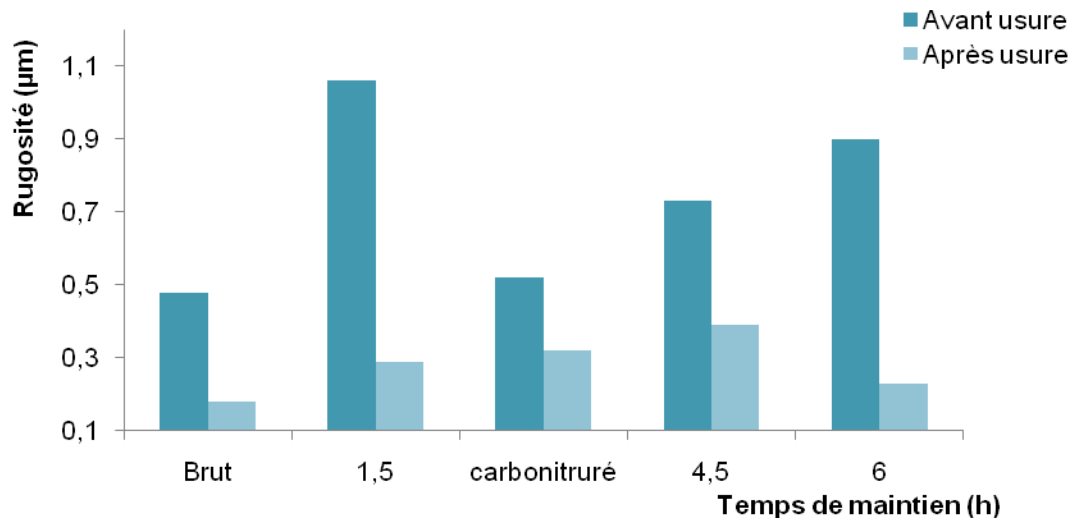


Fig. 69 : Microrelief de surface après usure des échantillons traités par nitruration gazeuse

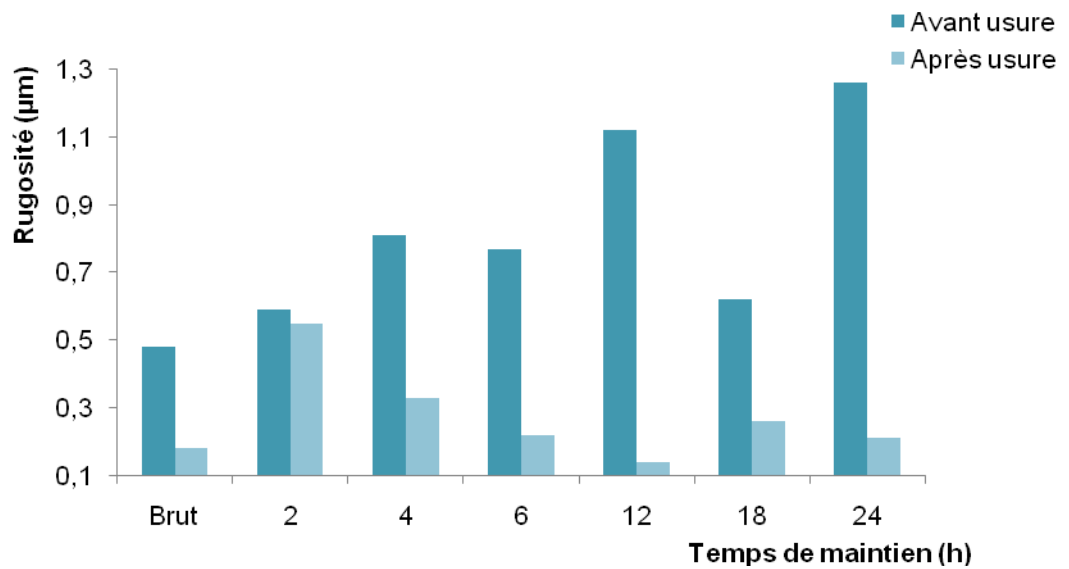


Fig. 70 : Microrelief de surface après usure des échantillons traités par nitruration liquide

### 5.4.5 Sur le paramètre cristallin de la maille de TiC

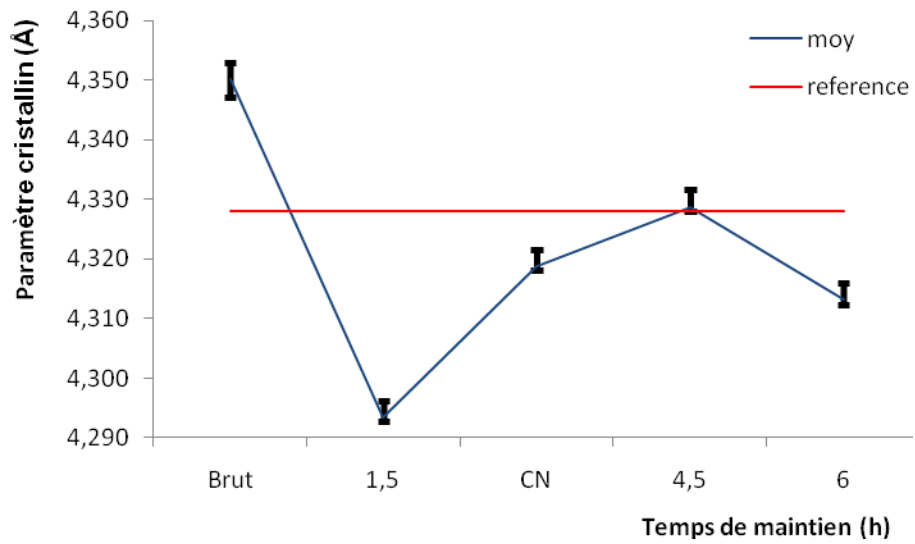


Fig. 71 : Paramètre cristallin des plans les plus intenses (nit. gazeuse)

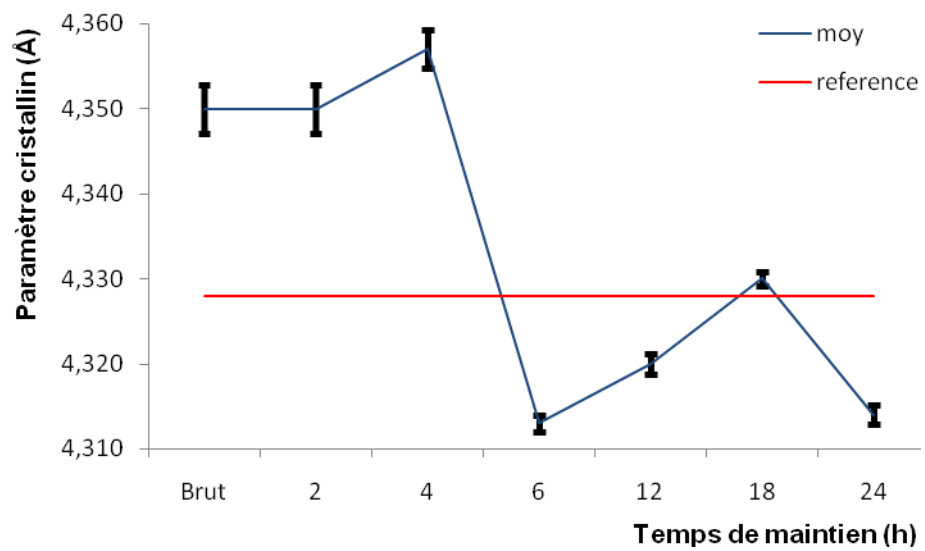


Fig. 72 : Paramètre cristallin des plans les plus intenses (nit. liquide)

#### 5.4.6 Sur l'amorçage de la fissure (indentation Vickers)

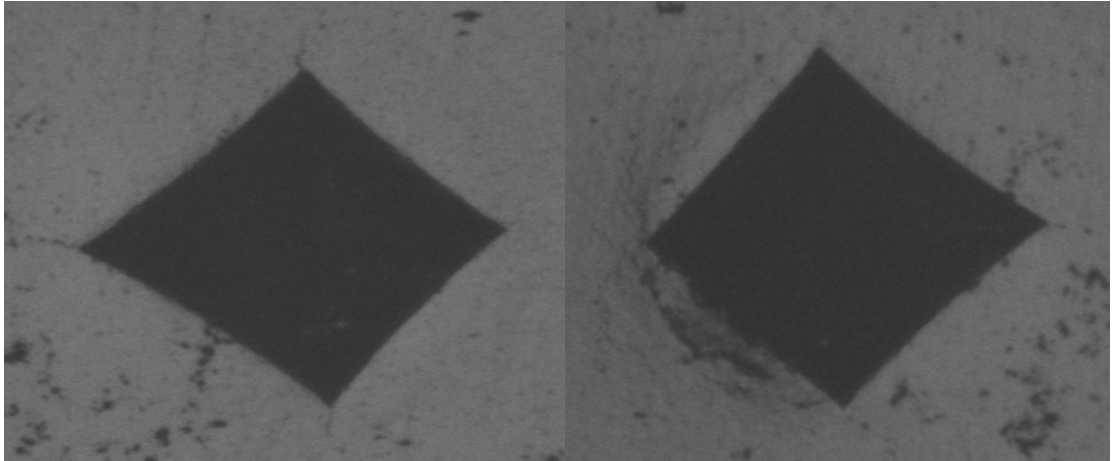


Fig. 73 : Empreinte Vickers présentant des fissures et écaillage.

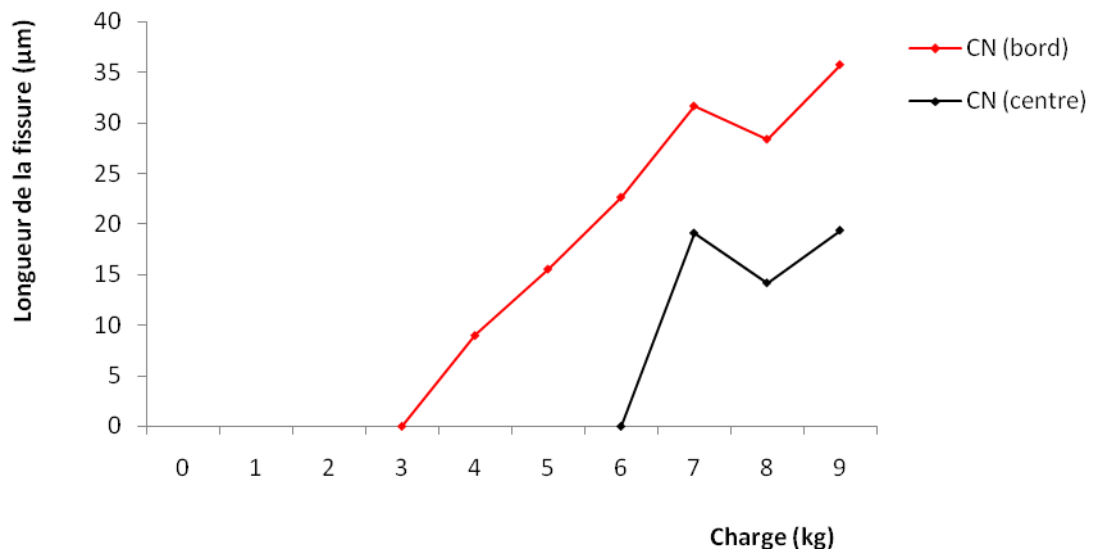


Fig. 74 : Longueur de la fissure d'un échantillon traité par carbonitruration

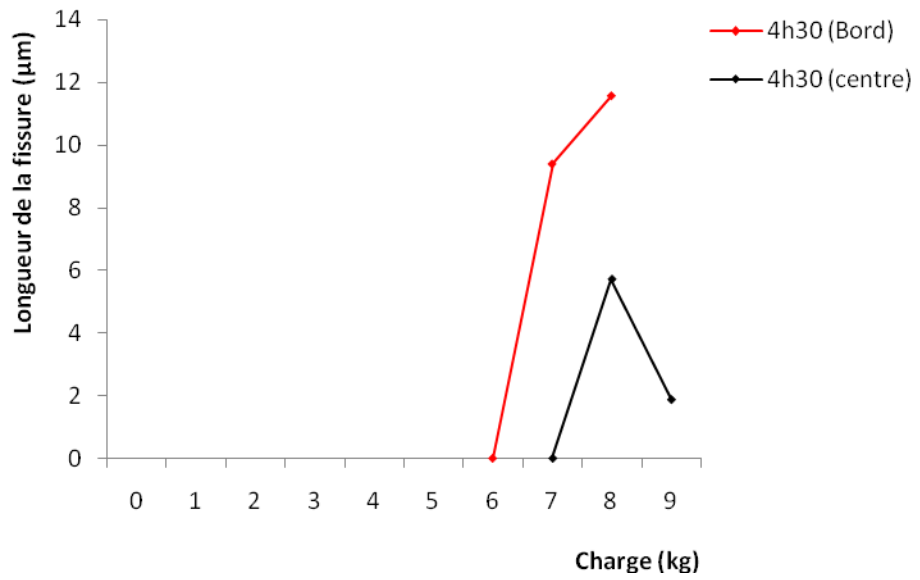


Fig. 75 : Longueur de la fissure d'un échantillon traité par nitruration gazeuse

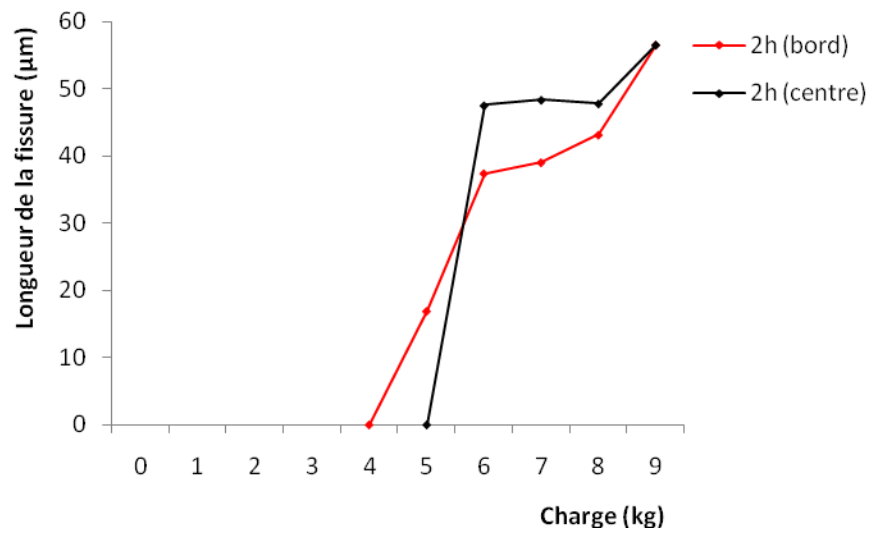


Fig. 76 : Longueur de la fissure d'un échantillon traité par nitruration liquide

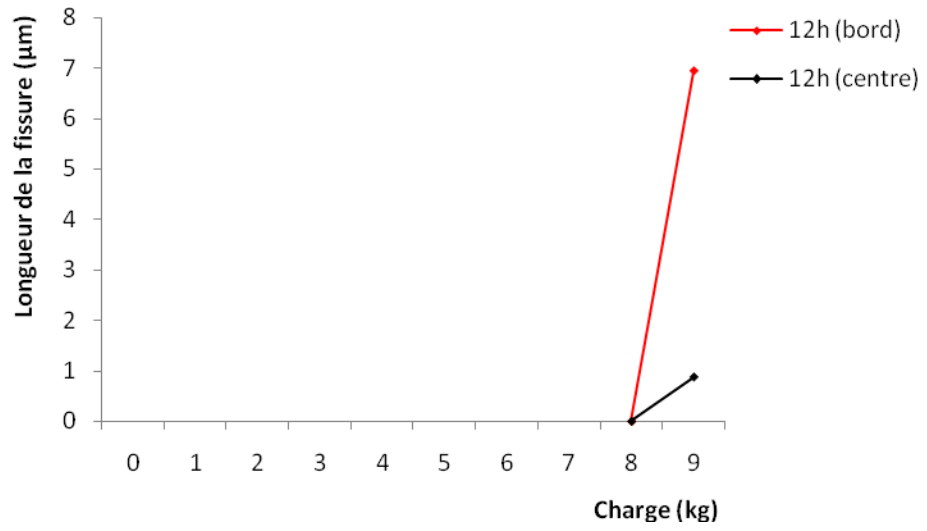


Fig. 77 : Longueur de la fissure d'un échantillon traité par nitruration liquide

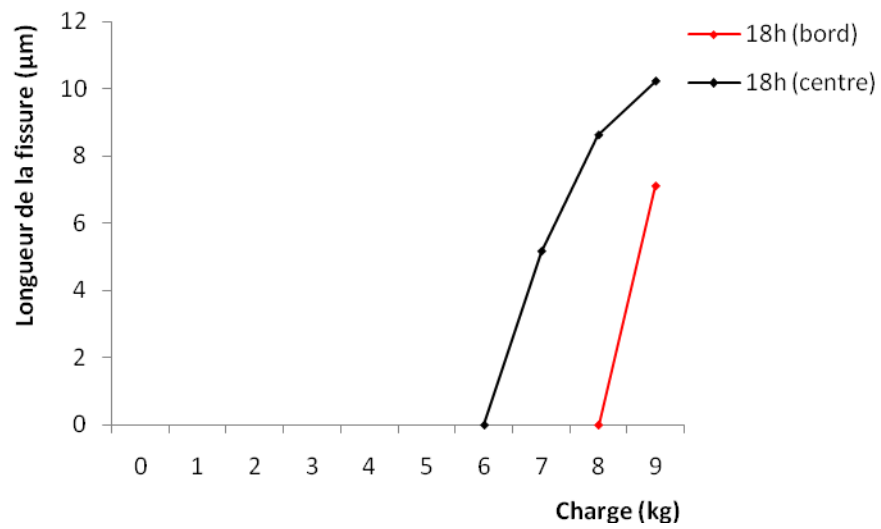


Fig. 78 : Longueur de la fissure d'un échantillon traité par nitruration liquide

L'enrichissement en carbone et en azote de la structure du carbure fritté suppose une augmentation de la dureté et par conséquent une altération des capacités du matériau à résister à la propagation fragile des fissures. De ce fait et afin d'apprécier les conséquences des traitements thermo-chimiques sur ce comportement, nous avons réalisé des essais sous différentes charges par indentation Vickers en mesurant la longueur de la fissure sur différents plans métallographiques parallèles à la surface de l'échantillon.

Dans le cas des matériaux frittés, l'essai peut paraître de moindre signification et comparé aux matériaux compacts coulés, la fissure rencontre généralement un pore sur son chemin ce qui arrête sa propagation. Cependant, quand il s'agit uniquement de matériaux frittés, les résultats de ces essais peuvent être exploités, l'erreur étant systématique.

Il faut noter aussi, qu'une dégradation du matériau autour de l'empreinte a été mise en évidence due aux fissures latérales qui se propagent d'abord sous l'empreinte, puis provoquent un écaillage en débouchant à la surface de l'échantillon (figure 73). Cook et al. notent que l'apparition de ce phénomène entraîne une diminution relative de la longueur des fissures radiales (38). Si l'on se réfère à nos résultats, les longueurs des fissures ne sont pas très importantes, du fait de la présence des pores qui ont l'avantage de freiner leur propagation.

Ce paramètre dépendra également de la dureté et de la nature du traitement. Il semble que la nitruration gazeuse a moins d'effet fragilisant que la carbonitruration (figures 74 et 75). Les longueurs de la fissure sont respectivement de  $12\mu\text{m}$  pour la nitruration gazeuse et plus de  $35\mu\text{m}$  pour la carbonitruration. Ces observations confirment d'ailleurs les mesures de microdureté, où les échantillons carbonitrurés ont montrés des valeurs dépassant 50.000MPa.

Cependant, cette partie des investigations demeure incomplète du fait d'un manque d'équipements adéquats pour étudier tous les matériaux et dans les conditions de charges requises.

### 5.4.7 Sur l'usure en dépouille et la rugosité de l'ébauche usinée

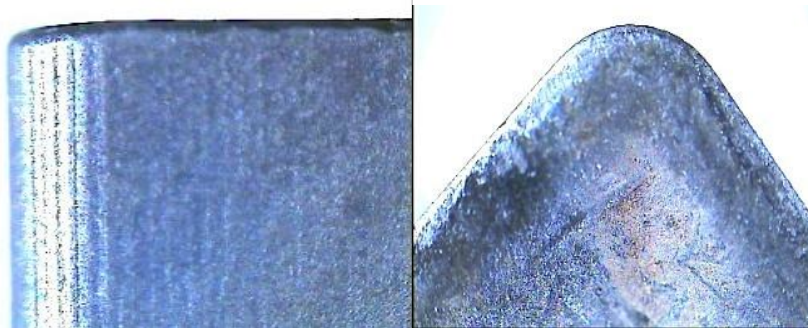


Fig. 79 : Macrostructure de l'arête de coupe avant et après usure (usure en cratère) (x4)

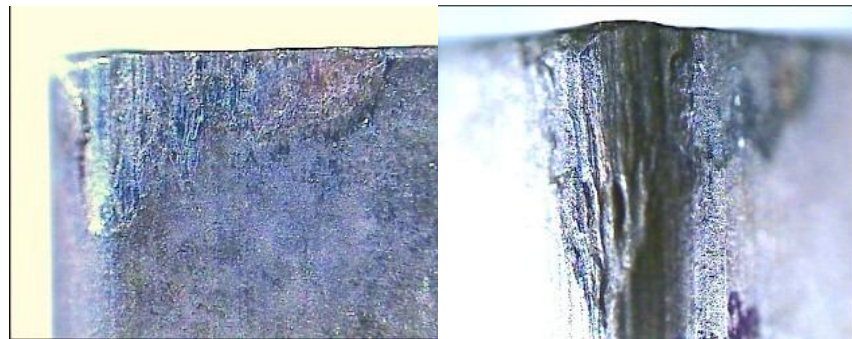


Fig. 80 : Macrostructure de l'arête de coupe après usure (usure en dépouille) (x4)

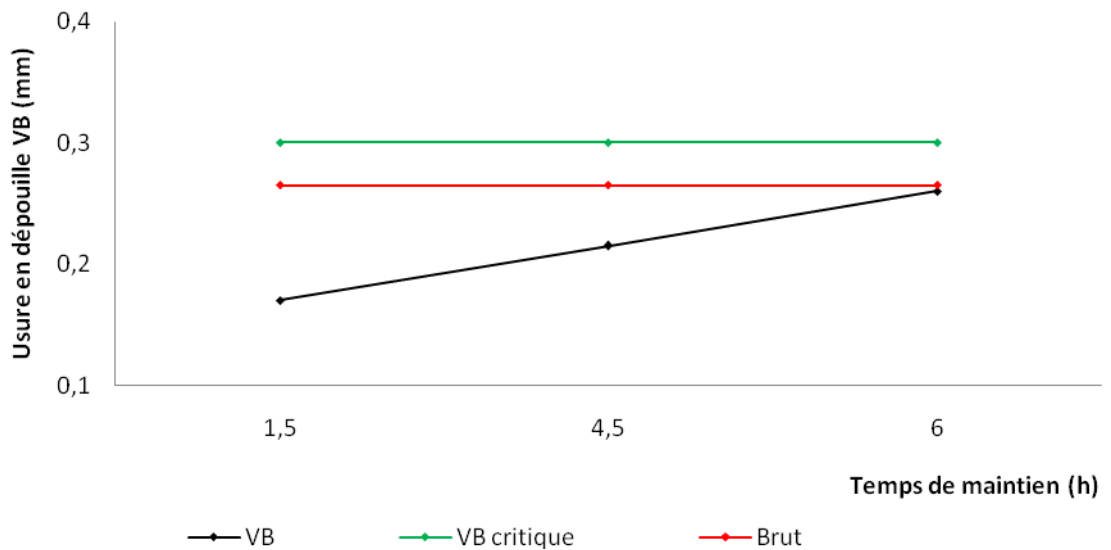


Fig. 81 : Usure en dépouille en fonction du temps de maintien (nitruration gazeuse)

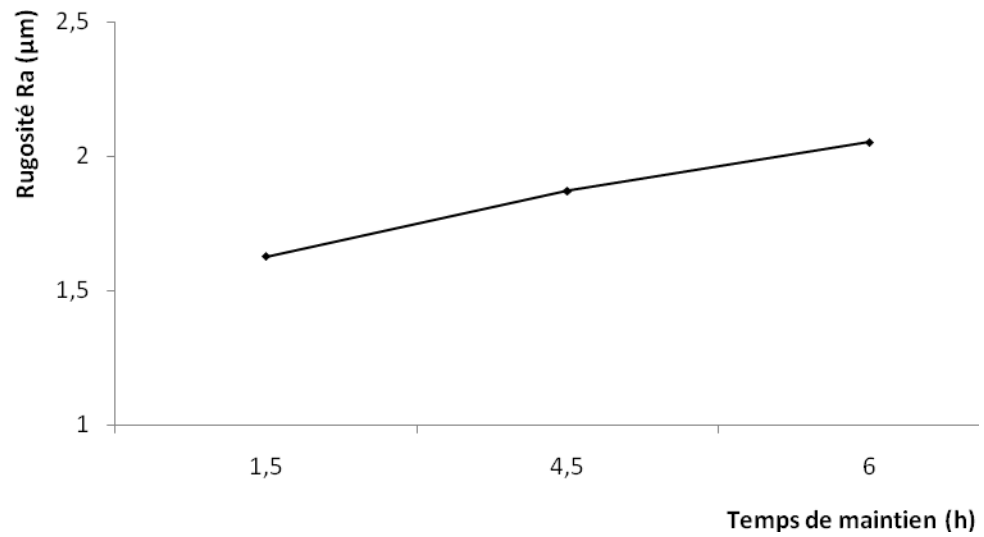


Fig. 82 : Évolution de la rugosité de l'ébauche usinée (nitruration gazeuse)

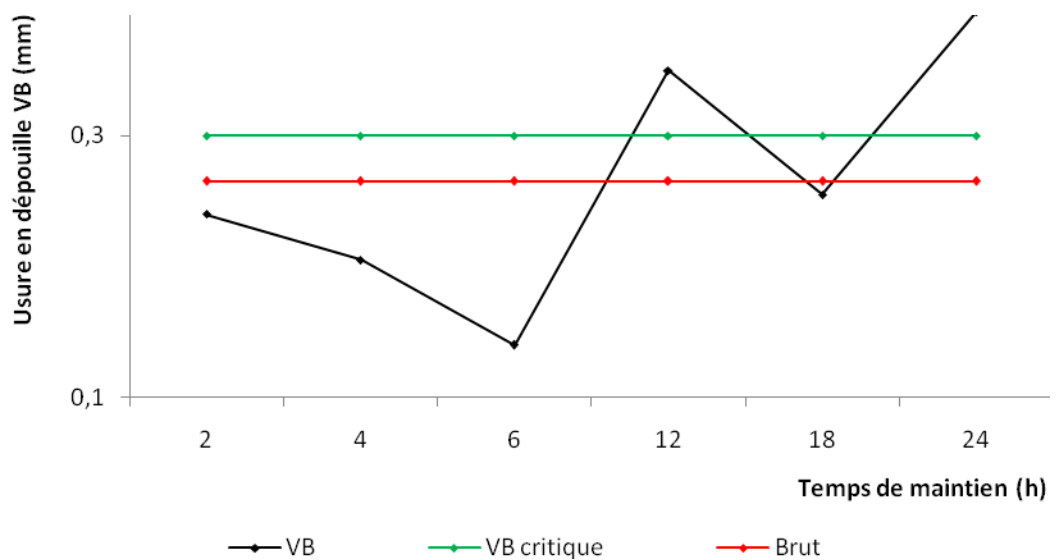
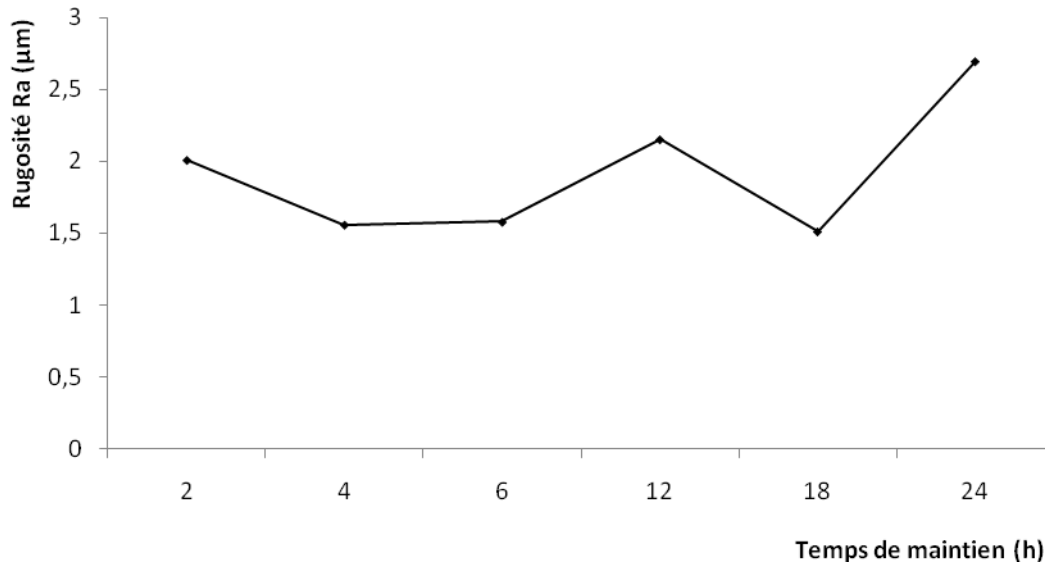


Fig. 83 : Usure en dépouille en fonction du temps de maintien (nitruration liquide)



*Fig. 84 : Évolution de la rugosité de l'ébauche usinée (nituration liquide)*

L'essai d'usinage des plaquettes, a montré que l'usure en dépouille n'atteint pas la valeur admissible (0,3mm) pour ce type d'essai, dans le cas de traitement par nituration gazeuse (figure 81), mais l'usure augmente en fonction du temps de maintien pour le cas de la nituration liquide (figure 83) L'augmentation de la dureté des plaquettes par traitements thermochimiques permet donc une meilleure tenue à l'usure de l'arête de coupe sans pour autant la fragilisée.

La rugosité de l'ébauche usinée suit le comportement à l'usure de l'outil : l'état de surface de l'ébauche renseigne sur l'état de l'arête de coupe de la pastille, et détermine sa durée de vie (figures 82 et 84).

#### **5.4.8 Sur la détermination du coefficient de frottement**

Les courbes du coefficient de frottement sur les figures 85 et 86 en fonction du temps prennent l'allure de la courbe de l'usure présentée sur la figure 29. L'augmentation du coefficient de frottement à la première minute correspond à l'énergie fournie pour dissoudre les aspérités de surface. Les variations du coefficient de frottement pourraient être expliquées par la participation des particules détachées ou débris d'usure, comme troisième corps du système tribologique, ce qui entraîne une régénération cyclique du microrelief de surface des échantillons traités. Le changement du coefficient de frottement pourrait être aussi attribué aux changements de la rugosité liée à l'oxydation des particules lors des tests dans des conditions sévères (sans lubrification) (42).

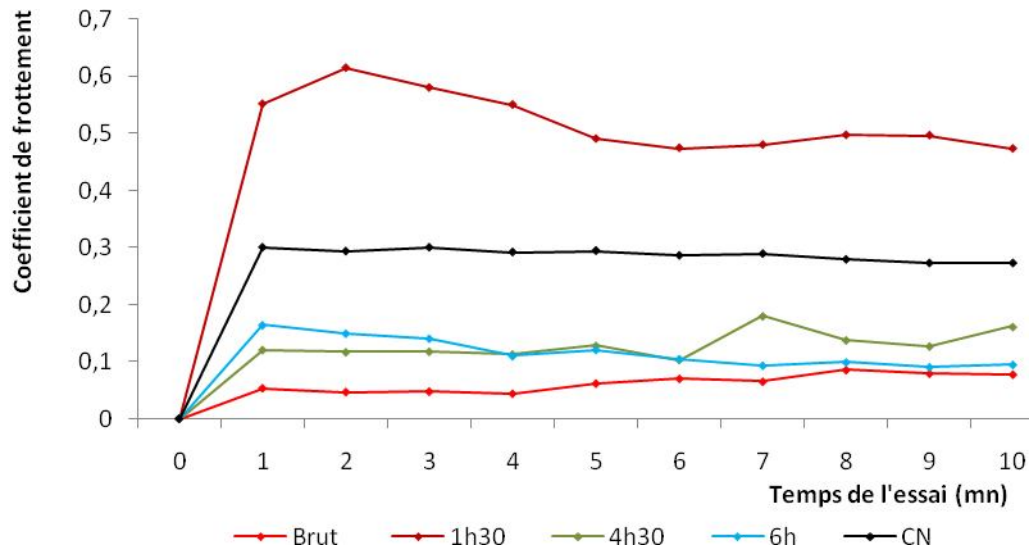


Fig. 85 : Courbes du coefficient de frottement (nituration gazeuse)

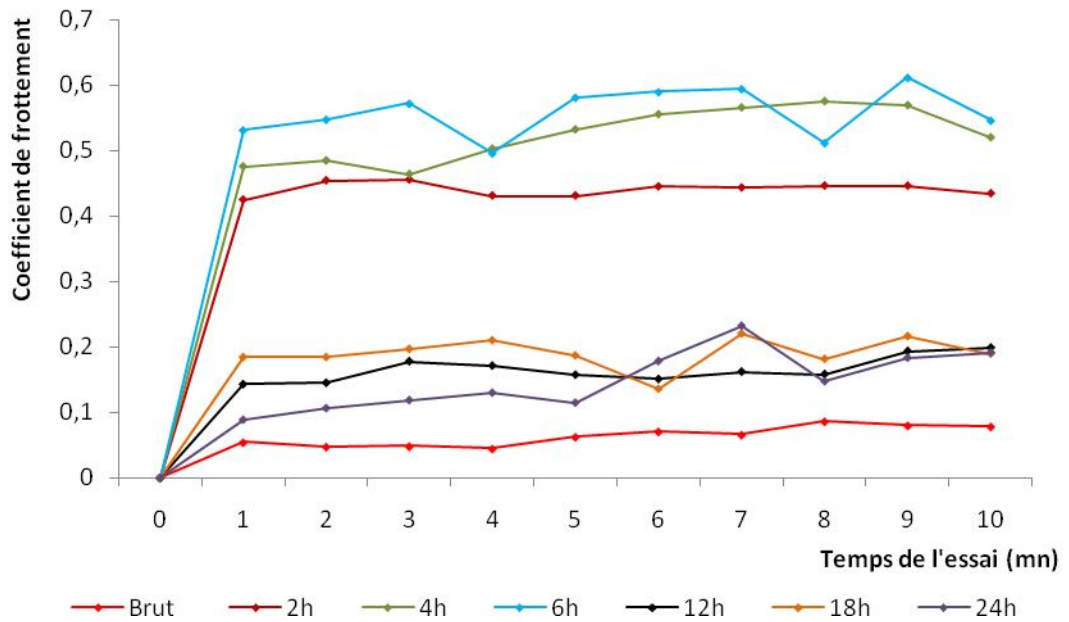


Fig. 86 : Courbes du coefficient de frottement (nituration liquide)

# CONCLUSION

---

L'influence positive des traitements thermo-chimiques sur les caractéristiques des carbures cimentés a été mise à jour. Une dureté dépassant les 45.000MPa a été enregistrée sur les échantillons de carbures frittés et nitrurés. Les différents tests d'usure par abrasion, l'indentation Vickers et l'essai d'usinage ont permis d'optimiser les paramètres des traitements thermo-chimiques. Ainsi une bonne tenue à l'usure de l'arête de coupe a été obtenue après une nitruration liquide ou gazeuse entre 2 et 5h de maintien. Les phénomènes d'usure par abrasion et cratérisation ont été contournés par la formation simultanée des nitrures, oxynitrures et carbonitrures de titane sans risque d'écaillage important, comme c'est souvent le cas des revêtements ou dépôt superficiel. De ce fait, l'idée de nitrurer les carbures cimentés, et principalement, ceux contenant le carbure de titane qui semblait à premier abord sans perspective, s'est avérée fort intéressante. Les résultats des différents tests et particulièrement les tests d'usinage ont été plus que convaincants, ouvrant ainsi de nouvelles voies de traitement des carbures cimentés, jusque là peu prospectées. Cependant ces résultats restent tributaires de la présence du carbure de titane dans la composition du fritté.

# REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

1. **Bouvard, D.** *Métallurgie des poudres*. Hermes Science, 2002. pp. 1-323.
2. **Xiong Ji., Zhixing Guo.** Microstructure and properties of ultra-fine  $TiC_{0,7}N_{0,3}$  cermet. *Materials Science and Engineering*. Aout 2005, pp. 1-8.
3. **Bernache, D.** Le frittage avec phase liquide. [ed.] Hermes. *Chimie Physique du Frittage*. pp. 285-319.
4. **Guiraldenq, P.** Diffusion dans les métaux. *Technique de l'ingénieur, traité Métallurgie*. M55 / 2007, pp. 1-40.
5. **Pastor, H.** Propriétés du tungstène et de ses alliages. *Technique de l'ingénieur, traité Matériaux métalliques*. M570 / 2005, pp. 1-8.
6. **Eudier, M.** Métallurgie des poudres - Fabrication des produits frittés. *Technique de l'Ingénieur, traité de Métallurgie*. M864 / 2005, pp. 1-9.
7. **Azem S., Grosbras M.** Influence de la teneur en carbone sur le frittage réactionnel des mélanges de poudres W-Co-C. *Revue de Métallurgie CIT Science et Génie des Matériaux*. Mai 2004, pp. 419-425.
8. Diagrammes d'Equilibre des Alliages binaires. *Technique de l'ingénieur*. M70 / 2005, p. 137.
9. **Philibert J., Vignes J.** Chapitre 5 - la Diffusion-. *Métallurgie du minerai au matériau*. pp. 388-427.
10. **Upadhyaya, S. Gopal.** Cemented tungsten carbides, production, properties and testing. 1998, pp. 1-382.
11. **Cartier, M.** Guide d'emploi des traitements de surfaces appliqués aux problèmes de frottements. 2000, pp. 1-398.
12. **Martin J. L., Verdon C..** Chapitre 12 - Etude de la microstructure d'un revêtement réalisé par projection thermique. *Caractérisation Expérimentale des Matériaux*. pp. 333-344.
13. **Karimi A., Verdon C..** Hydroabrasive wear behaviour of high velocity oxyfuel thermally sprayed WC-M coatings. *Surface and Coatings Technology*. 1993, pp. 493-498.
14. **Pastor, H.** Métallurgie et Recyclage du tungstène. Procédés. *Technique de l'Ingénieur, Traité Matériaux Métalliques*. M2378 / 2005, pp. 1-26.
15. **Hanyalogu C., Aksakal B.** Production and indentation analysis of WC/Fe-Mn as an alternative to cobalt bonded hardmetals. *Materials Characterisation* . 2002, pp. 1-8.

16. **Milman V. Y., Luyckx S.** Influence of temperature, grain size and cobalt content on the hardness of WC-Co alloys. *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 1999, pp. 39-44.
17. **Milman V. Yu., Chugunova S.** Low and high temperature hardness of WC-6%Co alloys. *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 1997, pp. 97-101.
18. **Kyong H. L., Cha I.** Effect of WC/TiC grain size ratio on microstructure and mechanical properties of WC-TiC-Co cemented carbides. *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2006, pp. 109-114.
19. **Cha S., Hong S.** Mechanical properties of WC-10Co cemented carbides sintered from nanocrystalline spray conversion processed powders. *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2001, pp. 397-403.
20. **Kim B. K., Ha G. H.** Sintering and microstructure of nanophase WC-Co hardmetals. *Journal of Materials Processing Technology*. 1997, pp. 317-321.
21. **Christensen M., Wahnstrom G.** Effect of cobalt intergranular segregation on interface energetics in WC-Co. *Acta Materialia*. 2004, pp. 2199-2207.
22. **Arenas, F.** Influence of VC on the microstructure and mechanical properties of WC-Co sintered cemented carbides. *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 1999, pp. 91-97.
23. **Jung J., Kang S.** Effect of ultra-fine powders on the microstructure of Ti(CN)-WC-Ni cermets. *Acta Materialia*. 2004, pp. 1379-1386.
24. **Wang X., Zou Z.** Microstructure and wear properties of WC-TiC-Co/CuZnNi. *Journal of Materials Processing Technology*. 2005.
25. **Bailey S., Perrott C.** Wear processes exhibited by WC-Co rotary cutters in mining. CSIRO Division of Tribophysics, University of Melbourne. 1974, pp. 117-128.
26. **Lin Y., Wang S.** Analysis of microstructure and wear performance of WC-Ti clad layers on steel produced by tungsten arc welding. *Surface and Coatings Technology*. 2005, pp. 2106-2113.
27. **Molinari A, Bacci T.** Plasma nitriding of Fe-Cr-Mo sintered steels. *Powders Metallurgy*. 1999, pp. 119-125.
28. **Leroy, F.** Endommagement des outils de coupe. *Technique de l'Ingénieur, traité Mécanique et Chaleur*. B7042 / 2007, pp. 1-13.
29. **Leroux, C.** Les procédés de nitruration appliqués aux outillages de forge à chaud. *Recueil de conférences- la nitruration des outillages de forge à chaud-*. pp. 49-109.
30. **Ghiglione, D.** Pratique des traitements thermochimiques - Nitruration, nitrocarburation et dérivés-. *Technique de l'Ingénieur, traité Matériaux Métalliques*. M1227 / 2005, pp. 1-44.
31. **Ghiglione, D.** Pratique des traitements thermochimiques - Cementation, Carbonituration-. *Technique de l'Ingénieur, traité Métallurgie*. M1226 / 2005, pp. 1-43.
32. **Bernard F., Jouan M.** Chapitre 4 - la micrographie-. *Métallographie et techniques d'analyses*. PYC Livres, 1998, p. 43.
33. **Maeder, G.** Chapitre 10 - Application de la diffraction des rayons X à la métallurgie-. *Métallographie et techniques d'analyses*. PYC Livres, 1998, p. 143.

34. **Eudier, M.** Métallurgie des poudres - Propriétés et applications des métaux frittés.- *Technique de l'Ingénieur, Traité Matériaux Métalliques*. M866 / 2005, pp. 1-19.
35. **NF A 95-348**, *Détermination de la profondeur effective de cementation par mesure de la microdureté Vickers*.
36. **Shetty D. K, Wright I. G.** Indentation fracture of WC-Co cermets. *Journal of Materials Science*. 1985, pp. 1873-1882.
37. **Laval P., Felder E.** Caractérisation de l'adhérence des revêtements par indentation normale. *Matériaux et Techniques*. 1993, pp. 98-104.
38. **Lost A., Foct J.** Mesure de la ténacité par indentation application à la galvanisation. *Revue de Métallurgie, Mémoire et Etudes Scientifiques*. 1992, pp. 757-763.
39. **Seghir, K.** Etude des phénomènes d'usure des outils en carbures. *Rapport de projet de recherches - Université de Batna- Laboratoire de Recherche en Productique et Génie Mécanique*. 2006.
40. **Pastor, H.** Métallurgie et Recyclage du tungstène. Produits et Sécurité. *Technique de l'Ingénieur, traité Matériaux Métalliques*. M2379 / 2005, pp. 1-10.
41. **Benard J., Michel A.** Les Essais Mécaniques. *Métallurgie Générale*. 1984, pp. 615-630.
42. **Zambelli G., Vincent L.** Matériaux et contacts-une approche-tribologique. 1998, pp. 13-196.
43. **Boudebane, S.** Thèse de Doctorat - Chromisation et Aluminisation des frittés à base d'alliage Fe-Ni, Fe-Cr et Fe-C.-Leningrad, 1983.
44. **Pierson, H.** Handbook of refractory carbides and nitrides - Proprieties, characteristics, processing and application-. 1996.