

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

BADJI MOKHTAR-ANNABA UNIVERSITY
UNIVERSITÉ BADJI MOKHTAR-ANNABA



جامعة باجي مختار- عنابة

Année : 2017/2018

Faculté des Sciences de l'Ingénierat
Département de Métallurgie et Génie des Matériaux

Thèse présentée en vue de l'obtention d'un Diplôme de Doctorat 3ème Cycle (LMD)

Thème

Elaboration et Caractérisation d'un Alliage Ferro-TiC

Option

Métallurgie et Génie des Matériaux

Présenté par

LAHOUEL ALI

DIRECTEUR DE THESE

Mr. ASSALA OMAR Maitre de conférences Université Badji Mokhtar-Annaba

DEVANT LE JURY

PRESIDENT

Mr. ZAHZOUH MOUSSA Professeur Université Badji Mokhtar. Annaba

EXAMINATEURS

Mr. DARSOUNI ABDERRAZEK Professeur Université Badji Mokhtar. Annaba

Mr. LABAIZ MOHAMED Professeur Université Badji Mokhtar. Annaba

Mr. MAHIEDDINE ALI RACHEDI Professeur Ecole Supérieure des Technologies Industrielles. Annaba

Mr. HADJI MOHAMED Professeur Université Saad Dahlab. Blida

Dédicace

À ma mère

*À mon père, ma femme
Mes frères et ma sœur*

Et à vous

Le travail de thèse présenté dans ce mémoire, initié et proposé par mon ex-encadreur le Pr Boudebane Said, a été réalisé au sein du département et laboratoire de métallurgie et Génie des Matériaux de L'UBMA et le laboratoire MSMP de L'ENSAM ParisTech de Lille sous la direction du Dr. Assala Omar et le Professeur Darsouni Abderazek.

À mes encadrants, je leur exprime toute ma reconnaissance pour leur disponibilité constante, la confiance qu'ils m'ont accordée, les orientations judicieuses qu'ils m'ont proposées et les conseils avisés qu'ils m'ont donnés.

Je tiens également à remercier le Pr. Alain Iost et et Mr. Alex Montagne du laboratoire mécanique, surface, matériaux et procédés (MSMP, ENSAM ParisTech de Lille), pour leur collaboration, leur soutien, leur disponibilité, leur suivi et l'accueil qu'ils m'ont réservé durant la période de stage au sein de leur laboratoire. Qu'ils trouvent dans ce mémoire l'expression de ma gratitude et de mon profond respect.

Mes sincères remerciements à Monsieur le Professeur, Zahzouh Moussa pour avoir eu la gentillesse d'accepter de présider le jury du présent mémoire. Mes sincères remerciements aux membres du jury le Pr. Hadji Mohamed, le Pr Mahieddine Ali Rachedi et le Pr. Labaiz Mohamed pour l'attention et l'intérêt qu'ils ont manifestés en acceptant d'expertiser mon travail.

De plus, j'adresse toute ma gratitude à Monsieur le chef de département le Pr. Touhami Mohamed Zine, le Pr Atoui El Hadi, Mr Boudebane Azdine et surtout le Pr. Labaize Mohamed et Mr. Athmani Allaeddine de l'UBMA pour toute l'aide qu'ils m'ont apportée et pour les précieux conseils qu'ils m'ont prodigués tout au long de mon étude.

Je souhaite également exprimer ma vive sympathie à tous les doctorants qui ont contribué à la bonne ambiance du laboratoire, et plus particulièrement ceux avec qui j'ai partagé mes expériences. Je souhaite aussi remercier affectueusement le personnel administratif et technique pour leur professionnalisme.

Pour finir, je tiens à remercier de tout mon cœur mes parents, mes frères et surtout ma sœur Naziha ainsi que tous les membres de ma famille pour leur indéfectible soutien et leurs encouragements qui m'ont aidé à relever de nombreux challenges. Enfin, je dédie cette thèse à ma femme, car elle a su veiller sur moi et m'apporter l'équilibre indispensable à l'accomplissement de ma thèse.

L'objectif de ce travail est d'élaborer un composite Fe-TiC par une nouvelle et simple méthode de fabrication. Cette dernière est basée sur deux processus cumulatifs ; le frittage conventionnel et le forgeage à chaud avec un marteau-pilon respectivement. La matrice des échantillons étudiés est variée de l'acier au carbone à l'acier fortement allié en utilisant des poudres d'alliage. Le produit obtenu présente plusieurs avantages relativement aux cermets traditionnels à base de WC-Co. À l'état recuit, ces matériaux peuvent être facilement usinés. A l'état trempé, le matériau acquiert une dureté extrêmement élevée renforcée par dispersion des particules de TiC.

Les résultats obtenus ont montré qu'après le processus de frittage, la densité relative des échantillons élaborés est améliorée de 86% à 95,8% sans aucun processus de densification additionnel. Sinon, afin d'assurer une densification maximale et d'améliorer en plus la solubilité des éléments d'addition, le processus de forgeage à chaud est appliqué. En effet, le produit final obtenu est un acier renforcé par des particules de TiC avec une densité relative qui dépasse 99% (environ 6,5 g / cm³) dans lequel 30%Pds des particules de TiC sphériques et semi-sphériques sont réparties de manière homogène dans la matrice métallique.

Les résultats expérimentaux révèlent que la composition du liant influence fortement sur le comportement tribologique et les propriétés mécaniques des composites Fe-TiC étudiés. En outre, les ajouts de chrome modifient sensiblement le coefficient de frottement ainsi que la trempabilité de la matrice métallique de ces composites. L'incorporation des particules de TiC (30%Pds) dans la matrice métallique conduit à une amélioration sensible de la dureté et du module de Young des échantillons (dureté et module de Young dépassent 69 HRC et 290 GPa successivement). Il en résulte une amélioration immense de la résistance à l'usure du matériau. Les meilleurs comportements tribologiques face au partenaire statique (alumine) ont été enregistrés dans le cas des composites frittés-forgés (jusqu'à 2.7×10^{-7} mm³/N/m).

Mots clés : Fe-TiC, MDP. Frittage, Forgeage, Propriétés, Microstructure, Usure.

The aim of this dissertation is to fabricate a Fe-TiC composite by a novel and simple manufacturing method. The latter is based on two cumulative processes; a conventional sintering (transient liquid phase sintering) and a hot forging with steam hammer respectively. The blinder phase of the studied samples is varied from carbon steel to high alloy steel using alloying additive powders.

The obtained outcomes showed that after the sintering process, the relative density of the performed samples is improved from 86% to 95.8% without any densification process. Otherwise, in order to ensure maximum densification and enhance in addition the solubility of the alloying additives the hot forging process is then applied. Indeed, the final obtained composite product is a TiC-strengthened steel with a relative density more than 99% (about 6.5 g/cm^3 of density) wherein 30% (wt.) of spherical and semi-spherical TiC particles are homogeneously distributed in the metal matrix.

The experimental results reveal that the composition of the blinder phase strongly influences the tribological behavior and the mechanical properties of the Fe-TiC composites studied, the additions of chromium substantially modify the coefficient of friction as well as the quenchability of the metal matrix of these composites. The incorporation of the TiC particles (30 wt.%) In the metal matrix leads to a significant improvement in the hardness and Young's modulus of the samples (hardness and Young modulus exceed 69 HRC and 290 GPa successively). The result, is an immense improvement in the wear resistance of the material, the best tribological behaviors against the static partner (Alumina) were recorded in the case of sinter-forged composites (less than $2.7 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{N/m}$).

Key words: Fe-TiC, PM, Sintering, Forging, Properties, Microstructure, wear.

الهدف من هذا العمل هو تطوير مركب الحديد-كربيد التيتانيوم (Fe-TiC) بطريقة تصنيع جديدة وبسيطة. تستند هذه الأخيرة إلى عمليتين تراكميتين؛ طريقة التلبد والطرق بالمطرقة الساقطة على التوالي. وتتغير تركيبة العينات المدروسة من الصلب الكربوني إلى الصلب عالي السبائك باستخدام مساحيق السبائك. المنتج لديه العديد من المزايا بالمقارنة مع السيرميتس التقليدية المركبة من الكوبالت وكربيد التنغستن (WC-Co). في حالة التخمير، يمكن تشكيل هذه المواد بسهولة. في حالة التصليد، تكتسب هذه المركبات صلابة عالية للغاية يعززها التوزيع المنتظم لجزيئات كربيد التيتانيوم.

أظهرت النتائج أنه بعد عملية التلبد، تحسنت الكثافة النسبية للعينات المطورة من 86% إلى 95.8% بدون أي عملية تكثيف إضافية. بدلا من ذلك، من أجل ضمان أقصى قدر من التكثيف وزيادة تحسين اندماج العناصر المضافة، يتم تطبيق عملية المطرقة الساقطة. وبالفعل، فإن المنتج النهائي المتحصل عليه هو مركب الصلب المعزز بجزيئات كربيد التيتانيوم مع كثافة نسبية تفوق 99% (حوالي 6.5 غرام / سم³) حيث 30% بالوزن من جسيمات كروية وشبه كروية من كربيد التيتانيوم متوزعة بشكل متجانس في مصفوفة المعادن.

تكشف النتائج التجريبية أن مساحيق السبائك المضافة تؤثر تأثيرا قويا على السلوك ضد الاحتكاك والخواص الميكانيكية لمركب الحديد-كربيد التيتانيوم المصنع، حيث أن إضافات الكروم تخفف معامل الاحتكاك وكذلك تحسن التصلب في هذه المركبات. إدراج جسيمات كربيد التيتانيوم TiC (30% بالوزن) في المركب يؤدي إلى تحسن كبير في صلابة المركب و معامل يونغ (معامل يونغ ودرجة الصلابة تجاوزا 290 GPa و 69 HRC) ونتج عن ذلك تحسن كبير في المقاومة ضد التآكل، وسجلت أفضل سلوك ضد الإحتكاك مع شريك ثابت (الألومينا) في حالة المركب المصنع بطريقة التلبد والمطرقة الساقطة (أقل من 2.7 x 10⁻⁷ مم³ / ن/م).

الكلمات المفتاحية : Fe-TiC, MDP, تلبد، طرق، خصائص، بنية مجهرية، احتكاك.

Table des matières

<i>Dédicace</i>	II
<i>Remerciements</i>	III
<i>Résumé</i>	IV
<i>Table des matières</i>	VII
INTRODUCTION GENERALE	2
Chapitre I : Etude bibliographique	8
I. Etude bibliographique	9
I.1 Introduction	9
I.2 Les composites	9
I.2.1 Les différents types de composites.....	10
I.2.2 Les Composites à matrice métallique.....	12
I.2.3 Les composites à matrice métallique à renfort particulaire CMMp.....	12
I.2.4 Eléments constitutants d'un matériau composite	13
I.2.5 Matrices métalliques utilisés dans les matériaux composites.....	16
I.2.5.1 Les matériaux composites à matrice d'aluminium (CMAI).....	16
I.2.5.2 Les matériaux composites à matrice de magnésium (CMMg)	16
I.2.5.3 Les matériaux composites à matrice de cuivre (CMCu).....	17
I.2.5.4 Les matériaux composites à matrice de fer	17
I.2.6 Les Composites Fe-TiC	18
I.2.6.1 Propriétés du carbure de Titane	18
I.2.6.2 Applications des composites Fe-TiC	19
I.2.6.3 Applications industrielles.....	19

I.2.7	Elaboration des composites Fe-TiC	20
I.2.8	Procédés d'élaboration des composites Fe-TiC par métallurgie des poudres	21
I.2.8.1	Procédé général (HIP et SHS).....	21
I.2.8.2	Incorporation des particules par alliage mécanique : (mechanical alloying).....	23
I.2.8.3	Le frittage en phase liquide.....	23
I.2.8.4	Moulage par injection (MIM)	24
I.2.8.5	Broyage à haute énergie et activation mécanique	24
I.2.9	Microstructures du composite acier/TiC	26
I.2.8	Les composition chimiques des composites Fe-TiC commercial	28
I.3	Frittage	29
I.3.1	Frittage en phase solide	31
I.3.2	Frittage en phase liquide.....	31
I.3.3	Les stades du frittage	33
I.3.3.1	1 ^{er} stade du frittage.....	34
I.3.3.2	2 ^{ème} stade du frittage	34
I.3.3.3	3 ^{ème} stade du frittage	34
I.3.4	Mécanismes de transport de masse	35
I.4	Généralités sur la tribologie	38
I.4.1	Définition.....	38
I.4.2	Les surfaces	38
I.4.3	Le triplet tribologique et la notion de troisième corps	40
I.4.4	L'usure.....	41
I.4.5	Les principaux modes d'usure.....	42
I.4.5.1	Usure abrasive.....	42
I.4.5.2	Usure adhésive	43
I.4.5.3	Usure par fatigue.....	44
I.4.5.4	Usure par réaction tribochimique.....	45

Chapitre II : Matériaux, techniques d'élaboration et de caractérisation

II.	Matériaux, technique d'élaboration et de caractérisation.....	49
II.1	Introduction.....	49
II.2	Élaboration.....	49
II.2.1	Matériaux utilisés.....	49
II.2.2	Élaboration des échantillons étudiés.....	51
II.2.2.1	Préparation des comprimés	51
II.2.2.2	Frittage.....	54
II.2.2.3	Le Forgeage à matrice fermée	54
II.2.2.4	Trempe et revenu.....	56

II.2.2.5	Préparation de la surface	56
II.3	Méthodes de caractérisation.....	57
II.3.1	Analyse microstructurale	57
II.3.2	Détermination de la densité du produit.....	57
II.3.2.1	Principe de la méthode d'Archimède.....	58
II.3.3	Mesure de la dureté.....	59
II.3.4	Mesure du Module de Young	59
II.3.5	Caractérisations morphologiques et chimiques	61
II.3.5.1	Microscopie électronique à balayage (M.E.B).....	61
II.3.5.2	Spectroscopie X à dispersion d'énergie (EDS)	62
II.3.5.3	Profilomètre optique.....	63
II.3.6	Caractérisations tribologiques	65
II.3.6.1	Considérations générales.....	65
II.3.6.2	Mécanismes d'usure	65
II.3.6.3	Evolution du coefficient du frottement	66
II.3.6.4	Calcul du taux d'usure	68
II.4	Conclusion	69

Chapitre III : Analyse de densité relative et caractérisation microstructurale

III.1	INTRODUCTION	72
III.2	Analyse de densité relative	72
III.3	Produit final.....	76
III.4	Microstructure.....	77
III.4.1	Etat Fritté	77
III.4.2	Etat Fritté-Forgé.....	79
III.5	Diffusion	81
III.5.1	Cartographie X.....	81
III.5.2	Analyse par EDS.....	83
III.6	Morphologie et Distribution des particules de TiC.....	85
III.7	Analyse d'image	86
III.8	Conclusion	88

Chapitre IV : Caractérisation Mécaniques et tribologiques

IV.1	Introduction.....	91
IV.2	Propriété Mécanique	91
IV.2.1	La Dureté	91
IV.2.2	Le Module de Young	94

IV.3	RESULTATS TRIBOLOGIQUES	97
IV.3.1	Evolution du Coefficient de Frottement	97
IV.3.2	La résistance à l'usure	104
IV.3.2.1	Taux d'usure	105
IV.3.3	L'analyse des traces d'usure	109
IV.4	Conclusion	112
	Conclusion Générale	116
	PERSPECTIVES	116
	Références bibliographiques	120

Liste des figures

CHAPITRE I

Figure I.1: Schéma d'un matériau composite.....	10
Figure I.2: (a) Vue schématique des différents CMM (b) Morphologie des particules.	11
Figure I.3: Morphologie des renforts discontinus.	14
Figure I.4: Morphologie des renforts continus.....	15
Figure I.5: Microstructure d'un composite à matrice Mg (9% Al, 1%Zn) renforcée de 35% de fibres de carbone UD (vue de la tranche) à haute résistance [28].	17
Figure I.6: Des pièces fabriquées à partir du composite Fe-TiC.	20
Figure I.7: Méthodes d'élaboration des composites Fe-TiC [2].	21
Figure I.8: Procédé général d'élaboration des CMMp par métallurgie des poudres.....	22
Figure I.9: Principe du moulage par injection.....	24
Figure I.10: Etat des poudres métalliques lors des différentes étapes du broyage à haute énergie	26
Figure I.11: Micrographie du composite acier/TiC extrudé.....	27
Figure I.12: Micrographie du composite acier/TiC forgé.	27
Figure I.13: Micrographie du composite HIP.	28
Figure I.14: Représentation schématique d'un ménisque liquide formé entre deux grains.	32
Figure I.15: Représentation schématique des trois grandes étapes du frittage en phase liquide.....	32
Figure I.16: Étapes classiques durant le frittage en phase liquide du mélange de poudres [52].	33
Figure I.17: Évolution de la forme du pore durant le frittage et schématisation des 3 stades de frittage [51].....	33
Figure I.18: Séquence de la séparation du pore et de joint de grain, durant le stade final du frittage. .	35
Figure I.19: Trajectoires du transport de masse selon le mécanisme, EC évaporation condensation, DS diffusion superficielle, EV écoulement visqueux, JG joint de grain et DV diffusion en volume [51]...	36
Figure I.20: Evolution de la densité relative au cours du frittage.....	36
Figure I.21: Vue théorique en coupe d'une surface.	39
Figure I.22: le triplet tribologique de Godet et le concept de troisième corps.	40
Figure I.23: Evaluation générale de la perte de matière par usure en fonction du temps.	41
Figure I.24: Schéma de principe de l'usure abrasive [62].....	42
Figure I.25: Mécanisme de l'abrasion : (a) abrasion par effet de coupe ; (b) abrasion par déformation [61].....	43
Figure I.26: représentation schématique de l'usure abrasive à deux corps et à trois corps [65].....	43
Figure I.27: Usure par adhésion.	44

CHAPITRE II

Figure II.1: Diagramme d'équilibre Cr-Ni.....	50
Figure II.2: Balance électronique de marque KERN.	52
Figure II.3: La presse d'agglomération à froid.	53
Figure II.4: Comprimés à verts.	53
Figure II.5: Régime de frittage.....	54
Figure II.6: Forgeage au Marteau Pilon.	55
Figure II.7: Marteau pilon utilisé.	55
Figure II.8: Le cycle d'élaboration des échantillons.....	56
Figure II.9: Duromètre universel (ZWICK / ROELL).....	59
Figure II.10: Appareil de teste d'indentation Universel/Vickers ZHU/Z2.5 utilisé pour les essais.....	60 60
Figure II.12: MEB de marque MEB-EDX Quanta 250 au CRAPC de Bousmail Tipaza.	63
Figure II.13: MEB de marque HITACHI S-520 au MSMP Arts et Métiers ParisTech.....	63
Figure II.14: Schéma des composants du profilomètre optique VEECOeeco-Wyko q00 (MSMP).....	64
Figure II.15: Système Tribotester au MSMP Arts et Métiers ParisTech de Lille (Tribomètre bille sur plan).....	67
Figure II.16 : Trace d'usure en 2D obtenu par profilomètre Veeco du laboratoire MSMP Arts et Métiers ParisTech Lille.....	68

CHAPITRE III

Figure III.1: Effet des ajouts du Cr sur la densité relative des échantillons du 1 ^{er} groupe.....	72
Figure III.2: Photographie des pastilles avant le frittage.	73
Figure III.3: Taux de densification après frittage des échantillons (C0, FC0) (C1, FC1) (C3, FC3) qui ont la même composition chimique des deux groupes.	75
Figure III.4: La densité relative des échantillons du 2 ^{ème} groupe avant et après la forge.	75
Figure III.5: Images réelles du produit final.	77
Figure III.6: Micrographies au MEB du composite Fe-TiC (a) C0, (b) C1, (c) C2, (d) C3.	78
Figure III.7: Les micrographies au MEB du groupe 2 après forgeage, FC0 (e, f) référence, FC1 (c, d) et FC3 (a, b).	80
Figure III.8: Cartographie X de C (c), Mo (d), Ti (e), Cr, Fe (g) et Ni (h) de l'échantillon FC3. (a) et (b) sont la micrographie et la cartographie globale.	82
Figure III.9: Spectre EDS de (a) Ferrite (b) Zone riche en fer (c) Particule de TiC et (d) l'interface TiC-Matrice. (E) micrographie au MEB des différentes phases.	84
Figure III.10: Microstructures (MEB) de FC1 (a, c) et FC2 (b, d) prises en modes électrons rétrodiffusés.	85
Figure III.11: L'image traitée, représente la répartition spatiale des particules TiC de (a) FC1 et (b) FC3.	87
Figure III.12: Représentation de la proportion de particules de TiC et la ferrite résiduelle sur la surface.....	87

CHAPITRE IV

Figure IV.1: Résultats statistiques de dureté des échantillons qui ont la même composition chimique des deux groupes(a) avant trempe (b) après trempe.	93
Figure IV.2: Courbe charge décharge obtenue par l'indentation instrumentée du a- une seule essaie b- 6 essais.	94
Figure IV.3: Module de Young obtenu par Indentation instrumenté du 1 ^{er} groupe.	95
Figure IV.4: Module de Young obtenue par Indentation instrumentée du 2 ^{ème} groupe.	96
Figure IV.5: Micrographie au MEB d'une empreinte après l'essai d'indentation.	97
Figure IV.6: Schéma de principe des analyses tribologiques.	97
Figure IV.7: Évolution du coefficient de frottement des composites Fe-TiC du 1 ^{er} groupe, a- état recuit, b- état trempé.	99
Figure IV.8: Évolution du coefficient de frottement du 2 ^{ème} groupe, a- état recuit b-état trempé.	101
Figure IV.9: courbe d'évolution du coefficient de frottement des échantillons C1 (fritté) et FC1 (fritté-forgé) à leurs 2 états (recuit et trempé).	102
Figure IV.10: Profils des traces d'usure après les tests tribologiques contre la bille de Al ₂ O ₃ : images en (a) 3D et (b) en 2D.	104
Figure IV.11: Résultats statistiques des taux d'usure des échantillons du 1 ^{er} groupe avant et après trempe.	105
Figure IV.12: Résultats statistiques des taux d'usure des différents échantillons du 2 ^{ème} groupe avant et après trempe.	106
Figure IV.13: Résultats statistiques des taux d'usure des échantillons qui ont la même composition chimique des 2 groupes : a) état recuit, b) état trempé.	107
Figure IV.14: Images MEB des pistes d'usure du composite FC1 (trempé) en contact contre une bille en Alumine (Al ₂ O ₃).	110
Figure IV.15: Images MEB des pistes d'usure du composite FC3 (trempé) en contact contre une bille en alumine.	111

Liste des Tableaux

CHAPITRE I

Tableau I .1: Caractéristiques des renforts discontinus utilisés dans les CMM [23].	15
Tableau I.2: Caractéristiques des renforts continus utilisés dans les CMM [24].	16
Tableau I.3: Les différentes nuances et les composants principaux des produits commercial Ferro-Titanit [44].	29

CHAPITRE II

Tableau II.1: Granulométrie et pureté des poudres de départ.	50
Tableau II.2: Compositions chimiques des composites Fe-TiC élaborés :	51
Tableau II.3: Les paramètres utilisés pour la mesure de modules de Young.	61
Tableau II.4: Conditions de travail des tests d'usure en contact alternatif (bille sur plan).	67

CHAPITRE III

Tableau III.1: La composition chimique obtenue avec la spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDS) sur les différentes phases.	83
---	----

CHAPITRE IV

Tableau IV.1: Résultats de dureté l'état recuit et trempé des échantillons des deux groupes et leur densité relative :	92
Tableau IV.2: Valeurs moyennes du coefficient de frottement sous différents états (initial et trempé) :	98

Introduction générale

Introduction générale

De nos jours, les composites à matrice métallique (CMM) sont reconnus comme des matériaux avancés, car ils sont utilisés avec succès dans un large éventail d'applications telles que le transport terrestre, l'aérospatiale et l'automobile, etc. [1, 2] Ces matériaux consistent en une matrice métallique dans laquelle les renforts non métalliques tels que les particules, les fibres sont dispersés [3, 4]. Le carbure de titane (TiC), par exemple, a été reconnu comme l'une des phases de renforcement les plus importantes en particulier dans les composites à base de fer en raison de ses excellentes propriétés [5]. En effet, l'incorporation des particules de TiC dans une matrice ferritique conduit à l'augmentation de la résistance à l'usure à la corrosion et à la stabilité thermique et chimique, au module d'élasticité, ainsi qu'au cisaillement et au fluage des composites Fe-TiC [6-8]. Ses propriétés particulières telles que la résistance à haute température et l'amélioration de l'usinabilité à l'état recuit ont été étudiées dès les années 1960. L'utilisation de ce composite a été limitée à des applications très spécifiques en raison de voies de fabrication complexes, d'une formabilité limitée couplée au coût élevé des carbures [1].

Le composite Fe-TiC peut être utilisé dans différentes applications telles que les avions, les outils de coupe et les matrices en raison de ses propriétés exceptionnelles. Une comparaison réalisée entre Fe-TiC et WC-Co sous différents aspects tels que le point de fusion, la dureté, la densité et le coût révèle que Fe-TiC a des propriétés supérieures au cermet tradition à base de WC-Co. De plus, la résistance à l'usure de Fe-TiC est supérieure de 20% à celle de WC-Co [3].

De nombreux produits, tels que FERROTiC, TiCALLOY et FERRO-TITANIT, ont été développés et commercialisés [9]. Les voies de synthèse des composites Fe-TiC sont classées dans deux groupes principaux, y compris l'état fondu et l'état solide. La fusion et la coulée conventionnelle sont réalisées à l'état fondu. Ces techniques sont appliquées pour façonner des formes grandes et complexes en raison de leur flexibilité. En ce qui concerne l'état solide, la métallurgie des poudres (PM), l'autopropagation, la synthèse à haute température (SHS), la

mécanosynthèse, la réaction carbothermique et la réduction de la thermite sont les techniques les plus adoptés [10-12].

Parmi toutes ces techniques que nous venons de citer, la métallurgie des poudres est celle la plus utilisée pour obtenir une distribution uniforme des particules de TiC dans la matrice métallique du composite Fe-TiC. Cependant, la porosité résiduelle pourrait se manifester dans le produit final ce qui diminue ses propriétés mécaniques [13, 14]. Pour éliminer ce problème, des processus communs en métallurgie des poudres sont développés dans la littérature pour fabriquer un composite Fe-TiC avec une très faible porosité : extrusion, forgeage, laminage et pressage isostatique à chaud (HIP) [1, 15]. Dans ce contexte, pour produire un composite Fe-TiC avec une très faible porosité et une répartition homogène des particules de TiC dans la matrice métallique, une nouvelle méthode de fabrication est présentée ici. Cette méthode consiste en deux processus cumulatifs : un frittage conventionnel et un forgeage à chaud avec marteau-pilon respectivement. Cette étude a débuté en étudiant l'influence de la composition du liant sur la densité relative après le processus de frittage conventionnel en augmentant la teneur en chrome. Le forgeage à chaud est ensuite appliqué pour assurer une densification maximale des préformes frittées à l'aide d'un marteau-pilon.

Ce mémoire est organisé en quatre chapitres

Le premier chapitre consiste en une étude bibliographique, dans laquelle on a d'abord rappelé les notions fondamentales sur les composites dans un contexte général. Ce contexte expose les propriétés de ces composites, les constituants ainsi que leur application. Ensuite, on présentera les méthodes d'élaboration des composites à matrice métallique à renfort particulaire. En effet, notre travail a été focalisé sur l'élaboration des composites Fe-TiC par voie de la métallurgie des poudres. Enfin on terminera le chapitre par quelques rappels théoriques de base sur la tribologie.

Le deuxième chapitre est consacré aux techniques d'élaboration et de caractérisation utilisées au cours de ce travail, on décrit les méthodes expérimentales utilisées pour la caractérisation des composites élaborés, plusieurs techniques ont été mises en œuvre pour la caractérisation métallurgique, propriétés mécaniques et tribologique telles que la mesure de la densité relative, le microscope électronique à balayage, la cartographie X, l'analyse de l'image (distribution des particules), la dureté (HRC), l'indentation instrumentée, rugosimètre en deux

et trois dimensions et enfin les essais de frottements et d'usure en mouvement de rotation (bille sur plan).

Le troisième chapitre présente les résultats est les mesures obtenues au cours de l'élaboration des composites à savoir ; la densité relative et la porosité, l'analyse microstructurale, l'analyse par EDS, l'analyse de la cartographie X et en fin l'analyse de l'image par le logiciel ImageJ pour étudier la morphologie et la distribution de particules de TiC dans la matrice métallique.

Le quatrième chapitre sera consacré aux résultats des propriétés mécaniques et tribologiques. Nous avons procédé aux mesures et analyses de dureté et de modules de Young. Ainsi, nous avons étudié le comportement à l'usure et au frottement des différents composites. Des conclusions séquentielles seront présentées après chaque étape d'investigation.

Notre travail se termine par une conclusion générale a la fin du mémoire. Celle-ci résumera l'essentiel des résultats obtenus dans le cadre de cette étude ainsi que les perspectives à donner à ce travail.

CHAPITRE I : Etude bibliographique

I. Etude bibliographique

I.1 Introduction

Les technologies modernes font appel à des matériaux dotés de propriétés que les matériaux traditionnels (métaux, céramiques et polymères) ne peuvent offrir, les matériaux résistants sont souvent relativement denses et une augmentation de la résistance et la rigidité fait généralement diminuer la résilience. Pour avoir une combinaison entre ces propriétés une gamme de propriétés des matériaux disponibles s'étend au rythme du développement de la famille des matériaux composites dont les propriétés sont plus intéressantes que celles des matériaux qui les constituent.

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

La métallurgie des poudres est classiquement associée au frittage, qui permet de réaliser des composites impossibles à obtenir par coulée ou de produire des matériaux poreux. La suite de ce chapitre traite dans un contexte général le processus de frittage ses types, ses stades ainsi que les mécanismes de transport de la matière.

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

I.2 Les composites

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

spécifiques supérieures à celles des composants pris séparément.

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

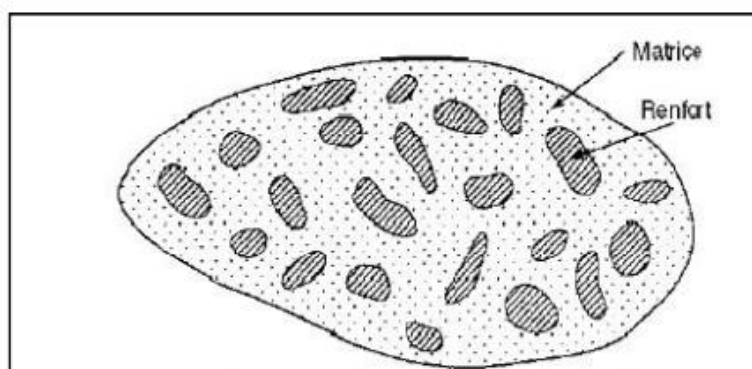


Figure I.1: Schéma d'un matériau composite.

I.2.1 Les différents types de composites

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

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

La matrice des CMM peut être une matrice aluminium, magnésium, fer, cuivre et les renforts sont soit céramiques (oxydes, carbures) soit métalliques (tungstène, molybdène). Les renforts peuvent avoir une géométrie différente selon les types d'application et les propriétés

mécaniques attendues. Ils existent trois types de CMM : les CMM à fibres longues, les CMM à fibres courtes ou whiskers, et enfin les CMM particulaires (Figure I.2a).

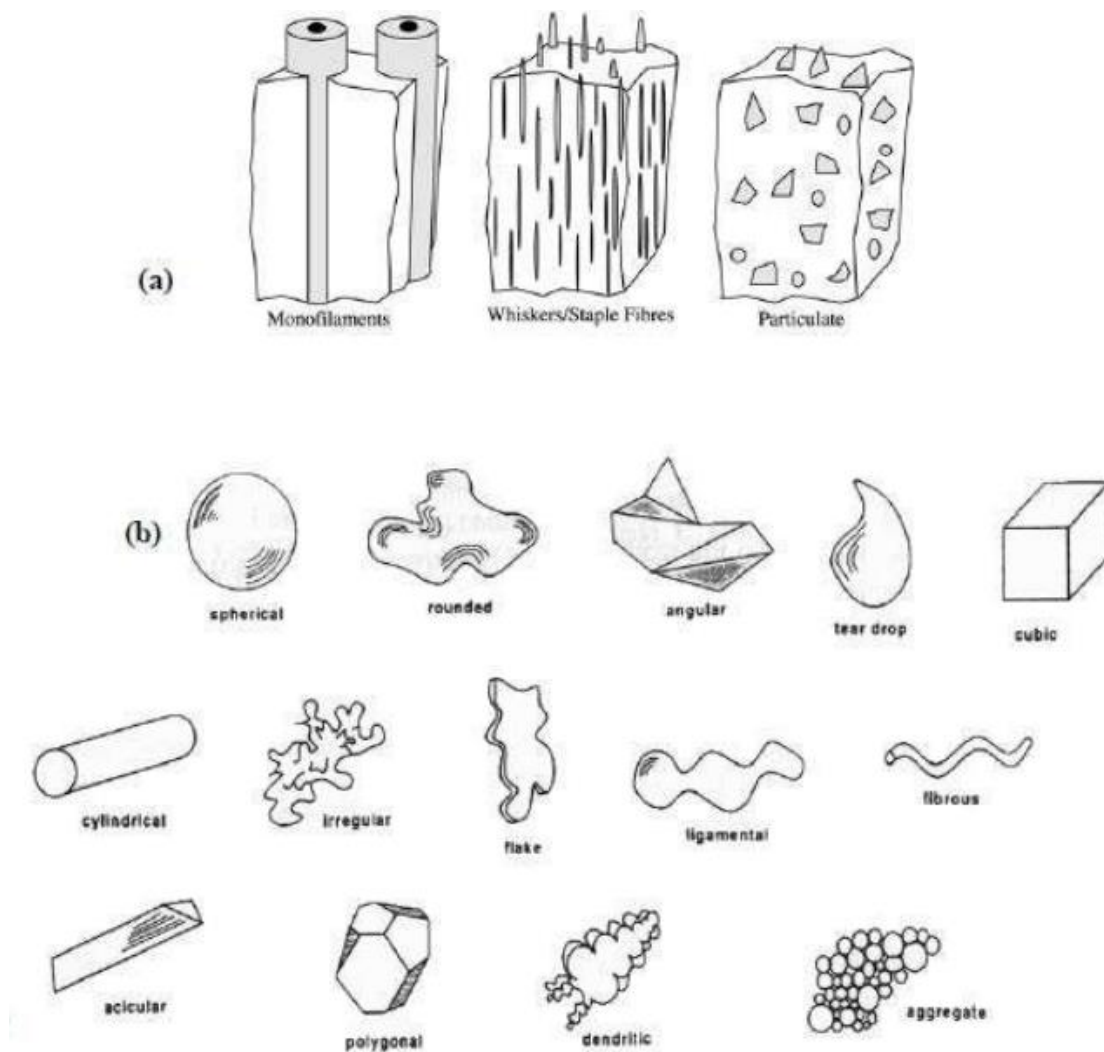


Figure I.2: (a) Vue schématique des différents CMM (b) Morphologie des particules.

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

caractérisent notamment par une meilleure résistance à l'usure pour des pièces de frottement (pistons, pièces de freinage...), par de meilleures caractéristiques mécaniques associées à une faible densité (bielles, axes de piston), par une meilleure résistance en fatigue thermique, une rigidité élevée ainsi que de meilleures propriétés mécaniques à chaud. Ces propriétés sont pour partie liées à la qualité de l'interface entre le renfort et la matrice. Pour une description plus détaillée des différents composites à matrice métallique, le lecteur peut se référer à [17, 18].

I.2.2 Les Composites à matrice métallique

Comme leur nom l'indique, ces composites sont constitués d'une matrice en métal (fer, aluminium, magnésium, titane, molybdène ou cuivre) et de renforts en matériau à caractéristiques différentes (céramique, métallique ou intermétallique).

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

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

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

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

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

Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux

ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait. Selon la morphologie des particules et leur répartition, il est possible de faire varier les propriétés dans des proportions intéressantes. C'est le cas, par exemple, de la majorité des propriétés physiques telles que le coefficient de dilatation thermique, la diffusivité thermique, la résistance électrique...etc [20].

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

I.2.4 Éléments constituant d'un matériau composite

a. La matrice :

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

b. Renfort :

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

b.1 Renfort discontinu

Les renforts dont toutes les dimensions sont très inférieures aux dimensions du composite. Trois types de renfort discontinu utilisés dans les composites à matrice métallique, renfort de particules, de trichites, de fibres courtes (Fig I.3). Les caractéristiques de ces renforts sont rassemblées dans le tableau I.1.

- Renfort à particules

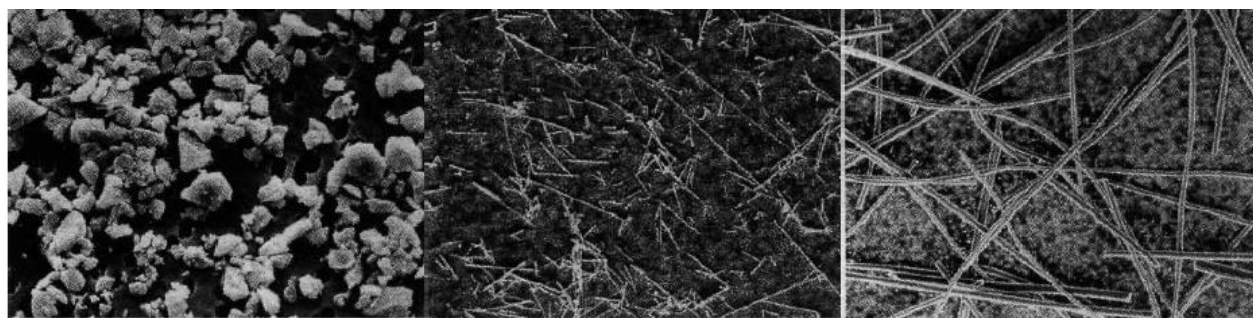
Les particules sont toutes les morphologies de renfort quasi isotropes (facteur l/d (longueur/diamètre) compris entre 0,2 et 1). Ces morphologies peuvent être de type sphérique ou aciculaire de taille moyenne des particules variant entre 5 et 50 μm . Pour les renforts à particules, les fractions volumiques varient généralement entre 10 et 50%. Les particules peuvent être directement associées au métal sous forme dispersée par mélange, ou préparées en préformes et imprégnées ultérieurement par le métal.

- Renfort de trichites

Les trichites sont des fibres discontinues monocristallines, elles ont des propriétés mécaniques très élevées. Pour les CMM, généralement les trichites utilisées sont (carbure de silicium, nitrure de silicium et le titanate de potassium) de diamètre moyen varie entre 0,1 et 0,5 μm , leur longueur entre 20 et 100 μm . Les fractions volumiques de trichites dans les CMM sont comprises entre 15 et 25 %.

- Renforts de fibres courtes

Les fibres courtes sont des fibres polycristallines ou amorphes d'alumine ou de mélanges d'alumine et de silice. Les caractéristiques de ces fibres sont inférieures à celles des trichites, leurs fractions volumiques comprises entre 5 à 25 %. Le diamètre moyen des fibres courtes varie entre 3 et 5 μm , leur longueur entre 100 et 600 μm .



a) Particules

b) trichites

c) fibres courtes

Figure I.3: Morphologie des renforts discontinus.

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

Type	Nature chimique	Densité à 20°C	Diamètre (μm)	Module d'Young (GPa)	Résistance à la rupture (GPa)
Particules	SiC	3,2	5 à 50	480	
	TiC	4,7	5 à 10	310 à 380	
	B ₄ C	2,5	5	390	
	Al ₂ O ₃	3,9	3 à 30	390	
Trichites	SiC	3,2	0,1 à 0,5	400 à 700	3 à 14
	K ₂ O _n (TiO ₂)	3,3	0,2 à 0,5	280	17
Fibres courtes	Al ₂ O ₃	3,3	3	300	2
	Al ₂ O ₃ +SiO ₂	2,7	3	158	2,5

b-2 Renforts continus

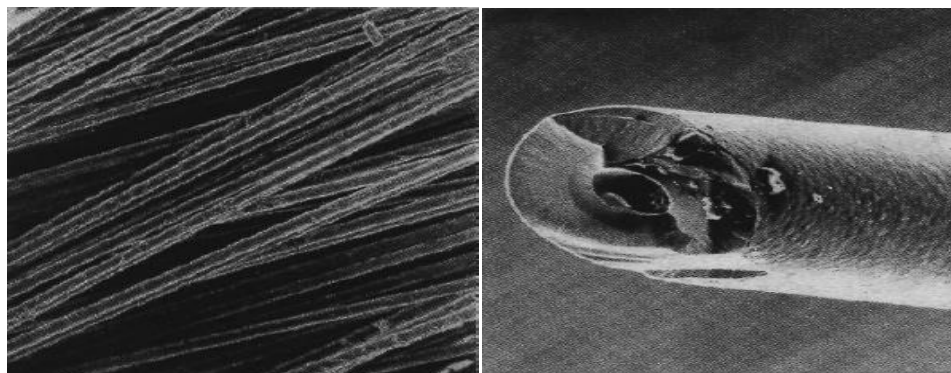
Les renforts dont au moins une dimension est supérieure ou égale aux dimensions du composite. On distingue deux types de renforts continus : les Mèches multifilamentaires, les Monofilaments (Fig I.4), leurs caractéristiques sont données dans le tableau I.2.

Mèches multifilamentaires

Ces renforts sont présentés sous forme de mèches de 300 à 10 000 filaments unitaires, de diamètres varient entre 5 et 20 μm. Les plus utilisées sont en SiC, alumine, carbone et en acier.

Monofilaments

Il s'agit de produits à rigidité élevée, Les renforts présentent des diamètres de 100 à 300 μm. Les fibres de bore et de SiC sont élaborées par dépôt chimique en phase vapeur sur un monofilament de tungstène ou de carbone. Elles sont les plus utilisées.



a) Multifilamentaire

b) monofilamentaire

Figure I.4: Morphologie des renforts continus.

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

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

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

I.2.5 Matrices métalliques utilisés dans les matériaux composites

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

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

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

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

carbure de silicium ou d'alumine ou de graphite sous forme de fibre.

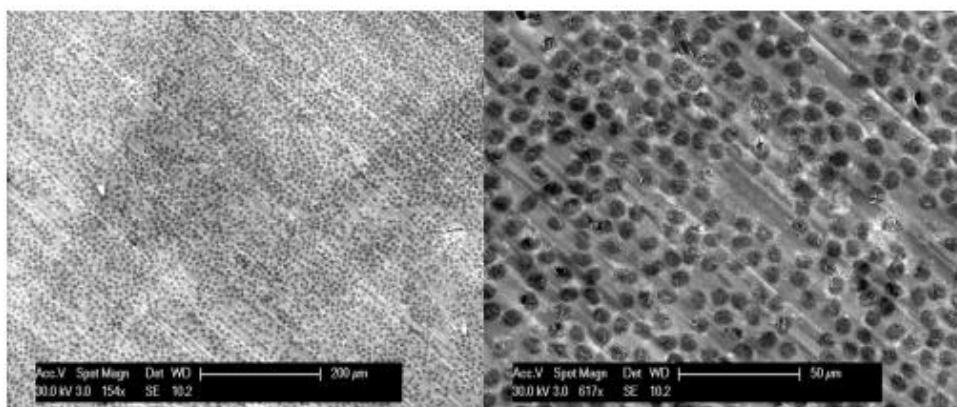


Figure I.5: Microstructure d'un composite à matrice Mg (9% Al, 1%Zn) renforcée de 35% de fibres de carbone UD (vue de la tranche) à haute résistance [28].

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

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

Les composites à matrice de cuivre présentent ainsi de très bonnes propriétés mécaniques et une conductivité électrique relativement importante. Les CMCu sont souvent élaboré par métallurgie des poudres. La poudre de cuivre n'est jamais utilisée à l'état pur, généralement l'ajout d'éléments d'addition semble nécessaire. Les composites Cu-W ont des performances mécaniques très élevées à hautes températures et une grande conductivité thermique. Ils sont généralement utilisés pour la fabrication des moteurs de propulsion spatiale [24, 30].

I.2.5.4 Les matériaux composites à matrice de fer

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

ferrique conduit à l'augmentation de la résistance à l'usure et à la corrosion, à la stabilité thermique et chimique, au module d'élasticité, ainsi qu'au cisaillement et au fluage des composites Fe-TiC [6-8]. Les propriétés particulières que l'acier peut conférer au composite Fe-TiC telles que la résistance à haute température et l'augmentation de l'usinabilité à l'état recuit ont été étudiées depuis les années 1960.

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

I.2.6 Les Composites Fe-TiC

Les composites Fe-TiC sont des composites à matrice métallique à base de fer renforcé par 20% à 33% en poids de particules dures de TiC. Au cours des dernières années, ces composites ont attiré l'attention dans le monde. De nombreux produits tels que FERRO-TIC, TiC ALLOYMC, FERROTITANIT MC ont été développés et commercialisés, ils se caractérisent pour leur stabilité thermique et leur propriété mécanique, il est bien établi que l'incorporation de particules de céramique dure (TiC) à des matrices à base de fer peut améliorer certaines propriétés tels que la dureté, le modules de young, la résistance à l'usure et à la corrosion etc [3, 9].

I.2.6.1 Propriétés du carbure de Titane

Le carbure de Titane TiC est l'un des composés les plus importants parmi les carbures de métaux de transition, en raison de ses propriétés physiques prometteuses: température de fusion élevée (3140°C), température d'ébullition élevée (4820°C), dureté Vickers élevée (25-35 Gpa) Modules de young (410-450 Gpa), basse densité (4,93 g-cm³), haute résistance à la flexion (240400N/mm²), bonne conductivité thermique (21W/m²XK), haute résistance à la corrosion et à l'oxydation, haute résistance à l'abrasion, haute résistance aux chocs thermiques. Ainsi, il est largement utilisé pour la coupe de matériaux, l'abrasion, anti-usure et des matériaux aérospatiaux. En même temps, il peut également être utilisé comme substitut du carbure de tungstène dans les cermets car ils ont des propriétés similaires de dureté élevée et de résistance à l'usure [3, 6].

I.2.6.2 Applications des composites Fe-TiC

Les composites Fe-TiC sont des matériaux à haute performance dédiés à une large gamme d'applications industrielles nécessitant des caractéristiques mécaniques élevées. Ils sont des matériaux importants dans les secteurs de l'automobile, de transport terrestre, de l'aérospatial, la défense et aussi dans des vastes domaines d'ingénierie en raison de leurs propriétés (faible densité, bonne résistance à l'usure et ses propriétés physiques intéressantes) et des coûts de production beaucoup plus faibles [9, 10, 12]. Ils sont utilisés avec succès dans un large éventail d'applications en tant que matériaux résistants à l'usure tels que des outils de coupe et les matrices de presse ;

I.2.6.3 Applications industrielles

- Dans l'industrie aérospatiale, les composants hydrauliques ou les pièces de pompe à carburateur doivent maintenir des tolérances très limitées, même en cas de fonctionnement dans des fluides contaminés.
- Les paliers à gaz pour les systèmes de guidage inertiel utilisent ces composites pour les rotors et les arbres.
- Il est également utilisé dans les forets dentaires à haute vitesse. Les deux tirent profit de son poids léger, de sa rigidité et de son pouvoir lubrifiant inhérent, même en portant contre lui-même.
- Pour les sièges de soupapes, les tiges ou les joints de face avant,
- Les composites présente d'excellentes caractéristiques d'amortissement des vibrations, indispensables pour meuler les axes de roue, les barres d'alésage et les porte-outils. Les profondeurs de coupe peuvent être augmentées. Le cliquetis de l'outil est réduit, ce qui réduit le bruit, améliore le contrôle dimensionnel et améliore la finition de la surface.

La figure I.6 représente des pièces de Ferro-Tic fabriqué par l'entreprise américaine Ferro-TiC® SBC [31].



Figure I.6: Des pièces fabriquées à partir du composite Fe-TiC.

I.2.7 Elaboration des composites Fe-TiC.

Des différentes techniques d'élaboration ont évolué au cours des trois dernières décennies dans le but d'optimiser la structure et les propriétés des composites à matrice métallique MMC. L'élaboration commence par le choix de la composition chimique de la matrice métallique (poudre d'acier, mélange de poudre à base de fer), l'homogénéisation des poudres par mixage et parfois le broyage. La poudre composite Fe-TiC obtenue est ensuite consolidée par l'un des procédés suivants : extrusion, presse à chaud, frittage HIP (Hot Isostatic Pressing, compression isostatique à chaud), frittage SPS (Spark Plasma Sintering, frittage

flash)... La température de consolidation varie selon le procédé : 1100°C pour l'extrusion, 1120°C pour le HIP (pendant 4h sous une charge de 103MPa), 1200°C pour le pressage à chaud [1, 2, 17].

Différents procédés de fabrication des matériaux composites à base de fer sont donnés sur la figure I.7.

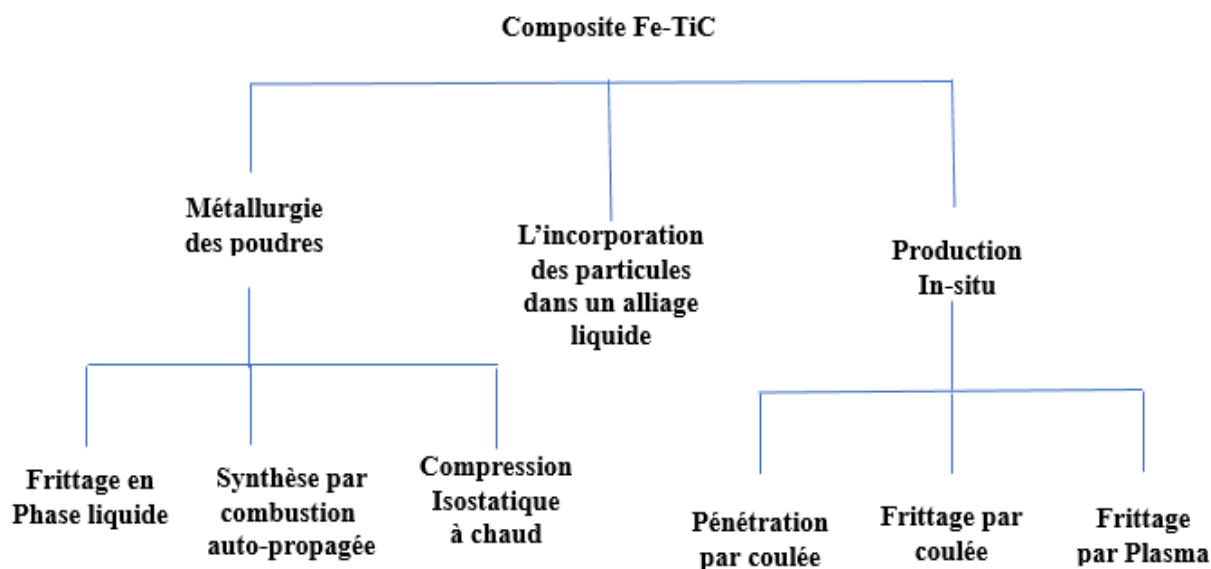


Figure I.7: Méthodes d'élaboration des composites Fe-TiC [2].

I.2.8 Procédés d'élaboration des composites Fe-TiC par métallurgie des poudres

Ces procédés sont intéressants sur le plan technique et économique. L'un des intérêts majeurs de ces procédés est de pouvoir obtenir souvent des pièces directement utilisables, sans usinage supplémentaire et sans perte de matière première. Un autre point important est que certains matériaux mis en forme ont des caractéristiques de tenue à haute température particulièrement élevés comme le cas des cermets.

Le principe général de la mise en forme des poudres consiste en l'élaboration d'un matériau compact, de bonne tenue mécanique et de forme définie, à partir d'un matériau granulaire. L'énergie nécessaire à la densification est délivrée sous forme thermique et/ou mécanique.

I.2.8.1 Procédé général (HIP et SHS)

Ce procédé est une technique classique très utilisée pour la fabrication des CMM. Il comporte plusieurs étapes :

Les poudres métalliques (d'acier ou mélange de poudre à base de fer) et de renfort (TiC) sont introduites dans un cylindre rotatif ou équipé d'un agitateur mécanique (type malaxeur) qui les mélange pendant un certain temps. Un bon malaxage du mélange permet d'obtenir une certaine homogénéisation de la poudre. Généralement, les particules sont plus petites que les poudres métalliques, ce qui favorise l'élimination des porosités aux interfaces métal- particule. Dans le cas où les particules sont de petites dimensions, il est nécessaire d'utiliser le liant pour éviter l'agglomération des poudres.

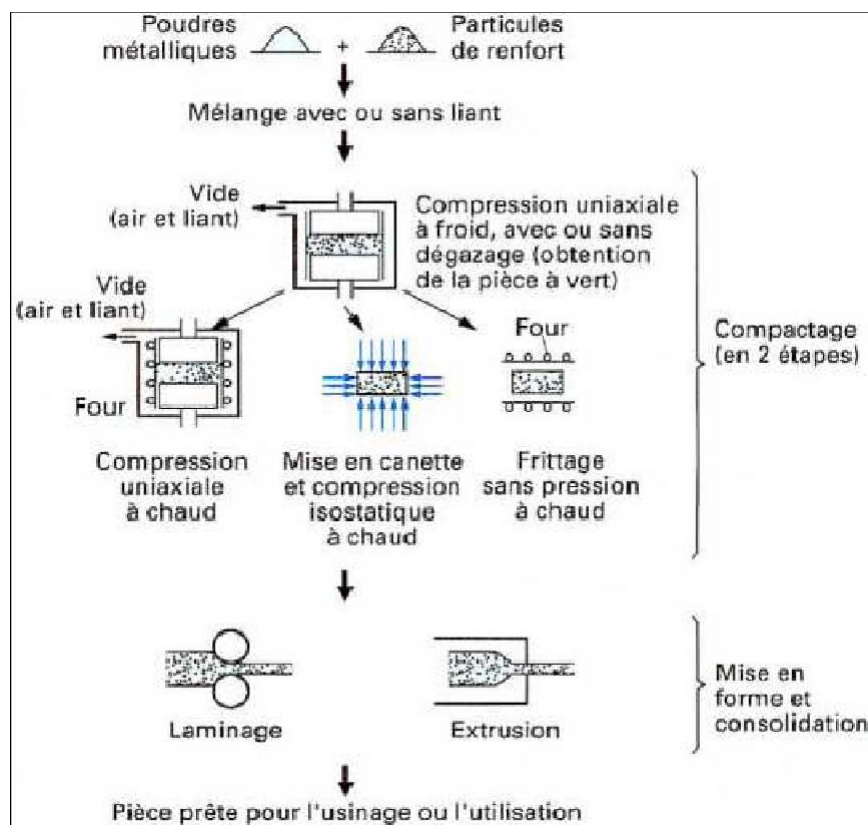


Figure I.8: Procédé général d'élaboration des CMMp par métallurgie des poudres.

Le dégazage sous vide à froid ou à chaud est nécessaire pour éviter la formation de porosités lors du compactage et des couches d'oxydes sur les particules.

Le compactage peut se faire en compression uniaxiale, à froid ou à chaud, ou isostatique à chaud (HIP : Hot Isostatic Pressing). Cette dernière a permis de produire des composites denses à 98% [32]. Dans certains procédés, le compactage se fait en deux étapes, d'abord la formation d'une pièce à vert, puis l'étape de frittage, à chaud, sans ou avec pression uniaxiale ou isostatique, le frittage à haute pression et haute température permet d'avoir une pièce totalement densifiée.

Plusieurs matériaux sont synthétisés par frittage réactif SHS. Le carbure de titane (TiC), de silicium (SiC) et de zirconium (ZrC) sont les plus étudiés [33]. Parfois, une étape supplémentaire de mise en forme par laminage ou extrusion est réalisée afin d'éliminer les pores résiduels. La figure II.8 montre un schéma d'élaboration des CMMp par la technique classique de la métallurgie des poudres [34].

I.2.8.2 Incorporation des particules par alliage mécanique : (mechanical alloying)

Le principe de ce procédé consiste à mélanger des poudres métalliques et céramiques dans un broyeur rotatif avec des boulets d'alumine pour limiter les interactions chimiques et l'oxydation. Dans le mouvement de rotation les boulets obligent les particules à s'incorporer mécaniquement dans les poudres. Par déformation plastique des poudres métalliques ductiles, les particules dures s'introduisent dans la matrice métallique [34]. L'étape suivante est la mise en forme par compactage puis l'opération de frittage.

L'avantage spécifique de ce procédé est de produire des alliages d'éléments non miscibles qui sont difficiles à traiter par la méthode classique et permet d'obtenir une répartition homogène des éléments [3 5] .

I.2.8.3 Le frittage en phase liquide.

En métallurgie des poudres, le frittage en phase liquide [LPS] est une voie de fabrication bien connue et établie. Dans ce procédé, un mélange de poudre consistant de poudre d'alliage, de poudre du renforts (TiC) et parfois un liant/lubrifiant, ensuit le mélange est pressé dans un comprimé à vert. Ce dernier est ensuite chauffé à une température où une phase liquide peut se former. Suite au frittage, ce corps vert est consolidé dans une corp plus dense par trois étapes, à savoir

(I) Réarrangement des particules en raison des forces de surface dans le composant ; Au cours de cette étape, les forces capillaires dominent la densification et ceci conduit à l'élimination de la porosité.

(Ii) Dissolution – précipitation ; Dans ce stade, le murissement d'Ostwald et la coalescence de la phase solide domineront, ce qui entraînera une augmentation de la taille du grain, en particulier à haute température de frittage.

(Iii) la fermeture finale des pores et la croissance des grains, cette troisième et dernière étape se produit lorsqu'un squelette généralement solide A été formé par coalescence.

Il existe d'autres procédés de mise en forme de poudres déjà utilisés dans l'industrie.

I.2.8.4 Moulage par injection (MIM)

Le procédé de Moulage par Injection de Poudres Métalliques (MIM) permet la réalisation de pièces tridimensionnelles aux formes particulièrement complexes, possédant de bonnes résistances mécaniques et des propriétés physiques contrôlées [36]. Ce procédé combine deux technologies de mise en forme distinctes : l'injection des thermoplastiques et la métallurgie des poudres. Le principe de ce procédé est pratiquement identique à l'injection des polymères. Il permet la mise en forme de matériaux métalliques. La poudre métallique est mélangée à un liant afin d'obtenir des granulés qui sont injectés dans un moule comme le montre la figure I.9. Suite au démoulage, le liant est éliminé par une étape appelée déliantage puis la pièce est exposée à haute température pour la phase de frittage. Ce procédé a l'avantage de conduire à une densité homogène au sein de la pièce [37]. Les matériaux composites fabriqués par MIM incluent les matrices d'acier inoxydables, des métaux réfractaires, composés intermétalliques et les alliages de titane [38].

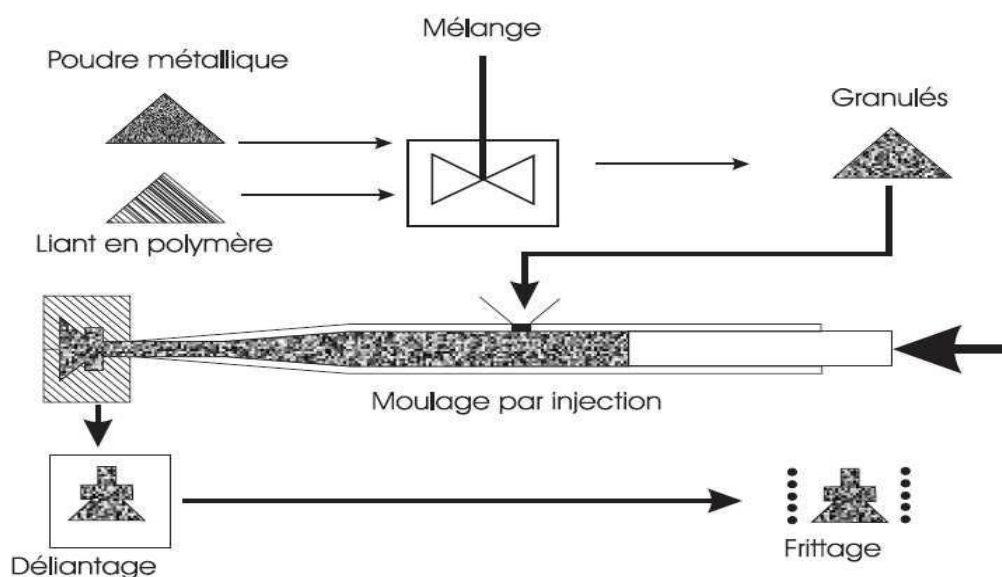


Figure I.9: Principe du moulage par injection.

I.2.8.5 Broyage à haute énergie et activation mécanique

Le broyage à haute énergie est une opération qui consiste à agiter violemment une poudre dans un conteneur contenant des billes, de matériaux plus durs que les particules de poudre. Sous

l'effet des collisions, les particules de poudre sont déformées plastiquement puis fracturées, mélangées et soudées. La figure I.10 montre les différentes situations lors du broyage à haute énergie.

Lorsque la fréquence des chocs augmente, les déformations-ruptures-soudures alternées des particules engendrent une diminution de leurs tailles. Le rapport fréquence de rupture et de collage détermine la taille finale des particules. Des particules dures, donc fragiles, subissent davantage de fractures que de collages. Il s'ensuit une diminution rapide de leurs tailles à l'inverse des particules ductiles qui s'agglutinent et forment des agrégats. La taille des particules atteint par ailleurs une valeur minimale qui dépend de la contrainte mécanique engendrée par les chocs (loi de Hall-Petch)

Ce traitement engendre des modifications au niveau des propriétés physico- chimiques du solide (massiques et superficielles) et au niveau des transformations chimiques (recuit, SHS ou frittage) [39].

La microstructure finale et les performances associées dépendent de nombreux paramètres comme la nature des billes, l'atmosphère de broyage et la température [40]. Une autre méthode de production de matériaux purs et nanostructurés a été étudiée par Charlot et Gaffet, appelée MASHS (Mechanically Activated Self- propagating High-temperature Synthesis) qui se déroule en deux étapes successives : la première est l'activation mécanique menée à l'intérieur du broyeur planétaire, dans lequel les poudres élémentaires sont cobroyées 4 heures au plus. Cette étape d'activation mécanique (MA) permet l'élaboration de poudres micrométriques constituées de composants élémentaires répartis à l'échelle nanométriques. La seconde étape, consiste à un amorçage de la réaction SHS dans le mélange activé après compactage [41]. Plusieurs chercheurs ont travaillé sur ce procédé pour l'élaboration des produits nanométriques, comme la synthèse du composé FeAl [42].

La densification des produits de la réaction pendant son déroulement est aussi un autre procédé qui permet de produire des matériaux nanométriques très denses, appelée MAFAPAS (Mechanically Activated Field Activated Pressure Assisted Synthesis). Cette technique est initiée par une activation mécanique des poudres dans un broyeur planétaire (comme la MASHS) conduisant à la formation d'agrégats micrométriques dans lesquelles les cristallites des constituants élémentaires sont répartis à l'échelle nanométrique de manière aléatoire, la synthèse et la consolidation par activation de la réaction appliquant simultanément une

activation par un champ électrique et une pression mécanique. Ce procédé a été appliqué avec succès au cas de FeAl [42].

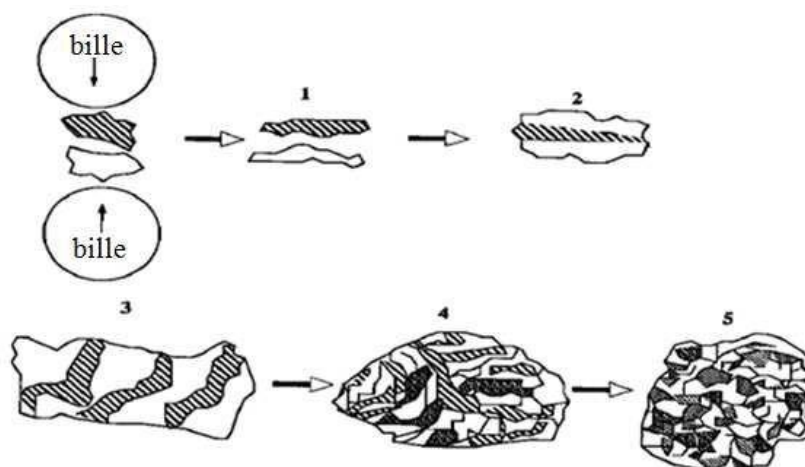


Figure I.10: Etat des poudres métalliques lors des différentes étapes du broyage à haute énergie [43].

I.2.9 Microstructures du composite acier/TiC

Un composite massif acier/TiC extrudé a été découpé selon la direction d'extrusion (« sens long ») ainsi que perpendiculairement à cette direction (« sens travers »). Les composites forgés et HIP ont également été découpés selon deux directions perpendiculaires l'une à l'autre ; nous parlerons alors simplement de « sens 1 » et « sens 2 ».

Quelle que soit la méthode de consolidation, tous les composites acier/TiC que nous avons étudiés se caractérisent à l'échelle micrométrique par une microstructure duplex [17] : sur les micrographies des différentes sections présentées Figure I.11 à Figure I.13, on peut en effet voir d'une part des zones claires dépourvues de renfort dites « zone d'acier non renforcé » et, d'autre part, des plages plus sombres comprenant des particules de TiC et de l'acier dites de "liant". On retrouve dans le liant quelques « grosses » particules de TiC ayant échappé au broyage.

Le procédé de consolidation (extrusion, HIP...) détermine la forme des domaines d'acier non renforcé et l'aspect du liant. Ainsi, dans le cas de l'extrusion, les zones d'acier non renforcé sont étirées dans la direction de l'extrusion en « fibres » (Figure I.11).

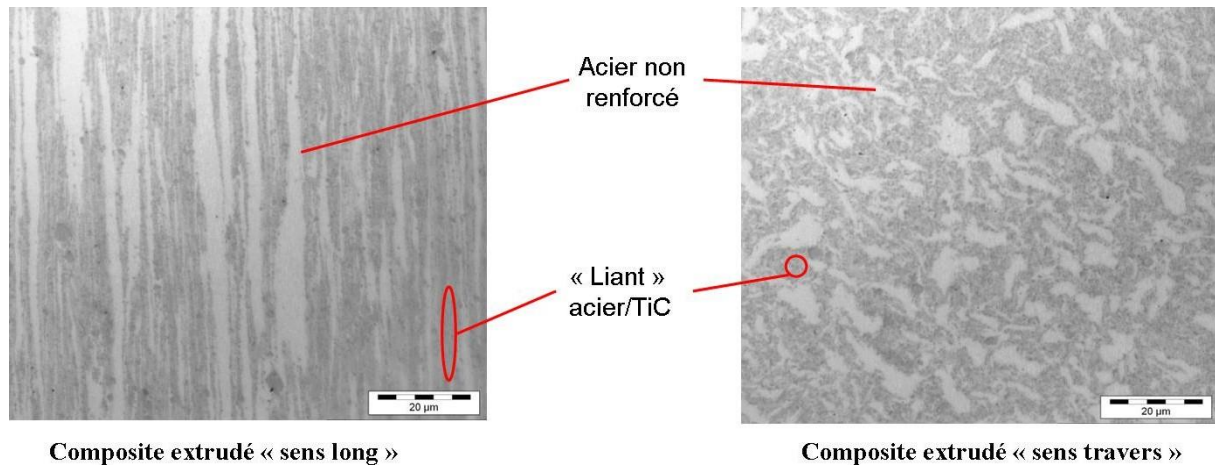


Figure I.11: Micrographie du composite acier/TiC extrudé.

Dans le sens long les « fibres » d'acier non renforcé ont une dimension pouvant aller jusqu'à 200-300 microns tandis que dans le sens travers leurs sections maximales et minimales sont respectivement de 10 à 20 μm et de 2-5 μm . Dans le sens long, les fibres d'acier non renforcé sont séparées par une zone de liant d'épaisseur comprise entre 0.5 et 3 μm (observations MEB, p. 103).

Dans le cas du composite forgé, on retrouve des sphérules ou des galettes d'acier non renforcé de 10-20 μm dans les deux directions observées (Figure I.12).

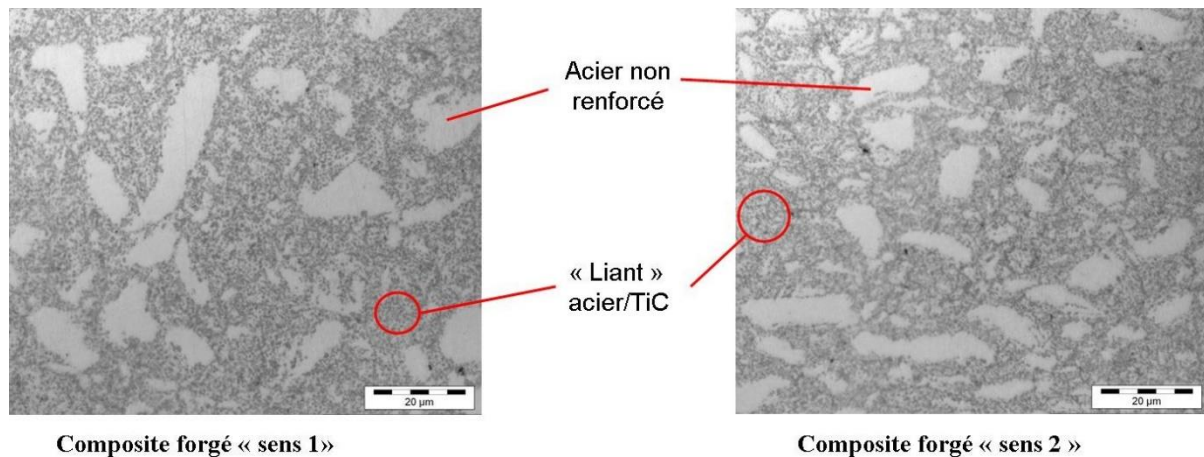


Figure I.12: Micrographie du composite acier/TiC forgé.

Contrairement à l'extrusion qui donne au matériau une texture fibreuse, et au forgeage, qui implique un certain écoulement de matière, la compression isostatique à chaud ne crée pas

d'anisotropie comme le confirme les clichés MO enregistrés sur deux sections à 90° l'une de l'autre (Figure I.13).

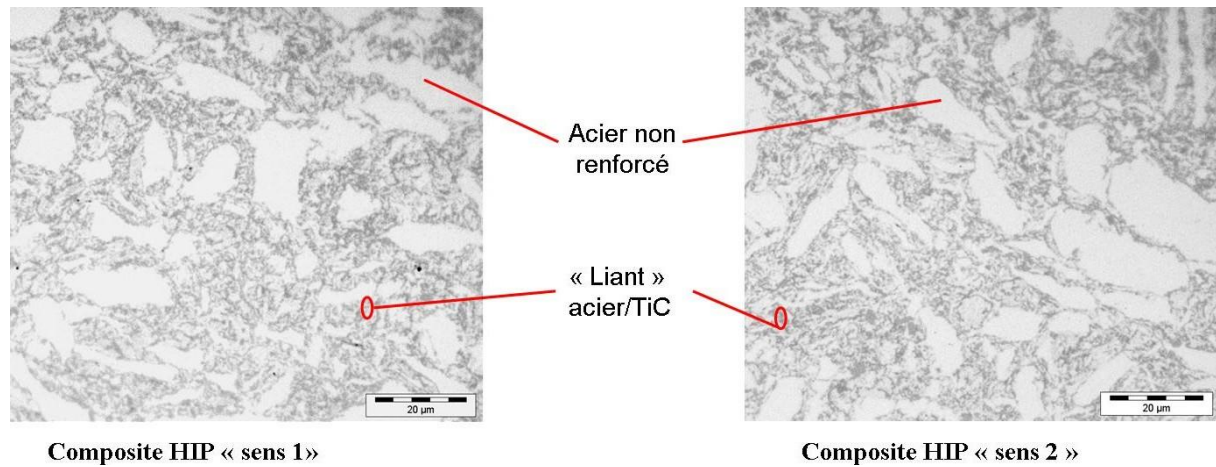


Figure I.13: Micrographie du composite HIP.

Les sphéroïdes d'acier non renforcé dans le HIP ont des dimensions d'environ 10 µm sur 20-30 µm. Ces sphéroïdes sont séparés par des zones de liant dont l'épaisseur peut être de quelques centaines de nanomètres à 5 µm. Le liant semble être plus « écrasé » entre les domaines non renforcés (qui sont très proches) dans le HIP que dans l'extrudé et le forgé [17].

I.2.8 Les composition chimiques des composites Fe-TiC commercial

Les composites Fe-TiC sont connus sous le noms FERRO-TiC ou FERRO-TITANIT à l'échelle industriel, nous allons présenter la composition chimique des nuances commercialisé sous le nom FERRO-TITANIT.

Pour toutes les nuances, le constituant principal est le carbure de titane (TiC), tandis que le liant métallique est l'acier martensitique au carbone, l'acier martensitique au nickel et l'acier austénitique. En raison des variations de la teneur en alliage au sein de ces groupes, en fonction de l'application, un choix sur sept grades peut être élaboré [44]. Un aperçu de la composition chimique est donné dans le tableau I.3.

Tableau I.3: Les différentes nuances et les composants principaux des produits commercial Ferro-Titanit [44].

Structure de la matrice	Nuances	Composition Chimique [%] en poids						
		TiC	C	Cr	Co	Mo	Ni	Fe
Martensite au Carbon	C – Spezial	33,0	0,6 5	3,0		3,0		Bal.
	WFN	33,0	0,7 5	13,5		3,0		Bal.
	S	32,0	0,5 0	19,5		2,0		Bal.
Martensite au Nickel	Nikro 128	30,0		13,5	9	5,0	4,0	Bal.
	Nikro 143	30,0			9	6,0	15, 0	Bal.
Austénite	Cromoni	22,0		20,0		15, 5	Bal.	
	U	34,0		18,0		2,0	12, 0	Bal.

Le Ferro-Titanit est fabriqué par un long broyage mécanique de poudres d'alliage dans un broyeur avec les poudres de carbure de titane (TiC) de tailles appropriées. Au cours de ce traitement mécanique intensif, les particules dures (TiC) ainsi que les particules métalliques forme une poudre plus fine allée. Pour le compactage, le pressage axial ainsi que le pressage et isostatique a froid (CIP) sont appliqué. Les comprimés à verts passent ensuite par un frittage sous vide à une température entre 1200 ° C et 1500 ° C (frittage en phase liquide). Le HIP (pressage isostatique à chaud) est une technique souvent utilisé pour la production de ces composites à l'échelle industriel, cette technique donne des produits avec une très faible porosité .

I.3 Frittage

Le but du frittage est d'obtenir à partir des poudres métallique un solide plus ou moins dense, au cours de laquelle la pièce acquiert la résistance et les dimensions du composant final, sans passer par l'état liquide, ou en maintenant à l'état solide au moins un des constituants (frittage en phase liquide d'un mélange de poudres) [45]. Le frittage est un traitement thermique effectué à une température au-dessous du point de fusion du composant principal du matériau qui permet la génération de liaisons fortes entre les particules par diffusion de matière. Dans la plupart des

cas, le frittage est accompagné d'un retrait (réduction des dimensions de la pièce) et donc d'une densification (réduction de volume de la pièce). Dans le cas d'un frittage en phase solide, l'écart entre la température de traitement et la température de fusion est le plus souvent supérieur à 0,25 fois cette dernière. Le phénomène du frittage est influencé par de nombreux facteurs : caractéristiques propres des poudres (morphologie, dimensions, pureté...), conditions du traitement thermique (température, durée, pression...) et atmosphère de traitement (vide, atmosphères protectrices diverses...). Le cycle de frittage comprend généralement une période de chauffage à la température de frittage, suivi d'une période isotherme (le maintien) et finalement un refroidissement. Les vitesses de chauffage et refroidissement doivent être contrôlées pour éviter une fissuration, surtout dans le cas des matériaux céramiques. L'élimination des lubrifiants et liants ajoutés à la poudre avant la mise en forme se déroule au début de la période de chauffage. Le palier isotherme permet la croissance des liaisons interparticulaires et la densification du matériau et entraîne parfois un grossissement de grains [46, 47]. Les pièces obtenues ont comme caractéristique d'être dures, fragiles, inertes chimiquement et à porosité contrôlée. Les différents types de frittage sont classés en quatre familles :

- **Le frittage naturel (sintering)** : c'est un procédé économique de chauffe simple de la pièce à la température de frittage. On obtient une pièce avec une porosité résiduelle assez importante.
- **Le frittage sous charge (hot pressure sintering)** : le frittage s'accompagne d'une mise sous pression de la pièce pendant toute sa durée. La densification obtenue sera totale mais avec un coût de production plus élevé [48].
- **Le frittage réactif (réaction bonding sintering)**: le frittage sera le siège de réactions chimiques qui vont permettre la densification de la pièce avec une porosité résiduelle très élevée mais c'est le procédé le plus économique.
- **Le frittage non réactif** : la composition de la poudre est conservée après frittage.

D'un point de vue physico-chimique, on distingue deux types de frittage, le frittage en phase solide et le frittage en phase liquide. Le frittage en phase liquide est un procédé d'élaboration de matériaux à partir de poudres ayant au moins deux constituants. L'un d'eux doit être susceptible de fondre à la température de frittage, conduisant ainsi à la présence d'une phase liquide [49]. L'écoulement de cette phase, par capillarité, assure la densification du matériau. Dans le cas du frittage en phase solide, il n'y a fusion d'aucun des constituants de la poudre de départ, au cours

du cycle thermique. Le frittage des verres est inclus dans cette catégorie, dans la mesure où la mise en forme du matériau est effectuée à une température inférieure à la température de fusion [50].

I.3.1 Frittage en phase solide

La poudre est chauffée à haute température mais aucun des constituants ne fond. Les liaisons entre les particules se font principalement par déplacement d'atomes, on parle de diffusion de matière à l'état solide. La force motrice de ce processus spontané, activé par la température, est la réduction de la grande énergie de surface présente dans le matériau au début du frittage. Cette réduction est opérée par différents mécanismes de transfert de matière, selon le système en question. On parle de frittage actif lorsque l'atmosphère du frittage interagit avec le matériau.

L'atmosphère peut être neutre (vide, argon), réductrice (hydrogène, azote) ou oxydante. Nous décrirons plus en détail les différentes étapes de ce type de frittage dans le paragraphe suivant

Le frittage peut se faire en phase solide ou en présence d'une phase liquide. Industriellement le frittage en phase solide est le plus utilisé, surtout pour la fabrication de pièces métalliques, car le changement de dimensions est faible. Le frittage avec phase liquide est surtout utilisé pour la fabrication de composites de matrice métallique ou céramique. D'autres méthodes de consolidation d'une poudre sont le frittage réactif et le frittage sous pression [23].

I.3.2 Frittage en phase liquide

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

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

Suite à ce phénomène, un mécanisme de transport par dissolution-précipitation peut avoir lieu

: une partie du solide se dissout dans la phase liquide et précipite préférentiellement au niveau des interfaces solide-liquide-gaz (figure I.14, point A). On a alors modification de la forme des grains dans le sens de leur rapprochement et donc d'une densification.

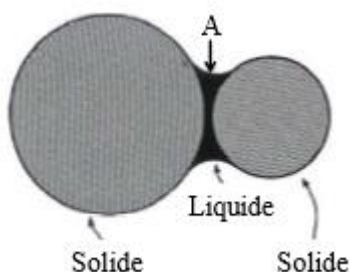


Figure I.14: Représentation schématique d'un ménisque liquide formé entre deux grains.

La densification durant le frittage en phase liquide se déroule en 3 étapes (Fig I.15) : réarrangement, dissolution- reprécipitation et grossissement de grains (coalescence) comme on peut l'observer sur la figure I.16. Pendant le chauffage pour atteindre la température de fusion d'un des composants, une densification en phase solide peut se produire. Elle peut être conséquente pour certains systèmes. Une fois que la phase de plus bas point de fusion devient liquide, l'étape de réarrangement de grains est activée. Ensuite il y a un ajustement de forme des grains qui conduit à une élimination de pores importante. Finalement pendant la dernière étape une croissance microstructurale est observée, au cours de laquelle la taille moyenne des grains et des pores augmente continuellement [51, 52].

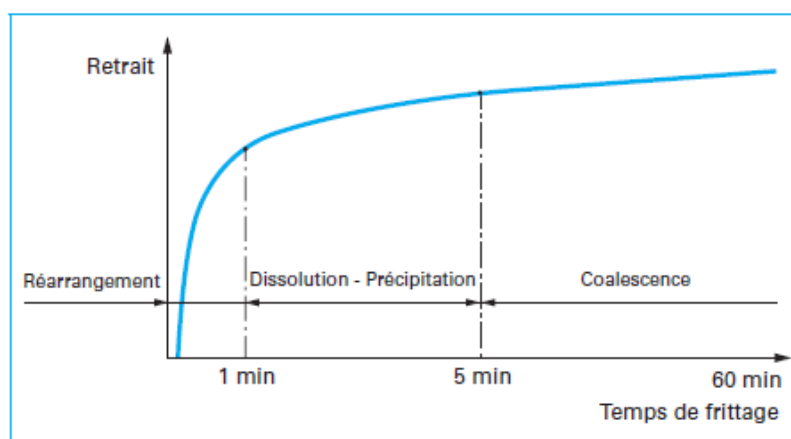


Figure I.15: Représentation schématique des trois grandes étapes du frittage en phase liquide.

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

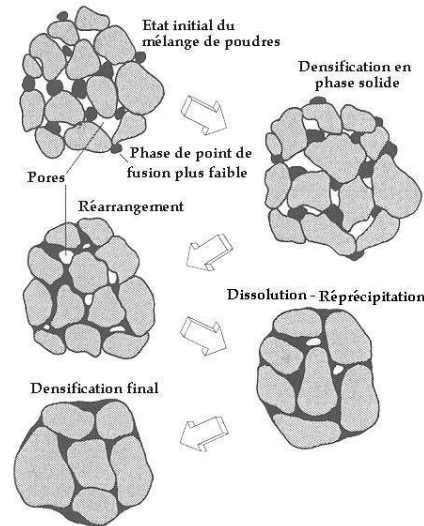


Figure I.16: Étapes classiques durant le frittage en phase liquide du mélange de poudres [52]. .

I.3.3 Les stades du frittage

La réduction de l'énergie interfaciale durant le frittage est liée à la croissance de cous interparticulaires conduisant ainsi vers l'équilibre thermodynamique. Ceci entraîne une évolution microstructurale. Selon la forme de la porosité, le frittage a été divisé en trois stades par Coble et Ashby [48]. Lorsque la poudre a subi une compaction avant le frittage, tous les stades de frittage n'apparaissent pas forcément. Dans les cas étudiés durant ce travail, à l'état initial les particules sont non déformées et les contacts sont ponctuels, donc les trois stades du frittage montrés sur la figure I.17. sont présents.

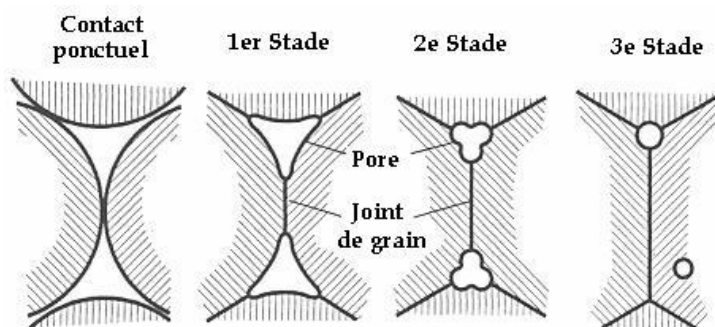


Figure I.17: Évolution de la forme du pore durant le frittage et schématisation des 3 stades de frittage [51].

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

I.3.3.1 1^{er} stade du frittage

Le premier stade du frittage est normalement achevé durant la période de chauffage, avant d'atteindre la température du palier de frittage. Pendant ce stade, se créent les premiers contacts entre les particules (à noter que quelques auteurs considèrent une étape d'adhésion préliminaire au premier stade) et les cous commencent à croître. La croissance des cous interparticulaires entraîne une réduction de l'énergie interfaciale de plus de 50 % et une faible densification. La fin du premier stade se produit quand le rapport du rayon de contact au rayon de particule vaut environ 0.3 pour des particules de même taille. Mais elle pourrait aussi être déterminée par d'autres paramètres comme le retrait, l'aire de la surface libre des particules ou la densité.

I.3.3.2 2^{ème} stade du frittage

Le deuxième stade de frittage est particulièrement associé à la densification du compact et s'accompagne d'un grossissement de grains et de l'arrondissement de pores. Les pores quasi cylindriques forment un réseau interconnecté. À la fin du 2^{ème} stade, les pores deviennent sphériques et sont principalement situés en périphérie des joints de grains, et l'élimination de petits grains entraîne une coalescence de pores attachés aux coins des joints de grains, au fur et à mesure que la densification du compact progresse. Les gros pores croissent aux dépens des plus petits, en utilisant les joints de grains comme trajectoires de transport.

I.3.3.3 3^{ème} stade du frittage

Le troisième stade du frittage commence quand les pores se ferment, approximativement à 8% de porosité. Les pores continuent à se combler par transport de matière, soit depuis les joints de grains, soit depuis le cœur des grains. Le troisième stade est relativement lent comparé aux stades précédents. Le grossissement de grains se déroule par migration de joints de grains. Durant ce stade du frittage il peut se produire un phénomène de séparation entre les pores et les joints de grains. Pendant la croissance de grains, un pore attaché à un joint de grain peut ralentir le déplacement du joint quand il est moins mobile que le joint. Ce joint se courbe alors, jusqu'à une situation critique où le pore se sépare du joint de grain, comme on le montre sur la figure I.18. L'élimination ultérieure de ce pore au milieu d'un grain, qui peut se faire seulement par

diffusion en volume, est généralement très difficile [17, 51, 53].

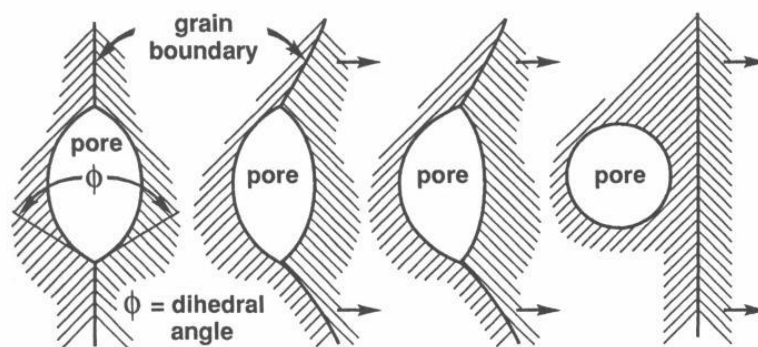


Figure I.18: Séquence de la séparation du pore et de joint de grain, durant le stade final du frittage.

I.3.4 Mécanismes de transport de masse

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

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

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

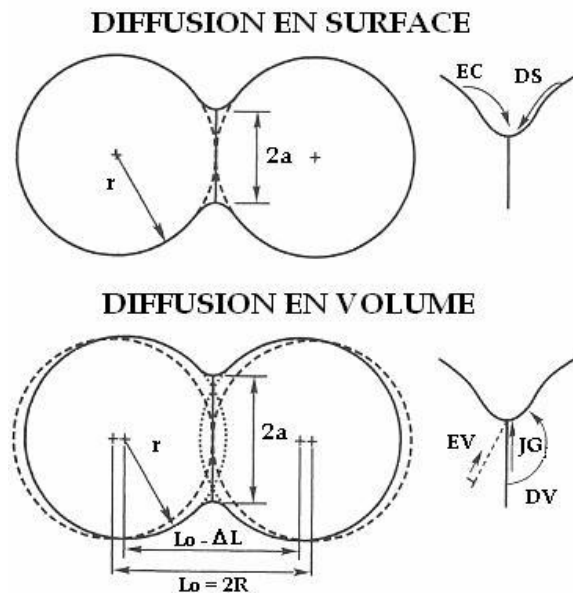


Figure I.19: Trajectoires du transport de masse selon le mécanisme, EC évaporation condensation, DS diffusion superficielle, EV écoulement visqueux, JG joint de grain et DV diffusion en volume [51].

Le frittage se déroule en trois étapes immédiatement. Ces étapes sont différenciées par la densité (ou la porosité) de la pièce au cours du temps. Ces différentes étapes apparaissent sur la figure I.20 donnant l'évolution de la densité relative au cours du frittage. La densification est la grandeur physique permettant de connaître la qualité du frittage. Plus elle est proche de 100% (porosité proche de 0%), plus la pureté de la pièce est élevée et moins la pièce frittée contient de pores pouvant limiter ses propriétés. Le frittage en phase solide est un procédé se déroulant à haute température mais en dessous des températures de fusion des différents composants de la poudre à fritter. Le frittage en phase solide se différencie du procédé de brasure par la non existence de phase liquide au cours de son procédé. En effet, le frittage en phase solide est une technique dont tous les composés restent solides au cours du procédé. Cette propriété permet un déplacement moindre des puces lors de l'assemblage [45].

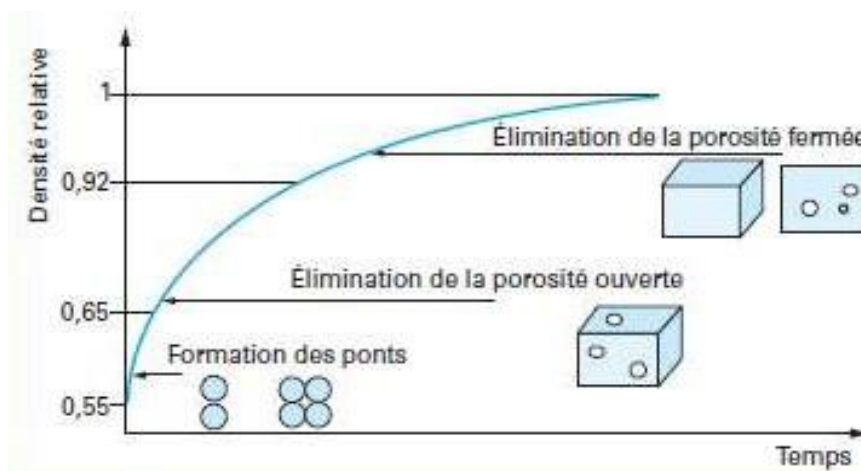


Figure 1.20 : Evolution de la densité relative au cours du frittage.

I.3.5 Conclusion

L'optimisation complète du frittage d'un matériau peut s'avérer complexe dans la mesure où cela demande une connaissance très fine du produit et des mécanismes de densification/croissance.

Cependant, on peut donner quelques points de repère :

- La qualité du fritté dépend avant tout des qualités des poudres et de la préparation du compact.

La distribution granulométrique, la taille moyenne des grains sont des critères importants.

- L'homogénéité du compact cru est primordiale. La présence d'agglomérats ou d'autres défauts de compaction est absolument à éviter. Enfin, concernant le frittage proprement dit :

- Frittage en phase solide :

1) Dans la plupart des cas il est possible d'optimiser le cycle de frittage naturel (temps, température, rampes de température) afin d'éviter la croissance exagérée.

2) Dans un certain nombre de cas plus limités la mise au point du cycle est plus délicate. Il faut utiliser des inhibiteurs de croissance ou effectuer un frittage sous charge

- Frittage en phase liquide:

Si la présence d'une phase liquide n'est pas rédhibitoire ou si il est possible de la cristalliser par un traitement thermique supplémentaire, le frittage en phase liquide permet une densification rapide et à plus basse température. Bon nombre d'aides au frittage jouent le rôle d'une phase liquide transitoire. De plus, le comportement au frittage dépend aussi de la forme et de la taille de la pièce. Il faudra adapter les conditions de frittage.

I.4 Généralités sur la tribologie

I.4.1 Définition

Un système tribologique se définit comme un système mécanique, formé de deux matériaux antagonistes en contact, animés de mouvements relatifs. La tribologie, qui concerne le frottement, l'usure et la lubrification des surfaces en contact et en mouvement relatif, est un domaine récent de la science. Le frottement est la cause principale de la perte d'énergie et de l'usure. L'usure est la cause de la perte de matière et des performances mécaniques des systèmes. La lubrification a pour objectif principal de minimiser la friction des solides en contact et de prévenir leur endommagement [54].

Le mot « tribologie » devient du mot grec tribos logos qui signifie la science du frottement. C'est donc la science et la technologie de surfaces solides en contact; elle traite des multiples aspects du frottement, de la lubrification, de l'usure et de l'adhérence [55].

Les difficultés rencontrées par les ingénieurs pour prédire l'usure et pour sélectionner des couples de matériaux résultent essentiellement du fait que le frottement et l'usure ne sont pas directement des propriétés intrinsèques des matériaux et que les sollicitations du système tribologique sont en général complexes (pression, vibration, ...).

I.4.2 Les surfaces

Par définition, la surface d'un corps est le lieu des points séparant ce corps du milieu environnant. Elle correspond donc à une discontinuité dans l'aménagement périodique des atomes de celui-ci. En surface, le nombre de plus proches voisins est différent de ce qu'il est en volume. On parle aussi d'interface solide-gaz, solide-liquide, solide-solide [56].

La notion d'état de surface comprend :

- l'état physico-chimique (nature, structure, texture des couches superficielles)
- l'état géométrique (ensemble des écarts géométriques de la surface réelle par rapport à la surface géométrique idéale).

Les surfaces présentent des défauts géométriques de différents ordres :

- ordres macroscopiques liés à des écarts de grande amplitude dus généralement aux défauts géométriques de la machine génératrice (écart de forme du 1er et 2nd ordre),
- ordres microscopiques liés à des écarts de faibles amplitudes dus à l'outil de coupe, aux

grains abrasifs, aux particules de sablage ou grenailage, aux vibrations de la machine ou encore aux piqûres de corrosion (rugosité, écarts de forme de 3^{ième} et 4^{ième} ordre).

En réalité, le terme surface représente une couche d'épaisseur comprise entre 10⁻² et 10⁻⁶ mm. La composition chimique et les propriétés mécaniques de cette zone peuvent être très différentes de celles du cœur du matériau. La surface peut être recouverte de films contaminant (gaz adsorbés, produits organiques), d'oxydes et dans le cas de métaux, peut être écrouie. La présence de ces écrans va modifier le comportement tribologiques des corps en contact (Figure I.21).

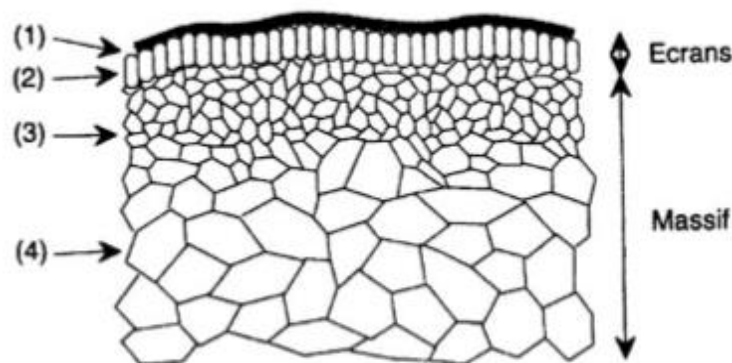


Figure I.21: Vue théorique en coupe d'une surface.

La surface est donc l'endroit le plus perturbé d'une pièce. La zone (1) est un film de contamination (0,3 à 3 nm) constitués de couches absorbées. La zone (2) est un film d'oxydes (1 à 10 μm). La zone (3) est une zone mécaniquement perturbée (1 à 50 μm) de structure écrouie ou structure de couche de diffusion. La zone (4) partant de 100 μm est le matériau massif. Lorsque l'usure est limitée à l'enlèvement des films de surface, elle est appelée « usure douce ». Ces écrans détruits peuvent être reconstitués par réaction avec l'environnement. Lorsque l'usure s'étend au massif, elle est appelée usure « destructrice » ou « sévère ».

Les surfaces de contact de deux corps frottants peuvent ne pas jouer des rôles symétriques. Par exemple, dans le cas du glissement d'un pion sur un disque : un point de la surface de contact du pion est constamment sollicité, alors qu'un point de la piste du disque ne l'est qu'au passage du pion. Les distances cinématiques sont alors différentes.

L'exposition au champ de contraintes développées dans le pion et le disque ne sera pas la même, et les effets de fatigue vont être différents. Les usures du pion et du disque différeront

également ainsi que les coefficients de frottement. Par exemple, pour des conditions expérimentales identiques, un pion de cuivre frottant sur un disque d'alumine présente un coefficient de frottement type Coulomb de 0,2 qui s'élève jusqu'à 1,5 lorsque le pion est en alumine et le disque en cuivre [57].

Le contact peut être selon les géométries des corps :

- ponctuel (sphère/sphère, sphère /plan,...)
- linéaire (cylindre/plan) - surfacique (rotule dans sphère)
- conformel (cylindre/cylindre) ou contraformel (cylindre dans cylindre creux).

Le contact statique entre deux solides ne s'effectue donc pas sur la surface apparente commune aux deux solides, mais sur un ensemble de zones discrètes (aussi appelées aspérités) dont la somme des aires donne la surface réelle de contact. Dans le cas d'un frottement de glissement, les zones de contact sont sans cesse renouvelées. Le rapport aire réelle sur aire apparente peut varier de façon significative : il est alors plus facile de raisonner en terme de force appliquée plutôt que de pression [58].

I.4.3 Le triplet tribologique et la notion de troisième corps

Le concept du triplet tribologique (mécanisme, premiers corps, troisième corps) introduit par Godet et Berthier [59], implique la superposition de phénomènes à trois échelles différentes

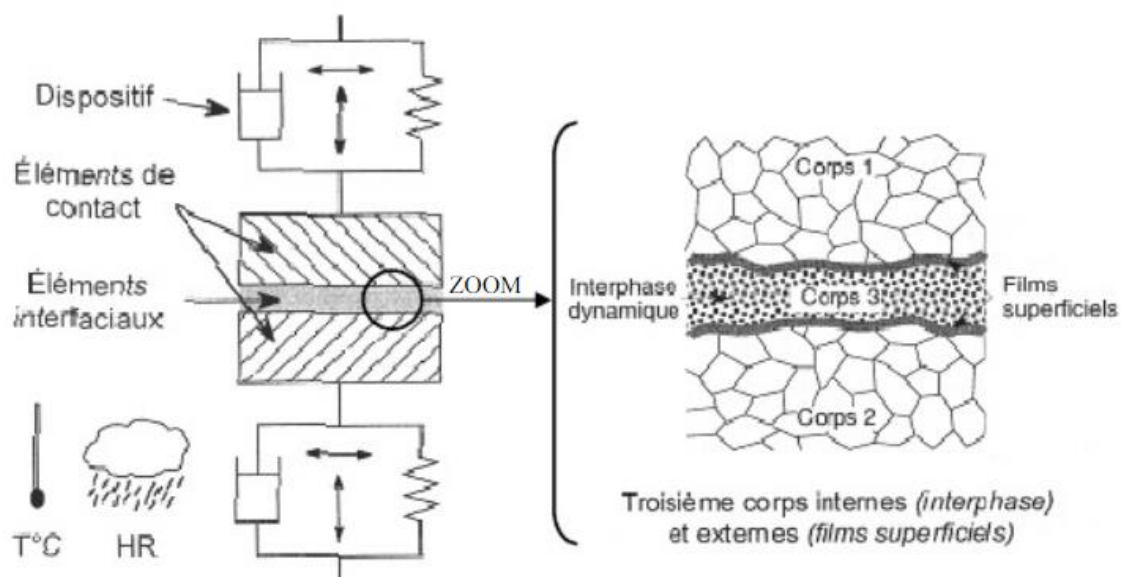


Figure I.22: le triplet tribologique de Godet et le concept de troisième corps.

Le concept du triplet tribologique introduit par M. Godet prévoit :

- ✓ Un mécanisme de contact : Tout le système (Charge; dynamique du mouvement, l'environnement)
- ✓ Les deux (premiers) corps : les surfaces en contact
- ✓ Un troisième corps : l'intermédiaire (intercalaire) qui transmet la charge d'un corps à l'autre. Il est constitué de films superficiels (molécules absorbées, films d'oxydes...) et de particules issues du mécanisme (frottement) ; ce sont les produits d'usure.

L'ensemble des détériorations de la surface et la perte de matière sont caractéristiques de l'usure pour un système donné. Le processus, c'est-à-dire l'enchaînement d'événements liés à la présence du troisième corps : détachement des particules (débit de source interne), piégeage et formation de débris (débit de source externe), conduit à l'établissement d'un régime stationnaire traduisant l'équilibre entre détachement et élimination des particules. Si aucun lubrifiant n'est apporté au contact le terme de débit de source ne représente que le débit de source interne [60].

I.4.4 L'usure

L'usure est un ensemble complexe de phénomènes, amenant une émission de débris avec perte de masse, de côtes, de forme, et s'accompagnant de transformations physiques et chimiques des surfaces. L'usure est générée par plusieurs mécanismes physiques, chimiques ou mécaniques indépendantes ou non. En fait, l'usure considérée comme un phénomène global est très difficile à décrire du point de vue quantitatif. Il en résulte que les différentes approches théoriques sont faites à partir d'hypothèses simplificatrices tendant à dissocier les processus mis en jeu pour mieux les appréhender [61]. Les études expérimentales montrent l'influence de paramètres classiques comme la pression appliquée ou la vitesse de glissement.

- ❖ La perte de matière d'un organe mécanique en fonction du temps présente généralement trois phases distinctes (Fig I.23).

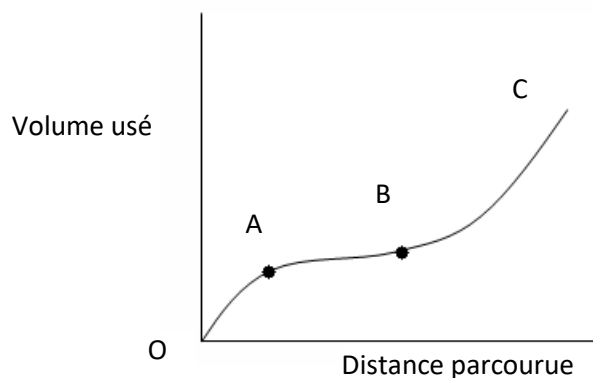


Figure I.23: Evaluation générale de la perte de matière par usure en fonction du temps.

La phase OA est une phase d'adaptation des surfaces souvent appelée phase de rodage ou d'incubation. La partie AB correspond à l'utilisation normale de l'organe mécanique. La perte de matière est faible, régulière en fonction du temps. La phase BC traduit la mise hors service du composant due à une usure exagérée qui tend à modifier les conditions nominales de fonctionnement [61].

I.4.5 Les principaux modes d'usure

Nous adoptons ici une classification regroupant les différents modes d'usures en grandes familles caractérisées par l'action d'un mécanisme spécifique :

I.4.5.1 Usure abrasive

Elle se caractérise par la présence dans le contact d'un état de surface rugueux ou par pénétration dans le matériau le plus tendre de particules dures provenant des débris d'usure du contact ou lié à la pollution du milieu. Ce mécanisme de dégradation qui fait intervenir dans les premiers instants uniquement les corps antagonistes, devient rapidement une usure à trois corps. Cette forme d'usure se manifeste par des polissages, des griffures, des micro-labourages, des arrachements de particules. Le micro-labourage (ou micro-usinage) se manifeste par des rayures à la surface du matériau le plus tendre sans arrachement de matière mais provoquant sur les bords du sillon une déformation plastique. Le plus souvent pour lutter contre l'usure abrasive, on cherche à durcir les matériaux (au moins leur surface) [62, 63].

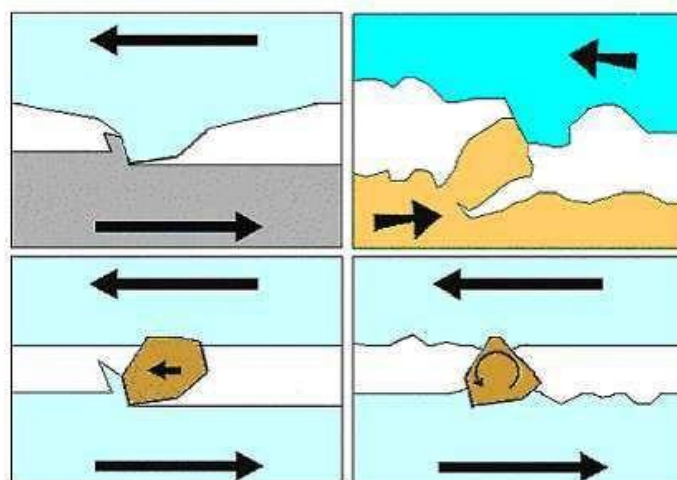


Figure I.24: Schéma de principe de l'usure abrasive [62].



Figure I.25: Mécanisme de l'abrasion : (a) abrasion par effet de coupe ; (b) abrasion par déformation [61].

On en distingue deux familles :

- Usure par abrasif lié lorsque l'abrasif appartient à la surface d'un des solides en contact, abrasion à deux corps,
- Usure par abrasif libre lorsque les particules sont enserrées entre les deux surfaces en contact, abrasion à trois corps [64] (fig.I.26).

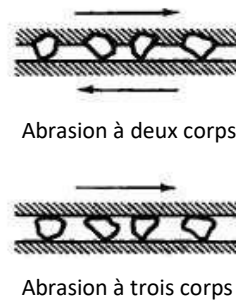


Figure I.26: représentation schématique de l'usure abrasive à deux corps et à trois corps [65].

Lorsque les particules abrasives se cassent pendant le processus on parle d'abrasion sous haute contrainte mais si la pression sur les particules est faible et que celles-ci restent intactes, il s'agit alors d'abrasion sous faible tension [65].

I.4.5.2 Usure adhésive

L'usure par adhésion se caractérise par le transfert du matériau d'une des deux pièces sur l'autre (Fig. I.27). Elle apparaît lorsque le frottement donne lieu à des liaisons entre les matériaux au niveau des aspérités. L'adhésion peut mener dans certains cas au grippage et à la soudure des pièces. Si les matériaux sont de natures différentes, le transfert s'effectue préférentiellement du corps le plus tendre vers le corps le plus dur [61, 63].

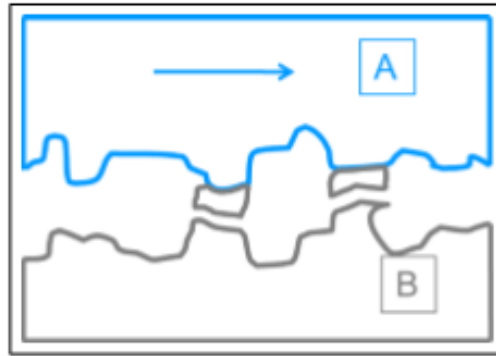


Figure I.27: Usure par adhésion.

Plusieurs possibilités ont été proposées pour expliquer l'établissement de ces liaisons que l'on peut regrouper en quatre familles principales :

- ✓ Les liaisons par accrochage mécanique et interpénétration des aspérités. On les observe dans le cas de contact solide mou/solide dur (élastomère/métal ou minéral).
- ✓ Les liaisons par transfert des électrons à travers l'interface (théorie de Deriaguine) qui produit une double couche de charges électriques de signe opposé de part et d'autre de la surface. La force d'adhésion est générée par les forces électrostatiques qui s'établissent à travers l'interface entre ces couches. Ce mécanisme apparaît dans les contacts polymère/métal. Dans ce cas le polymère se charge négativement à la rupture.
- ✓ Les liaisons basées sur l'absorption qui peut être chimique, il se crée alors des liaisons primaires à courte distance de type métalliques, ioniques ou covalentes très résistantes ou physique, le contact intermoléculaire est dû aux forces secondaires à longue distance de type van der Waals qui s'établissent sur des distances de quelques nanomètres.
- ✓ Les liaisons avec diffusion dans lesquelles on observe un échange d'atomes à travers l'interface qui apparaissent dans les contacts à température élevée.

Phénoménologiquement, ces liaisons peuvent être de deux types : adhésives lorsque l'interface est maintenue, c'est le cas le plus fréquent pour les matériaux non métalliques pollués ou cohésive lorsque par suite de l'absence ou de la rupture des films superficiels, des mécanismes diffusionnels se mettent en jeu et l'interface disparaît. L'adhésion est alors provoquée par des liaisons métalliques ou covalentes pour les métaux, ioniques pour des matériaux non métalliques.

I.4.5.3 Usure par fatigue

Elle est liée à l'action d'un mouvement cyclique et à la capacité des matériaux à absorber les

énergies de déformation et les contraintes thermiques générées par frottement. L'usure par fatigue se manifeste par des fissures, des écailles et des changements de structure métallurgique. Les comportements face à ce mécanisme d'usure dépendent de la nature du matériau. Dans le cas de matériaux ductiles (matériaux métalliques ou polymères), la rupture par fissuration (ou mécanisme de délaminage) a lieu en sous-couche, parallèle à la surface de frottement, dans les zones où les contraintes de cisaillement sont maximales. La théorie de Hertz indique la répartition des contraintes de cisaillement en sous-couche. L'analyse des transferts thermiques sur la microstructure (déplacement des lacunes, des dislocations, des plans de glissement, l'effet des joints de grains...) explique la formation de fissure associée à un écrouissage ou à un adoucissement de la surface. Ce phénomène peut se décomposer en plusieurs phases.

Dans un premier temps, il y a augmentation de la densité de dislocations en surface provoquant un écrouissage superficiel.

Dans un deuxième temps, l'énergie de frottement transmise à la surface de ce matériau a pour effet de redistribuer cette densité de dislocations en un réseau plus stable par glissement ou montée de dislocations. Il existe alors un déséquilibre entre les contraintes internes. En surface, suite à une densité plus élevée de dislocations, des contraintes de compression sont générées alors qu'en sous-couches, la densité de dislocations étant moindre, des cavités se forment, favorisant la fissuration [66].

I.4.5.4 Usure par réaction tribochimique

En présence d'un environnement réactif, du fait des pressions et des températures élevées imposées au contact, des phénomènes complexes peuvent se produire et notamment des réactions entre l'environnement et le matériau constituant la surface (tribooxydation en milieu oxygéné par exemple). Suivant la nature et les caractéristiques du composé formé, ces réactions peuvent être bénéfiques, dans le cas des films réactifs issus des additifs des lubrifiants, ou néfastes au fonctionnement [61].

La tribochimie concerne la chimie des interactions des surfaces en mouvement relatif. K.H. Zum Gahr estime qu'il y a quatre mécanismes différents pour ce type d'usure :

- Un contact métallique entre les aspérités de surface qui entraîne un enlèvement de métal par adhésion. Les petits débris d'usure produits peuvent être oxydés.
- Une réaction chimique des métaux avec l'environnement qui réduit le contact et assure une protection.
- Une fissuration des couches protectrices provoquée par une grande pression locale qui

entraîne des débris non-métalliques.

- Des débris d'usure métalliques ou non peuvent agir comme particules abrasives et rendre rugueuses les surfaces en contact. Il pourra y avoir reformation des couches protectrices.

Cette usure va dépendre fortement des cinétiques de formation des couches en surface et de leurs propriétés à résister à l'enlèvement [56, 67].

Chapitre II : Matériaux, techniques d'élaboration et de caractérisation

II. Matériaux, technique d'élaboration et de caractérisation

II.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à l'ensemble des techniques d'élaboration et de caractérisation mises en œuvre dans le cadre de ce travail. Les paramètres d'élaboration du composite ont été adoptés suite aux nombreuses expériences initiales d'élaboration réalisées dans le laboratoire de métallurgie de poudres. Dans un premier temps, nous avons cerné tous les paramètres expérimentaux, ce qui permet une bonne reproductibilité des résultats. Ensuite, nous avons adopté une démarche expérimentale c'est-à-dire un protocole d'investigations permettant une comparaison aisée des performances obtenues pour chaque échantillon. Les mesures de densité, l'observation microstructurale, l'analyse par EDS, la cartographie X, la dureté et l'indentation instrumentée pour la mesure du module de Young, ont été nos outils principaux de caractérisation. Néanmoins, les tests tribologiques ont eu une part importante lors de l'étude réalisée sur quelques échantillons.

II.2 Élaboration

II.2.1 Matériaux utilisés

Le choix de la composition de notre matériau, c'est-à-dire les poudres constituantes, a été choisi dans un but précis, en fonction des propriétés recherchées telles que la résistance à l'usure, la trempabilité, et plus particulièrement l'amélioration de la densité relative et la répartition homogène des éléments d'addition. Pour ce but, nous avons utilisé en plus des poudres de Fer, de Carbone et de TiC (Carbure de Titane) des poudres de Chrome, Nickel, Molybdène pour l'élaboration de nos échantillons.

D'après le diagramme d'équilibre Cr-Ni figure II.1, le Cr et le Ni forment un eutectique à basse température (à 1350 °C au-dessous de la température du frittage). Les ajouts du chrome vont augmenter la surface de contact entre ses particules et les particules du Nickel, ce qui augmente par conséquent la proportion du liquide formé durant le processus du frittage, améliore ensuite sa densité relative, accélère le processus de diffusion et assure une répartition homogène des éléments d'addition dans la matrice métallique.

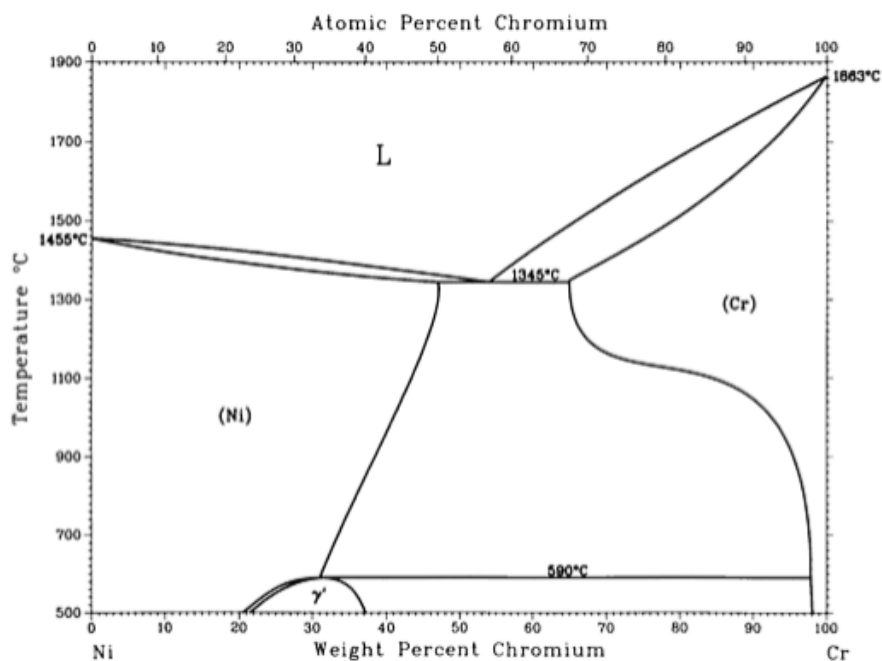


Figure. II.1 : Diagramme d'équilibre Cr-Ni.

Les caractéristiques de la poudre utilisée dans le présent travail sont listées dans le tableau II.1.

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

Poudres	Granulométrie (μm)	Pureté (%)
TiC	< 10	99.5
Cr	< 10	99.5
Ni	~10	99.5
Mo	~2	99.5
Fe	~40	99.0
C	~1	99.0

Le tableau II.2 présente la composition chimique des échantillons préparés qui sont répartis comme suit :

1. Groupe 1: Des pastilles de 13 mm de diamètre avec un poids de 5,0 g, compactés sous une pression uniaxiale de 740 Mpa dans une matrice de carbure de tungstène avec 79% en moyenne de densité à vert (rapport d'aspect 2: 1)
2. Groupe 2: Des pastilles de 29 mm de diamètre avec un poids de 40 g, compactés sous une pression uniaxiale de 163 Mpa avec 67% en moyenne de densité à vert (rapport d'aspect 2: 1)

Tableau II.2: Compositions chimiques des composites Fe-TiC élaborés :

Échantillons		Matrice					Renfort
		Cr	Mo	Ni	C	Fe	TiC
Groupe1	Groupe 2						
C0	FC0	-	-	-	0,65	Balance	30
C1	FC2	3	2	5	0,65	Balance	30
C2	-	9	2	5	0,65	Balance	30
C3	FC3	13	2	5	0,65	Balance	30
C4	-	19	2	5	0,65	Balance	30

Dans le tableau ci-dessus, il existe deux types de compositions chimiques :

- dans les deux groupes, il existe une composition de référence (C0, FC0) qui ne contient aucun élément d'addition où la matrice du composite est un acier au carbone [30% TiC + (0,65% C + Fe)]
- les autres compositions sont avec des éléments d'addition où on a varié le teneur de chrome (de 3, 9 13 et 19%).

Il convient de noter que les deux groupes ont été frittés. Alors que seuls les échantillons du 2^{ème} groupe ont subi un forgeage chaud.

II.2.2 Élaboration des échantillons étudiés

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

II.2.2.1 Préparation des comprimés

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

a. la pesée

Pour la pesée des poudres, nous avons utilisé une balance électronique de type KERN avec une précision 0.001gramme



Figure II.2: Balance électronique de marque KERN.

b. le mélange

Les composants initiaux ont été homogénéisés dans un mélangeur à bille pendant 30 min en utilisant des billes en acier inoxydable et séchés ensuite dans un four pendant 8 h à Environ 80°C pour enlever l'eau adsorbée.

c. le séchage

Pour éliminer l'humidité contenue dans les poudres sous forme de molécules adsorbées en surface, nous avons effectué un séchage à basse température du fait que certains métaux sont sensibles à l'oxydation.

d. Agglomération à froid

Grâce à la compression à froid, nous mettons en contact direct toutes les particules susceptibles de réagir entre elles par diffusion lors des différentes étapes de frittage.



Figure II.3: La presse d'agglomération à froid.

L'agglomération à froid a été réalisée dans une matrice en carbure de tungstène, sous une charge de 740 MPa pour les échantillons du groupe 1 et 163 MPa pour les échantillons le groupe 2.

Après la compression uniaxial, on obtient des comprimés (figure II.4) qui ont une bonne résistance mécanique, ce qui permet de les manipuler sans risque.



Figure II.4 : Comprimés à verts.

II.2.2.2 Frittage

Le frittage a été réalisé sous vide dans la presse à chaud du laboratoire de métallurgie des poudres du département de métallurgie et génie des matériaux UBMA pendant 30 min à 1500 °C. Pour élaborer nos échantillons, nous avons suivi un régime de frittage représenté par la figure II.5.

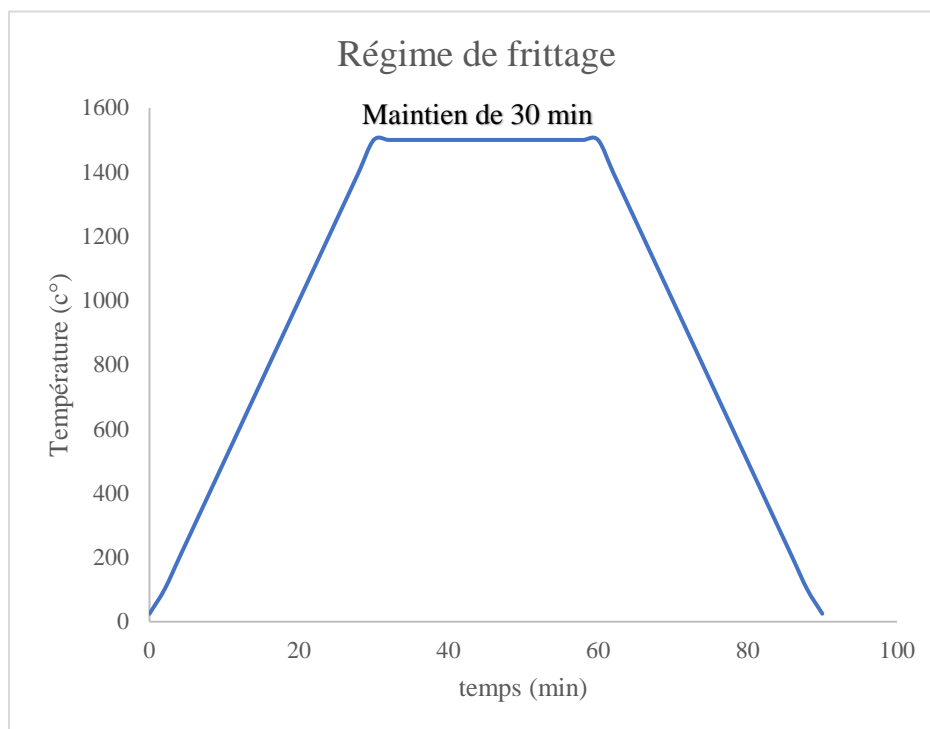


Figure II.5 : Régime de frittage.

II.2.2.3 Le Forgeage à matrice fermée

Le but du processus est de densifier le composite Fe-TiC par forgeage hydrostatique réalisé à chaud dans une matrice fermée. L'objectif est d'atteindre la fermeture complète de tous les pores par déformation plastique sous l'action répétée (chocs) d'outils de mise en forme.

Les pastilles frittées ont été chauffées dans un four tubulaire à une température de 1250 °C, avec un maintien de 10 à 15 min, l'opération du forgeage est ensuite réalisée juste après le maintien. Nous avons forgé les échantillons sur leurs deux faces dans une matrice appropriée à l'aide d'un marteau pilon sous une charge tombante de 50 Kgs à 30 cm de hauteur (figure II.6).

Le cycle chauffage-maintien-forgeage est répété plusieurs fois.

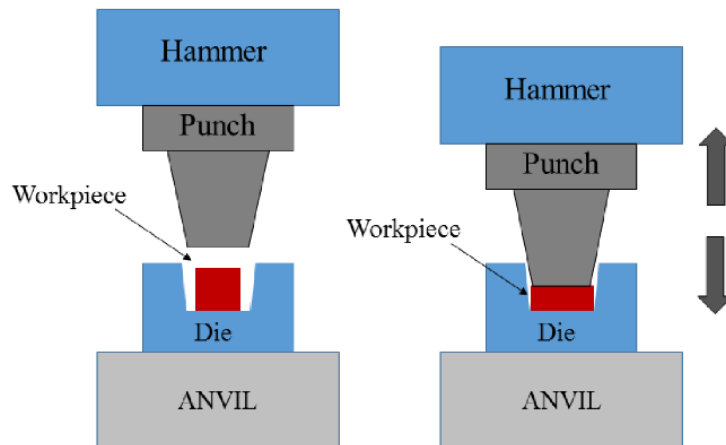


Figure II.6 : Forgeage au Marteau Pilon.

Les essais ont été réalisés au niveau de laboratoire de département de métallurgie et génie des matériaux à l'aide du marteau pilon présenté par la figure II.7.



Figure II.7 : Marteau pilon utilisé.

Après le forgeage l'échantillons frittés-forgés (2^{ème} groupe) ont subi un recuit à 1050 C° sous vide primaire pour éliminer les contraintes interne créé lors du forgeage, homogénéiser la structure et donner au matériau, un état structural proche de son état d'origine.

La figure II.8 représente le cycle d'élaboration des échantillons et les images réelles après chaque étape, commençant par poudre pure jusqu'au produit final.



Figure II.8 : Le cycle d'élaboration des échantillons.

II.2.2.4 Trempe et revenu

En raison du caractère réfractaire des particules de TiC (30%), la trempe de ces composites a été réalisée à 970 C° comme suit :

- Trempe à l'eau : pour les échantillons de référence (C0 et FC0)
- Trempe à l'huile : pour les échantillons avec les éléments d'addition (le reste des échantillons)

Après trempe les échantillons ont subi un revenu adéquat.

II.2.2.5 Préparation de la surface

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

La préparation commence par l'enrobage à chaud des échantillons, ce qui permet de manipuler plus soigneusement et facilement les échantillons petits, Il est réalisé dans une presse d'enrobage où l'échantillon est placé dans un cylindre d'enrobage et recouvert de la résine

adéquate. Les échantillons ont subi ensuite un cycle de polissage réalisé sur une polisseuse automatique tournant de 150 à 300 tours/min sur lequel un papier abrasif est collé. Le polissage est réalisé sur les deux facettes pour les échantillons destinés aux essais mécaniques, sous lubrification continue (jet d'eau) pour éviter tout échauffement local suite au frottement, en utilisant des papiers abrasifs de différentes granulométries : 120, 180, 240, 320, 600, 800, 1000, 1200, 2000, 4000. Les papiers ont été utilisés successivement dans l'ordre décroissant de la granulométrie en prenant soin de tourner l'échantillon de 90° afin d'éliminer les rayures laissées par le polissage précédent. Sur chaque papier, on maintient en contact l'échantillon pendant 4 à 6 minutes. Pour la finition, nous avons utilisé une suspension d'alumine Al_2O_3 dispersée sur un feutre collé à un disque tournant. Il est essentiel de faire en sorte que les deux facettes de l'échantillon soient bien polies, parallèles et planes.

II.3 Méthodes de caractérisation

La caractérisation du matériau ne peut être complète que si elle fait appel à la corrélation de plusieurs méthodes entre-elles. Ainsi, notre étude, nous avons fait appel à des techniques d'analyse et de moyens de caractérisation tels que, la mesure de densité, le microscope électronique à balayage, la dureté et les tests d'usure.

II.3.1 Analyse microstructurale

En fait, comme les propriétés mécaniques dépendent de la microstructure, l'étude de cette dernière est absolument indispensable. L'analyse microstructurale sous différents grossissements, nous a permis de mettre en évidence, d'une part l'évolution de la porosité (changement de forme et de dispersion) et celle de la formation de nouvelles phases avant et après traitement thermique.

La préparation de la surface des échantillons pour l'analyse métallographique a été réalisée par un polissage mécanique effectué sur des papiers abrasifs, après cela les échantillons ont subi une opération de finition à la pâte diamantée.

II.3.2 Détermination de la densité du produit

La porosité du matériau fritté subit des changements quantitatifs importants lors de frittage, il est nécessaire de distinguer la porosité ouverte et la porosité fermée. Dans notre cas, la porosité est ouverte sur les comprimés à vert et elle est fermée après le processus de frittage.

Mais c'est la porosité résiduelle après frittage du matériau qui conditionne dans une large mesure les propriétés mécaniques et physico-chimiques du comprimé fritté. Le volume des pores, leurs dimensions ainsi que le caractère de leur distribution ont une influence importante sur ces propriétés.

Une amélioration des caractéristiques mécaniques passe obligatoirement par une densification du matériau, soit une diminution de la porosité, donc on note que la porosité est liée directement à la densité. Pour la détermination de cette densité, appelée aussi densité relative, on a suivi la procédure suivante :

- Les comprimés à vert : La mesure de densités apparentes des comprimés à vert ont été mesurées manuellement à l'aide d'un pied à coulisse et un palmer
- Les échantillons frittés ou frittés-forgés : Les mesures de densité apparente des échantillons frittés ont été mesurées par la méthode d'Archimède.

II.3.2.1 Principe de la méthode d'Archimède

Tout corps plongé dans un fluide reçoit de la part de ce fluide une poussée verticale ascendante égale au poids du volume de fluide déplacé.

Cette méthode est simple. Elle consiste à plonger l'échantillon, dans un récipient (contenant de l'eau distillé) posé sur une balance, en le retenant par une pince de façon à ce qu'il n'influe pas sur la mesure

La poussée d'Archimède trouvée sera donc égale à la masse de l'objet "dans l'air" diminuer de la masse de l'objet dans le liquide en newton.

$P_A =$ masse de l'échantillon dans l'air - masse de l'échantillon dans l'eau distillé

$$P_A = V_{\text{déplacé}} \times d_{\text{eau distillé}} \times g \Rightarrow V_{\text{déplacé}} = P_A / (d_{\text{eau distillé}} \times g)$$

$V_{\text{déplacé}} =$ Volume de l'échantillon

Densité = masse de l'échantillon dans l'air / Volume

La densité relative est définie lorsque la densité mesurée est divisée par une densité théorique estimée. Ce dernier a été estimé en utilisant la règle du mélange parmi les densités de particules de TiC et les autres éléments d'alliage : $dr = (P_{\text{Réel}} / P_{\text{Théorique}}) * 100$

Les densités relatives moyennes et les écarts-types pour tous les matériaux ont été calculés sur la base de trois échantillons séparés.

II.3.3 Mesure de la dureté

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

Avec Les spécifications suivantes :

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



Figure II.9 : Duromètre universel (ZWICK / ROELL).

II.3.4 Mesure du Module de Young

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

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

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

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

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

Les machines actuelles permettent de mesurer l'enfoncement h de la pointe en fonction de la charge F appliquée pendant la charge et la décharge (Figure II.11). La déformation irréversible se traduit par une hystérésis de cette courbe. La courbe de décharge est souvent supposée purement élastique, ce qui permet de déterminer la pénétration de contact donc l'aire de contact A . Le module élastique d'indentation E_r est lié à la pente à la décharge S et vaut (β étant un facteur relatif à la géométrie de la pointe)

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S}{\sqrt{A}}$$



Figure II.10: Appareil de teste d'indentation Universel/Vickers ZHU/Z2.5 utilisé pour les essais.

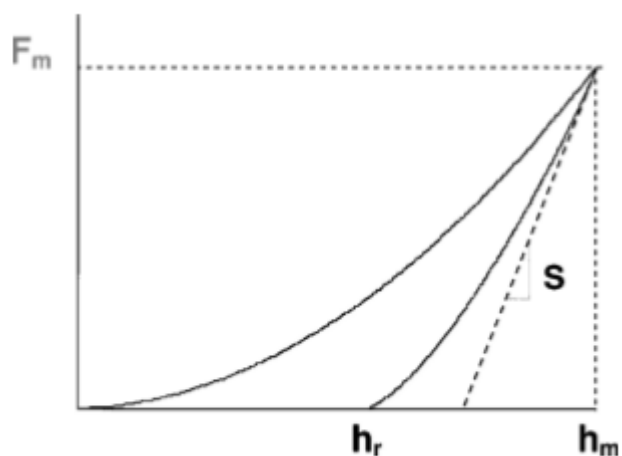


Figure II.11: Courbe de charge décharge.

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

Tableau II.3: Les paramètres utilisés pour la mesure de modules de Young.

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

II.3.5 Caractérisations morphologiques et chimiques

II.3.5.1 Microscopie électronique à balayage (M.E.B)

Le principe général consiste à envoyer un faisceau d'électrons qui interagit avec l'échantillon. En réponse, l'échantillon renvoie plusieurs rayonnements spécifiques qui sont détectés et analysés selon la technique choisie. En microscope électronique à balayage (MEB) on travaille sous vide primaire avec toutes sortes d'échantillons sans préparation particulière. Le dépôt d'un film conducteur d'or ou de carbone est parfois nécessaire si l'on veut observer des échantillons isolants. Un faisceau d'électrons est produit au sommet de l'appareil à l'aide d'un canon à électrons. Ce canon est placé dans une colonne maintenue sous vide et les électrons sont obtenus en chauffant un filament de tungstène. Le faisceau d'électrons primaire ainsi formé suit un chemin vertical dans la colonne du microscope. Il est ensuite focalisé sur l'échantillon grâce à des lentilles électromagnétiques et des bobines défectrices. Les électrons secondaires permettent de distinguer les détails de la topographie de surface de l'échantillon. Les électrons rétrodiffusés permettent d'en observer le contraste chimique.

Lorsque le faisceau entre en interaction avec l'échantillon, les électrons secondaires sont recueillis par les détecteurs placés à cet effet et le signal obtenu est ensuite analysé et transformé en signal visuel. La microscopie électronique à balayage est actuellement la méthode la plus utilisée pour observer la microstructure et les pistes d'usure.

II.3.5.2 Spectroscopie X à dispersion d'énergie (EDS)

Le spectre X émis par un échantillon bombardé par un faisceau d'électrons peut être analysé grâce à la spectroscopie à dispersion d'énergie EDS (Energy Dispersive Spectroscopy). Couplé au MEB, les détecteurs EDS permet de faire des analyses chimiques de surface, qualitatives et quantitatives avec une pénétration d'environ quelques micromètres variant selon l'énergie du faisceau d'électrons incidents et le matériau étudié. Le détecteur EDS se présente sous forme d'un monocristal de silicium dopé partiellement au lithium. Son positionnement adéquat permet de récolter un maximum de photons X caractéristiques, émis lors du changement de niveau d'énergie des électrons (désexcitation)

Un logiciel permet de traiter le spectre obtenu et de déterminer les proportions massiques et atomiques des éléments détectés. Ainsi avec cette analyse, la composition répartition de des éléments d'addition sur la surface peut être calculée. Des analyses par EDS ont été systématiquement réalisées sur déférente zone.

Deux microscopies électroniques à balayage ont été utilisé durant notre études :

L'analyse chimique par EDS et la Cartographie X ont été réalisé a l'aide d'un microscope électronique de marque Quanta 250 du CRAPC à Bousmail Tipaza (Figure II.12).

Le MEB-EDX Quanta 250 à filament de tungstène de la compagnie FEI est un microscope électronique à balayage très sophistiqué couplée à la microanalyse X, est une technique puissante et incontournable de caractérisation microstructurale des matériaux en permettant de visualiser des caractères morphologiques avec un grandissement élevé et une profondeur de champ accrue.

En outre, ce MEB-EDX est de type environnemental, il est doté de trois différents modes de fonctionnement (mode vide élevé, intermédiaire et mode ESEM), permettant d'analyser la plus large gamme d'échantillon. Il est conçu pour fournir le maximum d'images et des données de microanalyse à partir de tous les échantillons sans ou avec préparation. Le Quanta MEB-EDX est équipé de système analytique du spectre du rayonnement X qui permet la microanalyse des rayons X (spectroscopie des rayons X à dispersion d'énergie) EDS ou EDX pour energy dispersive X-ray spectrometry.



Figure II.12 : MEB de marque MEB-EDX Quanta 250 au CRAPC de Bousmail Tipaza.

L'analyse microstructural et les traces d'usure ont été observé par le microscope électronique à balayage Hitachi S-520 (Fig. II.13) au laboratoire MSMP de l'école d'Arts et Métiers ParisTech Lille. L'analyse microscopique sert à examiner toute modification structurale en surface et la morphologie des débris d'usure générés par le frottement.



Figure II.13 : MEB de marque HITACHI S-520 au MSMP Arts et Métiers ParisTech.

II.3.5.3 Profilomètre optique

Le profilomètre optique Wyko NT-1100 de la société Veeco est un outil polyvalent qui permet de caractériser une grande variété de surfaces. Les mesures sont effectuées suivant deux

processus, PSI « Phase Shift interférence » ($R_t < 150 \text{ nm}$) et VSI « Vertical Shift Interférence » ($R_t \geq 150 \text{ nm}$). Le mode PSI, basé sur les déphasages optiques, est consacré aux mesures de la rugosité R_t de 150 nm maximum. Le système est capable de fonctionner en assemblage automatique pour saisir de plus larges champs. Le mode VSI, basé sur l'interférométrie en lumière blanche à balayage vertical, est relié à la mesure de l'appareil. La rugosité maximale mesurable est de 1 mm et il y a certaines restrictions pour mesurer les pentes en fonction de l'ouverture optique numérique et de la rugosité de surface.

Le profilomètre optique est un appareil permettant généralement de déterminer les paramètres de rugosité d'une surface donnée et d'établir sa cartographie en 2D et 3D. Il utilise l'interférométrie en lumière blanche comme principe de base pour réaliser des mesures à haute résolution de surfaces étudiées en 3D.

La figure II.14, représente l'appareil que nous avons utilisé principalement pour la mesure de la largeur et la profondeur des traces d'usure afin de calculer les taux d'usure. L'appareil se compose d'une base, d'un porte-échantillons avec inclinaison possible et translation suivant les deux axes x et y motorisés, des objectifs et une tête de mesure montée sur un axe z manuel. L'équipement comprend également un ordinateur muni du logiciel Wyko Vision 32, un boîtier de commande d'éclairage, des étalons et une table anti-vibrations stabilisée à l'air comprimé.

Figure II.14 : Profilomètre optique Wyko NT-1100 a) Lampe halogène fournissant la lumière blanche. Sa luminosité peut être réglée avec (a*) b) Filtres pour le mode PSI : Hig Mag Filtre (orange) et Low Mag (rouge). c) Objectifs. e) Caméra CCD. f) Ecran TFT. g) Levier focal permettant de lever ou de baisser la colonne optique.

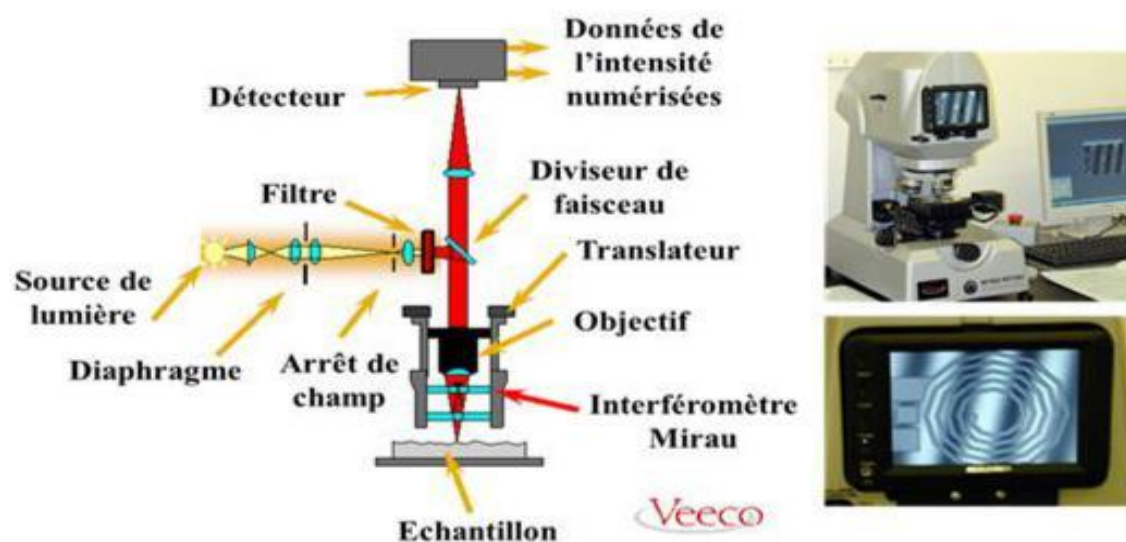


Figure II.14 : Schéma des composants du profilomètre optique VEECOeco-Wyko q00 (MSMP).

II.3.6 Caractérisations tribologiques

Le comportement tribologique n'est pas une propriété intrinsèque des matériaux mais dépend des caractéristiques mécaniques et structurales de deux matériaux en contact. Les essais d'usure ont été réalisés à l'aide d'un tribomètre rotatif CSM Instrument en configuration bille – disque (figure II.15).

Les résultats exploitables sont la courbe du coefficient de frottement correspondant aux matériaux du couple plan-bille, les pistes usées qui vont être le point de départ pour l'étude de l'usure. La courbe du coefficient de frottement donnée par le logiciel renseigne notamment sur les variations au cours de l'essai, ce qui doit permettre d'identifier différentes phases de l'essai, le taux d'usure est calculé à l'aide du logiciel couplé avec le tribomètre en utilisant en parallèle un profilomètre optique.

II.3.6.1 Considérations générales

Dans de nombreux cas, une réduction de l'usure est recherchée, ainsi qu'une minimisation du frottement, cause de dissipation de l'énergie mécanique. Mais dans certains cas, beaucoup de frottement avec peu d'usure est souhaité (freins, embrayage) ou bien l'inverse, dans les procédés d'enlèvement de matière (usinage).

Il existe différentes méthodes menant à l'acquisition de résultats relatifs à la qualification et à la quantification de la résistance à l'usure. Parmi elles, la mesure des coefficients de frottement le calcul de taux d'usure et la détermination du mécanisme dominant de la dégradation en usure.

Les résultats exploitables sont la courbe du coefficient de frottement correspondant aux matériaux du couple bille – disque, le disque usé qui va être le point de départ pour l'étude de l'usure. La courbe du coefficient de frottement donnée par le logiciel renseigne notamment sur les variations au cours de l'essai, ce qui doit permettre d'identifier différentes phases de l'essai, le taux d'usure est calculé à l'aide du logiciel couplé avec le tribomètre en utilisant en parallèle un profilomètre optique.

II.3.6.2 Mécanismes d'usure

L'usure est le processus d'endommagement des surfaces en contact, sous l'effet du frottement. Les principaux mécanismes d'usure connus sont les suivants : usure par adhésion, usure par abrasion, usure par érosion, usure par fatigue, usure par détachement des particules et

usure par corrosion. Précisons par ailleurs qu'un tribosystème est susceptible d'évoluer dans le temps et d'être le siège de plusieurs mécanismes d'usure successifs ou simultanés qui agissent alors de manière conjuguée, en synergie (exemple : usure adhésive et abrasive). Dans notre cas deux pistes d'usure des échantillons (FC1 et FC3) ont été observé au MEB du laboratoire MSMP, ENSAM- LILLE (figure II.13) afin de déterminer le mécanisme d'usure des ces composites.

II.3.6.3 Evolution du coefficient du frottement

Les analyses tribologiques sont utilisées pour déterminer les frottements engendrés par des surfaces en contact animées d'un mouvement relatif. Elles permettent d'obtenir les coefficients de frottement et d'usure d'un matériau. Les essais ont été réalisés au niveau du laboratoire Mécanique, Surfaces, Matériaux et Procédés de fabrication de l'école national d'Art et Métiers de Lille (MSMP, ENSAM- LILLE). La rugosité des échantillons (R_a) était entre 0,06 à 0,15 μm avant les essais.

Le tribomètre utilisé pour étudier la tenue à l'usure des échantillons est un dispositif de frottement « bille sur plan ». Ce dispositif possède deux mouvements possibles, le mouvement alternatif et un mouvement de rotation classique employé pour notre étude. Le bras supérieur (porte-bille) peut être motorisé par un système de positionnement vertical avec un capteur de position et un système de positionnement latéral avec un autre capteur de position. Sur ce micro-tribomètre, la force de frottement dynamique et le coefficient de frottement instantanés ont été mesurés en fonction de nombre des cycles des tests.

Les propriétés tribologiques d'usure (mouvement rotation) pour les différents échantillons ont été évaluées à l'aide d'un tribomètre (bille sur plan) muni d'un logiciel tribotester software, avec une humidité relative de 33 à 38 %, à une température de 24 à 27°C et un état non lubrifié. La bille en Al_2O_3 de 6 mm de diamètre, de dureté 1700 HV et de module d'Young 350 GPa a été choisie comme antagoniste afin d'éviter des réactions chimiques supplémentaires. Pour nos essais, les paramètres expérimentaux sont représentés (Tableau II.4). Une photographie de l'appareillage utilisé est présentée dans les figures II.15.

Les principaux composants du système tribotester sont les suivants :

- (1) Table porte-échantillons en mouvement rotation ;
- (2) Capteur de température et d'humidité ;
- (3) Bille en Al_2O_3 ;

(4) Masses correspondantes à la charge appliquée.



Figure II.15 : Système Tribotester au MSMP Arts et Métiers ParisTech de Lille (Tribomètre bille sur plan).

.Le tribomètre utilisé de marque Tribotester est représenté sur la Figure II.15 Ses caractéristiques sont cité ci-dessous :

Normes : ISO 7148, ASTM G99-95a, ASTM G 133 - 95

Tribomètre pion disque, force de friction jusqu'à 7 N, vitesse 1 à 300 t/mn, rayon 1 à 25 mm.

Mouvement alternatif : course de 2 à 10 mm, 4 à 3600 mm/mn ; cellules de corrosion.

Applications : essai de frottement et d'usure, mesure du coefficient de frottement, tribocorrosion

Tableau II.4: Conditions de travail des tests d'usure en contact alternatif (bille sur plan).

Bille	Alumine (Al_2O_3)
Diamètre de la Bille	6 mm
Rayon	2 mm
Vitesse de glissement	75 mm.s^{-1}
Charge appliquée	7 N
Température	20 à 25°C
Humidité	32 à 35%

II.4 Conclusion

Dans ce chapitre on a présenté en détails, les techniques d'élaboration et de cartérisation utilisées pour étudier les propriété physiques, microstructural, mécaniques et tribologiques du composite Fe-TiC élaboré dans le cadre de notre travail à savoir :

1. La mesure de la densité relative par méthodes d'Archimède
2. Techniques de caractérisation de surface (EDX, MEB,).
3. Caractérisations Mécanique : Dureté (HRC) et Indentation instrumentée (mesure de modules de Young)
4. Caractérisations tribologiques : (bille sur plan en mouvement de rotation) évolution du coefficient de frottement, taux et mécanisme d'usure et Rugosimètre en deux et trois dimensions.

CHAPITRE III

Analyse de la densité relative et caractérisation microstructurale

III. Analyse de la densité relative et caractérisation microstructurale

III.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats obtenus pour les différentes caractérisations métallurgiques des composites élaborés. Plusieurs techniques de caractérisations ont été utilisées à savoir : la mesure de densité à vert et de la densité relative avant et après les différents processus d'élaboration, l'analyse microstructurale, l'analyse par EDS, la cartographie X et enfin le traitement de l'image pour évaluer la quantité et la distribution des particules de TiC.

III.2 Analyse de densité relative

Généralement, en métallurgie des poudres, la densité relative peut être affectée par plusieurs processus variables tels que la densité à vert, la température et le temps de frittage, les éléments d'addition, la taille des particules des poudres initiales [12] ainsi que le processus de densification supplémentaire (forgeage à chaud) qui est le paramètre le plus pertinent dans notre cas d'étude. Comme déjà indiqué. Cette étude a commencé par l'étude de l'influence des éléments d'addition sur la densité relative après le processus de frittage. Dans ce contexte, la figure III.1 illustre la densité relative des échantillons du premier groupe, où la densité relative augmente respectivement avec les ajouts du chrome sur les échantillons C1, C2, C3, C4

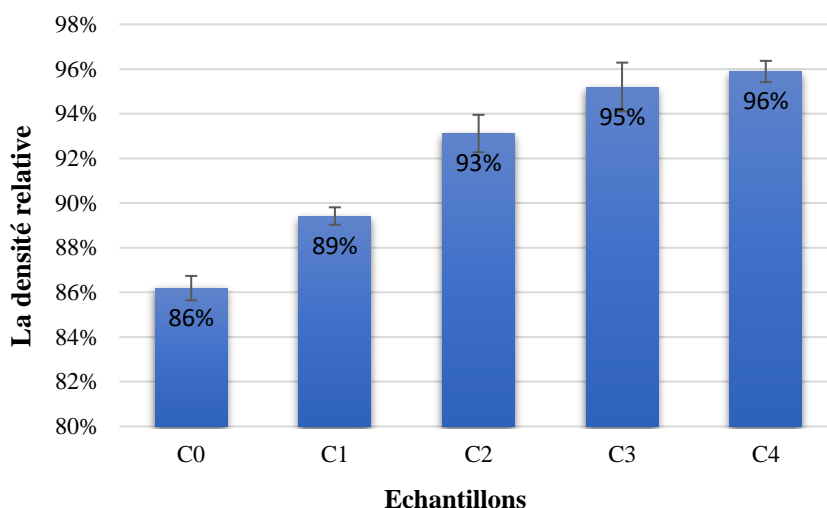


Figure III.1: Effet des ajouts du Cr sur la densité relative des échantillons du 1^{er} groupe.

Comme le montre la figure III.1, l'échantillon C0 (sans les éléments d'addition) a la densité relative la plus faible 86%, ce qui est cependant supérieur à la densité à vert (79%). Cette densification est principalement due à la progression des mécanismes de transfert de masse

entre les particules de la matrice pendant le frittage. Cela s'explique par la forte intensité des processus de diffusion du volume et l'écoulement visqueux à 1500 ° C ° [4].



Figure III.2 : Photographie des pastilles avant le frittage.

On peut voir à partir de la même figure (figure III.1) que la densité relative passe de 86% (C0) à 89% (C1) après l'ajout des éléments d'addition avec de 3% de Cr. Dans cette étape, la densification est plus accélérée car la phase liquide peut se former entre les l'éléments d'addition pendant le frittage. Lorsque la teneur en chrome augmente de 3% à 9%, nous avons observé une augmentation notable de la densité relative de 89% (C1) à 93% (C2). Par conséquent, on peut dire que la densité relative augmente avec l'augmentation de la teneur en chrome, la raison principale de ce phénomène est liée au comportement du frittage en phase liquide. Dans ce processus, les ajouts de chrome augmentent la surface de contact entre les particules de Ni et de Cr qui peuvent former un eutectique à 1345 ° C selon le diagramme Cr-Ni [14] ce qui augmente la proportion de la phase liquide durant le frittage.

Le frittage en phase liquide accélère la diffusion des éléments d'addition dans la matrice métallique, où la phase liquide et la phase solide se mélangent pour former l'alliage, et si la proportion de la phase liquide est inférieure à sa limite de solubilité dans la matrice de fer, la phase liquide disparaît éventuellement [15] et la diffusion se poursuit à l'état solide. Le résultat est une réduction significative de la porosité présente entre les particules.

En revanche, de la Figure III.1, la plus faible porosité est observée à 13% de Cr (C3) et 19% de Cr (C4) dans lesquelles les densités relatives sont proches l'une de l'autre (95,2% et 95,8% respectivement). De ce qui précède, on peut conclure qu'on peut améliorer la densité relative par l'augmentation de la teneur en chrome, mais elle est limitée à 95,8% pour ce groupe d'échantillons.

La présence de porosité peut affecter et diminuer les propriétés microstructurales et mécaniques [11]. Néanmoins, de nombreux travaux antérieurs ont montré comment produire des composites à très faible porosité tels que l'acier renforcé par des particules de TiC en basant sur différentes techniques. Par exemple, la fusion et la coulée classiques, la production In-situ des dispersions, la métallurgie des poudres par pressage isostatique à chaud (HIP) [1]. Parmi ceux-ci, le forgeage des poudres fabriqué par la méthode conventionnelle de pressage à froid suivi d'un frittage a été largement adopté en raison de ses avantages économique [13]. Dans le présent travail, nous avons utilisé un marteau pilon pour forger les échantillons frittés après un nouveau chauffage à la température de forgeage.

Afin d'éliminer la porosité des échantillons frittés, trois compositions chimiques (FC0, FC1, FC3) ont été choisies pour subir un forgeage au marteau-pilon. Ces compositions sont semblables à celles des échantillons du premier groupe (C0, C1 et C3 respectivement), mais avec différentes dimensions, poids et densité relative, sachant que cette dernière est liée à la limitation de charge de la presse hydraulique utilisée pour compacter les mélanges de poudre. Il faut noter que la raison motivante pour élaborer les échantillons FC0, FC1 et FC3 (tableau II.2) est que les échantillons du premier groupe (C0, C1 et C3) perdent rapidement leur chaleur et ne sont pas forgeable à cause de leur petite taille par rapport à la matrice de notre marteau-pilon. Dans ce contexte, après le processus de frittage, les densités relatives des échantillons FC0, FC1 et FC3 étaient respectivement de 78,10%, 81,94% et 91,31% (figure III.4) et leur densité relative avant frittage était en moyen 67%. Malgré que la surface de contact entre les particules dans les comprimés à vert est réduite dans ce groupe par rapport au premier groupe (79% de densité relative), le taux de densification après frittage était plus important que l'on peut en conclure à partir de la figure III.3. À notre point de vue, cela peut être lié à la charge appliquée par le poids de l'échantillon sur elle-même (40 g) à 1500 ° C, où La température atteinte était proche au point de fusion du métal de base (Fe), par conséquent, La diffusion en volume et le mécanisme d'écoulement visqueux sont plus accélérés sous son propre poids.

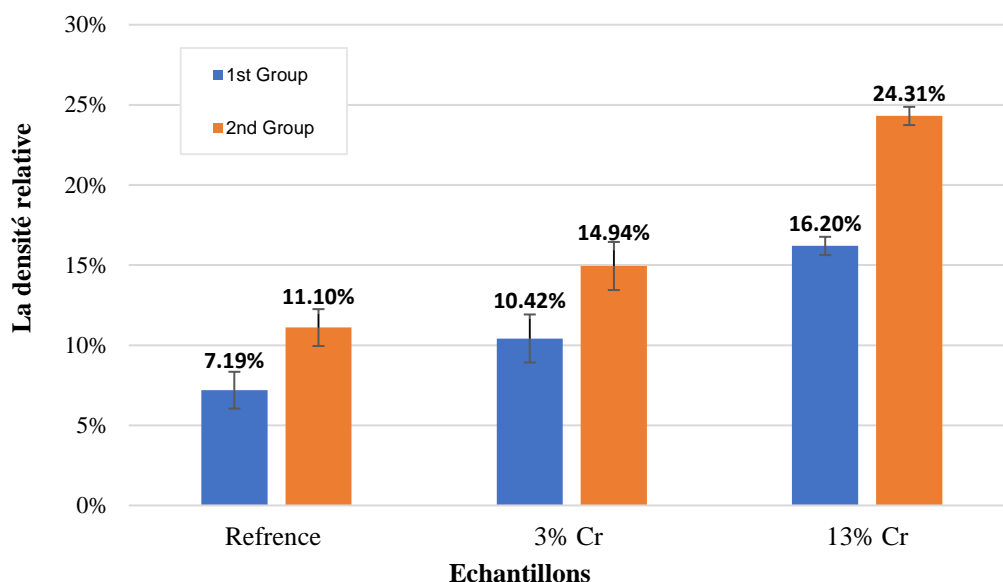


Figure III.3 : Taux de densification après frittage des échantillons (C0, FC0) (C1, FC1) (C3, FC3) qui ont la même composition chimique des deux groupes.

Le forgeage a été réalisé à l'aide d'un marteau pilon à 1250 ° C sous 50 Kg de masse tombante à 30 cm d'hauteur. Ce processus se caractérise par l'effet simultané de la charge dynamique, de la vitesse et de la chaleur sur les préformes poreuses. La figure III.4 illustre la densité relative du 2^{ème} groupe avant et après la forge.

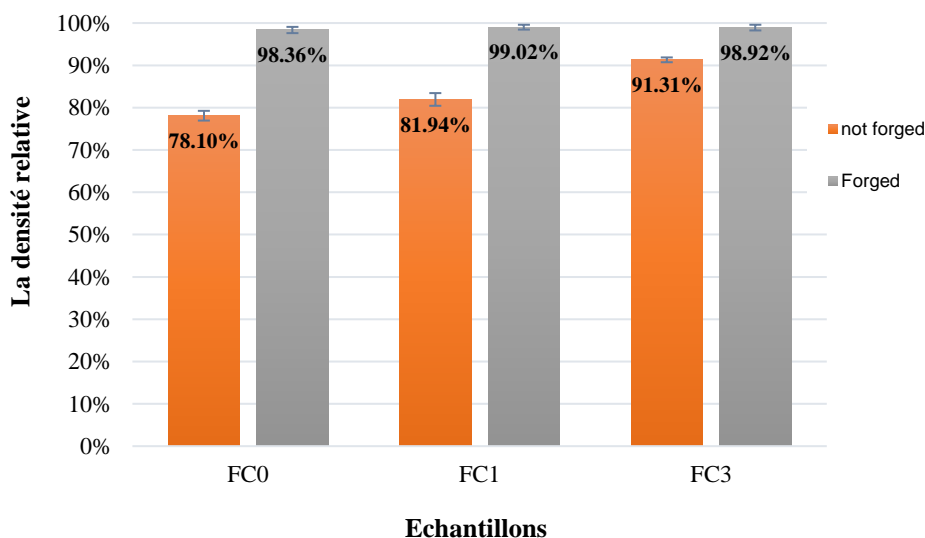


Figure III.4 : La densité relative des échantillons du 2^{ème} groupe avant et après la forge.

L'histogramme ci-dessus montre d'une part que la meilleure densification après forgeage se trouve dans FC0 (échantillon de référence) de 78,1% à 98,36%. D'autre part, la densité relative

la plus élevée est de 99,02% pour l'échantillon FC1. De plus, la porosité résiduelle de FC0, FC1 et FC3 est respectivement de 1,64%, 0,98% et 1,08%. Cependant, leur densité relative après le forgeage à chaud est plus de 98%, ce qui est proche de la densité théorique. Cette densification est liée au comportement de la déformation plastique de la matrice métallique à 1250 ° C sous l'effet de la charge dynamique dans la matrice fermée du marteau pilon. Au cours du forgeage, les échantillons ont été soumis à un compactage isostatique (la masse tombante du marteau pilon dans une matrice fermée) ce qui a considérablement réduit la porosité. En outre, le frittage sous vide sous de 10^{-3} Mba a laissé des pores fermés à très basse pression, ce qui a conduit à leur élimination rapide sous le pressage élevé appliqué par la masse tombante du marteau pilon.

Par ailleurs, lors du processus de forgeage, la déformation plastique est le mécanisme principal de densification. Cependant, l'un des plus grands avantages du processus de forgeage de poudre est l'amélioration immense de l'aptitude au forgeage des préformes de la métallurgie des poudres par rapport à des matériaux similaires obtenue par coulé. Cette amélioration est directement liée à la présence de porosité et à la réduction concomitante de la force de la préforme [13]. Enfin, on peut conclure que, malgré la forte porosité dans les échantillons frittés du deuxième groupe (de 9% à 22%), l'utilisation du marteau pilon pour forger ces échantillons augmente considérablement leur densité relative plus de 98,36% (99,02% dans FC1).

III.3 Produit final

La figure III.5 illustre des images réelles des échantillons élaboré. La présence de la phase liquide pendant le processus de frittage peut provoquer un changement dimensionnel des échantillons frittés sous l'effet de la gravité à haute température comme on peut le remarquer à partir de la figure III.5a. Cependant, une mise en forme considérable peut être contrôlée économiquement par une matrice et un compactage isostatique lors d'un forgeage à chaud afin d'obtenir les échantillons souhaités (voir la figure III.5b). De plus, le composite Acier-TiC a une propriété particulière qui est l'amélioration de l'usinabilité à l'état recuit. La densité obtenue de FC0, FC1 et FC3 après le forgeage à chaud est 6,47, 6,55 et 6,48 g / cm³ respectivement.

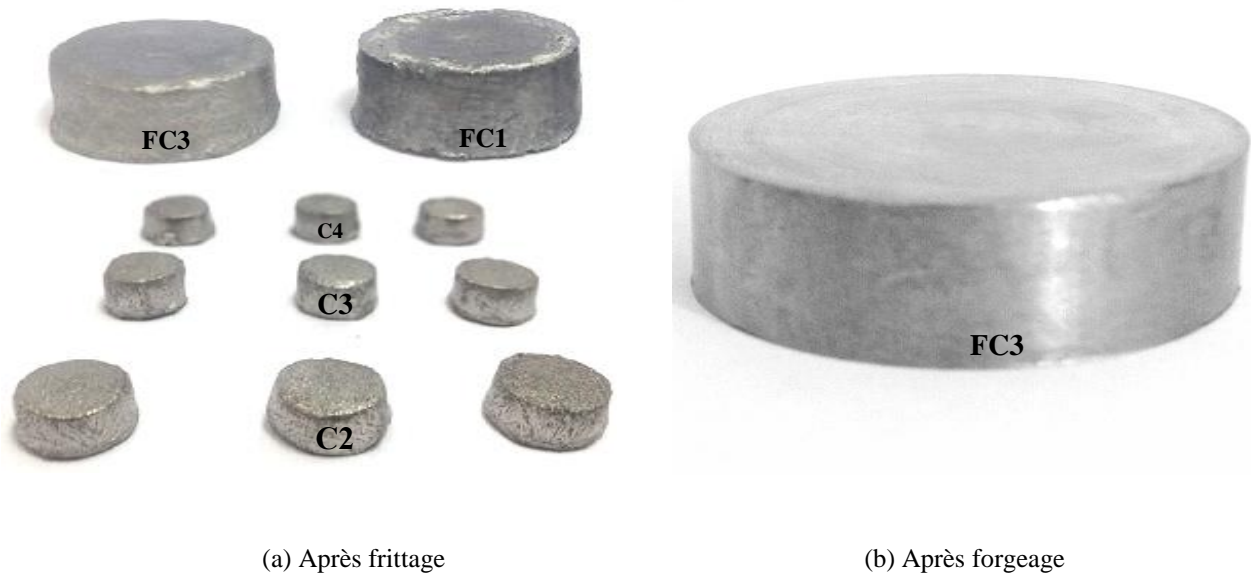


Figure III.5: Images réelles du produit final.

III.4 Microstructure

La forme de la porosité au niveau microstructural peut nous permettre de mieux comprendre les mécanismes de frittage effectués au cours de ce processus. Le frittage en phase solide produit des échantillons avec des pores en forme irrégulière, mais les pores sphériques sont les résultats de la présence d'une phase liquide pendant le processus de frittage [15].

III.4.1 Etat Fritté

Figure III.6 présente les micrographies au microscope électronique à balayage (MEB) des échantillons C0, C1, C2 et C3 (le premier groupe). Il est clair que la distribution des pores, de la matrice et des particules de TiC sont définie sur ces micrographies au MEB. À partir de la figure III.6a (échantillon de référence sans les éléments additions, C0), il est évident que de nombreux pores de forme irrégulière de taille différente (petits à grands pores) existent entre les particules de TiC, ou les limites de poudre de la matrice sont indéfinies. Cette forte porosité est causée par la fraction en poids des particules de TiC (30% de poids) qui réduit la surface de contact entre les particules de Fe, et par conséquent, réduit la diffusion. En outre, l'absence de solubilité à l'état solide entre le fer et les particules de TiC limite la diffusion uniquement entre les particules de même nature comme expliquées ci-dessous :

- Fe - Fe (forte diffusion)
- Fe - TiC (absence de solubilité)
- TiC-TiC (basse température donc faible diffusion).

La même observation sur l'échantillon C1 (3% de Cr), les bords des poudres sont également indéfinis sur la micrographie au MEB de la figure III.6b où les pores de forme irrégulière sont également apparents mais moins distribués sur la surface (faible porosité). Tandis que la micrographie au MEB de l'échantillon C2 avec 9% de chrome (figure III.6c) montre que les pores sont devenus plus sphériques avec une porosité diminuée par rapport aux échantillons précédents, ce qui a considérablement amélioré la densité relative. Enfin, encore moins de petits pores sphériques sont observés sur la dernière micrographie au MEB de l'échantillon C3 avec 13% de Cr (figure III.6d).

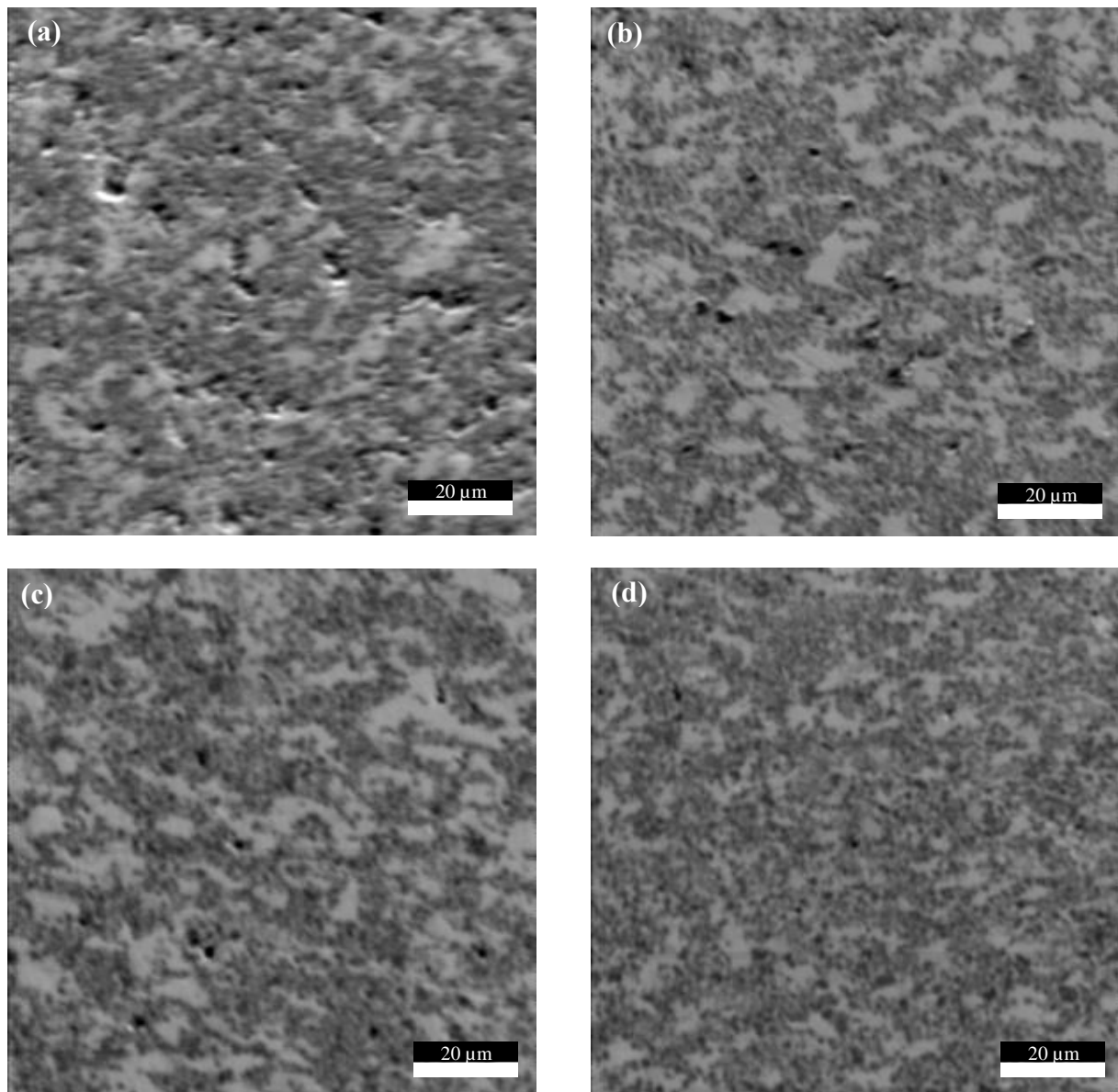


Figure III.6: Micrographies au MEB du composite Fe-TiC (a) C0, (b) C1, (c) C2, (d) C3.

D'après les résultats ci-dessus, on peut dire, d'un côté, que le frittage en phase solide est la cause de la distribution et de la géométrie irrégulière des pores dans l'échantillon C0, ce qui a diminué la densité relative. De l'autre côté, la réduction de la porosité dans les échantillons C1, C2 et C3 est due au comportement de la phase liquide transitoire durant le frittage dans laquelle les ajouts du chrome augmentent le volume de la phase liquide. Par conséquent, l'échange de matière entre les particules ainsi que les processus de formation de l'alliage est accéléré avec l'augmentation de la proportion du liquide. Cela a conduit à la sphéroïdisation des pores et explique la réduction de la porosité avec l'addition de chrome (3%, 9%, 13%).

III.4.2 Etat Fritté-Forgé

La figure III.7 illustre les micrographies au MEB des trois composites FC0, FC1 et FC3 (échantillons du 2^{ème} groupe, fabriqués par la méthode du frittage- forgeage adoptée) renforcés avec 30% de poids de particules de TiC. Le flux dynamique et la déformation plastique de la matrice métallique pendant le processus de forgeage résultent une nouvelle morphologie de la microstructure caractérisée par l'absence de porosité et un réarrangement des particules de TiC. Ce fait a permis une meilleure dispersion du TiC dans la matrice (figure III.7) Par rapport aux échantillons frittés du premier groupe représenté sur la figure III.7.

À partir des figure III.7(e, f) (FC0 l'échantillon sans les additifs), les particules de TiC sont uniformément réparties et aucune limite de particules matricielles n'est visible. En outre, les particules de TiC se trouvent dans des agglomérations entourées par la matrice métallique. Pour le composite FC1 avec 3% de Cr (figure III.7c, d), la distribution des particules de TiC est plus uniforme. Cependant, cette distribution est la meilleure sur l'échantillon contenant 13% de Cr (FC3, figure III.7a, b).

Les observations microstructurales (figure III.7) révèlent que le processus de forgeage a éliminé la porosité par la déformation plastique et l'écoulement visqueux de la matrice métallique causée par la charge dynamique du marteau pilon à 1250 ° C °. Par conséquent, dans le processus de forgeage à chaud, l'amélioration des propriétés microstructurales et l'augmentation de la densité relative du composite est achevée ce qui est considéré comme l'objectif principal de notre travail de recherche

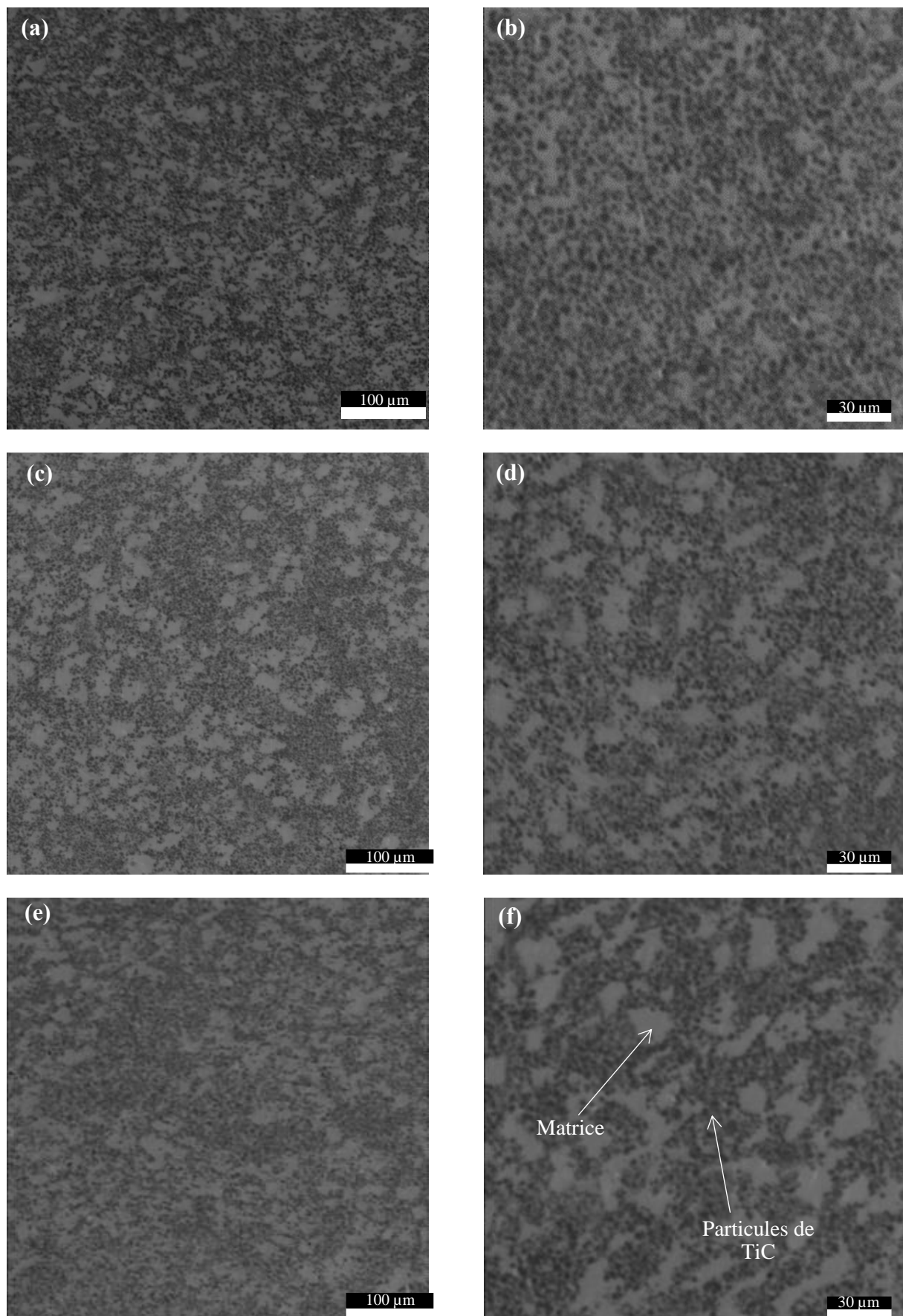
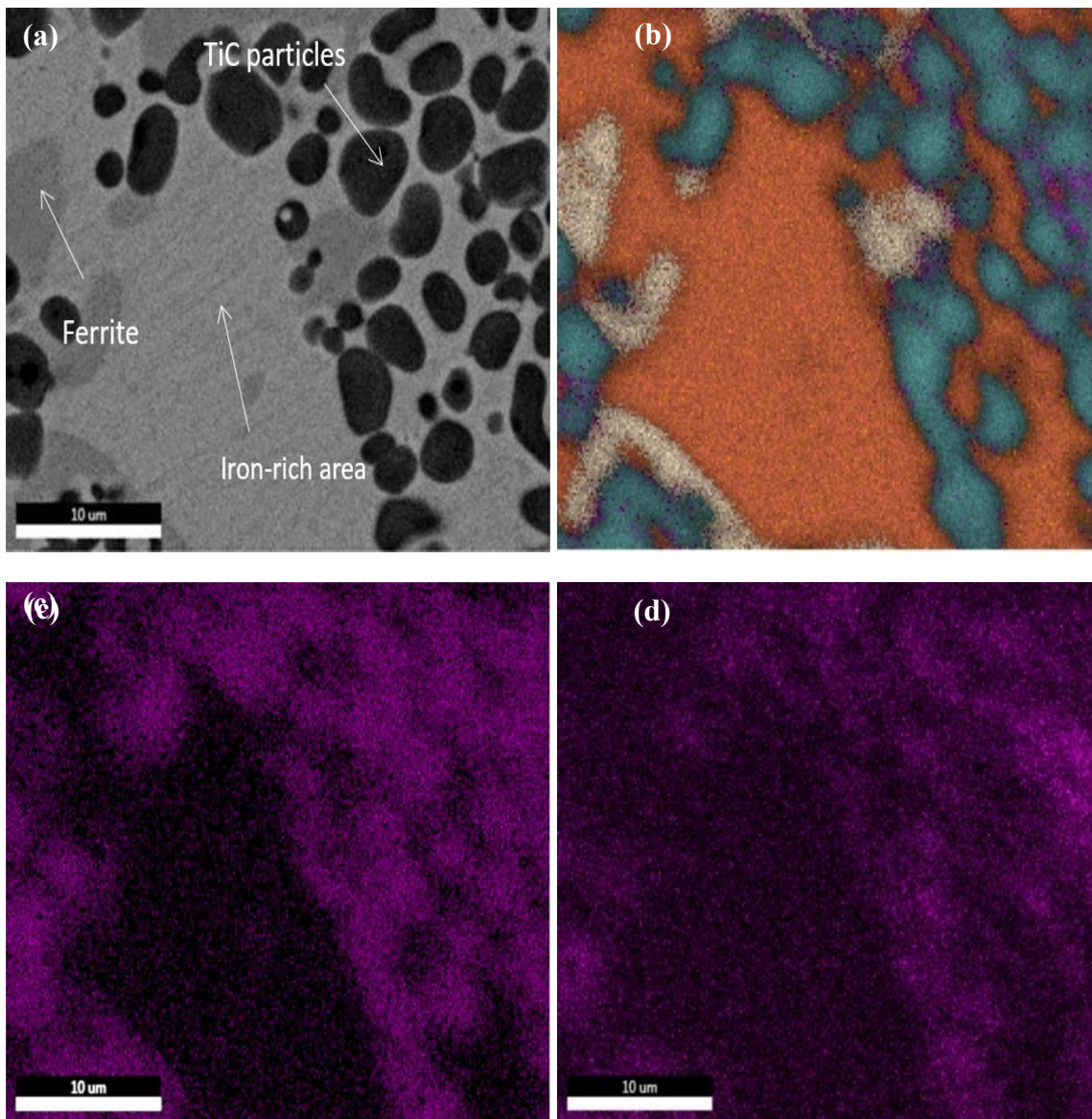


Figure III.7: Les micrographies au MEB du groupe 2 après forgeage, FC0 (e, f) référence, FC1 (c, d) et FC3 (a, b).

III.5 La diffusion

Dans cette étude, les éléments d'addition montrés sur le tableau II.2 ont été mélangés puis frittés-forgés suivant la méthode adoptée. La microscopie électronique à balayage (MEB) et la spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDS) ont été utilisées pour cartographier la diffusion des différents éléments d'addition dans la matrice métallique de l'échantillon FC3 avec 13% de Cr (figure III.8a). Ces résultats permettent une meilleure compréhension des processus de diffusion dans la matrice métallique en particulier en présence de 30% de TiC.

III.5.1 La cartographie X



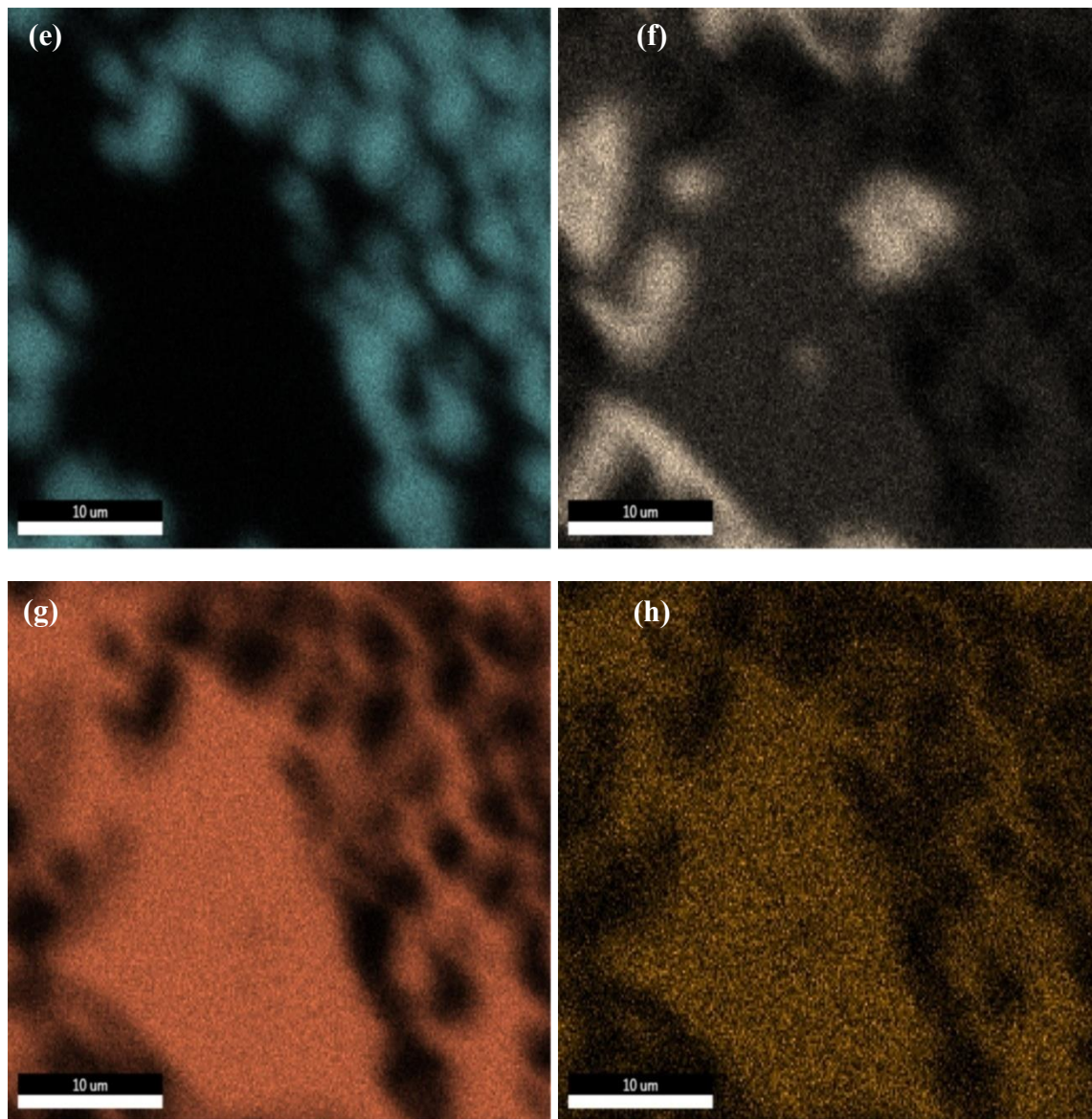


Figure III.8: Cartographie X de C (c), Mo (d), Ti (e), Cr, Fe (g) et Ni (h) de l'échantillon FC3. (a) et (b) sont la micrographie et la cartographie globale.

Les cartographies X montrent que le C, Mo, Cr et le Ni sont répartis de manière homogène dans la matrice riche en fer où une concentration de C et Ti se trouve principalement dans les particules noires, qui présentent le TiC. Autour de ce dernier, une grande quantité du Mo est concentrés, le molybdène peut être également trouvé dans les particules de TiC.

La concentration en chrome (Cr) est intense dans la ferrite résiduelle (zone grise, figure III.8a). Le C et Mo sont également bien répartis dans la ferrite résiduelle, cependant, par rapport à la zone riche en fer, leur concentration est plus importante. Ainsi, la diffusion du nickel est plus importante dans la zone riche en fer par rapport à la ferrite résiduelle.

III.5.2 Analyse par EDS

Les spectres EDX illustrés dans la figure III.9 sont prélevés de la ferrite résiduelle, la matrice (zone riche en fer), les particules de TiC et l'interface TiC-Matrice métallique. Les résultats montrent qu'environ 6,43% de Ni, 4,99% de Cr et des traces de Mo (0,06%) diffusent dans la zone riche en fer. La plus grande quantité de Mo (1,18%) se trouve dans l'interface de la matrice TiC-Matrice.

Tableau III.1: La composition chimique obtenue avec la spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDS) sur les différentes phases.

Elements (wt.%)	La matrice métallique (wt.%)	Ferrite (b) (wt.%)	TiC (c) (wt.%)	Interface TiC-matrice métallique (d) (wt.%)
C	2.55	6.26	16.17	15.99
Mo	0.06	0.11	0.48	1.18
Ti	1.18	1.31	77.48	48.09
Cr	4.99	26	0.69	10.7
Fe	84.78	63.84	4.88	23.28
Ni	6.43	2.49	0.29	0.75

En outre, la ferrite résiduelle est essentiellement formée entre les éléments du Fe 64% et 26% du chrome. On constate aussi que 1,18% et 1,31 de l'élément Ti se trouvent respectivement dans la zone riche en fer et la ferrite résiduelle. Compte tenu des résultats précédents, nous pouvons par conséquent conclure que la microstructure est principalement formée entre les particules de TiC (renforts) et de l'acier (la matrice). Plus de détails sur la composition chimique de différentes phases sont représentés dans le tableau ci-dessus.

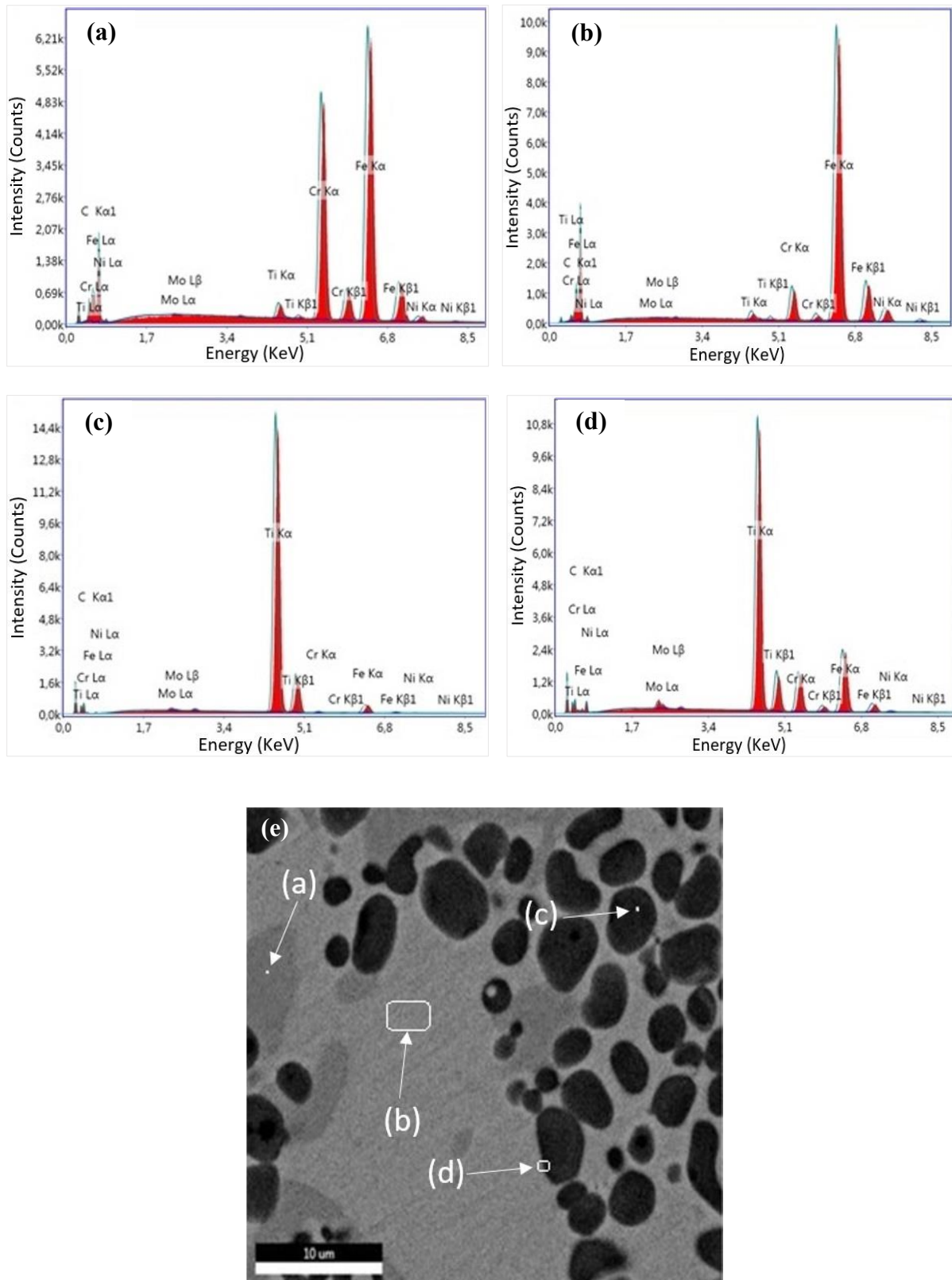


Figure III.9: Spectre EDS de (a) Ferrite (b) Zone riche en fer (c) Particule de TiC et (d) l'interface TiC-Matrice. (E) micrographie au MEB des différentes phases.

III.6 Morphologie et Distribution des particules de TiC.

Pour mieux comprendre la morphologie et la distribution des particules de TiC dans la zone riche en fer et la ferrite résiduelle, des micrographies (MEB) obtenues en modes électrons rétrodiffusés ont été prise sur les échantillons FC1 (3% Cr) et FC3 (13% Cr). Dans ce but, une analyse d'image par le logiciel ImageJ est effectué pour analyser la distribution des particules de TiC et évaluer leur taille moyenne. La figure III.10 illustre la morphologie et la répartition spatiale des particules de TiC ainsi que la ferrite dans la matrice métallique.

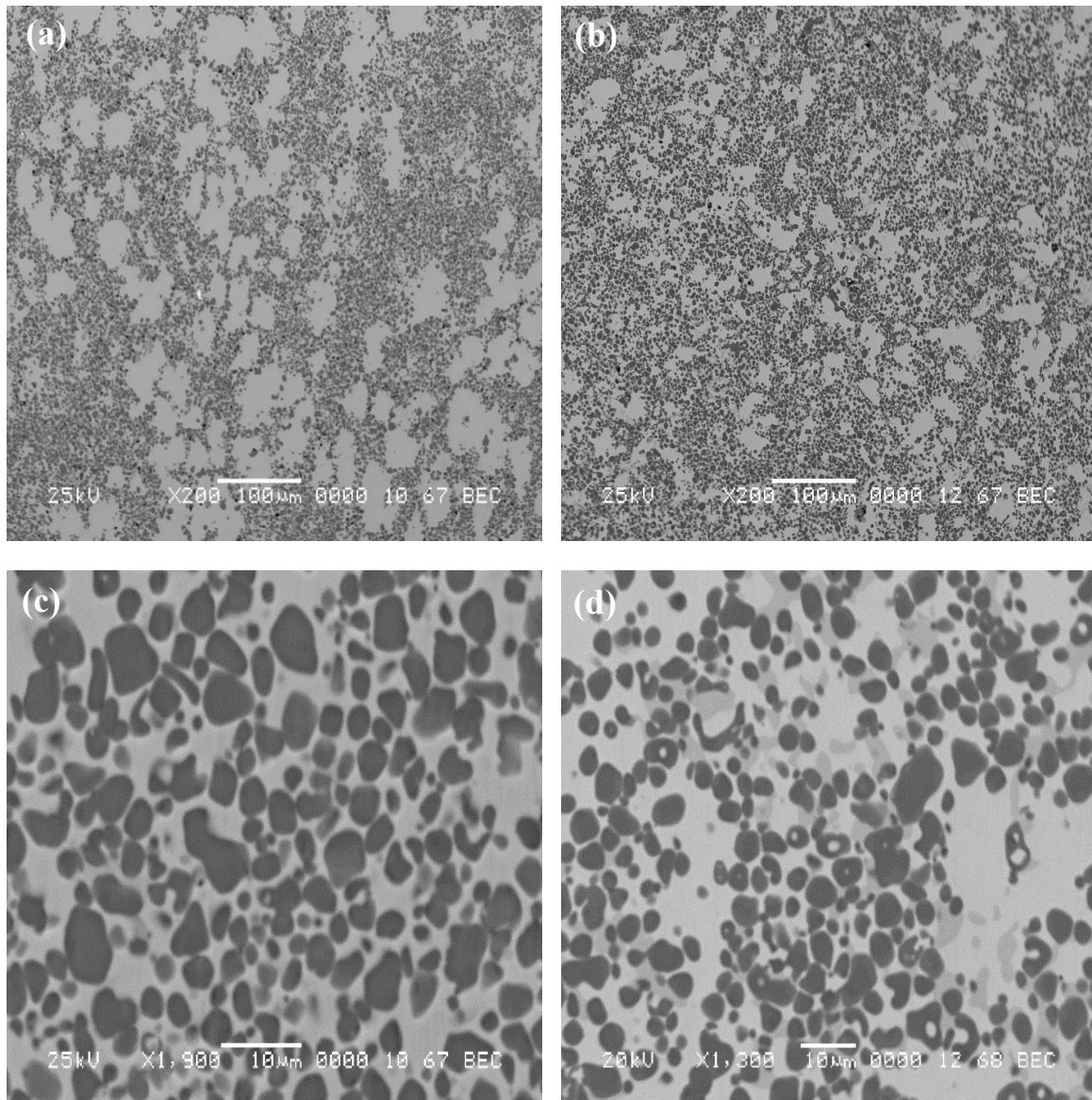


Figure III.10: Microstructures (MEB) de FC1 (a, c) et FC2 (b, d) prises en modes électrons rétrodiffusés.

Le mode d'électrons rétrodiffusés fournit des micrographies qui prennent en compte la masse atomique des éléments chimiques. En effet, de la figure III.10 il est clair que les particules

de TiC apparaissent dans une couleur grise en raison du poids atomique élevé de l'élément Ti.

De plus, les concentrations élevées du chrome sur l'échantillon FC3 (26%) faites apparaître la ferrite résiduelle en gris plus clair. La zone riche en fer et la ferrite résiduelle sont clairement visibles dans l'échantillon FC3 (figure III.10b, d), où la ferrite résiduelle se trouve associée aux agglomérations des particules de TiC. Cependant, cette ferrite ne peut être trouvée dans l'échantillon FC1 avec 3% de chrome (Cr) (figure III.10a, c) et aucune concentration élevée préalable d'élément Cr n'est trouvée dans cet échantillon, ce qui signifie que 3% de chrome est diffusé de manière homogène dans la matrice avec les autres éléments d'alliage.

Les figures III.10c, d montrent que les particules de TiC sont plus compactées dans des agglomérations sur l'échantillon de FC1 par rapport à FC3. La microstructure de ces composites (Fe-TiC) se composait de particules de TiC sphériques et semi-sphériques où l'analyse d'image montre que leur taille moyenne est de 12,96 μm et 11,38 μm pour les échantillons FC1 et FC3 respectivement. Cependant, par rapport aux échantillons FC1 (Figure III.10c), les particules de TiC sont plus sphériques dans FC3. De plus, nous avons observé une dégradation des angles vifs des particules de céramique (Figure III.10d), ce qui est due aux dissolutions des particules de TiC dans la matrice. Cela prouve que la phase liquide est apparue pendant le processus de frittage, ce qui est également confirmé par la présence du titane (Ti) dans la matrice métallique sur les spectres EDS (tableau III.1).

III.7 Analyse d'image

L'analyse d'image de la figure III.11 montre que les particules de TiC couvrent respectivement 41,67% et 42,03% de la surface des échantillons FC1 et FC3 (figure III.12). Ces résultats sont trop proches de la fraction volumique des particules de TiC (41%) dans ces composites. Ce dernier, confirme que les particules de TiC sont uniformément réparties dans la matrice métallique.

La figure III.11 montre également que les particules de TiC se trouvent dans des agglomérations plus compactées sur l'échantillon FC1 (Figure III.11a) comparé à FC3 (Figure III.11b). Ce fait a conduit à une meilleure dispersion du TiC sur l'échantillon FC3 avec 13% d'ajout Cr. Avant le frittage, les échantillons du deuxième groupe contiennent 33% de porosité, cette dernière est généralement concentrée entre les particules de TiC en raison de l'incompressibilité de ces particules à température ambiante. La phase liquide résultante formée entre Cr et Ni à 1345 °C est d'abord tirée par des forces capillaires dans les espaces étroits entre les particules de TiC. À notre avis, le flux de liquide a redistribué les particules de TiC et les a

poussés plus profondément dans les particules de fer, ce qui a permis une meilleure dispersion du Carbure de Titane dans la matrice métallique sur FC3.

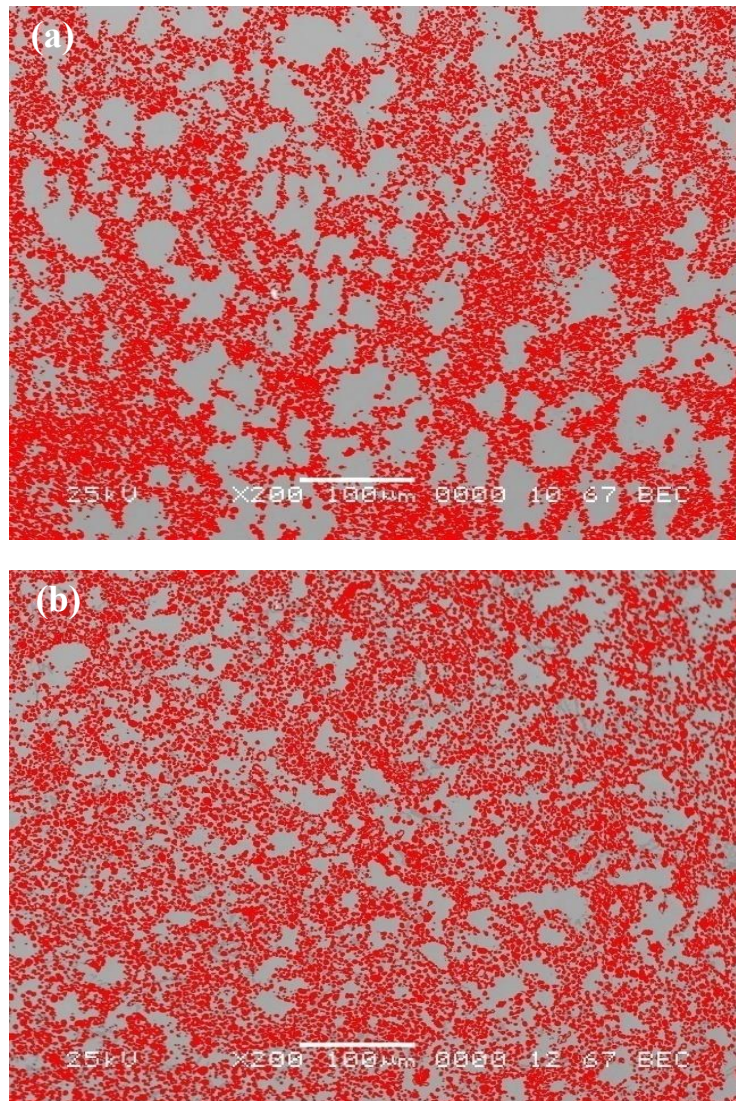


Figure III.11 : L'image traitée, représente la répartition spatiale des particules TiC de (a) FC1 et (b) FC3.

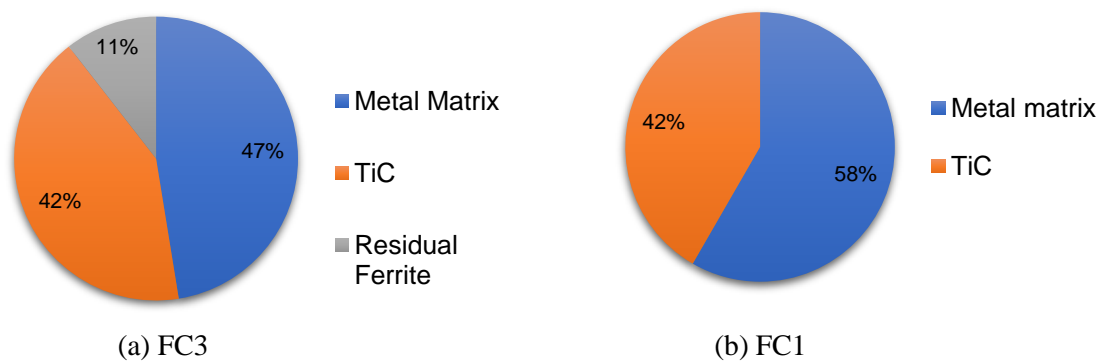


Figure III.12: Représentation de la proportion de particules de TiC et la ferrite résiduelle sur la surface.

III.8 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'influence du forgeage à chaud et les ajouts de chrome sur la densité relative, la microstructure, la diffusion des éléments d'addition et la répartition des particules de TiC dans la matrice métallique des échantillons élaboré dans le cadre de notre travail.

Des mesures de densité relative par la méthode d'Archimède, des observations microstructurales au MEB, ont été réalisées après chaque étapes (frittage et forgeage), ainsi une analyse par EDS et cartographie X des éléments d'addition et une analyse de l'image par ImageJ a ont été effectuées pour évaluer la quantité et la distribution des éléments d'addition et les particules de TiC dans la matrice métallique.

Les résultat Obtenus révèlent que :

Les additions de chrome de 3% à 19% ont amélioré la densité relative jusqu'à 96.2 % seulement après l'étape de frittage, ce qui accélère ainsi le processus de diffusion des éléments d'additions dans la matrice métallique.

- Le processus de forgeage à chaud a amélioré également la densité relative par l'élimination de plus de 20% de porosité résiduelle (cas de l'échantillons FC0) et assure une bonne cohésion entre les particules de TiC et la matrice métallique. De plus, les micrographies au MEB des échantillons frittés-forgés ne montrent aucune porosité au niveau microstructurale, ce qui nous incites à dire que la déformation plastique au cours de forgeage à chaud est le mécanisme principal de densification. Ce dernier était plus important par rapport au densification obtenue après le processus de frittage.

Le produit final obtenu est un acier renforcé par des particules de TiC avec une densité relative d'environ 99% (environ 6,5 g / cm³ de densité) dans lequel 30%Pds des particules de TiC sphériques et semi-sphériques sont réparties de manière homogène dans la matrice métallique.

Chapitre IV : Caractérisations Mécaniques et Tribologiques

IV. Caractérisation Mécaniques et Tribologiques

IV.1 Introduction

Dans ce chapitre nous présentons les résultats obtenus pour les différentes caractérisations utilisées sur les matériaux élaboré. Plusieurs techniques de caractérisations sont utilisées à savoir : La Mesure de dureté et l'indentation instrumenté pour la mesure du module de Young et l'étude du comportement tribologique. Les détails concernant les matériaux utilisés et les paramètres des tests tribologiques sont donnés dans le Chapitre II.

IV.2 Propriétés mécaniques

IV.2.1 La dureté

La dureté est une caractéristique importante pour les composites Fe-TiC destinés à des applications industrielles notamment en raison de leur aptitude à l'usinage à l'état recuit et leur dureté très élevée après une trempe adéquate. Des études précédentes ont montré que la dureté de ces composites peut dépasser 70 HRC en présence de 45% en volume de TiC [1, 2]. La caractérisation de la dureté a été effectuée à l'aide d'un duromètre *Zwick Roell ZHV* (Figure II.9) sous une charge de 150 kgf (Dureté Rockwell HRC).

Le tableau IV.1 représente les résultats de dureté Rockwell (HRC) des composites des deux groupes avant et après trempe. On observe que le composite de référence C0 a une dureté de 42 HRC avant trempe, tandis que l'introduction des éléments d'addition (Cr, Ni et Mo) a engendré une légère augmentation de la dureté sur l'échantillon C1 (43.73 HRC). En effet, l'introduction des éléments d'additions a amélioré la densité relative, ce qui en résulte une augmentation de la dureté à l'état recuit et même à l'état trempé (la dureté de l'échantillon C1 est supérieur à celle de C0 à l'état trempé). En outre, la densité relative est encore améliorée avec l'augmentation de la teneur en chrome, le résultat obtenu serait une augmentation proportionnelle de la dureté des échantillons C2, C3 pour les deux états (recuit et trempé). On note que l'échantillon C4 (19%Cr) présente la dureté la plus élevée à l'état recuit (51.5 HRC). En revanche à l'état trempé il présente la plus faible dureté avec 63.2 HRC, ce qui est inférieur même à la dureté du composite C1 malgré que sa densité relative dépasse 95%, cela est peut-être lié à la formation d'une quantité importante de la phase ferritique riche en chrome dans l'échantillon C4, ce qui a réduit son aptitude à la trempabilité.

Tableau IV.1: Résultats de dureté à l'état recuit et trempé des échantillons des deux groupes et leur densité relative :

	Echantillons	%Cr	Dureté en HRC		La densité Relative
			Non trempé	Trempé	
1 ^{er} Groupe	C0	Référence	42.3 ± 1.4	64.7 ± 1.8	86.19%
	C1	3	43.7 ± 1.6	66.5 ± 2.4	89.42%
	C2	9	47.4 ± 0.8	68.4 ± 1.2	93.11%
	C3	13	47.2 ± 1.1	66.9 ± 1.0	95.20%
	C4	19	51.5 ± 0.4	63.2 ± 1.5	95.89%
2 ^{ème} Groupe	FC0	Référence	44.8 ± 1.1	67.8 ± 1.7	98.36%
	FC1	3	44.5 ± 1.0	69.6 ± 1.8	99.02%
	FC3	13	48.1 ± 1.3	67.5 ± 1.3	98.92%

D'après le tableau IV.1, les échantillons frittés-forgés (2^{ème} groupe) ont une densité relative autour de 99%. On observe que les duretés des échantillons FC0 (référence) et FC1 (3%Cr) à l'état recuit sont proches 44.8 et 44.5 HRC respectivement, tandis que la dureté la plus élevée à l'état recuit est enregistrée sur l'échantillon FC3 (13%Cr). En outre, après la trempe, les composites acquièrent une structure essentiellement martensitique avec la dispersion homogène de 30%Pds de particules de TiC. Ceci conduit à une dureté extrêmement élevée qui dépasse 69.6 HRC sur l'échantillon FC1 (3%Cr), ce dernier a la dureté la plus élevée parmi tous les échantillons des deux groupes.

En général, les aciers non alliés au carbone (0.65%C) devraient avoir une dureté de 15 à 20 HRC à l'état recuit. L'incorporation et la répartition homogène de 30%Pds de particules dures de TiC dans la matrice métallique ont augmenté considérablement la dureté à l'état recuit, de ce fait, la dureté résultante à l'état trempé est extrêmement élevée.

La figure IV.1 montre une comparaison entre les duretés des échantillons qui ont les mêmes compositions chimiques des deux groupes (C0, FC0) (C1, FC1) (C3, FC3). On observe d'après la figure IV.1 que les duretés des échantillons frittés-forgés sont supérieures à celles des échantillons seulement frittés pour les 2 états (recuit et trempé). À notre avis, la raison pour laquelle la dureté est augmentée sur le 2^{ème} groupe est due principalement à l'élimination de la porosité sur les échantillons frittés-forgés durant le processus de forgeage ce qui a amélioré par conséquent les propriétés mécaniques de ces composites.

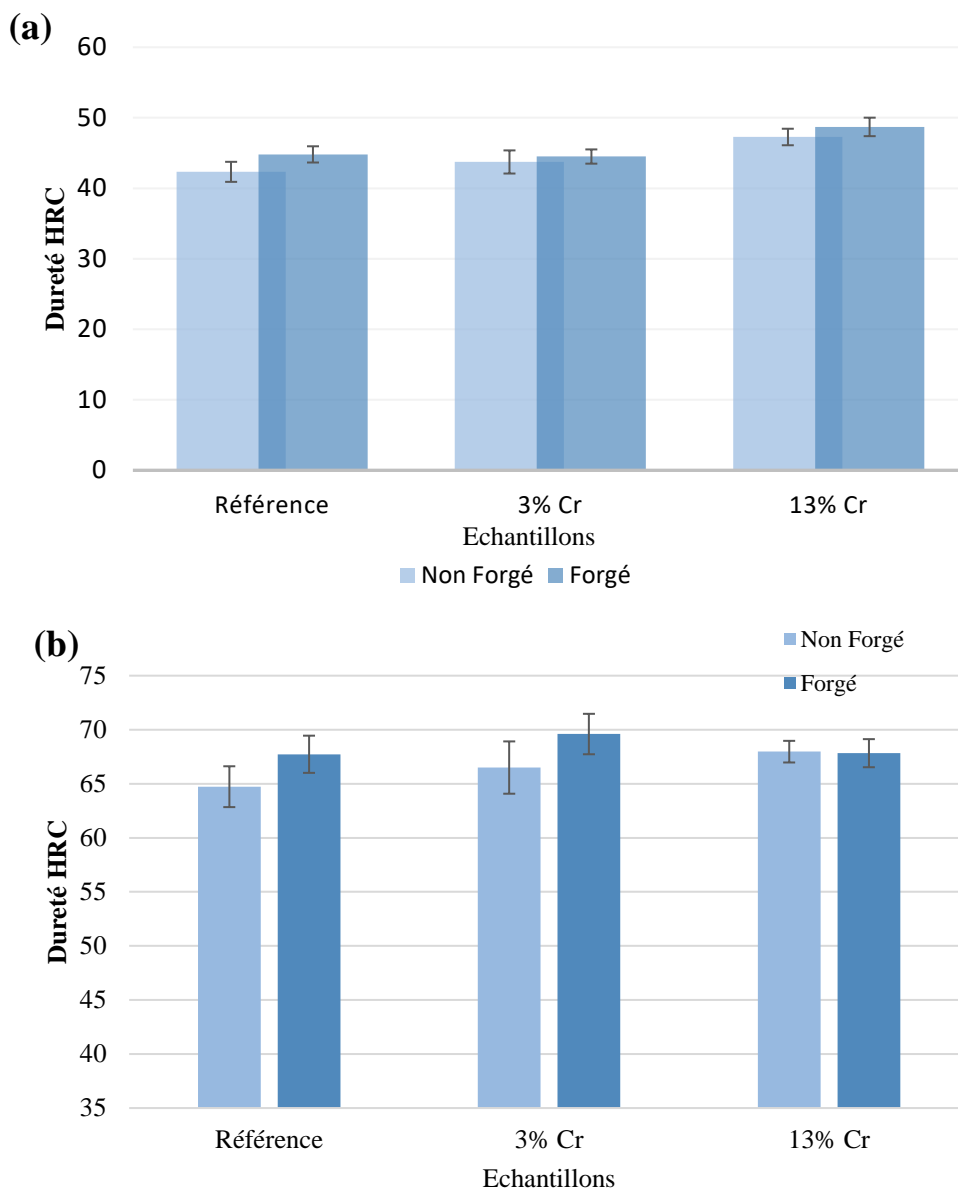


Figure IV.1: Résultats statistiques de dureté des échantillons qui ont la même composition chimique des deux groupes (a) avant trempe (b) après trempe.

Pour conclure, à l'état recuit, lorsque la matrice métallique des composites présente une structure perlitique, la dureté ne dépassant pas 48 HRC, ces matériaux peuvent être facilement usinés, en dépit des particules de carbure de titane dispersées dans la matrice. À l'état trempé, le matériau acquiert une structure essentiellement martensitique renforcée par dispersion de 30% de particules de carbure de titane, la dureté peut alors dépasser 69 HRC.

IV.2.2 Le Module de Young

La caractérisation des propriétés mécanique telle que le module de Young des matériaux métalliques a été généralisée avec l'utilisation de l'essai d'indentation Vickers qui utilise un indenteur de forme pyramidale à base carrée. L'avantage de cet essai est qu'il est simple d'utilisation. De plus, cette technique est peut-être appliquée sur les échantillons de petite taille élaborés au cours de notre travail. L'analyse des essais d'indentation repose sur l'hypothèse d'une montée en charge élastoplastique, suivie d'une décharge purement élastique. De ce constat, une méthode s'appuyant sur la théorie de Hertz [68], reprise par Bulychev [69] et développée ensuite par Sneddon [70].

La figure IV.2 représente la Courbe charge décharge obtenue par indentation instrumentée. Le principe de l'essai d'indentation est d'enfoncer sous l'action d'une charge de 1500N un indenteur (ou pénétrateur) de forme pyramide plus dur que notre matériau, tout en enregistrant la force appliquée en fonction du déplacement. Une observation au microscope électronique à balayage de l'empreinte résiduelle créée par l'essai d'indentation instrumenté (indentation Vickers) sur l'échantillon FC1 est présenté également sur **Figure IV.5**. Il convient de noter que l'indenteur Vickers utilisée est une pointe en diamant, de forme pyramidale à base carrée. L'angle d'ouverture de l'indenteur est de $\theta = 68^\circ$.

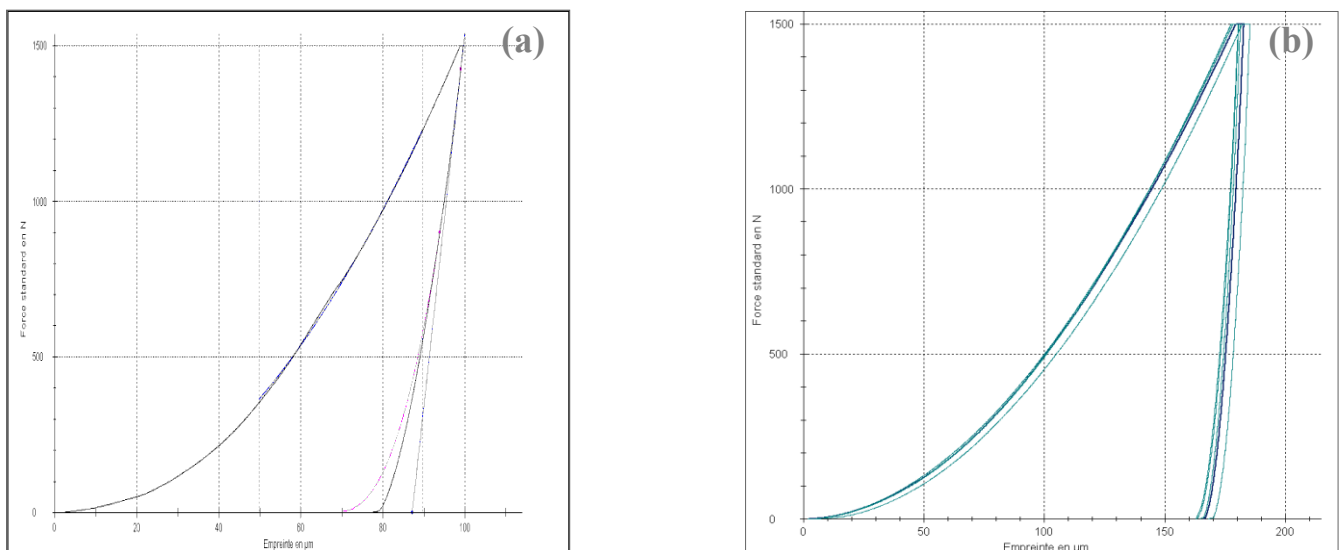


Figure IV.2: Courbe charge décharge obtenue par l'indentation instrumentée du a- une seule essai b- 6 essais.

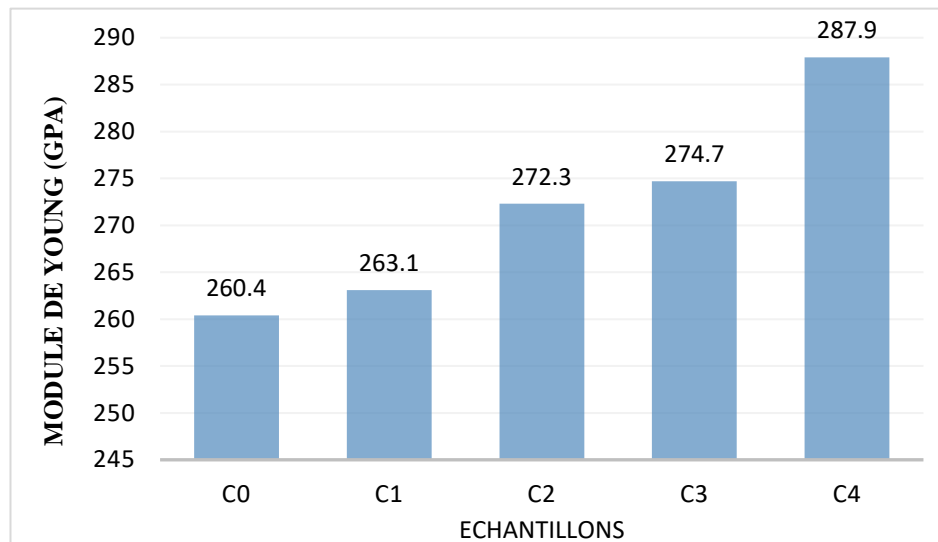


Figure IV.3: Module de Young obtenu par Indentation instrumenté du 1^{er} groupe.

Les résultats de module de Young des échantillons du 1^{er} groupe obtenus par indentation instrumentée sont représentés sur la figure IV.3. On note que l'incorporation de 30% des particules de TiC engendre une augmentation du module de Young de 210GPa (cas d'un acier ordinaire) jusqu'à 260.4GPa pour l'échantillon de référence C0 (sans les éléments d'addition). Lorsqu'on a ajouté les éléments d'additions (2%Mo, 5%Ni, 3%Cr) dans la matrice métallique, on observe une légère augmentation de Module de Young sur le composite C1 (263.1GPa) malgré la présence de 13% de porosité. On constate également que le module de Young augmente quasi linéairement avec l'augmentation de la teneur en chrome jusqu'à ce qu'il atteigne la valeur la plus élevée du 1^{er} groupe (287.9GPa) sur l'échantillon qui contient 19% de chrome (C4) et qui a aussi la plus faible porosité parmi tous les échantillons du 1^{er} groupe. Cela peut être traduit aussi que le module de Young augmente avec la diminution de la porosité.

Les résultats obtenus par indentation instrumentée sur les échantillons du 1^{er} groupe nous conduisent à conclure que le module de Young des composites élaborés seulement par frittage conventionnel à 1500C°, augmente proportionnellement avec la diminution de la porosité et l'augmentation de la teneur en chrome ce qui concorde avec les résultats de Chawla, N., et al [14].

Les valeurs du module de Young des échantillons élaborées par Frittage-Forgeage (2^{ème} groupe) obtenus par indentation instrumentée sont représentées graphiquement dans la figure III.4.

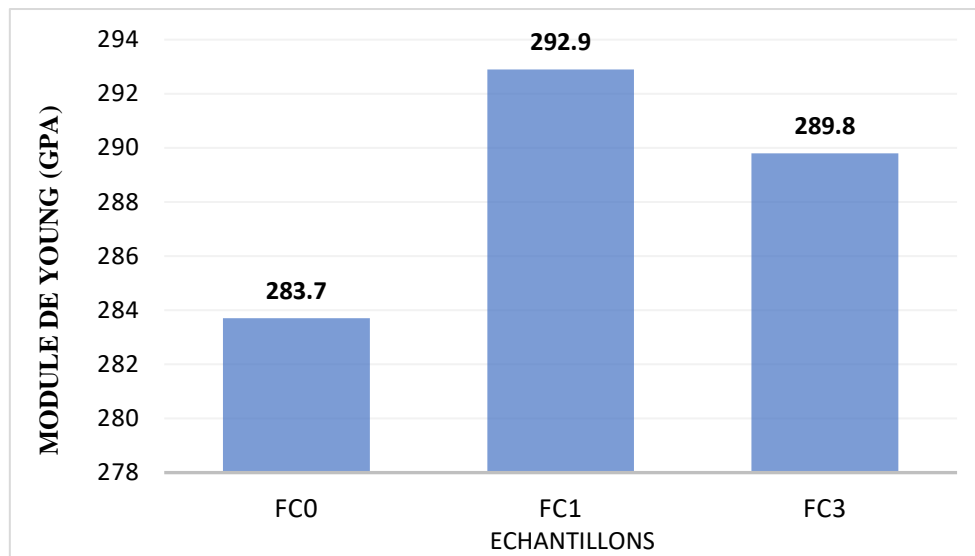


Figure IV.4: Module de Young obtenue par Indentation instrumentée du 2^{ème} groupe.

On peut voir qu'après le processus du forgeage à chaud qui a conduit à l'élimination de la porosité résiduelle dans ce que groupe d'échantillons, le module de Young du composite de référence FC0 (283.7GPa) est supérieur au module de Young du composite de référence C0 (260.4GPa) du premier groupe. Par ailleurs, on note que les valeurs du module de Young des échantillons FC1 et FC3 (292.9 et 289.8GPa) sont également supérieures à leurs similaires du 1^{er} groupe C1 et C3 (263.1 et 274.7GPa). On retient donc que l'enrichissement des composites en phase dure (30%TiC) et l'amélioration immense de la densité relative se traduit par une augmentation sensible du module de Young.

De ce qui précède, on peut conclure que le module de Young est considérablement amélioré après le processus de forgeage à chaud vers des valeurs très élevées par rapport un acier ordinaire jusqu'à 292.9GPa. La raison qu'on attribue à cette augmentation est liée au comportement à la déformation élastique du composite en présence de 30% de TiC avec une porosité très faible.

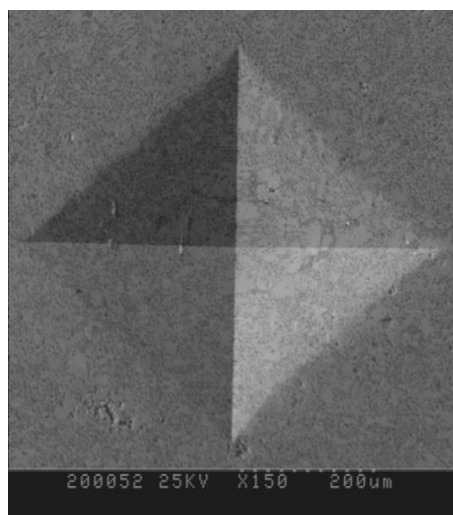


Figure IV.5: Micrographie au MEB d'une empreinte après l'essai d'indentation.

IV.3 RESULTATS TRIBOLOGIQUES

IV.3.1 Evolution du Coefficient de Frottement

Les essais réalisés dans ce type de contact sont des essais à mouvement de rotation (Fig. IV.6). Dans des conditions de frottement (sec) et à une température ambiante, nous avons effectué des essais tribologiques des composites Fe-TiC élaborés dans le cadre de ce travail, contre une bille en alumine Al_2O_3 qui frotte sur les échantillons pour les différents états (recuit et trempé). Un tribomètre de type « bille sur plan » a été utilisé pour effectuer des essais à l'air, avec une humidité relative de 33 à 38 %, à une température de 24 à 27°C et sans lubrification. La sollicitation entre les deux antagonistes est un mouvement alternatif d'un diamètre de 4 mm. Avec une vitesse de glissement de 75 mm.s^{-1} .

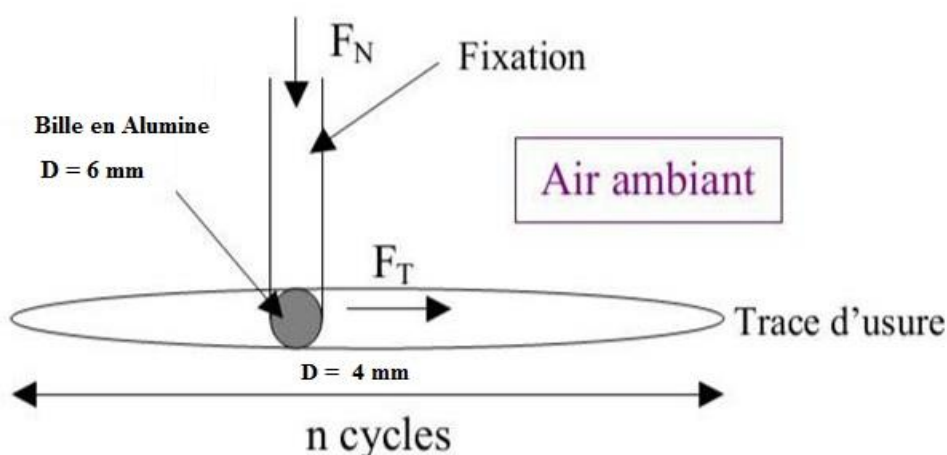


Figure IV.6: Schéma de principe des analyses tribologiques.

Le tableau IV.2 résume les valeurs moyennes du coefficient de frottement des échantillons de différents couples étudiés. Les résultats montrent une diminution du coefficient de frottement à l'état trempé par rapport à l'état recuit. On constate que l'ajout du chrome influe positivement sur le comportement des couples traduit par une diminution des valeurs moyennes du coefficient de frottement.

Tableau IV.2: Valeurs moyennes du coefficient de frottement sous différents états (initial et trempé) :

Échantillons	État initial	Trempé
C0	0.624	0.640
C1	0.625	0.601
C2	0.606	0.556
C3	0.594	0.557
C4	0.553	0.543
Forgé		
FC0	0.604	0.568
FC1	0.607	0.549
FC3	0.552	0.521

Tous les résultats de l'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles de glissement (distance du parcours) des différents échantillons contre une bille d'Alumine (Al_2O_3) sont présentés dans la Figure IV.7 et la Figure IV.8.

Les courbes montrent une petite période dite période de rodage typique présente dans tous les cas étudiés. Cet état transitoire initial correspondrait au premier contact entre les aspérités des disques et le partenaire statique (la bille). C'est-à-dire l'élimination des aspérités de surface, se caractérise par un état transitoire initial suivi par une augmentation du coefficient de frottement vers l'état d'équilibre final. Des vibrations, grincements et bruits ont été entendus lors des essais.

a- Composite obtenu par frittage

L'évolution du coefficient de frottement, en fonction du nombre de cycles en contact avec une bille en alumine (Al_2O_3) du premier groupe à l'état recuit, est représentée sur la Figure IV.7a. Le coefficient de frottement de l'échantillon de référence du 1^{er} groupe (C₀) à l'état initial débute à des valeurs de 0,207 durant une courte période. Cette période est suivie d'une augmentation vers des valeurs proches à 0,6. Ensuite, l'usure devient plus sévère et le coefficient de frottement atteint des valeurs plus élevées 0.66 à 0,7 ou il se stabilise à partir de 8000 cycles ou il se termine autour du 0.71.

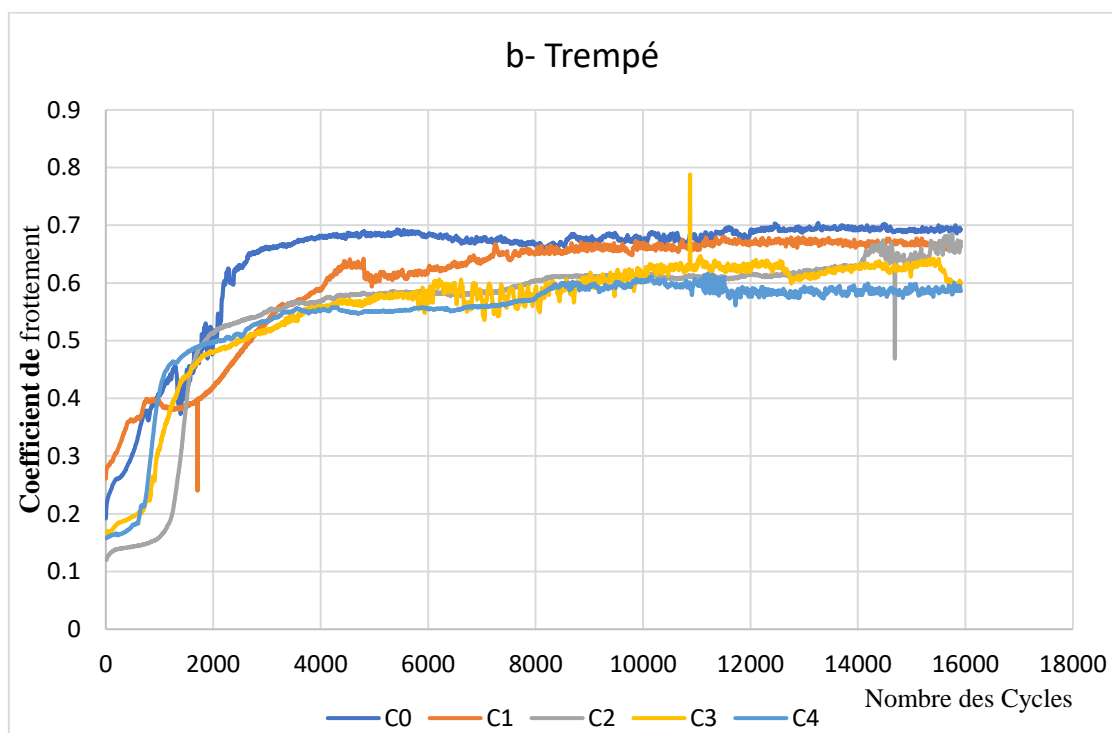
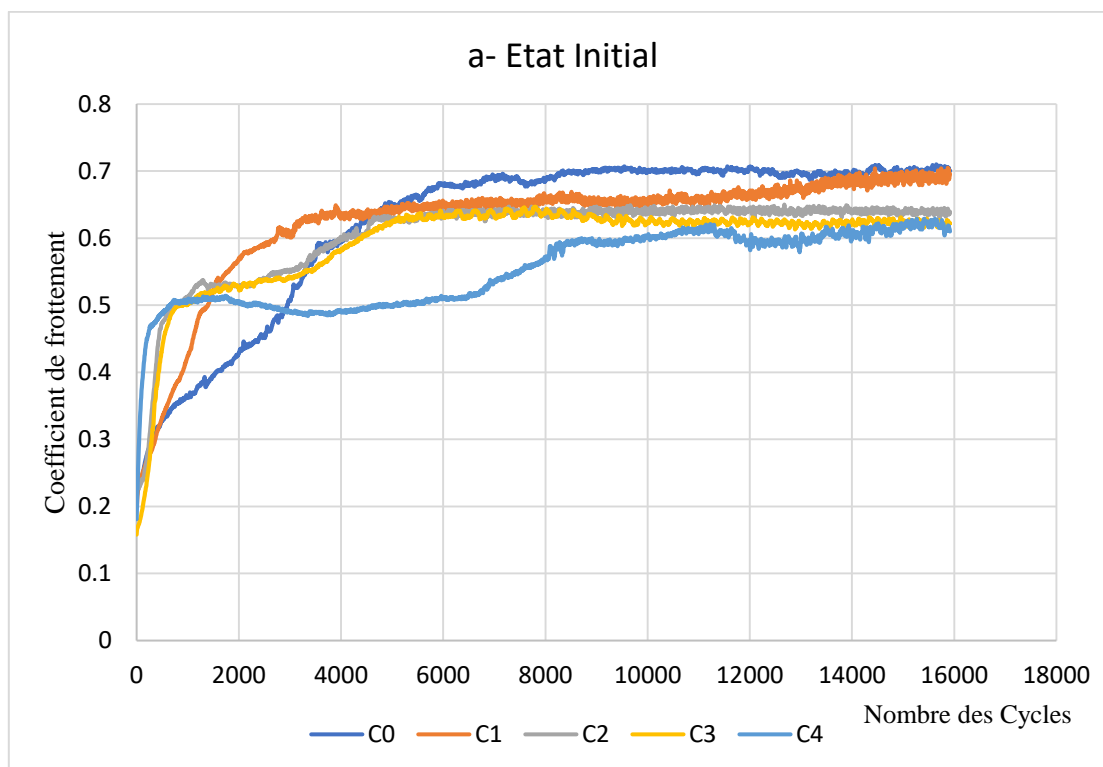


Figure IV.7 : Évolution du coefficient de frottement des composites Fe-TiC du 1^{er} groupe, a- état recuit, b- état trempé.

Les courbes d'évolution du coefficient de frottement des échantillons C1, C2 et C3 présentent presque la même allure, une augmentation progressive des valeurs de coefficient de frottement qui se termine avec une stabilité relative d'environ 0,65 à partir de 6000 cycles dans le cas de

C2 et C3, est à 0,7 pour le cas de C1.

On retient donc que les valeurs du coefficient de frottement des échantillons (C1, C2, C3 et C4) diminuent avec l'augmentation de la teneur de chrome (Cr). L'ajout du chrome influe positivement sur la résistance à l'usure des ces nos composites. De ce fait, le cas d'échantillon C4 présente le bon comportement tribologique.

L'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles du 1^{er} groupe a l'état trempé est représentée dans la figure IV.7b. Le coefficient de frottement montre la même tendance, un processus de rodage suivi par une augmentation progressive jusqu'à un état d'équilibre. Les valeurs du coefficient de frottement les plus élevées sont observé sur l'échantillon C₀ (sans les éléments d'addition), puis en 2^{ème} position les valeurs de l'échantillon C1 avec 3% du chrome ensuit celles de l'échantillon C3 (9% Cr). On a également constaté que les valeurs du coefficient de frottement diminuent avec l'augmentation du teneur en chrome jusqu'à ce qu'il atteigne les valeurs les plus faibles sur l'échantillon qui contient 19% de Cr (C4).

À travers la figure IV.7 on constate que les valeurs du coefficient de frottement de tous les échantillons du 1^{er} groupe à l'état trempé ont diminué comparativement à l'état initial ce qui est principalement dû au durcissement structural après la trempe. L'effet de la variation de dureté a été mis en évidence en constatant que le traitement thermique de trempe appliqué entraîne une diminution de coefficient de frottement de ces composites.

b- Composite Fritté-Forgé

L'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles du 2^{ème} groupe est présentée dans la figure IV.8. Le coefficient de frottement montre un comportement différent par rapport au 1^{er} groupe. L'échantillon de référence du 2^{ème} groupe à l'état recuit a une plus longue période de stabilité qui commence à partir de 2500 cycles avec un coefficient de frottement constant (~ 0,63) correspond à l'état d'équilibre après une courte période de rodage. L'évolution des coefficients de frottement pour le 2^{ème} groupe à l'état recuit commence à des valeurs entre 0.125 à 0.169 puis augmentent jusqu'à 0.6 -0.64. On note que les échantillons FC0 et FC1 à l'état recuit ont presque la même allure de la courbe (figure IV.8a) et ils ont des valeurs du coefficient de frottement proche, par contre pour l'échantillon FC3 le coefficient de frottement est diminué où il se stabilise à des valeurs autour de 0.6 après la période de rodage.

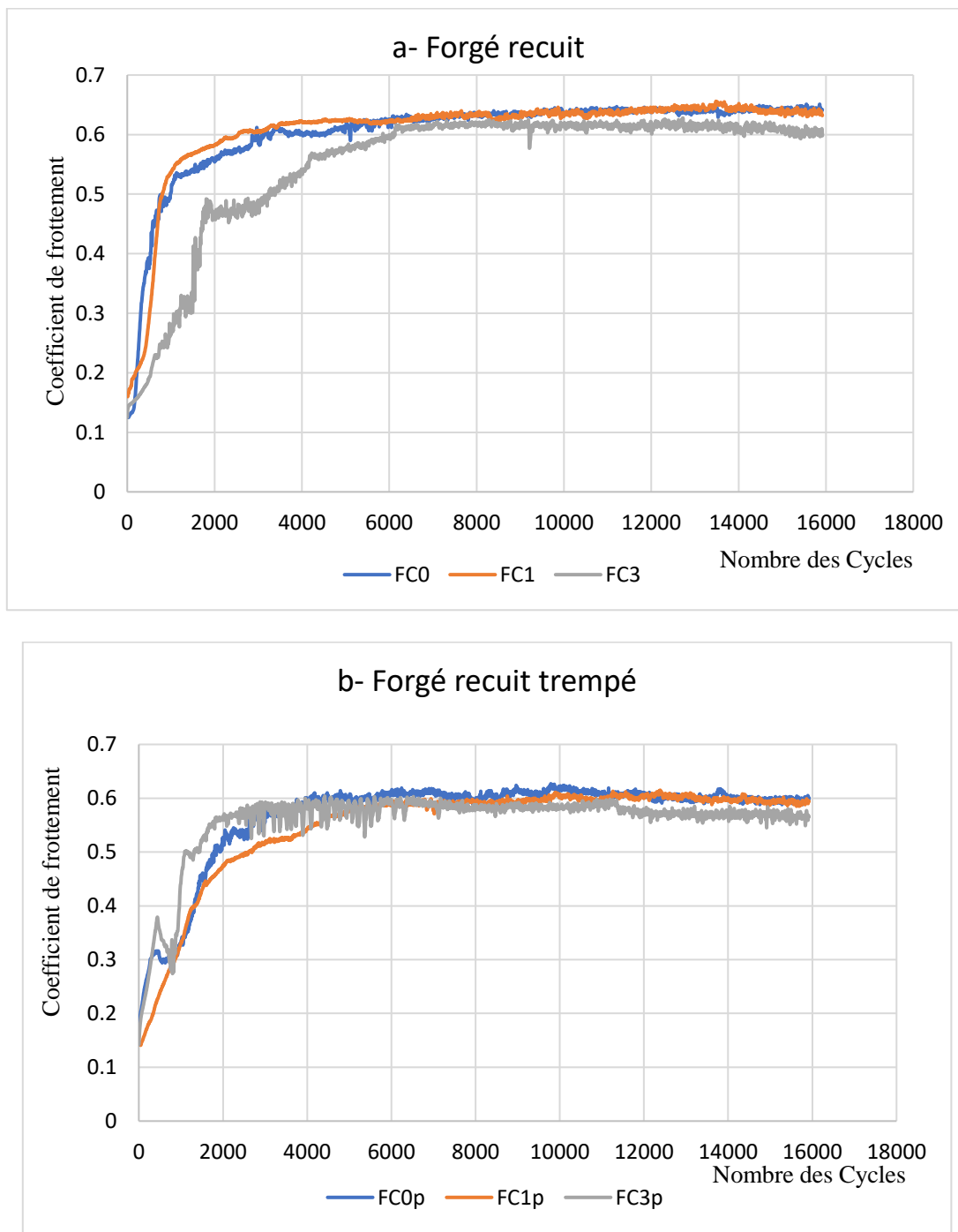


Figure IV.8: Évolution du coefficient de frottement du 2^{ème} groupe, a- état recuit b-état trempé.

Les échantillons du 2^{ème} groupe à l'état trempé (figure IV.8b) présentent également une diminution des valeurs du coefficient frottement par rapport à celles de l'état recuit, mais avec une période de rodage plus long. La courbe de l'évolution du coefficient de frottement du FC0 (référence) se stabilise à partir de 4000 cycles et 6000 cycles pour FC1 et FC3 successivement. Les courbes du coefficient de frottement du FC1, FC2 et FC3 se rapprochent de plus en plus

avec l'augmentation des nombres des cycles autour de la valeur (~ 5.8).

À la lumière des résultats obtenus, il est bien établi que la différence de dureté entre les deux partenaires (bille et échantillon) a une grande influence sur l'évolution du coefficient de frottement. Cependant les résultats obtenus montrent que la dureté n'est pas le seul critère à prendre en considération. Pour cela et à titre de comparaison nous avons tracé les courbes d'évolution du coefficient de frottement des échantillons qui ont la même composition chimique C1 (fritté) et FC1 (fritté-forgé) à leurs 2 états (initial et trempé) sur la figure IV.9. Ceci est dans le but de montrer l'effet du forgeage à chaud et de la densité relative sur l'évolution du coefficient de frottement. À travers cette comparaison (la figure IV.9) on constate que sur les deux états initial et trempé, les valeurs du coefficient de frottement de l'échantillon C1 (fritté) sont élevées par rapport à celles du l'échantillon FC1 (fritté-forgé) ce qui est également le cas pour les restes du couple (C0, FC0) et (C3, FC3). Cela est dû à la présence de la porosité sur les échantillons du premier groupe qui diminue les propriétés mécaniques de ces échantillons. Le plus faible coefficient de frottement est enregistré sur l'échantillon fritté forgé FC3 (13%Cr) à l'état trempé avec 0.521.

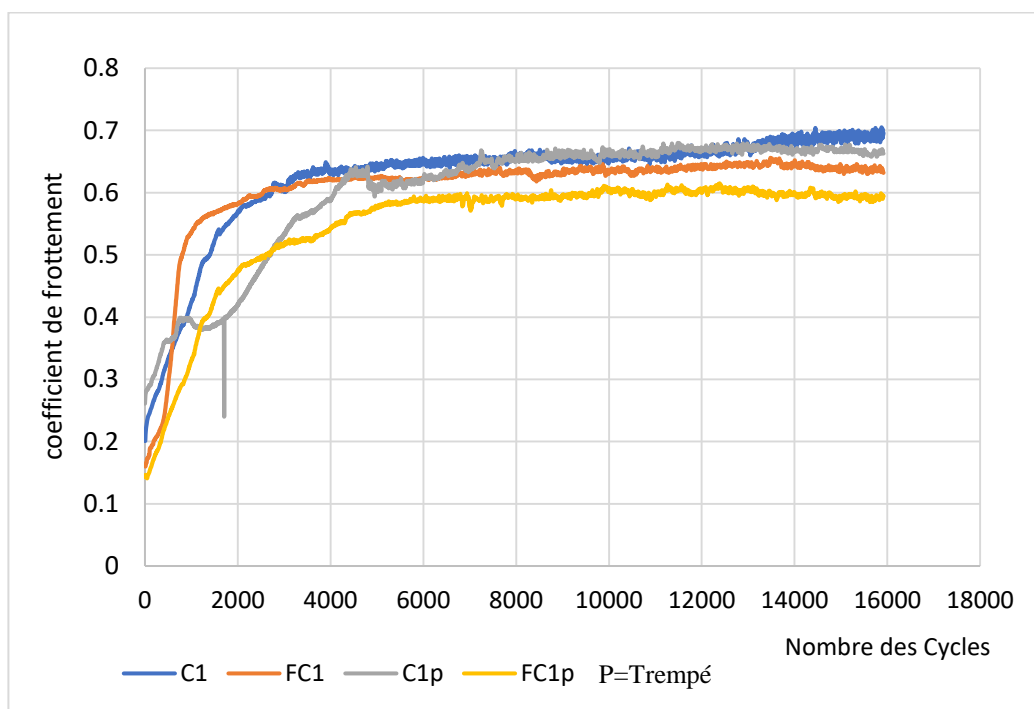


Figure IV.9: courbe d'évolution du coefficient de frottement des échantillons C1 (fritté) et FC1 (fritté-forgé) à leurs 2 états (recuit et trempé).

L'analyse des résultats précédents nous permet de conclure que les valeurs du coefficient de frottement peuvent diminuer sous différents critères d'une part sous l'effet de l'augmentation de la teneur en chrome, d'autre part ils diminuent également sous l'effet de l'augmentation de dureté après le traitement thermique de trempe. Ainsi, l'élimination de la porosité présente dans les composites frittés lors du forgeage entraîne une diminution plus importante sur le coefficient de frottement.

IV.3.2 La résistance à l'usure

L'analyse quantitative de l'usure est réalisée par le traitement 2D des profils obtenus après chaque test. Pour cela les traces sont quantifiées par profilométrie optique. La figure IV.10 présente des exemples de profil extraits grâce à l'utilisation du logiciel Veeco. Le calcul du taux d'usure est facilité ensuite par l'utilisation du logiciel associé au tribomètre.

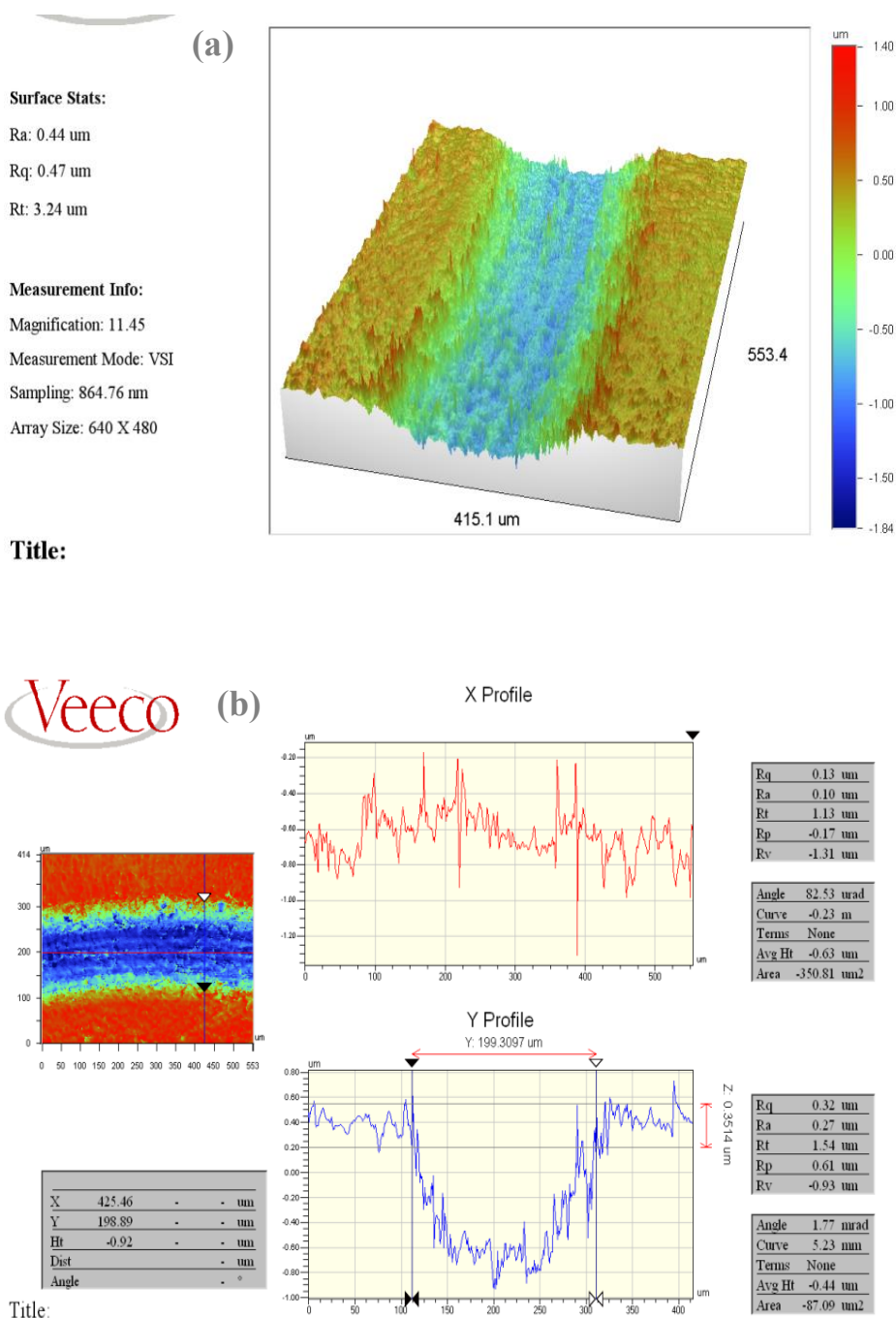


Figure IV.10: Profils des traces d'usure après les tests tribologiques contre la bille de Al_2O_3 : images en (a) 3D et (b) en 2D.

IV.3.2.1 Le taux d'usure

La fraction massique des particules de TiC (30%Pds), les ajouts du chrome et l'état de l'échantillon (recuit ou trempé) conditionnent le comportement tribologique de ces matériaux. Cependant, il est possible d'apporter des informations complémentaires sur le taux d'usure des différents échantillons. Ainsi, le caractère de la dégradation de la surface de ces matériaux dépend sensiblement de la teneur en chrome, la dureté et la porosité.

L'étude tribologique montre que la résistance à l'usure de ces composites est proportionnelle à l'augmentation de la teneur en chrome et de la dureté. Ainsi, elle diminue avec l'augmentation de la porosité résiduelle. La figure IV.11 et IV.12 représente les histogrammes des taux d'usure en $\text{mm}^3/\text{N}/\text{m}$ des différents échantillons du composite Fe-TiC obtenus suite aux essais d'usure réalisés selon la procédure décrite dans la partie « matériaux et techniques expérimentaux ». On constate d'après les figures ci-dessous que l'augmentation des taux d'usure des échantillons des deux groupes est inversement proportionnelle à l'augmentation de la teneur en chrome pour les deux états (recuit et trempé). En effet, à l'état trempé, le taux d'usure est diminué par rapport à celui de l'état recuit sous l'effet de l'augmentation de la dureté.

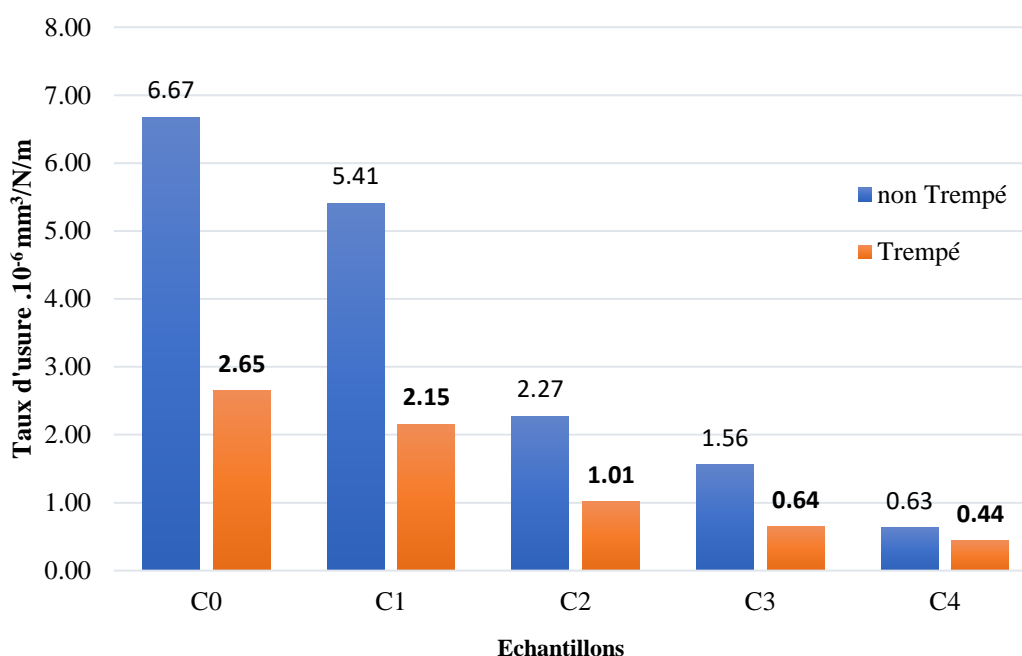


Figure IV.11 : Résultats statistiques des taux d'usure des échantillons du 1^{er} groupe avant et après trempé.

De la Figure IV.11, on remarque que le taux d'usure diminue d'une façon monotone avec l'augmentation de la teneur en chrome. Ainsi, quand on passe de l'échantillon C1 à C4, c'est-à-dire lorsque la teneur en chrome passe de 3 à 19%, le détachement de particules de TiC devient de plus en plus difficile en raison que les éléments d'addition notamment le chrome augmente leur densité relative et assure une bonne cohésion entre les particules ce qui améliore par conséquent leur résistance à l'usure.

On peut également noter que la meilleure résistance à l'usure est observée à l'état trempé sur l'échantillon C4. Concrètement, l'échantillon contenant 19% en poids de chrome (C4) avec une densité relative autour de 95%, a été bien fritté parce que les particules de carbures étaient parfaitement soudées par le liant métallique en présence de 19% de chrome. Cet échantillon a la plus faible dureté après trempe, mais il représente la résistance à l'usure la plus élevée parmi tous les échantillons du 1^{er} groupe.

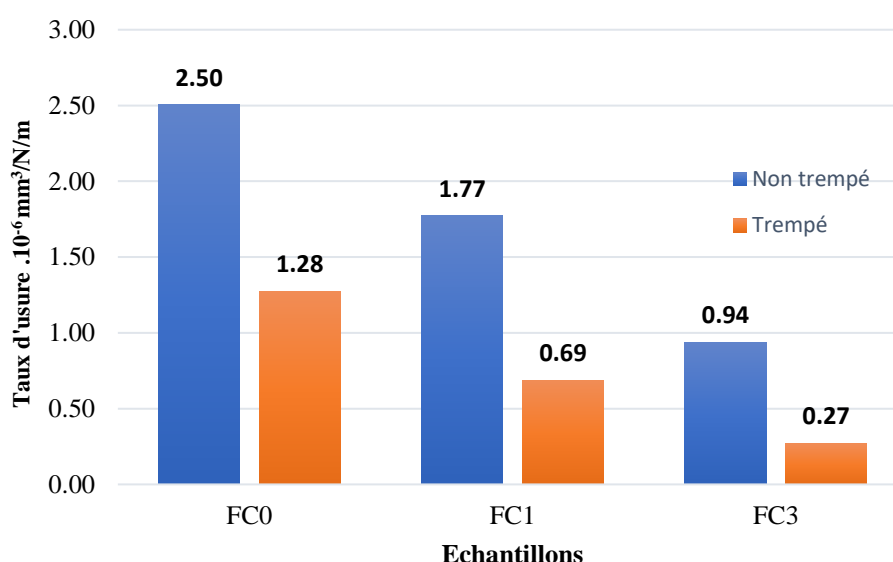


Figure IV.12: Résultats statistiques des taux d'usure des différents échantillons du 2^{ème} groupe avant et après trempe.

Les échantillons du 2^{ème} groupe (figure IV.12), présentent une résistance à l'usure plus élevée par rapport au 1^{er} groupe qui augmente également avec l'augmentation de la teneur en chrome. Ainsi, à l'état trempé, cette résistance devient plus élevée en raison de l'augmentation de la dureté. L'usure la plus faible parmi les échantillons des deux groupes est enregistrée sur l'échantillon (FC3) fritté-forgé contenant 13 %Cr à l'état trempé avec $2,7 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{N}/\text{m}$.

Dans le but de comprendre encore l'effet de la porosité sur la résistance à l'usure, nous a tracé l'historgramme des taux d'usure en $\text{mm}^3/\text{N}/\text{m}$ des différents échantillons qui ont la même composition chimique des deux groupes (fritté et fritté-forgé) sur la figure IV.13. Il est essentiel de rappeler que les échantillons du 1^{er} groupe C0, C1 et C3 ont une densité relative de 86.2, 89.4 et 95.2% respectivement, tandis que les échantillons du 2^{ème} groupe ont une densité relative autour de 99%.

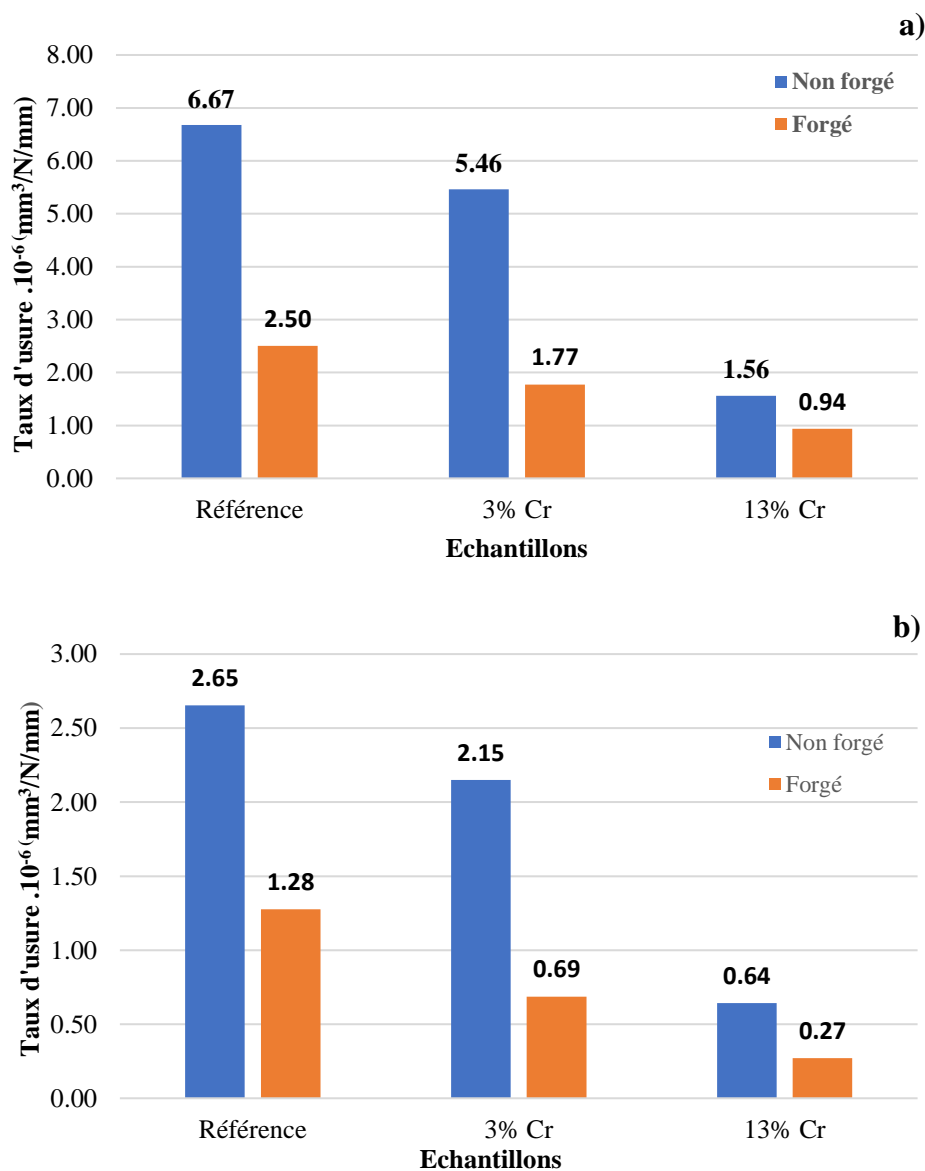


Figure IV.13: Résultats statistiques des taux d'usure des échantillons qui ont la même composition chimique des 2 groupes : a) état recuit, b) état trempé.

On observe que les échantillons de référence FC0 et C0 présentent les taux d'usure les plus

élevés pour les 2 groupes. C'est-à-dire, ces échantillons ont la résistance à l'usure la plus faible dans chaque groupe. Cependant, en qualité de résistance à l'usure, l'échantillon de référence élaboré par frittage-forgeage (FC0 sans addition) est plus résistante par rapport aux échantillons C0 et C1 (allié avec 3%Cr) élaborés seulement par frittage ($W_{FC0} < W_{C1} < W_{C0}$). Cela est dû principalement au taux de porosité élevé présent sur les échantillons du 1^{er} groupe qui influe négativement sur la résistance à l'usure.

Les résultats représentés sur la figure VI.13 montrent bien que les échantillons élaborés par frittage-forgeage sont plus résistants par rapport aux échantillons élaborés seulement par frittage. Ce qui confirme que les techniques d'élaboration adoptées notamment le processus de forgeage a considérablement amélioré la résistance à l'usure.

Dans le cas des composites à matrice métallique à renfort particulaire le mode de dégradation mis en jeu est basé principalement sur le détachement des particules de et la création d'un troisième corps au cours de l'essai. Cependant l'abrasion demeure faible du fait de la dureté des particules TiC. À notre avis, ce phénomène est d'autant plus important que la porosité est élevée.

Pratiquement, après le forgeage à chaud, les particules de carbures de titane ont été parfaitement soudées par le liant métallique. Cela réduit le détachement des particules et augmente la résistance à l'usure. Cette augmentation est d'autant plus importante lorsque le teneur de chrome augmente dans la matrice métallique. Ceci est peut-être lié l'interface créée entre la matrice métallique et les particules de TiC (cas du FC3 avec 13%Cr) comme nous l'avons vu précédemment au chapitre III (III.5 diffusion). Cette interface améliore également la cohésion entre les particules et la matrice.

Au final, l'analyse des résultats de taux d'usure et de coefficient de frottement nous conduisent à conclure que dans le cas de nos composites, un faible coefficient de frottement correspond à un faible taux d'usure. Ce qui nous incite ainsi à dire que le coefficient de frottement et la résistance à l'usure sont conditionnées par les mêmes critères citer précédemment (voir IV.3.1).

IV.3.3 L'analyse des traces d'usure

La composition chimique, la dureté, l'aptitude à l'érouissage et la fraction de la phase dure des composites permettent d'expliquer le comportement des couples en contact. L'analyse des mécanismes d'usure se base sur l'exploration des pistes après les tests d'usure par microscopie électronique à balayage des différentes régions (le centre de la piste, les contours, les débris...).

L'étude des traces d'usure peut nous permettre de préciser le mécanisme de dégradation lors des essais de frottement. Les images obtenues par microscopie électronique à balayage renseignent sur les mécanismes d'usure des échantillons testés.

La figure IV.14 représente les traces d'usure de l'échantillon FC1 (3%Cr). Elle montre une piste d'usure rigoureuse après avoir subi un frottement sévère, avec l'accumulation des débris d'usure aux bords de la piste d'usure. On y distingue plusieurs zones différentes de dommage : le centre, zone de compaction des particules, la zone qui constitue le bord du contact et la zone d'évacuation des particules hors du contact (Fig. IV.14b). L'observation des différentes zones de la piste de frottement après le contact met en évidence non seulement la dégradation importante de la surface, mais aussi l'uniformité des mécanismes de dégradation.

Des diverses études montrent que dans le cas de composites, les caractéristiques intrinsèques des particules dures peuvent jouer un rôle essentiel sur la résistance à l'abrasion. Une particule de dureté supérieure à celle de la matrice permet d'accroître la résistance à l'abrasion du composite ce qui est le cas de notre étude [71].

La présence de 30% de particules de TiC favorise le détachement de particules durant l'essai de frottement. On a constaté, lors de ces essais, que des particules de troisième corps, provenant principalement de la dégradation de surface de composites, sont présentes, en quantité importante, à l'extérieur et l'intérieur de la piste de frottement.

Par conséquent, l'analyse des surfaces usées du composite FC1 montre que les mécanismes d'usure mis en jeu lors du contact contre des billes en alumine sont basés principalement sur l'usure par détachement des particules de TiC.

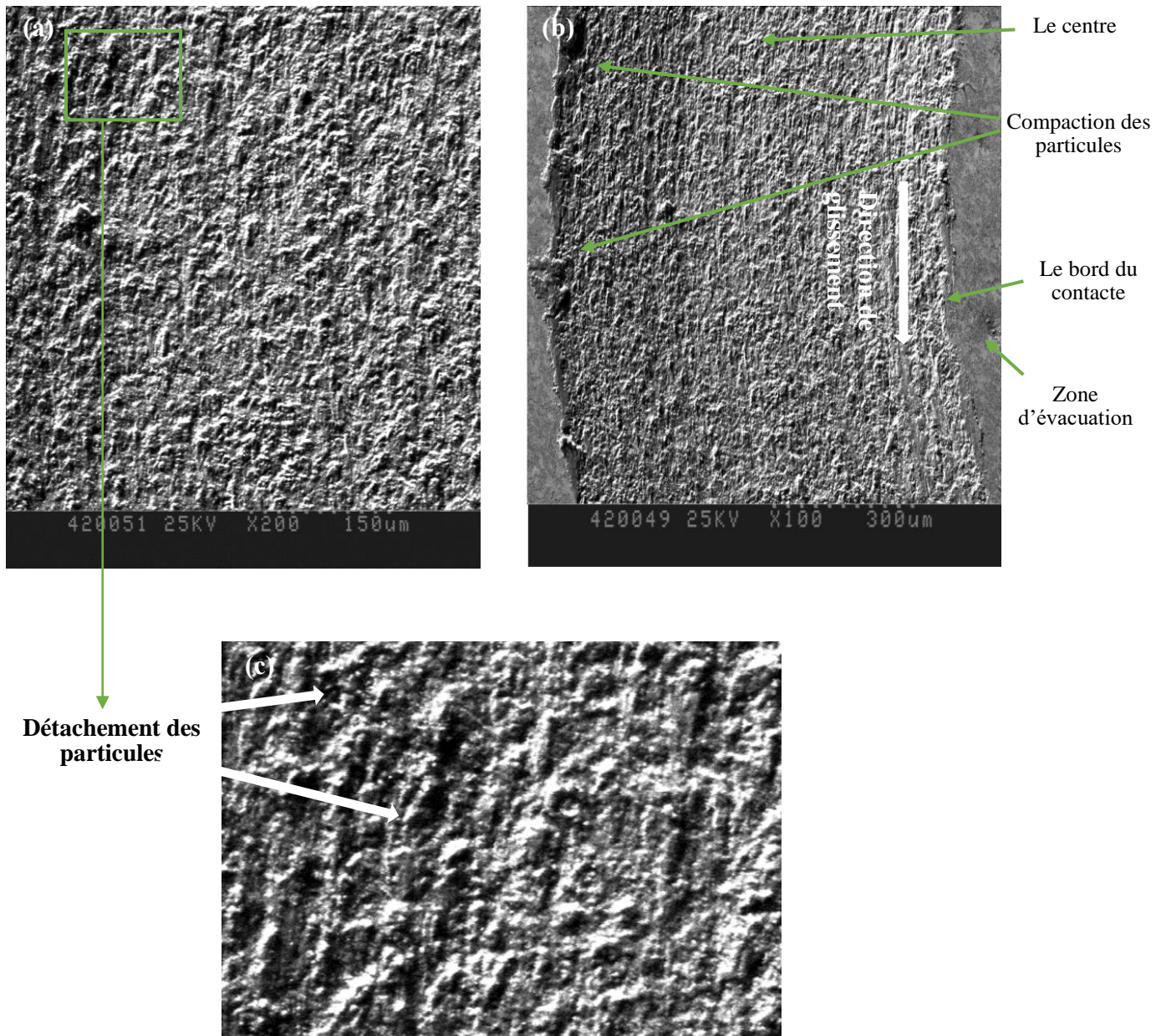


Figure IV.14: Images MEB des pistes d'usure du composite FC1 (trempé) en contact contre une bille en Alumine (Al₂O₃).

La figure IV.15 montre des images MEB obtenues sur des surfaces usées de l'échantillon FC3 (13%Cr). Avec l'augmentation du teneur en chrome, on note un net changement du mode de dégradation. On peut voir des traces de glissement dans le milieu de la piste lors des tests et des quantités importantes de débris d'usure se sont accumulées sur les bords. La figure IV.15 présente une piste d'usure différente par rapport à celle de l'échantillon FC1 avec des fissurations ou d'écaillage superficiels localisés au centre de la piste comme on peut le voir

dans la figure qui se produit lorsque deux antagonistes (billes et composite) sont en glissement relatif, ce qui nous mène à dire qu'il y'a une usure par surcontraintes.

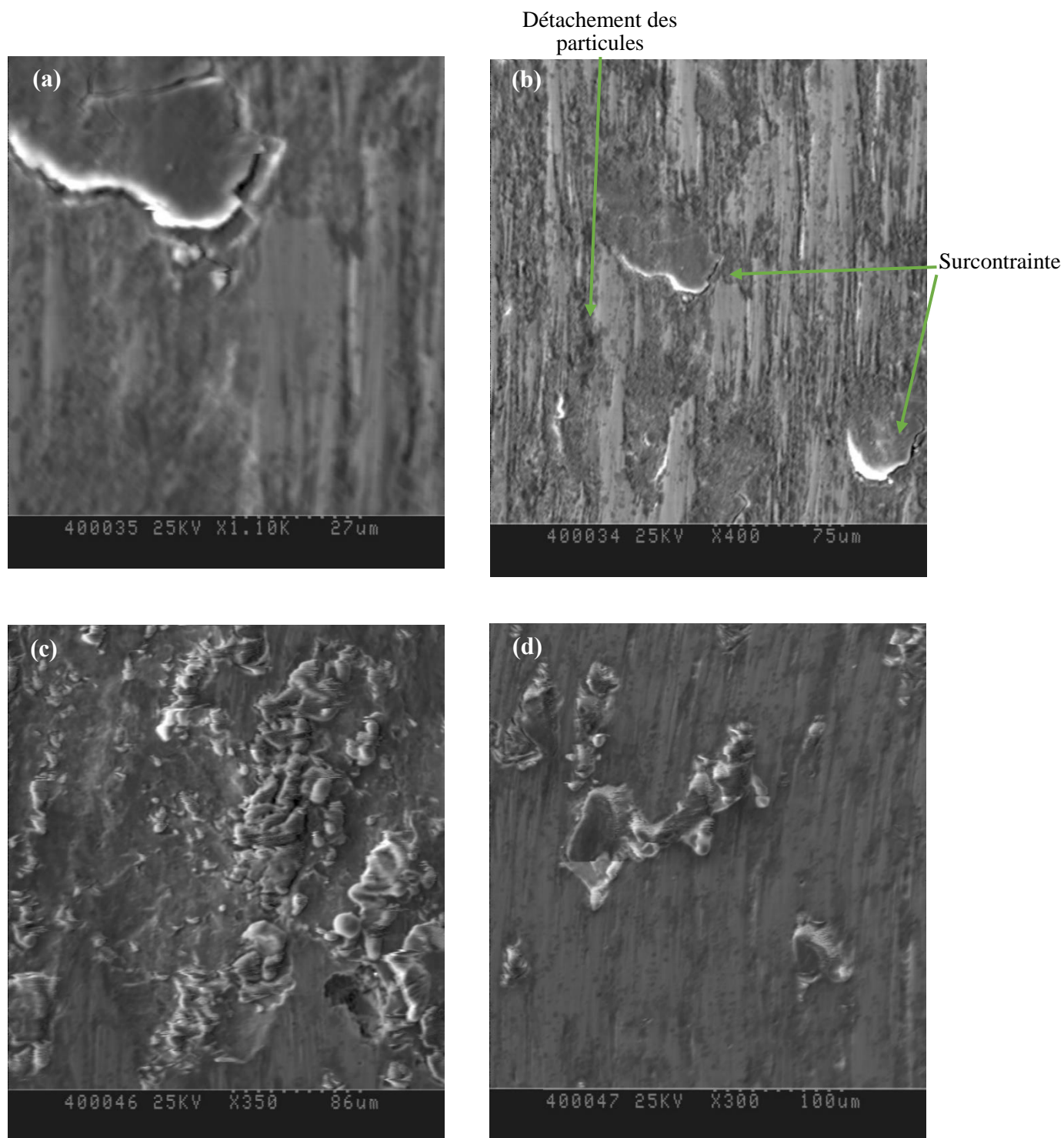


Figure IV.15: Images MEB des pistes d'usure du composite FC3 (trempé) en contact contre une bille en alumine.

Les débris d'usures ont été également observés sur les bords de la piste d'usure de

l'échantillon FC3. Ils ont l'aspect de « copeaux » ou bien « d'écailles » qui se forment par broyage et compactage des oxydes de chrome durant l'essai. La quantité importante de chrome (13%) sur l'échantillon FC3 favorise la formation des oxydes de chrome avec une morphologie spécifique, ce dernier reste piégé entre les deux antagonistes lors du frottement et vont jouer ainsi le rôle de lubrifiant solide qui réduit par conséquent la friction et améliore la résistance à l'usure.

Pour conclure, en plus d'une faible usure par détachement de particules de TiC, les échantillons testés contre des billes en Al_2O_3 subissent une combinaison d'une usure par oxydation et une usure par surcontrainte.

IV.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'influence des ajouts de chrome, la densité relative, le forgeage et le traitement thermique (trempe) sur les propriétés mécaniques et tribologiques des composites élaborés dans le cadre de notre travail.

Des mesures de dureté HRC et de module de Young par indentation instrumentée Vickers ont été réalisées sur les matériaux élaborés pour étudier l'effet de la composition du liant et de la porosité sur ces propriétés.

- Les résultats montrent que la dureté et le module de Young augmentent quasi-linéairement avec l'augmentation de la teneur en chrome. Cette dernière a réduit la trempabilité à 19% de chrome.
- La comparaison menée sur les échantillons qui ont la même composition chimique entre les deux groupes montre que la présence de porosité diminue les valeurs de dureté et de module de Young. De ce fait, l'élimination de cette porosité par le forgeage à chaud a considérablement amélioré ces propriétés. L'effort appliqué durant les essais mécaniques est transmis directement aux particules de TiC en absence de porosité. Dans ce contexte on peut conclure que les échantillons élaborés par frittage forgeage ont des propriétés mécaniques meilleures que celles élaborées seulement par frittage conventionnel. La dureté de ces composites est arrivée à 69 HRC ce qui est extrêmement élevé. Le module de Young est allé jusqu'à 292 GPa sur l'échantillon FC1.

Des tests de frottement en mouvement de rotation (bille sur plan) ont été utilisés pour voir

le type d'usure, quantifier le taux de ce dernier et étudier la variation du coefficient de frottement dans les différents états (trempé et recuit) ce qui veut dire aussi différentes duretés, différentes compositions chimiques et différentes méthodes d'élaborations.

- Les résultats tribologiques montrent que pour les deux groupes, les valeurs du coefficient de frottement diminuent d'une part sous l'effet de l'augmentation de la teneur en chrome, d'autre part ils diminuent sous l'effet de l'augmentation de dureté après le traitement thermique de trempe.
- Les résultats montrent également que les valeurs du coefficient de frottement du 1^{er} groupe sont supérieures à celle des échantillons du 2^{ème} groupe autour de 5.8. La diminution du frottement sur le 2^{ème} groupe est vraisemblablement due à l'élimination de la porosité lors du forgeage sur les échantillons du 2^{ème} groupe.
- Un faible coefficient de frottement correspond à un faible taux d'usure. L'augmentation de la densité relative, la dureté, le teneur en chrome améliore la résistance à l'usure. Le meilleur résultat a été enregistré sur l'échantillon fritté-forgé FC3 (13%Cr) à l'état trempé. Il est allé jusqu'à $2.7 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{N/m}$.
- Les observations de la piste d'usure des échantillons fritté-forgé montrent différent mécanisme d'usure lorsque on passe de 3% à 13% de chrome. Le détachement de particules de TiC est intense sur l'échantillon FC1 (3%Cr) par contre sur l'échantillon contenant 13% de chrome (FC3) le détachement de particule de TiC demeure très faible.

Conclusion Générale

Conclusion générale

Dans cette étude, une nouvelle et simple méthode de fabrication des composites Fe-TiC avec une très faible porosité est développée à l'aide d'un frittage conventionnel et d'un forgeage à chaud au marteau-pilon dans une matrice fermé.

- Les résultats obtenus ont révélé que les ajouts de l'élément de Chrome dans le mélange du Nickel et le Fer créent une phase liquide transitoire pendant le processus de frittage à 1500 °C. Ceci a conduit à une densification importante après seulement un maintien de 30 minutes. Après ce processus on obtient la plus haute valeur de densité relative atteinte sur l'échantillon contenant 19% de chrome (C4) avec 95,8%.
- En ce qui concerne le processus de forgeage, l'utilisation du marteau-pilon a un effet significatif sur l'amélioration de la densité relative des échantillons frittés. La méthode que nous avons adoptée, nous a permis d'atteindre 99,02% de densité relative (6,55g/cm³ de densité sur FC1). Dans ce contexte, on peut conclure que le processus de forgeage appliqué est l'étape qui a le plus amélioré la densité relative du matériau, ce qui est l'objectif principal de notre recherche.
- La robustesse de la méthode proposée est ensuite étayée par l'analyse au MEB et la cartographie X pour l'analyse de la diffusion des éléments d'additions. La microstructure du composite obtenue est comme prévu une structure duplex. La cartographie X a montré que les éléments d'additions sont complètement diffusés dans la matrice métallique des composites étudiés. En outre, le traitement de l'image par le logiciel imageJ a montré qu'environ 30% de particules de TiC sphériques et semi-sphériques sont uniformément réparties dans la matrice métallique.

- Les résultats des essais mécaniques montrent que pour tous les échantillons à l'état recuit, lorsque la matrice métallique des composites présente une structure perlitique, la dureté ne dépasse pas 48 HRC ce qui les rend facilement usinable avec les outils conventionnels en dépit des particules de carbure de titane dispersées dans la matrice. A l'état trempé, le matériau acquiert une structure essentiellement martensitique renforcée par dispersion des particules de carbure de titane. La dureté peut alors dépasser 69 HRC. Le module de Young des échantillons de 1^{er} groupe est sensiblement affecté par la porosité. Il augmente quasi linéairement en fonction de la teneur en Chrome jusqu'à ce qu'il atteigne sa valeur maximale 287.9 GPa. L'incorporation de 30% de TiC dans un acier au carbone a augmenté le module de Young de 210 GPa jusqu'à 283.7 GPa sur l'échantillon de référence du 2^{ème} groupe.

Les tests tribologiques montrent que le coefficient de frottement instantané évolue selon la variation de teneur en chrome. Ainsi, Il est bien établi que la différence de dureté entre les deux partenaires (bille et échantillon) a une grande influence sur l'évolution du coefficient de frottement. Cependant, les résultats obtenus dans le cadre de ce travail montrent que le coefficient de frottement diminue avec l'augmentation de la dureté et de la teneur en chrome. Les valeurs des coefficients de frottement les plus faibles sont enregistrées sur l'échantillon fritté-forgé contenant 13% de chrome a l'état trempé (autour de ~5.21).

Le taux d'usure des matériaux étudiés a été évalué par la mesure du volume de la trace d'usure induite par les frottements par rapport à la force appliquée et à la distance parcourue. Les résultats obtenus montrent que :

- Le taux d'usure des matériaux élaborés diminue quasi linéairement en fonction de la teneur en chrome et de la dureté pour atteindre son minimum à l'état trempé sur l'échantillon fritté-forgé FC3 contenant 13% Cr (2.7×10^{-7} mm³/N/m). Il convient de noter qu'à l'état trempé, la résistance à l'usure des échantillons des deux groupes est plus élevée par rapport à ceux de l'état recuit.
- En présence de 30% de TiC, le mode de dégradation mis en jeu est basé principalement sur le détachement des particules de TiC et la création d'un troisième corps au cours de l'essai. Cependant l'abrasion demeure faible du fait de la dureté des particules de carbure. Ce phénomène est d'autant plus important que la porosité est élevée.
- L'augmentation de la teneur en chrome favorise la formation des oxydes de chrome avec une morphologie spécifique, ce dernier reste piégé entre les deux antagonistes lors du

frottement et vont jouer ainsi le rôle de lubrifiant solide qui réduit par conséquent la friction et améliore la résistance à l'usure

Enfin, l'ensemble des résultats obtenus au cours de cette recherche montrent que les meilleurs résultats (densité relative, microstructure, propriété mécanique et tribologique) sont enregistrés sur les échantillons frittés-forgés (2^{ème} groupe). Ceci nous incite à conclure que la méthode adoptée pour fabriquer le composite Fe-TiC est en effet simple et fiable.

PERSPECTIVES

Afin de mieux comprendre le phénomène de dégradation lors des essais de frottement, une étude tribologique plus approfondie doit être envisagée. Ainsi, d'autres techniques de caractérisation plus performantes de la surface doivent être menées, en particulier EDX et la cartographie X.

Une deuxième perspective concerne une étude comparative entre le Fe-TiC élaboré par frittage-forgeage et le composite Fe-TiC commercial élaboré par HIP ou HP.

. Une troisième perspective concerne l'élaboration du cermet traditionnel à base de WC-Co par la méthode d'élaboration (frittage-forgeage) développé au cours de notre travail.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

1. Parashivamurthy, K., et al., Review on TiC reinforced steel composites. *Journal of materials science*, 2001. **36**(18): p. 4519-4530.
2. K, S., et al., Review on Fe-TiC Composites for Industries *International Research Journal of Engineering and Technology (IRJET)* 2016. **03**(06): p. 394-405
3. Firouzbakht, A., M. Razavi, and M.R. Rahimipour, Synthesis of iron nanocomposite reinforced by TiC particles via mechanical activation from ilmenite concentrate and carbon black. *Science and Engineering of Composite Materials*.
4. Lahouel, A., et al., A New Method to Fabricate Fe-TiC Composite Using Conventional Sintering and Steam Hammer *International Journal of Engineering Research in Africa*, 2017. **29**: p. pp 28-44.
5. Ghosh, B. and S. Pradhan, Microstructure characterization of nanocrystalline TiC synthesized by mechanical alloying. *Materials Chemistry and Physics*, 2010. **120**(2): p. 537-545.
6. Karantzalis, A., et al., Solidification observations of vacuum arc melting processed Fe–Al–TiC composites: TiC precipitation mechanisms. *Materials Characterization*, 2011. **62**(12): p. 1196-1204.
7. Pagounis, E., V.K. Lindroos, and M. Talvitie, Influence of reinforcement volume fraction and size on the microstructure and abrasion wear resistance of hot Isostatic pressed white iron matrix composites. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1996. **27**(12): p. 4171-4181.
8. Kattamis, T. and T. Suganuma, Solidification processing and tribological behavior of particulate TiC-ferrous matrix composites. *Materials Science and Engineering: A*, 1990. **128**(2): p. 241-252.
9. Chen, J.-K., et al., Effects of particle size on mechanical properties of a TiC containing tool steel by hot isostatic press. *Materials transactions*, 2008. **49**(3): p. 624-628.
10. Zhang, M.X., et al., Study of formation behavior of TiC in the Fe–Ti–C system during combustion synthesis. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2011. **29**(3): p. 356-360.
11. Sang-Hoon, L., et al., Fabrication of cast carbon steel with ultrafine TiC particles. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2011. **21**: p. s54-s57.
12. Razavi, M., et al., The effect of production method on properties of Fe–TiC composite. *International Journal of Mineral Processing*, 2010. **94**(3): p. 97-100.
13. Kang, S.-J.L., *Sintering: densification, grain growth and microstructure*. 2004: Butterworth-Heinemann.

14. Chawla, N., et al., Effect of Density on the Microstructure and Mechanical Behavior of Powder Metallurgy Fe-Mo-Ni Steels. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, 2003. **6**: p. 7-257.
15. Sutradhar, G., A. Jha, and S. Kumar, Production of sinter-forged components. *Journal of Materials processing technology*, 1994. **41**(2): p. 143-169.
16. Jean-Marie, B., *Matériaux composites* (5e éd.). 2012: Lavoisier.
17. Courleux, A., *Physico-chimie des échanges matrice/renfort dans un matériau composite acier/TiC*. 2011, Université Claude Bernard-Lyon I.
18. CLYNE, T. and P. WITHERS, *An introduction to metal matrix composites*. Cambridge: Cambridge University Press, 1993. 509 p. 155 [DALM, 1997] DALMAZ, A. *Etude du comportement en fatigue cyclique à hautes températures du composite tissé fibres de carbone/matrice carbure de silicium 2, 5D C/SiC*. 1997, Thèse de doctorat: Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
19. Gay, D., *Matériaux composites*. 2015: Lavoisier.
20. Nathalie VILLAR, J.M., *Élaboration des composites à particules*. 2006: Ed. Techniques Ingénieur.
21. Kaw, A.K., *Mechanics of Composite Materials, Second Edition*. 2005: CRC Press.
22. Ly, E.H.B., *Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose*. 2008, Grenoble, INPG.
23. German, R.M., Supersolidus liquid phase sintering. II: Densification theory. *International journal of powder metallurgy* (1986), 1990. **26**(1): p. 35-43.
24. Dermakar, S., *Matériaux composites à matrice métallique*. *Techniques de Techniques de l'Ingénieur*, 2001. **M**(250): p. 1-16.
25. Lepetitcorps, Y., et al., Forgeage de précision de matériaux composites à matrice d'alliage d'aluminium. *Matériaux & Techniques*, 1999. **87**(3-4): p. 23-28.
26. Kaczmar, J.W., K. Pietrzak, and W. Wlosinski, The production and application of metal matrix composite materials. *Journal of Materials Processing technology* 2000(106): p. 58-67.
27. Kremer, A., *Étude du choix structurel d'outils coupants en diamant revêtu ou polycristallin massif pour l'usinage compétitif et environnemental des composites à matrice métallique et renfort céramique particulaire (CMMP Al/SiC.)*. 2009, Arts et Métiers ParisTech.
28. Mertens, A., et al., Processing of Carbon Fibers Reinforced Mg Matrix Composites Via Pre-infiltration with Al. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2012. **21**(5): p. 701-706.
29. Ho, P.W., Q.F. Li, and J.Y.H. Fuh, Evaluation of W–Cu metal matrix composites produced by powder injection molding and liquid infiltration. *Materials Science and Engineering*, 2008. **485**: p. 657-663.
30. Hong, S.H. and B.K. Kim, Fabrication of W–20 wt % Cu composite nanopowder and sintered alloy with high thermal conductivity. *Materials Letters* 2003. **57**: p. 2761-2767.

31. Company, F.-T.S., Design, Engineer and Manufacture Custom Titanium Screws, Cutting Blades and Industrial Knives, in (<http://www.superweartech.com/screws.html>). (page consultée en décembre 2017).
32. Bernache-Assollant, D. and J.-P. Bonnet, Frittage: aspects physico-chimiques. 2005: Ed. Techniques Ingénieur.
33. Fu, Z.Y., et al., Composites fabricated by self- propagating hightemperature synthesis. Journal of Materials Processing Technoloy 2003. **137**: p. 30-34.
34. Villar, N. and J. Masounave, Elaboration des composites à particules. 1996: Ed. Techniques Ingénieur.
35. Shaikh, M.A., et al., Alloying of immiscible Ge with Al by ball milling. 2003. **57**: p. 3681- 3685
36. W, P., H.Q.F. Li, and J.Y.H. Fuh, Evaluation of W–Cu metal matrix composites produced by powder injection molding and liquid infiltration. Materials Science and Engineering 2008. **485**: p. 657-663.
37. Quinard, C., Experimentation, modelisation et simulation dans le domaine de l'elaboration de micro-composants injectes a partir de poudres. 2008, Ph. D. Thesis, University of Franche-Comté.
38. Ye, H., X.Y. Liu, and H. Hong, Fabrication of metal matrix composites by metal injection molding-A review. Journal of materials processing technology, 2008. **200**: p. 12-24.
39. Naimi, F., et al., Synthèses de poudres nanostructurées par broyage mécanique, in Matériaux 2006. 2006: Dijon, France. p. 13-17
40. Legendre, F., et al., Poudres nanostructurées d'hydrure de magnésium élaborées par un procédé de broyage réactif contrôlé, in Matériaux 2006. 2006: Dijon, France. p. 13-17
41. Hendaoui, A., Optimisation des procédés SHS, MASHS et ETEPC pour l'obtention de phasesd MAX (poudres et matériaux denses) dans le système Ti-Al-C. 2008, Paris 13.
42. Paris, S., et al., Le procédé MAFAPAS: une solution alternative pour élaborer des massifs nanostructurés. Congrès Matériaux, 2002.
43. Gaffet, E., et al., Some recent developments in mechanical activation and mechanosynthesis. Journal of Materials ans Chemistry 2006. **9**: p. 305-314
44. M.Foller, A.Lammer, and H.Meyer. Wear and Corrosion of Ferro-Titanit and Competing Materials. in 5th International Conference on Tooling. 1.10.1999. Leoben, Austria.
45. Tossoukpe, H., Modélisation et simulation du frittage de matériaux dopés et de multimatériaux à l'échelle de la microstructure. 2013, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.
46. Le Henaff, F., Contribution à l'étude, la mise en oeuvre et à l'évaluation d'une solution de report de puce de puissance par procédé de frittage de pâte d'argent à haute pression et basse température. 2014, Université Sciences et Technologies-Bordeaux I.
47. German, R., Sintering: From Empirical Observations to Scientific Principles. 2014: Elsevier Science.

48. Olmos, L., C.L. Martin, and D. Bouvard, Sintering of mixtures of powders : Experiments and modelling. *Powder Technology*, 2009. **190**(1): p. 134-140.
49. Munoz, D.H.P., Calcul intensif en simulation de frittage à l'échelle des particules. 2012, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.
50. Gendron, D., Etude numérique et expérimentale du frittage à l'échelle du grain. 2001, Université Sciences et Technologies-Bordeaux I.
51. German, R.M., *Sintering Theory and Practice*. 1996: Wiley.
52. Olmos, L., Etude du frittage de poudres par microtomographie in situ et modélisation discrète. 2009, Institut National Polytechnique de Grenoble-INPG.
53. German, R.M., *A-Z of Powder Metallurgy*. 2005: Elsevier.
54. Zambelli, G. and L. Vincent, *Matériaux et Contact—Une approche tribologique*, Editions Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 1998. ISBN 9-782880-743383.
55. Peterson, M., L. SHIZHUO, and X. JIANG, Friction of alloys at high temperature. *Journal of Materials Science and Technology*, 1994. **10**(5): p. 313-320.
56. Barrau, O., Étude du frottement et de l'usure d'acier à outils de travail à chaud. 2004, Institut National Polytechnique de Toulouse.
57. DENAPE, J. and N. LARAQI, Aspect thermique du frottement : mise en evidence expérimentale et elements Méc. Ind, 2000. **1**: p. 563-579.
58. Denape, J., *Science Friction—introduction à la tribologie*. DEA sciences des matériaux, 2001.
59. Godet, M., The third-body approach: A mechanical view of wear. *Wear*, 1984. **100**(1): p. 437-452.
60. Descartes, S. and Y. Berthier, Frottement et usure étudiés à partir de la rhéologie et des débits de 3ème corps solide: cas d'un 3ème corps issu d'un revêtement de MoSx. *Matériaux & Techniques*, 2001. **89**(1-2): p. 3-14.
61. Mathieu, H.J., E. Bergmann, and R. Gras, *Analyse et technologie des surfaces: couches minces et tribologie*. Vol. 4. 2003: PPUR presses polytechniques.
62. Nourouzi, S., Contribution à l'étude du procédé arc-fil pour la réalisation de dépôts métalliques durs résistants à l'usure abrasive. 2004, Limoges.
63. Cautain, S., Etude des mécanismes d'usure en oxygène liquide. 2014, Châtenay-Malabry, Ecole centrale de Paris.
64. CLOUPET, S., L. CHEVALIER, and H. CHOLLET, Simulation de l'usure superficielle par microglissement d'un contact roulant entre un galet et une came, in 16 ème Congrès Français de Mécanique 2003: Nice, France.
65. Gazanion, F., Amélioration de la résistance à l'usure abrasive du titane grâce à la réalisation de traitements de surface par laser. 2001.
66. Barrau, O., Etude tribologique de revêtement en régulation de turbines. Rapport de stage Turboméca-ENIT, 1999.

67. Aknouche, H., Etude de l'usure des outils de coupe traités dans le domaine de l'usinage du bois. 2009.
68. Clément, P., Détermination des propriétés mécaniques de céramiques poreuses par essais de microindentation instrumentée sphérique. 2013, INSA de Lyon.
69. Bulychev SI, et al., Determination Of Youngs Modulus According To Indentation Diagram. *Zavodskaya Laboratoriya*, 1975. **41**: p. 1137-1140.
70. I.N., S., The relationship between load an penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. . *Int J Eng Sci* 1965. **3**: p. 47-57.
71. Etcheverry, B., Adhérence, mécanique et tribologie des revêtements composites NiP/Talc multifonctionnels à empreinte écologique réduite. 2006, Institut National Polytechnique de Toulouse.