

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département Métallurgie

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

**Consolidation et caractérisation d'une poudre d'acier à
outil de type T15 dopée à Y_2O_3**

BENDJEMA Mohammed Zakaria & GUENDOZ Ishak Djamaledine

Sous la direction de **Mme. ALOUANE Chafia** ENP

Présenté et soutenu publiquement le (29/06/2025)

Composition du jury :

Président : Mr. LARIBI Merzak ENP

Examineur : Mr. SEDJAL Hamid ENP

Examineur : Mr. AMROUCHE Ahmed ENP

ENP 2025

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département Métallurgie

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

**Consolidation et caractérisation d'une poudre d'acier à
outil de type T15 dopée à Y_2O_3**

BENDJEMA Mohammed Zakaria & GUENDOZ Ishak Djamaledine

Sous la direction de **Mme. ALOUANE Chafia** ENP

Présenté et soutenu publiquement le (29/06/2025)

Composition du jury :

Président : Mr. LARIBI Merzak ENP

Examineur : Mr. SEDJAL Hamid ENP

Examineur : Mr. AMROUCHE Ahmed ENP

ENP 2025

ملخص:

يتناول هذا العمل تطوير وتحسين فولاذ الأدوات T15 بتقنية تعدين المساحيق (MDP)، وذلك بتطبيق عملية التصليد بالضغط الجوي (CAP) المبتكرة. الهدف الرئيسي هو تقييم تأثير وقت التليد عند 1250 درجة مئوية وإضافة أكسيد الإيتريوم (Y_2O_3) على التكتيف والبنية المجهرية والخصائص الميكانيكية للمادة النهائية.

تمت دراسة سلسلتين من العينات. أظهرت السلسلة الأولى، التي خضعت لأوقات تليد تتراوح من 1 إلى 6 ساعات، أن الكثافة النظرية تتحقق بعد 6 ساعات من التليد. أما السلسلة الثانية، التي تم تطعيمها بأكسيد الإيتريوم (Y_2O_3) بتركيزات تتراوح بين 0.01% و 0.1%، فقد سمحت بتقييم تأثير التطعيم على خصائص المادة. لوحظ أن التركيزات المنخفضة (>0.05%) تسمح بتحسين البنية المجهرية، وتحسين تشتت عناصر السبائك، وزيادة الصلادة بشكل ملحوظ (تصل إلى 1600 هف) بالإضافة إلى مقاومة التآكل، دون التأثير على حركية التليد. تؤكد تحليلات حيود الأشعة السينية (DRX) تكوين أطوار ثانوية محكمة عند هذه التركيزات.

في المقابل، تؤدي التركيزات التي تزيد عن 0.05% من أكسيد الإيتريوم (Y_2O_3) إلى آثار سلبية، مثل ظهور مناطق غير متجانسة، وتكتل الجسيمات، وتدهور الخصائص الميكانيكية. تم إثبات وجود علاقة مباشرة بين الصلادة ومقاومة التآكل. في إنتاج فولاذ السرعات العالية عالي الأداء، مع التأكيد (CAP) وبالتالي، يسقط هذا العمل الضوء على إمكانيات عملية على أهمية التطعيم المتحكم فيه والتحكم الدقيق في معلمات التليد.

الكلمات المفتاحية: فولاذ الأدوات T15، التعدين بالمساحيق، طريقة CAP، تطعيم بأكسيد الإيتريوم (Y_2O_3)، الصلادة هف، مقاومة التآكل.

Abstract

This work investigates the development and enhancement of T15 tool steel through powder metallurgy, using the CAP process. The study primarily explores how sintering time at 1250 °C and the addition of yttrium oxide (Y_2O_3) influence the material's densification, microstructure, and mechanical properties.

Two sets of samples were prepared: the first to determine the optimal sintering time, and the second to assess the effect of Y_2O_3 doping at concentrations between 0.01% and 0.1% by weight. The results showed that a sintering time of 6 hours led to near-theoretical density. Moreover, low doping levels (< 0.05%) significantly improved hardness (up to 1600 HV), wear resistance, and alloy homogeneity without hindering the sintering kinetics. X-ray diffraction confirmed the formation of stable and well-dispersed secondary phases at these concentrations.

However, exceeding 0.05% Y_2O_3 resulted in undesirable effects such as microstructural heterogeneity, particle agglomeration, and reduced mechanical performance. A direct correlation was found between hardness and wear resistance.

Overall, the CAP process has demonstrated its effectiveness as a cost-efficient and scalable alternative to conventional sintering techniques, provided that the processing parameters and doping levels are precisely controlled to ensure optimal performance.

Keywords : T15 tool steel, powder metallurgy, CAP process, yttrium oxide (Y_2O_3) doping, Hv hardness, wear resistance.

Résumé

Ce travail porte sur l'élaboration et l'optimisation de l'acier à outil T15 par métallurgie des poudres (MDP), en mettant en œuvre le procédé innovant de Consolidation par Pression Atmosphérique (CAP). L'objectif principal est d'évaluer l'influence du temps de frittage à 1250 °C et du dopage à l'oxyde d'yttrium (Y_2O_3) sur la densification, la microstructure et les propriétés mécaniques du matériau final.

Deux séries d'échantillons ont été étudiées. La première, soumise à des temps de frittage allant de 1 à 6 heures, a montré que la densité théorique est atteinte après 6 h de frittage. La seconde série, dopée en Y_2O_3 à des teneurs comprises entre 0,01% et 0,1%, a permis d'évaluer l'impact du dopage sur les propriétés du matériau. Il a été observé qu'une faible teneur (< 0,05 %) permet d'affiner la microstructure, d'améliorer la dispersion des éléments d'alliage, et d'augmenter notablement la dureté (jusqu'à 1600 HV) ainsi que la résistance à l'usure, sans altérer la cinétique de frittage. Les analyses par DRX confirment la formation de phases secondaires bien maîtrisées à ces concentrations.

En revanche, des teneurs supérieures à 0,05% en Y_2O_3 entraînent des effets négatifs, tels que l'apparition de zones hétérogènes, l'agglomération des particules, et une dégradation des propriétés mécaniques. Une corrélation directe a été établie entre la dureté et la résistance à l'usure.

Ainsi, ce travail met en évidence le potentiel du procédé CAP dans la production d'aciers rapides performants, tout en soulignant l'importance d'un dopage maîtrisé et d'un contrôle précis des paramètres de frittage.

Mots clés : Acier à outils T15, métallurgie des poudres, procédé CAP, dopage à l'oxyde d'yttrium (Y_2O_3), dureté Hv, résistance à l'usure.

Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire des Sciences et Génie des Matériaux de l'École Nationale Polytechnique d'Alger (ENP).

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à Madame Chafia ALOUANE, Maître de Conférences et encadrante de ce projet, pour son accompagnement exceptionnel et inestimable tout au long de cette étude. Son expertise scientifique, sa rigueur méthodologique, ses conseils éclairés et ses critiques constructives ont été des piliers essentiels dans la réussite de ce travail. Grâce à sa patience remarquable et à sa bienveillance constante, elle a su nous guider dans tous les aspects scientifiques, techniques, expérimentaux et méthodologiques. Nous lui sommes infiniment reconnaissants pour sa disponibilité, sa confiance, ainsi que pour les moyens matériels et intellectuels mis à notre disposition. Ce mémoire est également le fruit de son engagement indéfectible, et nous lui dédions ces remerciements avec toute notre admiration et notre respect.

Nous remercions chaleureusement Monsieur Merzak LARIBI d'avoir accepté de présider notre jury de soutenance.

Nos sincères remerciements s'adressent également à Monsieur Hamid SEDJAL et à Monsieur Ahmed AMROUCHE pour avoir accepté d'évaluer ce travail.

Nous exprimons aussi notre reconnaissance à Monsieur BRIEK CHAOUCH, Chercheur au CRTI, et à Monsieur Sofian DJERAF, enseignant-chercheur à l'ENSTA, pour leur aide précieuse, leur expertise technique et le soutien matériel apporté lors des phases expérimentales.

Nous remercions également les chefs des départements de Génie Chimique, Génie Mécanique et Génie des Mines de l'ENP pour la mise à disposition des équipements nécessaires à la réalisation de ce projet.

Nos remerciements s'étendent à l'ensemble des enseignants du Département de Génie des Matériaux pour la qualité de leur encadrement pédagogique, leurs encouragements et leur présence bienveillante tout au long de notre parcours académique.

Enfin, nous n'oublions pas nos amis et camarades avec qui nous avons partagé cette expérience. Leur soutien moral, leur solidarité et leur présence rassurante ont été des sources constantes de motivation. Que toutes les personnes qui, de près ou de loin, nous ont aidés, soutenus ou simplement encouragés, même modestement, trouvent ici l'expression de notre profonde gratitude.

Mohammed Zakaria et Ishak Djamaleddine

Table des matières

Introduction générale	14
1 Métallurgie des poudres	16
Introduction	16
1.1 Élaboration des poudres	16
1.1.1 Procédés mécaniques	16
1.1.1.1 Le broyage	17
1.1.1.2 La mécanosynthèse	17
1.1.2 Procédés physiques	18
1.1.3 Méthodes chimiques	19
1.1.3.1 Réduction des oxydes métalliques	19
1.1.3.2 Électrolyse	19
1.2 Caractérisation des poudres	19
1.2.1 La taille moyenne des particules et la distribution granulométrique	19
1.2.2 Morphologie des particules	20
1.3 Le compactage	21
1.3.1 Compactage en matrice rigide (compression uniaxiale)	21
1.3.2 Compactage isostatique à froid	22
1.3.3 Moulage par injection de poudre (PIM)	23
1.4 Le frittage	25
1.4.1 Définition	25
1.4.2 Types de frittage	25
1.4.2.1 Frittage en phase solide	25
1.4.2.2 Frittage en phase liquide	25
1.4.3 Étapes du frittage	26

1.4.4	Forces et énergies motrices du frittage	27
1.4.5	Mécanismes de transport de matière	27
1.4.5.1	Diffusion en surface	27
1.4.5.2	Diffusion aux joints de grains	27
1.4.5.3	Diffusion en volume	28
1.4.5.4	Évaporation-condensation	28
1.4.5.5	Migration des joints de grains	28
1.4.6	Variables de frittage	28
1.4.7	Techniques de frittage	30
1.4.7.1	Frittage sans pression (frittage libre)	30
1.4.7.2	Frittage activé	30
1.4.7.3	Consolidation par pression atmosphérique (CAP)	31
	Conclusion	32

2 Dopage des aciers à outils par (Y₂O₃) 33

	Introduction	33
2.1	Généralités sur les aciers à outils	33
2.1.1	Définition des aciers à outils	33
2.1.2	Les éléments d'alliages	33
2.1.3	Classification des aciers à outils	34
2.1.3.1	Les aciers à outils pour travail à froid	35
2.1.3.2	Les aciers à outils pour travail à chaud	36
2.1.3.3	Les aciers rapides	37
2.1.4	L'acier à outil T15	39
2.1.5	Production des aciers à outils	40
2.1.5.1	Elaboration des aciers par métallurgie conventionnelle	40
2.1.5.2	Production des aciers à outils par métallurgie des poudres	41
2.1.5.3	Avantages de la métallurgie des poudres par rapport aux procédés conventionnels	42
2.2	Dopage par Y ₂ O ₃	43
2.2.1	Généralités sur l'oxyde d'yttrium (Y ₂ O ₃)	43
2.2.2	Dopage des aciers par Y ₂ O ₃	43

2.2.2.1	Rôle métallurgique d'Y ₂ O ₃	44
2.2.2.2	Mécanismes associés au dopage	44
2.2.2.3	Méthodes d'introduction du dopant	45
2.2.2.4	Localisation des dopants	45
2.3	Conclusion	46
3	Procédure expérimental	47
	Introduction	47
3.1	Caractérisation des poudres utilisées	47
3.1.1	La poudre de l'acier à outil T15	47
3.1.1.1	La composition chimique	47
3.1.1.2	La taille moyenne des particules et la distribution granulométrique	48
3.1.1.3	La morphologie des particules	49
3.1.2	La poudre d'oxyde d'yttrium	50
3.2	Préparation des échantillons	51
3.2.1	Décapage de la poudre d'acier à outils T15	51
3.2.2	Dopage de la poudre d'acier à outil T15 à l'oxyde d'yttrium Y ₂ O ₃	53
3.2.3	Présentation du procédé CAP	54
3.2.3.1	Préparation des bouteilles en verre	54
3.2.3.2	Les étapes de préparation des capsules	55
3.2.4	Préparation métallographique	59
3.2.4.1	Découpe des échantillons	59
3.2.4.2	Polissage	60
3.2.4.3	Attaque chimique	60
3.3	Technique de caractérisation	61
3.3.1	Caractérisation microstructurale	61
3.3.1.1	Microscopie optique	61
3.3.1.2	Microscopie électronique à balayage (MEB)	62
3.3.2	Analyse quantitative	62
3.3.2.1	Taux de porosité	62
3.3.2.2	Taille moyenne des grains	62

3.3.2.3	Identification des phases par DRX	63
3.3.3	Caractérisation des propriétés mécaniques	64
3.3.3.1	La dureté	64
3.3.3.2	Les essais tribologiques	65
	Conclusion	66
4	Résultats et discussions	67
	Introduction	67
4.1	Cinétique de frittage	67
4.1.1	Effet du temps de frittage sur le taux de porosité	67
4.1.2	Effet du temps de frittage sur la taille moyenne des grains	69
4.2	Dopage par Y_2O_3	70
4.2.1	Effet de la teneur en Y_2O_3 sur le taux de porosité	70
4.2.2	Effet de la teneur en Y_2O_3 sur la taille moyenne des grains	72
4.3	Analyse microstructurale par microscope électronique à balayage MEB	74
4.3.1	Effet du temps de frittage sur le développement microstructural des échantillons	74
4.3.2	Effet du dopage sur le développement microstructural des échantillons	76
4.4	Caractérisation des échantillons	78
4.4.1	Identification des phases par DRX	78
4.4.2	La dureté	80
4.4.2.1	Evolution de la dureté en fonction du temps de frittage	80
4.4.2.2	Evolution de la dureté en fonction de la teneur en Y_2O_3	80
4.4.3	Le test d'usure	82
4.4.3.1	Le coefficient de frottement en fonction de la teneur en Y_2O_3	82
4.4.3.2	La perte de masse en fonction de la teneur en Y_2O_3	83
4.4.3.3	Analyse structurale des traces d'usure	84
	Conclusion	86
	Conclusion générale	87

Liste des tableaux

1.1	Méthodes de détermination de la taille moyenne des particules de poudre et leur distribution granulométrique[15].	20
2.1	Désignation standard AISI des aciers à outils[45].	35
2.2	Les différents groupes des aciers à outils pour travail à froid [46, 47, 48, 49].	35
2.3	Composition chimique typique de l'acier rapide T15 (norme ASTM A600)[56].	39
3.1	Composition chimique de la poudre d'acier à outil de type T15.	47
3.2	Résultats de tamisage de la poudre d'acier à outil T15.	49
3.3	Fractions massiques d' Y_2O_3 des différents échantillons.	54
3.4	Les paramètres opératoires de l'essai tribologique.	66
4.1	Les principales phases identifiées par DRX de l'acier à outils T15 dopé à 0,02%, 0,06% et 0,1% d' Y_2O_3	79

Table des figures

1.1	Principe du procédé : a) atomisation à l'eau, b) atomisation au gaz et c) atomisation au plasma et d) d'électrode tournante[11, 12].	18
1.2	Les différentes morphologies des poudres[16].	20
1.3	Description des différentes étapes de compactage en matrice rigide[18].	22
1.4	Description des étapes de compactage isostatique à froid[20].	23
1.5	Description des différentes étapes du procédé PIM[17].	24
1.6	a) Stades de frittage[28]. et b) Courbe de densification lors de frittage[29].	26
1.7	Consolidation par pression atmosphérique : (1) Atomisation à gaz, (2) Mélange par H ₃ BO ₃ , (3) Remplissage de la cannette en verre, (4) Dégazage et soudage de la cannette et (5) Frittage dans un four à moufle.	32
2.1	Micrographie MEB d'un acier rapide de type M2 fritté[54].	38
2.2	Micrographie d'un acier rapide de type T6 fritté[55].	38
2.3	Microstructure d'un acier à outil M3/2 élaboré par la métallurgie conventionnelle[62].	41
2.4	Fabrication des aciers à outils par métallurgie des poudres[63].	42
2.5	Micrographies d'acier T15 montrant des carbures alliés, a) Acier corroyé et b) Acier élaboré par MDP[64].	43
3.1	Photo de la tamiseuse utilisée.	48
3.2	Courbe de distribution granulométrique de la poudre d'acier à outils T15.	49
3.3	Micrographies par MEB illustrant des particules de la poudre d'acier T15.	50
3.4	Photo de la poudre d'oxyde d'yttrium Y ₂ O ₃	51
3.5	a) Micrographie par MEB et b) Spectre EDS de la poudre d'oxyde d'yttrium.	51
3.6	Micrographies de la poudre d'acier à outil T15 : (a), (b) avant le décapage et (c) après le décapage.	52
3.7	Analyse de la surface des particules de poudre, (a) avant le décapage.	52
3.8	Schéma du protocole de dopage de poudre d'acier T15 à l'Y ₂ O ₃	53

3.9	Le ramollissement du verre à 827°C.	54
3.10	Photo de la bouteille utilisée pour la consolidation.	55
3.11	Schéma de la bouteille utilisée pour l'encapsulation.	55
3.12	Photo de : a) La bouteille en verre remplie de la poudre et b) Coudée (Première étape de l'encapsulation).	56
3.13	a) Photo de dispositif d'évacuation et b) Schéma du principe du montage d'évacuation.	56
3.14	Chauffage au bec benzène.	57
3.15	a) Photo du chalumeau utilisé, b) Photo de la capsule scellée, c) Capsule dans le creuset et entourée du sable et d) Schéma illustratif de la capsule à l'intérieur du creuset.	58
3.16	Photo du four utilisé.	58
3.17	Photo du creuset à la sortie four après frittage et b) Echantillon fritté récupéré.	59
3.18	photo du disque à meuler utilisé.	59
3.19	Photo de la polisseuse utilisée.	60
3.20	Photo du microscope optique utilisé.	61
3.21	Photo du microscope électronique à balayage JEOL utilisé.	62
3.22	Photo de l'appareil de DRX utilisé.	64
3.23	Photo du microduromètre INNOVATEST Falcon 400 utilisé.	65
3.24	Photo du tribomètre utilisé.	65
4.1	L'effet du temps de frittage sur le taux de porosité.	68
4.2	Micrographies optiques illustrant l'évolution du taux de porosité en fonction de temps de frittage, X100.	68
4.3	L'effet du temps de frittage sur la taille moyenne des grains.	69
4.4	Courbe de densification.	70
4.5	Effet de la teneur en Y_2O_3 sur le taux de porosité des échantillons frittés à 1250 °C pendant 6h.	71
4.6	Micrographie optique illustrant l'effet de la teneur en Y_2O_3 sur le taux de porosité des échantillons frittés à 1250C pendant 6h, X100.	71
4.7	Effet de la teneur en Y_2O_3 sur la taille moyenne des grains.	72
4.8	Effet de la teneur en Y_2O_3 sur la taille moyenne des grains des échantillons frittés à 1250 °C pendant 6h, X400.	73
4.9	Micrographies MEB des échantillons frittés à 1250 °C pendant 2h, 4h et 6h.	75

4.10	Micrographies MEB des échantillons, dopés à 0,01%, 0,05% et 0,1% Y_2O_3 , frittés à 1250°C pendant 6h.	77
4.11	Spectre DRX de l'acier à outils T15 dopé à 0,02%.	78
4.12	Spectre DRX de l'acier à outils T15 dopé à 0,06%.	79
4.13	Spectre DRX de l'acier à outils T15 dopé à 0,1%.	79
4.14	Courbe de la dureté en fonction du temps de frittage des échantillons frittés à 1250°C.	80
4.15	Courbe de la dureté en fonction de la teneur en Y_2O_3 des échantillons frittés à 1250°C pendant 6h.	81
4.16	Evolution du coefficient de frottement en fonction de la teneur en Y_2O_3	83
4.17	Représentation de la perte de masse en fonction de la teneur en Y_2O_3	84
4.18	Micrographies optiques des traces d'usure des échantillons frittés à 1250°C pendant 6h.	85

Liste des acronymes

- **T15** : Acier à outils à base de tungstène
- **CAP** : Consolidation by Atmospheric Pressure
- **MDP** : Métallurgie Des Poudre
- **DRX** : Diffraction des Rayons X
- **HV** : Dureté Vickers
- **MEB** :Microscopie Électronique à Balayage
- Y_2O_3 : Oxyde d'yttrium
- **CIC** :Compression isostatique à froid
- **PIM** :Moulage par injection de poudre

Introduction générale

Les aciers rapides, communément désignés sous l'appellation HSS (High Speed Steel), constituent une famille essentielle de matériaux métalliques dont l'intérêt industriel est avéré depuis plusieurs décennies. Leur rôle est primordial dans les domaines de l'usinage et de la transformation des métaux grâce à leurs propriétés mécaniques exceptionnelles. Ces aciers se distinguent notamment par leur grande résistance à l'usure et une dureté élevée maintenue même à haute température, phénomène connu sous le nom de dureté à chaud[1].

Leur élaboration repose sur une composition chimique complexe, optimisée au fil des années grâce à des recherches approfondies. Sur le plan technologique, leur fabrication dépend des exigences spécifiques liées à l'application finale, avec deux procédés principaux : la métallurgie conventionnelle par fusion et coulée, et la métallurgie des poudres (MDP).

La métallurgie des poudres s'impose aujourd'hui comme une solution industrielle innovante et performante. Elle permet de produire des pièces complexes en quasi-forme finale (near-net shape), limitant ainsi les opérations d'usinage secondaires. Ce procédé offre également l'avantage d'assurer une meilleure homogénéité microstructurale, une isotropie accrue et des propriétés mécaniques reproductibles. En plus de son intérêt économique, lié à l'économie de matière et à l'optimisation des cycles de production, la MDP présente un meilleur rendement énergétique comparé aux méthodes classiques telles que la coulée en lingots[2].

Le frittage constitue l'étape centrale de la métallurgie des poudres. Ce processus thermiquement activé dépend de plusieurs paramètres, parmi lesquels la durée de traitement joue un rôle fondamental. Ce paramètre sera étudié en détail dans ce travail afin d'évaluer son influence sur la cinétique de densification et l'évolution microstructurale des échantillons.

Parmi les différentes techniques de consolidation, la Consolidation par Pression Atmosphérique (CAP – Consolidation by Atmospheric Pressure) représente une méthode innovante. Développée par Black et al. (Universal Cyclops, 1980), elle consiste à encapsuler les poudres sous vide dans des bouteilles en verre borosilicaté, puis à appliquer une contrainte hydrostatique via la viscosité du verre chauffé au-delà de sa température de transition vitreuse. Ce mécanisme favorise une diffusion accélérée et la fermeture des pores, permettant d'atteindre des densités supérieures à 99 %, sans nécessiter de pression externe. La CAP se révèle donc particulièrement efficace, simple à mettre en œuvre et économiquement compétitive[3].

Dans les secteurs stratégiques tels que l'automobile et l'outillage, la MDP est largement utilisée pour la fabrication d'aciers à hautes performances. Cependant, face aux exigences croissantes en termes de fiabilité et de durabilité, il devient indispensable d'affiner davantage les microstructures et d'améliorer les propriétés mécaniques des matériaux obtenus. L'une des voies prometteuses consiste à introduire des dopants, notamment des oxydes de terres rares, capables d'agir à l'échelle microstructurale.

Parmi ces additifs, l'oxyde d'yttrium (Y_2O_3) se distingue par ses propriétés thermiques remarquables ainsi que par sa capacité à interagir avec la matrice métallique. En formant des dispersoïdes stables au sein du matériau, il influence les mécanismes de diffusion et les étapes de densification, pouvant ainsi améliorer significativement les performances finales du produit obtenu.

Le présent travail a pour objectif d'étudier l'influence du temps de frittage à une température de 1250 °C sur le processus de densification. Il s'intéresse également aux effets du dopage par l'oxyde d'yttrium (Y_2O_3) sur la microstructure ainsi que sur les propriétés physiques et mécaniques des aciers obtenus.

Ce mémoire est structuré en quatre chapitres principaux :

- **Chapitre 1** : Présentation générale de la métallurgie des poudres, incluant les différentes techniques de fabrication des poudres, leur compactage, ainsi que les mécanismes physicochimiques régissant le processus de frittage ;

- **Chapitre 2** : Étude des aciers à outils, avec un focus particulier sur les effets du dopage par l'oxyde d'yttrium (Y_2O_3) sur leurs caractéristiques microstructurales et mécaniques ;

- **Chapitre 3** : Description détaillée des protocoles expérimentaux mis en œuvre ainsi que des méthodes de caractérisation utilisées dans cette étude ;

- **Chapitre 4** : Analyse et interprétation des résultats obtenus, mettant en évidence l'impact du dopage par Y_2O_3 sur la densification, la microstructure et les propriétés mécaniques de l'acier T15.

Cette recherche s'inscrit dans une démarche scientifique visant à mieux comprendre et maîtriser les effets des additions d'oxydes sur les propriétés des matériaux élaborés par métallurgie des poudres, en vue d'applications exigeantes dans le domaine des outillages performants.

Chapitre 1

Métallurgie des poudres

Introduction

La métallurgie des poudres est un procédé industriel innovant permettant de fabriquer des pièces métalliques à partir de poudres, sans passer par l'état liquide. Cette technique se distingue des méthodes conventionnelles, comme la fonderie ou l'usinage, par sa capacité à produire des pièces de formes complexes avec un minimum de pertes de matière.

Grâce à sa grande polyvalence, la métallurgie des poudres permet d'obtenir des matériaux aux propriétés chimiques, physiques et mécaniques spécifiques, adaptées aux exigences de nombreuses industries de pointe. Elle repose essentiellement sur le procédé de frittage, qui consiste à chauffer les poudres compactées à une température inférieure à leur point de fusion, permettant ainsi leur consolidation sans fusion complète.

Aujourd'hui, cette technologie connaît un développement important, notamment dans la fabrication de matériaux métalliques avancés, tels que les alliages de haute performance ou les aciers spéciaux, répondant aux besoins croissants en matériaux résistants et durables.

Dans ce chapitre, nous présenterons les principales étapes de la métallurgie des poudres, à savoir[4, 5] :

- L'atomisation (gaz, eau, centrifuge, etc.) ;
- La réduction des oxydes métalliques ;
- L'électrolyse ;
- La pulvérisation mécanique.

1.1 Élaboration des poudres

L'élaboration des poudres peut être réalisée par divers procédés, qu'ils soient mécaniques, physiques ou chimiques. Chaque méthode influence de manière significative la granulométrie, la morphologie des poudres obtenues, ainsi que les propriétés et la microstructure des pièces finales. Le choix du procédé dépend de plusieurs facteurs, tels que le taux de production souhaité, la nature de la matière première, les propriétés recherchées pour la poudre, ainsi que son domaine d'application. Il est également conditionné par les caractéristiques techniques exigées pour le produit final, notamment en termes de structure, de pureté, ou de performances mécaniques[6].

1.1.1 Procédés mécaniques

Les procédés mécaniques permettent de réduire la taille des poudres métalliques à l'état solide ou à partir de métaux en fusion. Ils sont largement utilisés en raison de leur simplicité de mise en œuvre et de leur capacité à produire des poudres aux caractéristiques granulométriques spécifiques[7].

Parmi les procédés mécaniques, on peut citer notamment :

1.1.1.1 Le broyage

Le broyage est un procédé basé sur la fragmentation du matériau par des actions mécaniques telles que les chocs, les frottements ou les compressions. Il permet d'obtenir des particules fines à partir de matériaux cassants. Plusieurs technologies de broyage existent, parmi lesquelles :

a. Le broyage à boulets, qui utilise un tambour rotatif contenant des billes dures (en acier ou en céramique). La rotation du tambour provoque la fragmentation des particules par **choc** et **abrasion**. La **vitesse de rotation** est un paramètre essentiel pour contrôler la finesse de la poudre produite.

b. Le broyeur vortex, qui réduit la taille des particules par **collision** et **friction mutuelle** à l'aide d'hélices tournant à très grande vitesse dans un carter, combinées à un flux gazeux permettant de séparer les particules selon leur granulométrie[8].

1.1.1.2 La mécanosynthèse

La mécanosynthèse est un procédé de fabrication reposant sur le broyage intensif de mélanges de poudres élémentaires dans un broyeur à haute énergie. Sous l'effet des collisions répétées entre les particules de poudre et les billes de broyage, des réactions chimiques ou des transformations de phase peuvent être induites, aboutissant à la formation de nouveaux composés, de phases amorphes ou de solutions solides. Ce procédé s'avère particulièrement efficace pour la synthèse de matériaux nanostructurés ou en dehors de l'état d'équilibre, ainsi que pour l'élaboration d'alliages avancés et de composites métalliques homogènes à l'échelle submicronique[8].

Les procédés mécaniques sont particulièrement adaptés à la production de poudres de métaux cassants, d'intermétalliques, ou de ferroalliages[2, 9]. Les poudres obtenues peuvent ensuite être tamisées pour ajuster leur distribution granulométrique.

En plus de leur simplicité, ces techniques présentent plusieurs avantages :

- La formation de microstructures spécifiques, incluant des phases hors équilibre ;
- La possibilité de réduire la température de frittage, ce qui est bénéfique pour les métaux réfractaires[10].

Les procédés mécaniques sont particulièrement adaptés à la production de poudres de métaux cassants, d'intermétalliques ou de ferroalliages[2, 9]. Les poudres ainsi obtenues peuvent être tamisées afin d'ajuster leur distribution granulométrique. Outre leur relative simplicité, ces procédés présentent plusieurs avantages notables : ils permettent la formation de microstructures spécifiques, incluant des phases hors équilibre, et offrent la possibilité de réduire la température de frittage, ce qui est particulièrement bénéfique pour le traitement des métaux réfractaires[10].

1.1.2 Procédés physiques

Les procédés physiques permettent de produire des poudres métalliques à partir du métal fondu ou solide, sans modification chimique de leur composition. Ces méthodes reposent principalement sur des mécanismes thermiques, mécaniques ou de vaporisation, et permettent d'obtenir des poudres de haute pureté, souvent à morphologie contrôlée. On distingue :

On distingue plusieurs types d'atomisation :

a. Atomisation par gaz : un jet de gaz à haute pression fragmente le métal fondu. Cette méthode génère des poudres sphériques et régulières, avec possibilité de contrôle de la taille des particules par ajustement des paramètres de procédé[11].

b. Atomisation par eau : un jet d'eau sous pression est utilisé pour briser le métal liquide. Moins coûteuse que l'atomisation par gaz, elle est toutefois plus énergivore et produit des poudres de forme moins régulière. Elle est bien adaptée à la fabrication des aciers alliés et inoxydables[11].

c. Atomisation au plasma : destinée aux métaux réactifs ou à haut point de fusion (titane, tantale...), ce procédé utilise des torches plasma pour produire des poudres très sphériques et de haute pureté à partir de fil ou de poudre[9].

d. Atomisation centrifuge : le métal fondu est projeté à partir d'un disque ou d'une électrode en rotation rapide (procédé REP – Rotating Electrode Process). Cette méthode est idéale pour les alliages de titane et superalliages en environnement inerte[11].

La **figure 1.1** présente le principe d'atomisation par gaz, par eau, au plasma et centrifuge.

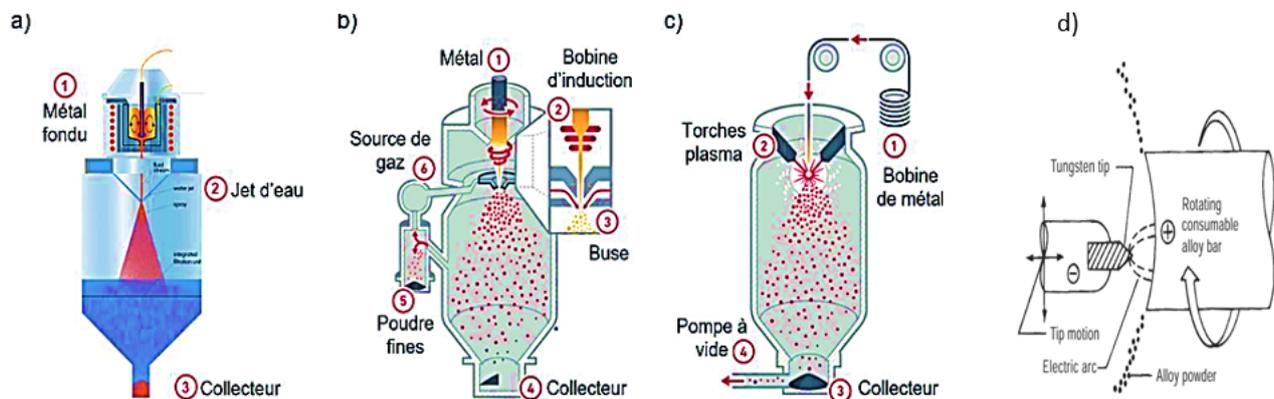


FIGURE 1.1 – Principe du procédé : a) atomisation à l'eau, b) atomisation au gaz et c) atomisation au plasma et d) d'électrode tournante[11, 12].

1.1.3 Méthodes chimiques

Les procédés chimiques sont principalement utilisés pour la production de poudres métalliques de haute pureté ou pour des métaux difficiles à obtenir par fusion. Bien qu'ils soient généralement plus coûteux que les techniques mécaniques ou physiques, ils permettent un contrôle précis sur la composition, la granulométrie et la pureté des particules métalliques[9, 13].

1.1.3.1 Réduction des oxydes métalliques

Cette méthode repose sur la transformation d'un oxyde métallique en métal par l'action d'un agent réducteur, tel que le monoxyde de carbone (CO), à des températures élevées avoisinant les 1200 °C. Ce procédé est couramment utilisé pour la production de poudres de fer[14].

1.1.3.2 Électrolyse

L'électrolyse consiste à déposer un métal sur une cathode à partir d'une solution ionique ou d'un sel fondu, avant de le récupérer sous forme pulvérulente. Malgré un coût énergétique important, cette technique permet l'obtention de poudres très pures, notamment pour des métaux comme le cuivre, le nickel ou l'argent[14].

1.2 Caractérisation des poudres

Dans la métallurgie des poudres, les propriétés des poudres de départ jouent un rôle déterminant dans le mode de consolidation, la cinétique de densification et, par conséquent, sur les propriétés finales des pièces obtenues. Il est donc essentiel d'effectuer une caractérisation quantitative rigoureuse, au minimum pour les paramètres les plus influents, à savoir :

- La taille et la distribution granulométrique des particules.
- La morphologie (forme) des particules.

Ces caractéristiques influencent directement le comportement de la poudre lors de la mise en forme, la compressibilité, le frittage, le retrait volumique et la porosité résiduelle des pièces consolidées.

1.2.1 La taille moyenne des particules et la distribution granulométrique

La taille des particules est l'un des paramètres fondamentaux à caractériser, car elle influence fortement la densification et la cinétique du frittage. Différentes techniques peuvent être utilisées pour mesurer ce paramètre, le choix dépendant de la gamme granulométrique des particules. Le **Tableau 1.1** ci-dessous présente les méthodes les plus courantes de caractérisation granulométrique ainsi que leur domaine d'application en termes de taille moyenne :

TABLE 1.1 – Méthodes de détermination de la taille moyenne des particules de poudre et leur distribution granulométrique[15].

Méthode de séparation	Taille des particules
Tamisage	20 – 10 000 μm
Sédimentation	0,1 – 100 μm
Microscopie optique	> 1 μm
Microscopie électronique à balayage	> 0,1 μm
Microscopie électronique à transmission	> 0,001 μm

1.2.2 Morphologie des particules

La forme des particules métalliques varie selon les procédés d'élaboration (atomisation, électrolyse, broyage, etc.) et les propriétés mécaniques du matériau. Cette morphologie influence la densité apparente, la compressibilité, la surface spécifique et l'évolution microstructurale lors du frittage.

La caractérisation morphologique est généralement réalisée par microscopie optique ou électronique (MEB ou MET), permettant une analyse visuelle directe de la forme des grains.

La **figure 1.2** illustre les différentes morphologies que peuvent présenter les poudres métalliques.

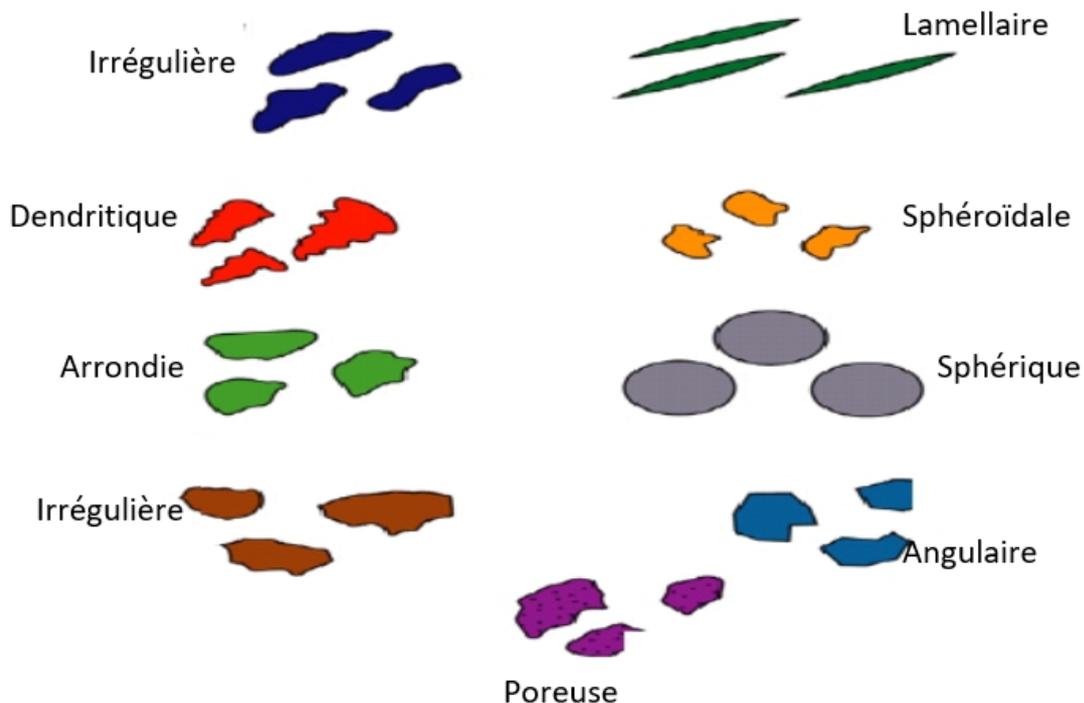


FIGURE 1.2 – Les différentes morphologies des poudres[16].

1.3 Le compactage

Le compactage constitue une étape cruciale dans la métallurgie des poudres (MDP), permettant de transformer les poudres en pièces de formes complexes avec une densité contrôlée. Il joue un rôle déterminant dans les propriétés mécaniques et dimensionnelles finales des pièces.

L'objectif principal du compactage est d'atteindre une densité optimale avec une pression minimale, tout en garantissant une résistance suffisante à l'état vert, nécessaire à la manipulation, à l'usinage et au traitement ultérieur des pièces. La densité obtenue dépend de plusieurs facteurs, notamment la pression de compactage, la morphologie et la taille des particules, la nature et la quantité du lubrifiant ajouté, ainsi que le frottement exercé entre la poudre et les parois de la matrice.

Bien que la densité obtenue par compactage soit toujours inférieure à la densité théorique du matériau massif, elle reste nettement supérieure à celle de la poudre libre, et permet une amélioration significative des propriétés mécaniques à l'état vert, tout en réduisant les variations dimensionnelles au cours du frittage.

Plusieurs techniques de compactage ont été développées, chacune adaptée à des exigences particulières en termes de géométrie, de production, de performance ou de coût. Les principales méthodes sont décrites ci-après.

1.3.1 Compactage en matrice rigide (compression uniaxiale)

Le compactage en matrice rigide, également désignée sous le nom de compactage uniaxial, constitue l'une des méthodes de compactage les plus répandues en métallurgie des poudres. Il consiste à introduire la poudre dans une matrice rigide, généralement en acier, puis à appliquer une pression verticale par l'intermédiaire de poinçons situés au-dessus et au-dessous de la matrice. Cette pression est exercée selon un axe unique, le plus souvent vertical[7, 17].

Le processus de compactage comprend trois étapes successives (voir la **figure 1.3**) :

- Le remplissage de la matrice avec la poudre ;
- Le compactage proprement dit par le déplacement vertical des poinçons ;
- L'éjection de la pièce compactée hors de la matrice.

La pression appliquée, appelée pression axiale de compactage, est un paramètre déterminant qui influe directement sur la densité finale du compact.

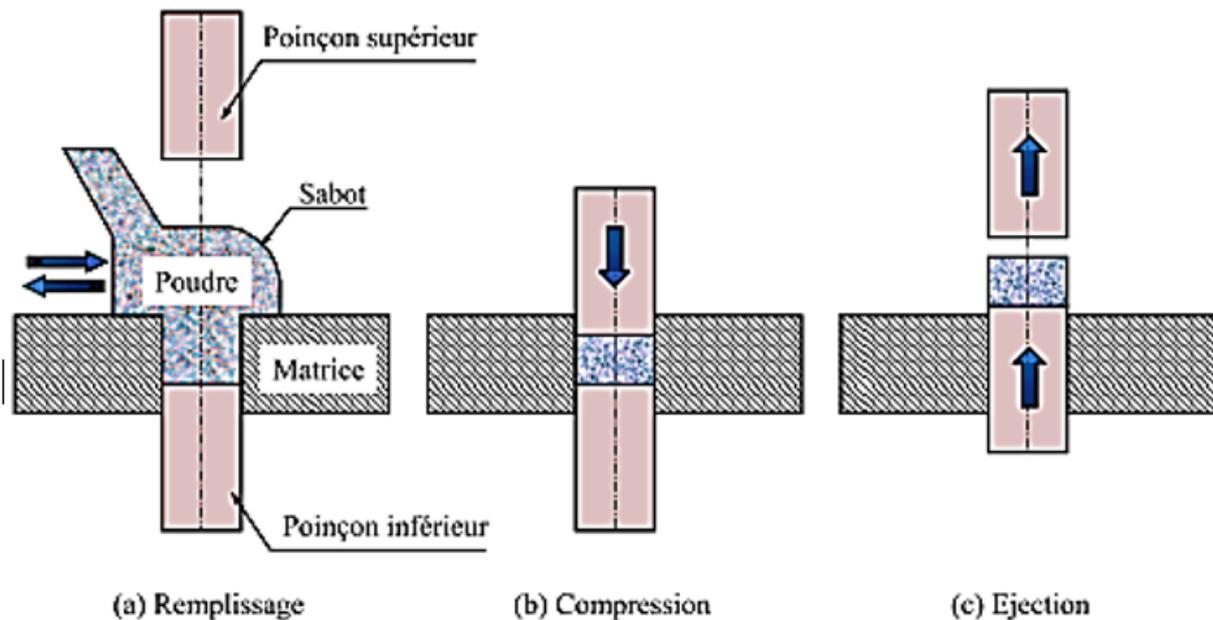


FIGURE 1.3 – Description des différentes étapes de compactage en matrice rigide[18].

Cette technique est particulièrement bien adaptée à la fabrication de pièces de géométrie simple en grande série. Elle permet d'obtenir des pièces à coûts réduits, avec une bonne reproductibilité dimensionnelle et une mise en œuvre rapide. Toutefois, elle présente certaines limitations, notamment un gradient de densité dans la direction axiale, dû à la répartition non uniforme des contraintes à l'intérieur du compact. Ce phénomène peut compromettre la performance mécanique ou la précision dimensionnelle dans les cas de formes complexes ou de pièces épaisses. Le recours à un lubrifiant est souvent nécessaire afin de limiter le frottement entre la poudre et les parois de la matrice [17].

1.3.2 Compactage isostatique à froid

La compression isostatique à froid (CIC) repose sur l'application d'une pression uniforme dans toutes les directions, permettant une densification homogène de la poudre. Contrairement à la compression uniaxiale, ce procédé utilise un moule souple, généralement en caoutchouc, placé dans un fluide sous pression tel que l'eau, l'huile ou un gaz. Le fluide transmet la pression de manière isotrope à travers le moule, ce qui permet une répartition équitable des contraintes.

Il existe deux variantes principales de la compression isostatique à froid. Dans le procédé en sac humide, le moule élastique est directement immergé dans le fluide sous pression. Cette configuration permet d'obtenir des formes variées avec une mise en œuvre relativement simple, bien que la précision dimensionnelle soit parfois limitée. Dans le procédé en sac sec, le moule est inséré dans une chambre séparée du fluide par une membrane. Ce système permet une meilleure maîtrise des dimensions de la pièce, mais nécessite des équipements plus complexes, en particulier pour garantir l'étanchéité sous haute pression[7, 19].

La **figure 1.4** illustre les différentes étapes du procédé CIC.

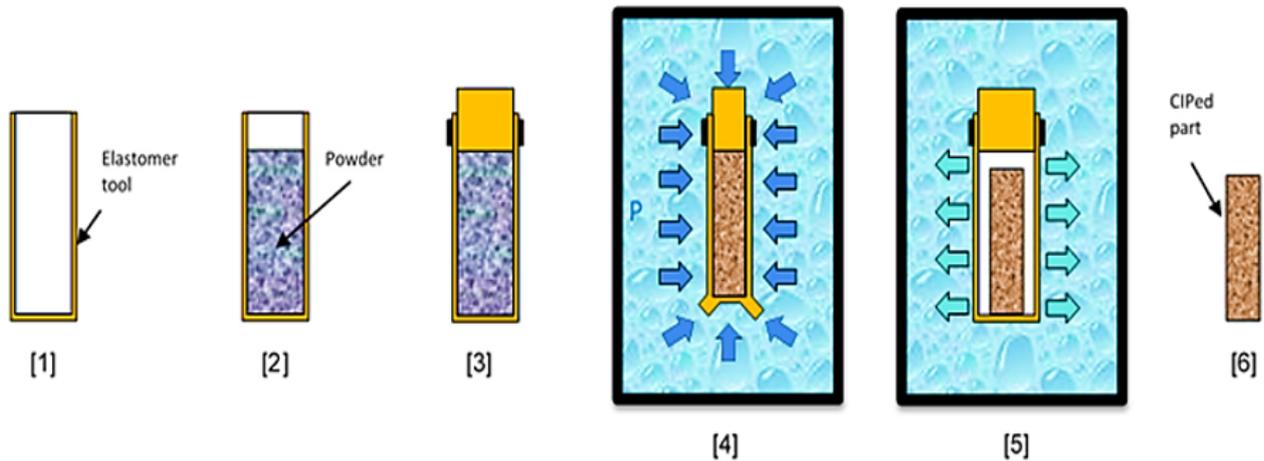


FIGURE 1.4 – Description des étapes de compactage isostatique à froid[20].

L'un des principaux avantages de la compression isostatique réside dans l'homogénéité de la densité au sein du compact, ce qui réduit considérablement les risques de fissuration et de déformation lors du frittage. Par ailleurs, cette méthode ne nécessite pas l'ajout de lubrifiants, ce qui simplifie le processus et améliore la qualité finale des pièces. Elle est particulièrement indiquée pour la fabrication de pièces de grandes dimensions ou de géométries complexes. Toutefois, son coût plus élevé et sa complexité technique en limitent l'usage à des productions de moyenne ou faible série, ou à des applications spécifiques nécessitant des performances particulières[21].

1.3.3 Moulage par injection de poudre (PIM)

Le moulage par injection de poudre, ou Powder Injection Molding (PIM), est un procédé technologique avancé qui combine les principes du moulage par injection des matériaux polymères avec ceux de la métallurgie des poudres. Il est particulièrement adapté à la fabrication de pièces complexes, miniatures ou de haute précision, souvent destinées aux secteurs de l'électronique, de la biomédecine ou de l'automobile[22, 23].

Ce procédé se décompose en quatre étapes successives (**Figure 1.5**). La première consiste à préparer un mélange en combinant une poudre métallique fine avec un liant thermoplastique organique, de manière à obtenir une pâte homogène et malléable. Cette pâte est ensuite injectée à température modérée dans un moule fermé, reproduisant avec fidélité la forme désirée. Après refroidissement, la pièce est extraite, puis soumise à une étape de déliantage, destinée à éliminer le liant sans altérer la structure de la poudre. Enfin, la pièce est frittée à haute température afin d'assurer la cohésion et la densification du matériau[22].

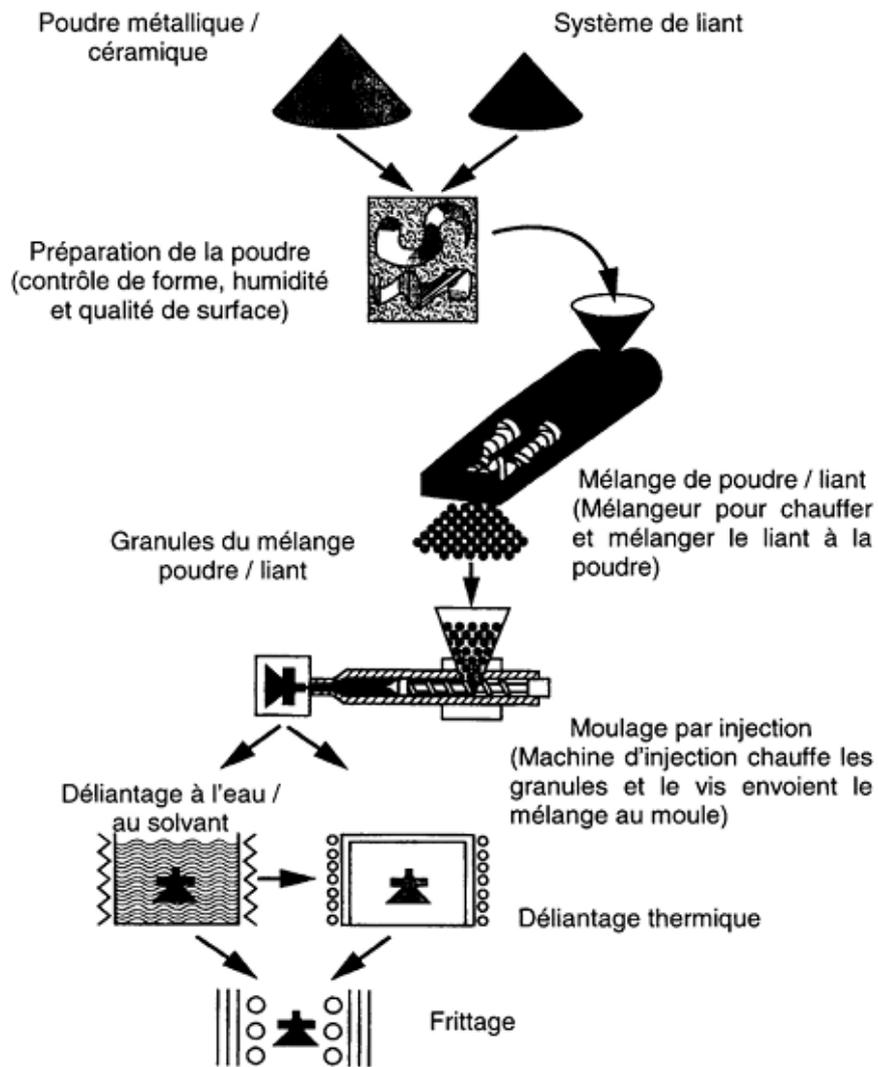


FIGURE 1.5 – Description des différentes étapes du procédé PIM[17].

Le moulage par injection offre plusieurs avantages significatifs. Il permet la production de pièces complexes sans avoir recours à l'usinage, tout en assurant une excellente précision dimensionnelle. De plus, il est compatible avec une automatisation complète du processus, ce qui en fait une solution économiquement viable pour les grandes séries. Néanmoins, il présente également certaines contraintes. Le coût des liants et la complexité des étapes de déliantage et de frittage exigent un contrôle rigoureux des paramètres de mise en œuvre. Des défauts internes peuvent apparaître si ces étapes ne sont pas parfaitement maîtrisées[24].

1.4 Le frittage

1.4.1 Définition

Le frittage est un procédé de consolidation thermique d'un matériau pulvérulent, sans fusion d'au moins un de ses constituants. Durant le chauffage, des ponts se forment entre les particules par transport de matière, dans le but de réduire les excès d'énergie d'interface. Ce phénomène entraîne généralement une réduction de la porosité et une croissance des grains. Ces modifications microstructurales correspondent à la densification, quantifiée par :

$$\text{Le taux de porosité : } p = \frac{V_p}{V} \quad \text{ou} \quad \text{La densité relative : } d_r = \frac{V_{th}}{V} = 1 - p$$

Avec :

V_p : volume des pores ; V : volume total ; V_{th} : volume théorique à densité maximale.

Le frittage provoque un retrait macroscopique (réduction des dimensions) ainsi qu'une densification (réduction du volume) par rapport à la pièce brute[25].

1.4.2 Types de frittage

1.4.2.1 Frittage en phase solide

Le frittage en phase solide se produit sans fusion d'aucun des constituants de la poudre. Ce procédé est typique des matériaux homogènes, où le frittage repose uniquement sur les mécanismes de diffusion à l'état solide. Les ponts entre les particules se forment progressivement par diffusion des atomes depuis les surfaces, les joints de grains ou le volume des particules. Le frittage en phase solide est généralement lent et nécessite des températures élevées pour favoriser la mobilité atomique. Il est bien adapté aux céramiques, aux métaux purs et aux alliages homogènes[26].

1.4.2.2 Frittage en phase liquide

Le frittage en phase liquide implique la formation d'une phase liquide transitoire durant le chauffage. Cette phase liquide, souvent issue de la fusion partielle d'un des constituants, facilite le transport de matière entre les particules solides. L'écoulement du liquide par capillarité entre les particules permet une densification rapide. Ce type de frittage est largement utilisé pour les alliages, les composites, ou les systèmes à plusieurs constituants où l'un d'eux a un point de fusion plus bas. La présence de liquide améliore l'homogénéité et réduit la température de frittage nécessaire, mais peut entraîner une croissance de grains excessive ou une ségrégation si elle n'est pas bien contrôlée[27].

1.4.3 Étapes du frittage

Les étapes de frittage sont illustrées par la **figure 1.6.a**. La **figure 1.6.b** montre la courbe de la densification qui représente l'évolution de la densité relative en fonction du temps de frittage[26]. L'opération de frittage se déroule typiquement en trois stades distincts, caractérisés par des mécanismes de transport de matière et des évolutions microstructurales progressives[25].

a. Stade initial : Il est caractérisé par la formation des contacts entre les particules qui se font sur de très faibles surfaces. Avec la montée de la température, ces contacts vont progressivement agrandir conduisant à la formation des cous. La croissance de ces derniers va conduire à une réduction importante de la surface libre du système et de l'énergie de surface. La structure des pores est, à ce moment, ouverte et complètement interconnectée. La densité dans ce stade varie entre 55% et 65% de la densité théorique ;

b. Stade intermédiaire : Durant ce stade, la densification se poursuit et devient de plus en plus importante. Cette densification est accompagnée généralement par un grossissement des grains et une croissance du diamètre des cous. Elle se fait par diffusion volumique et aux joints de grains. A cette étape, la majorité des pores s'arrondissent et restent interconnectés et il devient difficile de distinguer les particules initiales car les particules perdent leurs identités. Ces pores se localisent au niveau des joints de grains. Au cours de ce stade, la densité peut atteindre jusqu'à 92% de la densité théorique ;

c. Stade final : Le stade final est un processus très lent comparé aux deux stades précédents. Les pores deviennent de plus en plus sphériques. Ils se localisent au niveau des points triples des joints de grains avant de s'isoler complètement à l'intérieur des grains. Ce stade est caractérisé aussi par l'augmentation de la croissance des grains pendant que la porosité chute rapidement vers le zéro. Ces changements microstructuraux permettent une densification totale où la densité varie entre 92% et 100% de la densité théorique.

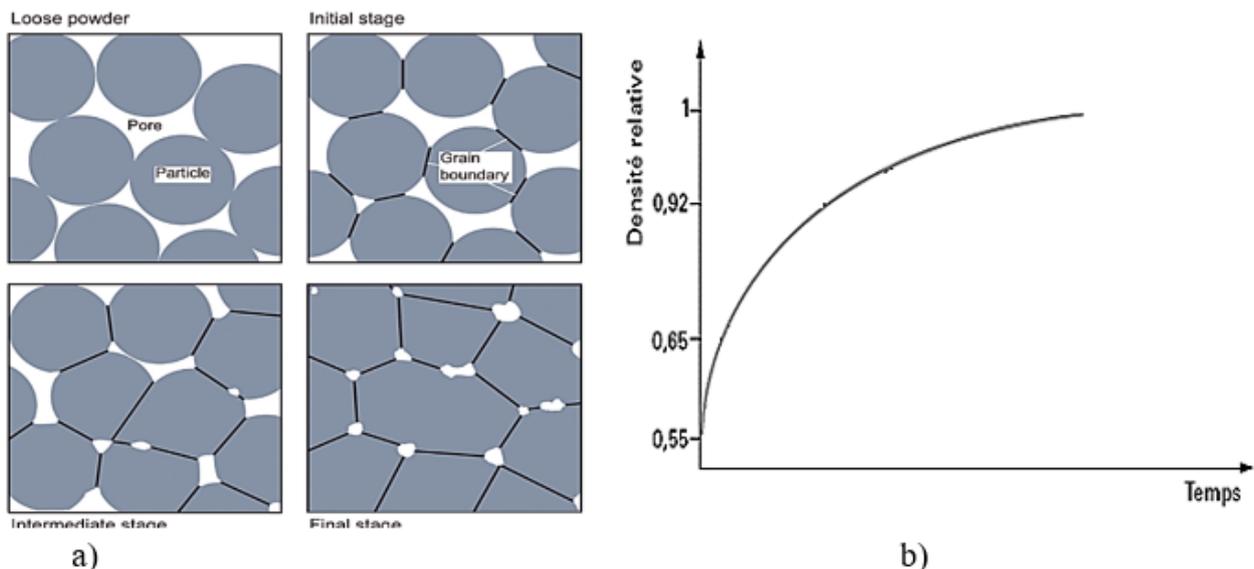


FIGURE 1.6 – a) Stades de frittage[28]. et b) Courbe de densification lors de frittage[29].

1.4.4 Forces et énergies motrices du frittage

Le frittage repose sur des forces motrices thermodynamiques qui poussent le système vers un état plus stable. Ces forces sont à l'origine des mécanismes de diffusion et de densification. Elles dépendent de l'état initial de la poudre, de la température et de la microstructure.

La force motrice principale du frittage est l'excès d'énergie libre associé aux interfaces présentes dans un matériau pulvérulent. Cet excès énergétique résulte de la grande surface spécifique des poudres par rapport à un solide dense. Le système cherche à minimiser cette énergie par formation de liaisons interparticulaires, réduction de porosité, et croissance des grains. Elle est liée à l'excès d'énergie libre dû à la nature pulvérulente du matériau[30].

1.4.5 Mécanismes de transport de matière

Le transport de matière au cours du frittage est essentiel pour la formation des ponts solides entre particules et la réduction de la porosité. Il est induit par des gradients d'énergie (surface, contraintes, lacunes) et se réalise via plusieurs mécanismes principaux, chacun ayant un rôle spécifique dans la consolidation ou la densification du matériau.

Le frittage est assuré par le transport de matière déclenché par les gradients de concentration et de contraintes. Les différents mécanismes sont expliqués ci-après[30, 31, 32, 33].

1.4.5.1 Diffusion en surface

Le transfert de matière, par ce mécanisme, se fait le long de la surface libre des grains. En raison du grand nombre de lacunes en surface des particules, ce mode de diffusion est généralement plus rapide que la diffusion en volume ou au joint de grains et il prépondérante au début de chauffage de la plupart des matériaux. La diffusion en surface est le premier mécanisme à s'activer. Il devient de moins en moins important au fur et à mesure que les défauts en surface sont annihilés et que la température de frittage augmente. Ce mécanisme de transport de matière a une énergie d'activation, généralement, plus faible que celle des autres mécanismes.

Cette diffusion peut jouer plusieurs rôles : si la diffusion au joint de grains est lente, elle contribue à la formation et la croissance du cou en apportant de la matière depuis la surface libre des grains vers la surface du cou. Dans le cas où la diffusion au joint de grains est rapide, elle permet de redistribuer, à la surface des grains, la matière déposée à la surface du cou par diffusion au joint de grains.

1.4.5.2 Diffusion aux joints de grains

La diffusion aux joints de grains est très importante pour la densification de la plupart des matériaux et des alliages où le transfert de matière se fait depuis le centre du joint de grains vers la surface du cou. En retirant de la matière de la zone de contact, la diffusion au joint de grains provoque le rapprochement des particules en contact, c'est ce que l'on appelle le retrait.

L'excès de matière apporté à la surface du cou est redistribué par diffusion surfacique et entraîne le grossissement du cou. Le transport de matière par diffusion aux joints de grains se réalise avec une énergie d'activation se situant généralement entre celles de la diffusion en

surface et de la diffusion en volume. Son impact dépend néanmoins de la taille des grains ou de la densité de joints de grains. Plus les grains sont fins, plus la diffusion selon les joints de grains est prépondérante.

1.4.5.3 Diffusion en volume

La diffusion se fait grâce aux lacunes du cristal. Un atome saute sur un site vacant, libérant son ancien site qui devient vacant et ainsi de suite. Ce mode de diffusion est beaucoup plus lent qu'en surface ou au joint de grains. Il conduit au retrait et à la densification du compact en poudre qui implique le transport de matière à travers les particules. Cette matière se dépose ensuite dans le cou formé par ces particules. La température, la composition chimique et la pression sont les facteurs dominants qui influencent ce mécanisme de transport de matière.

1.4.5.4 Évaporation-condensation

Le transport de matière se fait par phase gazeuse. Il dépend de la combinaison de trois phénomènes : évaporation, diffusion par voie gazeuse et condensation. L'origine de ce flux de matière est le gradient de pression d'équilibre de la phase gazeuse pour une surface courbe. Ce phénomène est analogue à la condensation capillaire. Les conséquences sont identiques à la diffusion en surface.

Le mécanisme d'évaporation-condensation intervient plus dans le frittage des matériaux peu stables thermiquement, en raison de la faible pression de vapeur à la température de frittage. Elle commence par une évaporation d'atomes à la surface des grains, puis un transport de ces atomes à travers les pores suivi d'une condensation à la surface des cous.

1.4.5.5 Migration des joints de grains

La migration du joint de grains intervient pour des grains de tailles différentes. Il y a alors un saut de contrainte de part et d'autre de l'interface qui provoque la formation des courbures puis la migration du joint de grains à travers le grain le plus petit. Ce phénomène peut être interprété en termes de migration des dislocations qui constituent le joint de grains. Il peut, également, être assimilé à de la diffusion au joint de grains dans la mesure où il est engendré par des flux de matière. La migration du joint de grains intervient principalement pour les stades avancés, finals, du frittage et contribue au grossissement des grains.

1.4.6 Variables de frittage

Le processus de frittage est influencé par plusieurs variables essentielles, notamment la température, le temps de frittage, la taille et la morphologie des particules, ainsi que l'atmosphère de frittage. Ces paramètres jouent un rôle déterminant dans la cinétique de densification, la microstructure finale et, par conséquent, dans les propriétés mécaniques des pièces obtenues.

Les principales variables influant sur le frittage sont :

a. Taille et morphologie des particules

La taille des particules joue un rôle déterminant dans la cinétique de frittage. Les poudres fines présentent une surface spécifique plus élevée, ce qui favorise la diffusion et accélère le frittage. Toutefois, elles peuvent également présenter des risques d'oxydation ou de contamination plus élevés[34].

La morphologie des particules influence quant à elle la densité verte (avant frittage), car les particules sphériques assurent un bon empilement mais une faible interconnexion, tandis que les formes irrégulières offrent de meilleurs points de contact, améliorant ainsi la cohésion initiale. Le choix de la taille et de la forme des particules doit être adapté à l'application finale.

b. Température

La température constitue le paramètre fondamental du frittage. Elle influence directement la vitesse des mécanismes de transport de matière, en particulier la diffusion atomique. En pratique, la température de frittage est généralement comprise entre 0,7 et 0,9 fois la température de fusion du matériau.

Une température trop basse limite les interactions entre particules et ralentit la densification. À l'inverse, une température excessive peut entraîner des phénomènes indésirables tels que la croissance excessive des grains, la formation de phases secondaires ou la fusion partielle. Ainsi, un ajustement précis de la température est nécessaire pour obtenir une microstructure homogène et des propriétés mécaniques optimales[34].

c. Temps

Le temps pendant lequel la pièce est maintenue à la température de frittage détermine l'étendue des mécanismes diffusifs. Un temps de maintien suffisant permet aux pores résiduels de se réduire et à la matière de migrer de manière efficace, favorisant la densification.

Cependant, un maintien prolongé peut induire une croissance exagérée des grains, ce qui peut affecter négativement la résistance mécanique ou la dureté du matériau. Un compromis est donc nécessaire pour atteindre un niveau de densité élevé sans compromettre la stabilité microstructurale[35].

d. Atmosphère

L'atmosphère dans laquelle le frittage est réalisé influe sur les réactions chimiques en surface et sur la qualité des interfaces. Une atmosphère oxydante peut provoquer la formation de films d'oxyde qui freinent la diffusion, tandis qu'une atmosphère réductrice (comme l'hydrogène) peut éliminer ces oxydes et faciliter le frittage.

Le vide est également utilisé pour les matériaux sensibles à l'oxydation, comme le titane. Le choix de l'atmosphère dépend donc de la nature chimique de la poudre, de sa propreté de surface, et des exigences fonctionnelles de la pièce frittée [36].

1.4.7 Techniques de frittage

Le frittage peut être réalisé selon différentes approches, en fonction des conditions thermiques, mécaniques ou physiques appliquées durant le procédé. Le choix de la technique dépend principalement des propriétés souhaitées, du type de matériau à traiter, et des contraintes économiques ou technologiques. On distingue généralement deux grandes familles : le frittage libre, qui repose uniquement sur la température, et le frittage activé, dans lequel des facteurs externes comme la pression, un champ électrique ou un plasma viennent accélérer le processus de densification[25].

1.4.7.1 Frittage sans pression (frittage libre)

Le frittage libre est la méthode la plus courante en métallurgie des poudres. Il consiste à chauffer un compact préalablement formé, sans appliquer de pression externe, à une température inférieure à celle de fusion du matériau. Ce traitement thermique active les mécanismes de diffusion atomique entre les particules, permettant leur liaison, la formation de joints de grains, et la réduction progressive de la porosité.

La température de frittage se situe généralement entre 70 % et 90 % de la température de fusion du matériau, et le temps de maintien doit être suffisamment long pour favoriser la densification sans entraîner une croissance excessive des grains. Ce procédé est simple à mettre en œuvre, économique, et adapté à la production en série, notamment pour les pièces de géométrie simple ou les matériaux thermiquement stables. Cependant, l'absence de pression limite la densité finale atteignable, qui reste souvent inférieure à celle des matériaux massifs. Le contrôle de l'atmosphère du four est également crucial pour éviter l'oxydation, notamment dans le cas des poudres métalliques sensibles.

Malgré ces limitations, le frittage libre reste largement utilisé dans l'industrie pour la fabrication de composants poreux, de pièces céramiques, ou de produits métalliques dont les performances mécaniques ne nécessitent pas une densité maximale.

1.4.7.2 Frittage activé

Le frittage activé regroupe des procédés dans lesquels la densification est favorisée par l'ajout d'une énergie ou d'un champ externe (pression, courant électrique, plasma) en plus de la température. Ces méthodes permettent d'abaisser la température de frittage, d'accélérer la cinétique de diffusion et d'atteindre une densité proche de la densité théorique.

Parmi les techniques les plus utilisées figurent le frittage sous pression (hot pressing), le pressage isostatique à chaud (HIP), le frittage par courant pulsé (SPS) et la consolidation par pression atmosphérique (CAP). Ces procédés offrent un meilleur contrôle microstructural, limitent la croissance des grains et conviennent aux matériaux réfractaires ou aux géométries complexes. En contrepartie, ils nécessitent des équipements plus coûteux et une mise en œuvre plus complexe que le frittage libre[37, 38].

1.4.7.3 Consolidation par pression atmosphérique (CAP)

Le procédé CAP est une technique de frittage avancée, introduite dans les années 1980, destinée à la densification efficace de poudres métalliques réfractaires, d'aciers à outils et de superalliages. Il s'agit d'une alternative économique au procédé HIP (Hot Isostatic Pressing), réputé pour son efficacité mais aussi pour ses coûts d'équipement élevés. Ce procédé a été pour la première fois exploité avec succès par H.L. Black et ses collaborateurs de la société Universal Cyclops Corporation, qui ont obtenu, par cette méthode, des pièces à densité quasi-théorique à partir de poudres atomisées au gaz. Leur brevet (German Patent N° 2913623, 1980) a démontré la possibilité de réaliser cette consolidation avec des équipements plus simples et moins coûteux[39, 40].

Le procédé repose sur l'utilisation de poudres sphériques de haute qualité, obtenues par atomisation au gaz, à faible teneur en oxygène. Ces poudres sont mélangées à de très faibles quantités d'agents activant, tels que l'acide borique (H_3BO_3) dissous dans du méthanol. Ce mélange a pour objectif de réduire l'effet inhibiteur des couches d'oxyde de surface sur la diffusion durant le frittage. Après évaporation de l'alcool par un léger préchauffage sous vide, une fine couche uniforme d'agent activant reste déposée à la surface de chaque particule, sans altérer les propriétés mécaniques du produit final.

La poudre traitée est ensuite transférée dans un moule en verre borosilicaté (souvent du Pyrex), choisi pour sa viscosité contrôlée à haute température. Ce moule, prolongé d'une extrémité étroite, est connecté à une pompe à vide et chauffé à environ 450 °C afin de dégazer la poudre (élimination de l'humidité et des gaz adsorbés). Une fois le dégazage terminé, le tube est scellé à chaud et séparé, formant ainsi une capsule contenant la poudre préparée. Cette capsule est ensuite placée dans un creuset réfractaire rempli de sable ou de poudre de graphite, qui permet de maintenir sa position et de compenser les retraits pendant le frittage.

Le frittage est réalisé dans un four à moufle standard, sous atmosphère ambiante. Durant le traitement thermique, le moule en verre se ramollit sous l'effet de la température et de la pression atmosphérique, exerçant une contrainte uniforme sur la poudre. L'action combinée de la pression et des mécanismes de diffusion, activés par les additifs chimiques, permet une densification rapide et homogène. Les pièces obtenues présentent une densité finale comprise entre 95 % et 99 % de la densité théorique.

Les différentes étapes du procédé CAP sont illustrées par la **figure 1.7**.

Un avantage notable de ce procédé est le démoulage spontané : lors du refroidissement, en raison de la différence des coefficients de dilatation thermique entre le verre et le matériau fritté, le moule se décolle sans effort, évitant ainsi toute opération secondaire de meulage ou d'usinage. Les pièces peuvent ensuite subir un traitement à chaud (forgeage, extrusion ou laminage) pour atteindre la densité complète et affiner la microstructure.

Le procédé CAP se distingue par sa simplicité, son coût réduit (grâce à l'utilisation de moules en verre au lieu de canettes métalliques coûteuses), et sa compatibilité avec des fours conventionnels, contrairement au HIP qui nécessite des installations sous haute pression et une atmosphère protectrice stricte. Il constitue ainsi une solution efficace et économique pour la fabrication de pièces métalliques de haute performance, notamment dans des applications de moyenne série ou à géométrie spécifique[41, 42].

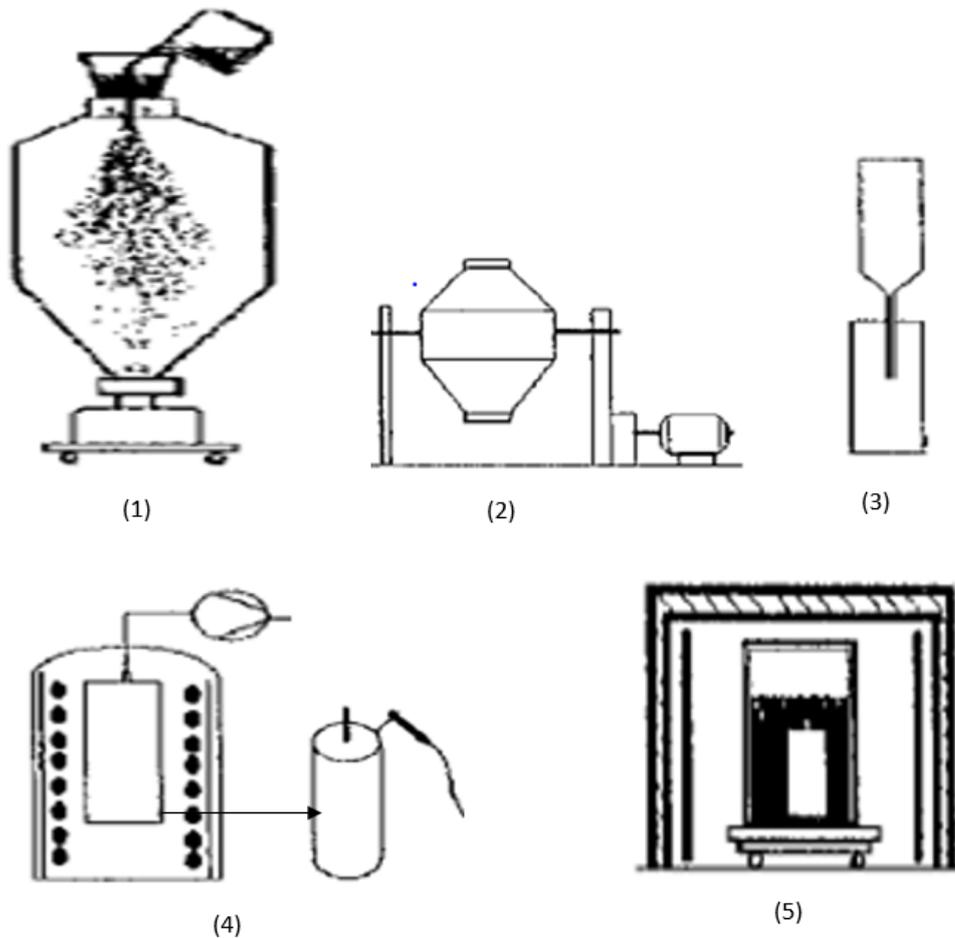


FIGURE 1.7 – Consolidation par pression atmosphérique : (1) Atomisation à gaz, (2) Mélange par H_3BO_3 , (3) Remplissage de la cannette en verre, (4) Dégazage et soudage de la cannette et (5) Frittage dans un four à moufle.

Conclusion

Le frittage constitue une étape clé dans l'obtention de pièces denses et performantes issues de la métallurgie des poudres. Selon les exigences visées, différentes techniques peuvent être mises en œuvre, allant du frittage libre, simple mais limité, aux procédés activés plus avancés comme le SPS ou le procédé CAP. Ce dernier, grâce à sa simplicité et son efficacité, s'avère particulièrement adapté aux matériaux réfractaires et aux superalliages. Le choix de la méthode de frittage dépend directement des caractéristiques des poudres utilisées, leur nature influençant la densification, la microstructure et les propriétés finales.

Dans cette continuité, le chapitre suivant aborde les aciers, matériaux essentiels en métallurgie, en présentant leurs caractéristiques, classifications et domaines d'application.

Chapitre 2

Dopage des aciers à outils par (Y_2O_3)

Introduction

Les aciers à outils sont des alliages ferreux dont les propriétés mécaniques se démarquent sensiblement de celles des aciers au carbone traditionnels, en raison de l'ajout d'éléments d'alliage spécifiques. Le présent chapitre propose une analyse approfondie de ces matériaux.

Dans un premier temps, les principales caractéristiques des aciers à outils ; à savoir leur composition chimique, leur microstructure et leurs propriétés mécaniques seront présentées. Ensuite, une classification en trois grandes catégories sera développée : les aciers pour travail à froid (cold work), pour travail à chaud (hot work) et les aciers rapides (high-speed steels), avec un focus particulier sur l'acier rapide **T15** afin d'illustrer leurs domaines d'application. Une attention particulière sera portée à l'étude des phases carburées, essentielles à la dureté élevée et à la résistance à l'usure de ces aciers. Enfin, les procédés de fabrication seront décrits, qu'il s'agisse des méthodes conventionnelles ou des technologies avancées issues de la métallurgie des poudres.

Une section sera également consacrée au dopage des aciers à outils par l'oxyde d'yttrium (Y₂O₃), une approche innovante visant à améliorer leur stabilité thermique, leur dureté et leur résistance à l'usure.

2.1 Généralités sur les aciers à outils

2.1.1 Définition des aciers à outils

Les aciers à outils sont des alliages ferreux ((Fe-C)) conçus pour fabriquer des outils mécaniques (matrices, poinçons, burins, outils de coupe, etc.), caractérisés par une combinaison unique de dureté élevée, résistance à l'usure, ténacité et stabilité à haute température (tenue à chaud).

Initialement issus d'aciers au carbone non alliés, ils ont évolué dès la fin du XIXe siècle avec l'ajout d'éléments comme le chrome, le tungstène, le vanadium, le molybdène ou le cobalt, qui favorisent la formation de carbures ultra-durs dispersés dans une matrice martensitique (obtenue par trempe), optimisant ainsi leur résistance mécanique et leur réponse aux traitements thermiques. Leur microstructure, associant ces carbures à une matrice rigide, leur confère une durabilité exceptionnelle contre l'abrasion et la déformation.

2.1.2 Les éléments d'alliages

La composition en éléments d'alliage des aciers à outils est le résultat d'un compromis entre diverses propriétés souvent opposées (dureté, ténacité, résistance à chaud, ductilité), tout en tenant compte des exigences économiques.

L'objectif est de concilier performance technique et rentabilité industrielle. Afin de répondre aux exigences mécaniques, thermiques et chimiques des outils industriels, les aciers à outils sont enrichis en éléments d'alliage soigneusement sélectionnés, chacun contribuant de manière spécifique aux propriétés finales du matériau. ^ù

Les principaux éléments d'alliage utilisés dans la composition des aciers à outils sont :

- **Le carbone (C)**

Élément fondamental, il influence directement la dureté et la résistance à l'usure par la formation de carbures. Cependant, une teneur excessive ($> 0,8\%$) réduit la ténacité. Le dosage du carbone est donc finement ajusté selon les applications (outils de coupe, matrices...).

- **Le Chrome (Cr)**

Le chrome forme des carbures ($Cr_{23}C_6$, Cr_7C_3) et améliore la trempabilité en retardant la formation de phases molles. Il augmente la résistance à l'usure et la tenue au revenu, ce qui le rend essentiel dans les applications soumises à des sollicitations thermomécaniques élevées[43].

- **Le vanadium (V)**

Le vanadium forme des carbures VC très durs et peu solubles, ce qui améliore la résistance à l'usure et affine la structure granulaire. Il agit aussi comme désoxydant et fixateur d'impuretés. Son rôle est central dans les aciers à outils de haute performance, notamment les aciers rapides[44].

- **Le tungstène (W) et le molybdène (Mo)**

Interchangeables sur le plan atomique ($(1\% Mo \approx 1,6-2\% W)$), ces deux éléments jouent des rôles complémentaires dans les aciers à outils. Le W, formant des carbures massifs, améliore la résistance à l'usure, la tenue à chaud et homogénéise la distribution des carbures. Le Mo, moins coûteux, produit des carbures fins qui augmentent la résistance à la traction, stabilisent les joints de grains et renforcent la résistance à la fatigue, bien qu'il réduise légèrement la ténacité et accentue la sensibilité à la décarburation. En combinaison avec le chrome, le Mo affine la microstructure et limite la croissance des grains, préservant ainsi les propriétés mécaniques après traitement thermique [43, 44].

- **Le silicium (Si)**

Présent à faibles teneurs ($(\sim 0,3\%)$), il améliore la résistance aux chocs et à la traction, notamment après revenu. Il stabilise la martensite en retardant son ramollissement et en repoussant sa fragilisation à plus haute température, ce qui augmente la durabilité des outils soumis à des sollicitations thermomécaniques[43, 44].

2.1.3 Classification des aciers à outils

Les aciers à outils sont classés par l'American Iron and Steel Institute (**AISI**) selon leur domaine d'utilisation (travail à froid, travail à chaud, aciers rapides), leur composition chimique et le type de traitement thermique appliqué (trempe à l'air, à l'eau ou à l'huile). Cette classification est présentée dans le **Tableau 2.1**.

Grâce à leurs propriétés mécaniques et thermiques, ces aciers sont particulièrement adaptés aux environnements industriels exigeants : estampage, fabrication de moules, usinage à grande vitesse, etc[43].

TABLE 2.1 – Désignation standard AISI des aciers à outils[45].

AISI Symbol	Tool Steel
M	Molybdenum High-Speed Steels
T	Tungsten High-Speed Steels
H	Hot-Work Steels
A	Air-Hardening, Cold-Work Steels
D	High-Carbon, High-Chromium, Cold-Work Steels
O	Oil-Hardening, Cold-Work Steels
S	Shock-Resisting Steels
P	Low-Carbon Mold Steels
W	Water-Hardening Steels

Selon l'utilisation principale, les aciers à outils sont classés comme suit :

2.1.3.1 Les aciers à outils pour travail à froid

Les aciers pour travail à froid, employés à des températures inférieures à 200 °C pour éviter leur ramollissement[46], se classent en trois groupes selon la norme **AISI**. Les différentes classes ainsi que leurs propriétés et leur domaine d'application sont regroupés dans le **tableau 2.2**.

Chaque groupe possède des éléments d'alliage distincts, avec une teneur globale en additions inférieure à celle des aciers résistants aux hautes températures. Leur atout majeur réside dans leur stabilité dimensionnelle élevée, garantissant une géométrie préservée même lors des traitements de trempe. Ces propriétés en font des matériaux de choix pour les applications exigeant précision et résistance à l'usure en environnement thermique modéré (ex. : découpe, estampage à froid)[47].

TABLE 2.2 – Les différents groupes des aciers à outils pour travail à froid [46, 47, 48, 49].

Groupe	Trempe	Propriétés	Domaines d'application
A	Trempe à l'air	<ul style="list-style-type: none"> - Riches en C, Mo, Cr, Mn - Dureté élevée (59–60 HRC), - Excellente stabilité dimensionnelle, homogénéité des carbures 	<ul style="list-style-type: none"> - Moules complexes, - Outils de découpe fine - Pièces de précision
D	Trempe à l'huile ou à l'air	<ul style="list-style-type: none"> - Riches en C (1,5–2,35 %) et en Cr (4–12 %) - Structure riche en carbures massifs (ex : Cr₇C₃) - Très haute résistance à l'usure - Sensible aux fissurations lors des traitements de trempe 	<ul style="list-style-type: none"> - Moules d'emboutissage, - Cavités complexes, - Outils de coupe haute performance
O	Trempe à l'huile	<ul style="list-style-type: none"> - C (~1,0 %), Mn, Cr (faible) - Bonne dureté - Résistance modérée à l'usure - Bonne usinabilité 	<ul style="list-style-type: none"> - Poinçons, outils de formage simples, - Instruments de mesure - Outils manuels

2.1.3.2 Les aciers à outils pour travail à chaud

Les aciers pour travail à chaud, identifiés par le préfixe H selon la classification AISI, se caractérisent par une grande résistance au ramollissement thermique, même en conditions extrêmes. Leur teneur modérée en carbone (0,30–0,40 %) et leur composition alliée assurent une dureté stable (52–56 HRC) à la fois à température ambiante et élevée. Leur microstructure optimisée garantit la conservation des propriétés mécaniques sous fortes sollicitations thermo-mécaniques, typiques des procédés tels que le forgeage, le moulage sous pression ou l’extrusion à chaud [50, 51].

En fonction de l’élément d’alliage principal, les aciers pour travail à chaud sont classés en trois grandes familles : les aciers au chrome, les aciers au tungstène et les aciers au molybdène.

- **Les aciers au chrome pour travail à chaud**

Les aciers de cette famille, désignés par les normes H10 à H19, sont relativement faiblement alliés. Ils contiennent typiquement entre 3 et 5 % de chrome en masse, associé à d’autres éléments comme le carbone, le tungstène, et parfois le vanadium. Leur composition chimique favorise une bonne ténacité, au détriment d’une dureté légèrement inférieure, située entre 40 et 55 HRC en conditions d’usage.

Ces caractéristiques rendent les aciers au chrome particulièrement adaptés aux applications de forgeage à chaud et de moulage sous pression, où la résistance à la fissuration thermique et la stabilité dimensionnelle sont des critères déterminants [50]).

- **Les aciers au tungstène pour travail à chaud**

Appartenant au groupe H21 à H26 selon la norme AISI, ces aciers partagent une composition proche de celle des aciers rapides, tout en présentant une teneur réduite en carbone.

Comparativement aux aciers rapides, ils offrent une ténacité supérieure, tout en conservant des performances thermomécaniques similaires.

À titre d’exemple, l’acier H26 peut être considéré comme une variante à faible teneur en carbone de l’acier rapide T15. La présence importante d’éléments d’alliage leur confère une stabilité thermique remarquable à haute température, bien qu’ils soient globalement plus fragiles, à dureté équivalente, que les aciers au chrome.

Les aciers au tungstène sont ainsi privilégiés pour des usages où la dureté à chaud et la résistance à la déformation plastique thermique sont prioritaires. D’ailleurs, au sein de la catégorie des aciers pour travail à chaud, les aciers de type H figurent parmi les plus durs [50, 52].

- **Les aciers au molybdène pour travail à chaud**

Les aciers au molybdène pour travail à chaud (normes H40 à H46) représentent la troisième grande famille du groupe H selon la classification AISI. Riches en molybdène, ils présentent une bonne résistance à la déformation à chaud, une stabilité microstructurale élevée et une ténacité conservée après traitement thermique. Leur microstructure enrichie en carbures leur confère une excellente résistance à l’usure, à la fissuration thermique et à l’érosion, les rendant adaptés à la coulée sous pression, au forgeage et à l’extrusion.

Par rapport aux aciers au chrome et au tungstène, ils offrent une meilleure trempabilité et une plus grande résistance à la fragilisation à chaud, en faisant un choix équilibré pour des conditions de service extrêmes [50, 51, 52].

2.1.3.3 Les aciers rapides

Les aciers rapides (HSS ; High Speed Steels) sont des aciers fortement alliés destinés principalement à la fabrication d'outils de coupe. Leur principal atout réside dans leur haute dureté (65–70 HRC) maintenue à température élevée, propriété connue sous le nom de dureté rouge (dureté à chaud). Cette dernière est assurée par la précipitation de carbures fins cohérents au sein de la matrice, ce qui garantit leur résistance à l'usure même lors d'usinage intensif à grande vitesse.

Les HSS contiennent environ 20% d'éléments d'alliage, dont du molybdène, du tungstène, du chrome, du vanadium, du cobalt, et du carbone. Selon la nature dominante de l'élément d'alliage, ces aciers sont classés en deux groupes : M (à base de molybdène) et T (à base de tungstène).

Malgré des compositions différentes, les groupes M et T présentent des propriétés mécaniques similaires, notamment en termes de trempabilité, évaluées via l'équivalent tungstène (**Weq**), généralement compris entre 17 et 20 % [51]. Du fait de sa masse atomique élevée, une teneur plus faible en molybdène suffit pour égaler l'effet du tungstène à concentration équivalente.

Ainsi, les HSS allient **dureté, tenue thermique et résistance à l'usure**, justifiant leur place essentielle dans les industries de l'outillage de coupe haute performance[50, 53].

- **Les aciers rapides de type M**

Les aciers rapides du groupe M, tels que les nuances M2, M41 à M47, sont fortement alliés au molybdène, en association avec du chrome, du vanadium, du carbone et, dans certaines compositions, du cobalt. Ils sont principalement utilisés pour la fabrication d'outils de coupe destinés à l'usinage à grande vitesse, en raison de leur excellente ténacité et de leur très bonne dureté à chaud.

La dureté maximale de ces aciers peut atteindre 70 HRC, notamment pour les aciers riches en carbone et en cobalt (M41, M42, etc.), bien que dans la plupart des applications industrielles, une dureté de 66 à 68 HRC soit suffisante pour assurer une bonne résistance à l'usure tout en conservant une certaine ductilité[50, 53].

Ces aciers sont néanmoins plus sensibles à la décarburation lors des traitements thermiques. Ils nécessitent donc une austénitisation à des températures plus basses que celles requises pour les aciers du groupe T. De plus, leur trempabilité c'est-à-dire leur capacité à durcir en profondeur est légèrement inférieure à celle des aciers au tungstène, ce qui peut limiter leur performance dans les géométries massives ou complexes[53].

Sur le plan microstructural, les aciers du groupe M sont composés d'une matrice martensitique trempée et revenue, dans laquelle se dispersent des carbures secondaires complexes M₆C et des carbures primaires MC, comme le montre la **figure 2.1** Cette microstructure, renforcée par des traitements thermiques d'austénitisation et de revenu, permet d'optimiser la résistance à la déformation thermique et la tenue mécanique à haute température[53, 54].

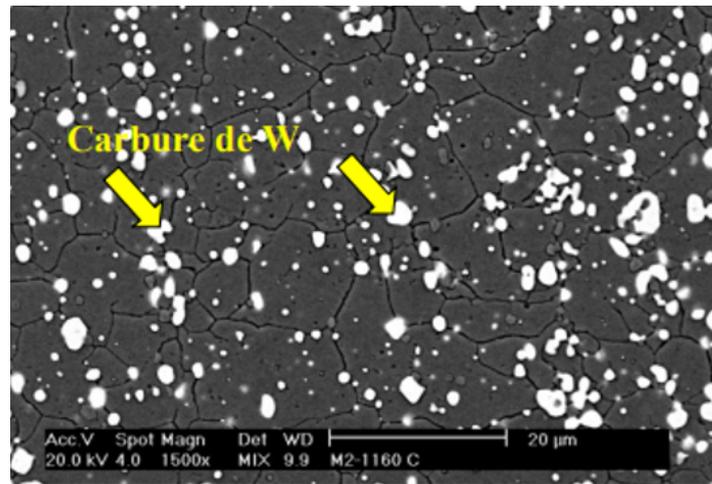


FIGURE 2.1 – Micrographie MEB d'un acier rapide de type M2 fritté[54].

- **Les aciers rapides de type T :**

Les aciers rapides du groupe T, notamment T1, T6 et T15, sont des aciers fortement alliés au tungstène, accompagnés de chrome, de vanadium, de carbone, et parfois d'autres éléments d'alliage. Ils sont historiquement les premiers aciers rapides développés et sont toujours utilisés pour des applications où la stabilité thermique et la trempabilité élevée sont essentielles.

Ces aciers peuvent atteindre une dureté maximale de 67 HRC, avec une dureté minimale garantie d'environ 64,5 HRC selon les nuances. Leur très bonne trempabilité permet un durcissement efficace sur des sections épaisses, ce qui les rend particulièrement adaptés aux outils de coupe complexes ou de grand diamètre[50, 53].

Bien que leur ténacité soit légèrement inférieure à celle des aciers du groupe M à dureté équivalente, ils offrent une meilleure stabilité des carbures à haute température et une résistance accrue à l'usure thermique, ce qui en fait des matériaux de choix pour les opérations d'usinage à sec ou en conditions thermiques extrêmes. L'acier T15, par exemple, est l'un des plus performants de cette famille pour des conditions de coupe sévères[53, 54].

La microstructure des aciers du groupe T est constituée d'une matrice martensitique contenant une dispersion de carbures M_6C à morphologie anguleuse, et de carbures MC, comme le montre la figure XX. Cette structure assure une stabilité remarquable à haute température, tout en renforçant la résistance à l'usure abrasive dans les environnements thermomécaniques contraignants[54, 55].

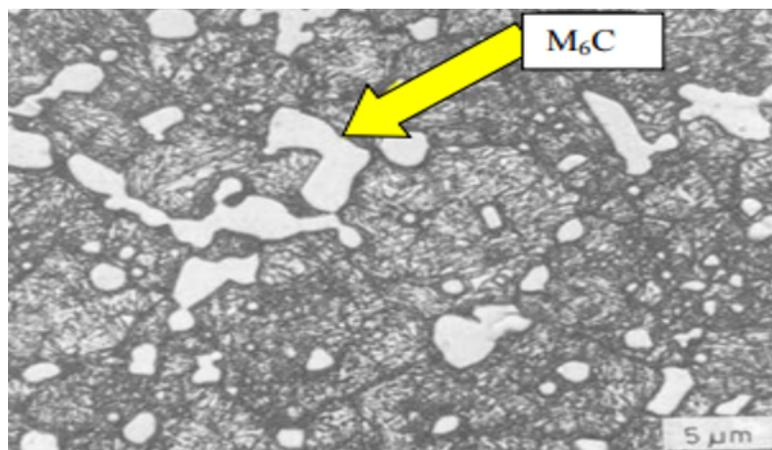


FIGURE 2.2 – Micrographie d'un acier rapide de type T6 fritté[55].

2.1.4 L'acier à outil T15

L'acier rapide T15, désigné selon la norme ASTM par T12015, appartient à la famille des aciers au tungstène (groupe T). Il est largement utilisé dans la fabrication d'outils de coupe haute performance, notamment pour l'usinage à grande vitesse, en raison de ses propriétés exceptionnelles à haute température. Sa densité est d'environ 8,193 g/cm³, et sa teneur en tungstène varie de 11,75 % à 13 % en masse, selon les spécifications[56].

La composition chimique typique de l'acier T15, conforme à la norme ASTM A600, est présentée le **tableau 2.3**.

TABLE 2.3 – Composition chimique typique de l'acier rapide T15 (norme ASTM A600)[56].

Élément	Pourcentage en masse (%)
Carbone (C)	1,50 – 1,60
Tungstène (W)	12,00 – 13,00
Vanadium (V)	4,75 – 5,50
Chrome (Cr)	3,75 – 4,50
Molybdène (Mo)	0,90 – 1,30
Cobalt (Co)	4,75 – 5,25
Silicium (Si)	0,20 – 0,45
Manganèse (Mn)	0,15 – 0,40
Soufre (S)	0,030
Phosphore (P)	0,030
Fer (Fe)	Équilibre

La composition chimique de l'acier T15 lui confère une synergie de propriétés mécaniques remarquables, détaillées ci-dessous :

a. Dureté élevée

L'acier T15 présente une dureté élevée, comprise entre 63 et 68 HRC, ce qui lui permet de résister efficacement à la déformation plastique lors des opérations d'enlèvement de matière. Il conserve cette dureté à haute température, conférant une dureté à chaud, dite dureté rouge essentielle pour les conditions d'usinage intensif[50, 53].

b. Limité d'élasticité élevée

Le T15 offre une excellente résistance à la déformation permanente ainsi qu'un bon comportement en fluage, notamment dans les zones de surface soumises à des températures élevées, typiques des applications de travail à chaud[50].

c. Bonne ténacité

Malgré sa dureté, l'acier T15 conserve une ténacité significative, lui permettant de supporter des contraintes extrêmes sans rupture brutale. Cette capacité à absorber l'énergie avant rupture améliore la tolérance aux défauts microstructuraux et prolonge la durée de vie des outils en service[53, 55].

d. Excellente résistance aux chocs

Il résiste aux sollicitations dynamiques rapides et aux zones de concentration de contraintes, garantissant une fiabilité élevée dans les applications à haute vitesse ou à impacts répétés.

e. Résistance élevée à l'usure

Le T15 se distingue par sa capacité à résister aux mécanismes d'usure multiples (abrasion, adhérence, délamination), grâce à sa microstructure enrichie en carbures durs, assurant la longévité des outils, même en conditions sévères[50, 54]

2.1.5 Production des aciers à outils

La production des aciers à outils peut être réalisée selon deux voies principales :

- Les procédés conventionnels, reposant sur la coulée de lingots suivie de mises en forme thermomécaniques ;
- La métallurgie des poudres (MDP), permettant une meilleure homogénéité microstructurale.

2.1.5.1 Elaboration des aciers par métallurgie conventionnelle

La métallurgie conventionnelle constitue une méthode largement utilisée pour la production d'aciers à outils, notamment dans le cas de matrices, moules et outils de coupe de grandes dimensions. Le procédé repose sur une succession d'étapes techniques, visant à affiner la composition chimique, assurer une mise en forme efficace, et améliorer partiellement les propriétés métallurgiques.

Les étapes successives de la métallurgie conventionnelle sont :

a. Fusion et affinage

L'acier est élaboré dans un four à arc électrique (EAF) à partir d'un mélange de ferrailles sélectionnées, de fer réduit et de fonte brute. Un affinage secondaire (désulfuration, désoxydation, VOD) permet de réduire les inclusions non métalliques et d'ajuster précisément la composition chimique [57, 58].

b. Coulée

L'acier fondu est ensuite coulé soit en lingotière, soit par coulée continue. L'utilisation de systèmes semi-automatisés (ATS) améliore le contrôle thermique et réduit partiellement la ségrégation macro-structurale[59].

c. Forgeage et laminage

Les lingots ou blooms sont soumis à un forgeage ou laminage à chaud, pour affiner la taille de grain, homogénéiser les carbures, et améliorer la compacité du matériau. Cette étape augmente la résistance à l'usure et la ténacité finale des pièces forgées[59].

d. Remoulage (ESR ou VAR)

Pour certaines nuances critiques (ex. H11, H13), un remoulage électro-slag (ESR) ou par arc sous vide (VAR) est ajouté pour éliminer les inclusions résiduelles et homogénéiser davantage la microstructure, assurant une propreté métallurgique élevée [60, 61].

L'un des principaux inconvénients de la coulée conventionnelle réside dans la formation d'une microstructure grossière et hétérogène. En particulier, les carbures de vanadium, très durs mais peu solubles, tendent à se distribuer de manière non uniforme. Ils présentent souvent une orientation préférentielle dans la direction de corroyage (laminage ou forgeage) et une taille relativement importante, ce qui nuit à la ténacité globale du matériau.

La **Figure 2.3** illustre cette hétérogénéité microstructurale. Elle montre une micrographie d'un acier rapide M3/2 élaboré par coulée en lingots, révélant une distribution non homogène des carbures dans la matrice métallique.

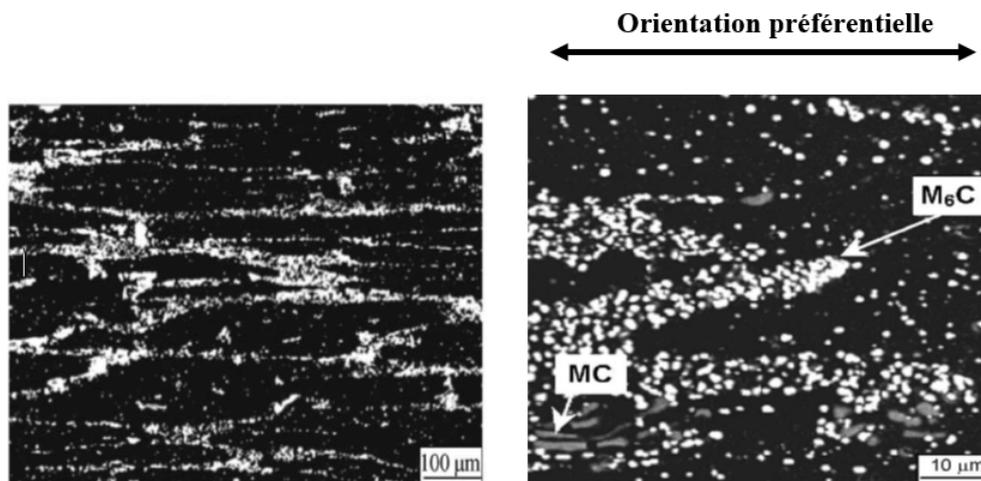


FIGURE 2.3 – Microstructure d'un acier à outil M3/2 élaboré par la métallurgie conventionnelle[62].

2.1.5.2 Production des aciers à outils par métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres (MDP) est aujourd'hui une méthode incontournable pour la production d'aciers à outils hautes performances, notamment les aciers pour travail à froid et les aciers rapides. Ce procédé permet d'obtenir des microstructures homogènes et raffinées, en éliminant les problèmes de ségrégation chimique typiques des procédés de fusion conventionnels. Il offre en outre une grande flexibilité dans la formulation des alliages, permettant de développer des nuances complexes aux propriétés ciblées[63].

Les produits issus de la MDP se présentent généralement sous forme de billettes densifiées, de barres laminées, de pièces semi-finies ou de formes quasi-nettes, comme dans le cas des plaquettes de coupe.

Le processus de production des aciers à outils par métallurgie des poudres, illustré par la figure 2.4., comprend les étapes principales suivantes :

a. Fusion et atomisation

Un métal pré-allié est fondu, puis transformé en poudre fine par atomisation gazeuse sous gaz inerte. Ce refroidissement rapide produit des particules sphériques à microstructure fine et homogène, évitant la formation de carbures grossiers. Les poudres sont ensuite encapsulées dans des conteneurs métalliques et soumises à un traitement thermique préparatoire.

b. Compression isostatique à chaud (HIP)

Les conteneurs contenant les poudres sont comprimés à chaud (HIP) afin de produire des billettes denses et homogènes, sans porosité résiduelle. Cette étape garantit une distribution uniforme des carbures, dont la taille moyenne est généralement comprise entre 2 et 4 μm [63].

c. Transformation secondaire

Les billettes obtenues sont ensuite forgées ou laminées pour produire des barres ou des pièces prêtes à l'emploi, selon des géométries proches du produit final.

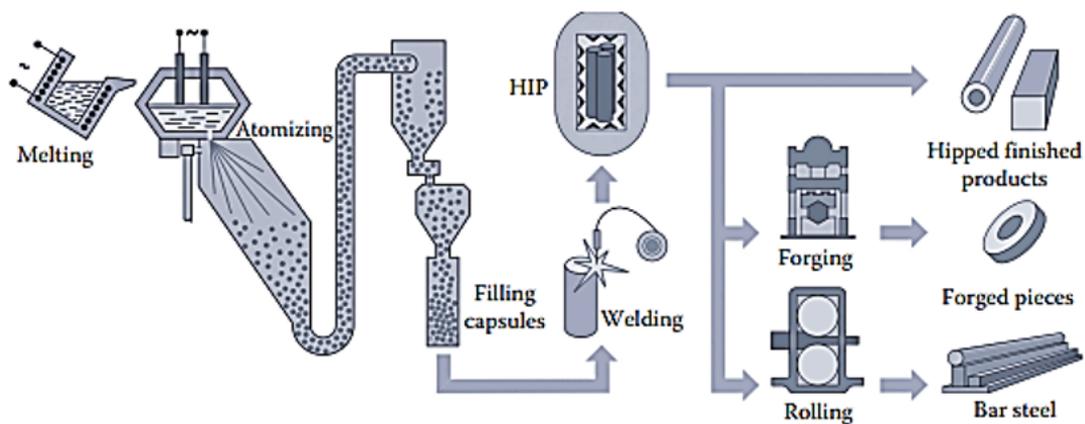


FIGURE 2.4 – Fabrication des aciers à outils par métallurgie des poudres[63].

2.1.5.3 Avantages de la métallurgie des poudres par rapport aux procédés conventionnels

Grâce à sa capacité à produire des microstructures fines et contrôlées, la métallurgie des poudres offre de nombreux avantages par rapport aux méthodes conventionnelles de fabrication des aciers à outils. Ces avantages concernent à la fois les propriétés mécaniques, la qualité métallurgique, et la liberté de formulation des alliages :

a. Propriétés mécaniques améliorées

Les aciers PM présentent une meilleure résistance à l'usure, une ténacité accrue, ainsi qu'une plus grande ductilité et durée de vie en fatigue, grâce à leur microstructure fine et homogène.

b. Formulation des alliages avancés

La PM permet d'élaborer des nuances fortement alliées, inaccessibles par fusion classique, en raison du risque de ségrégation ou de solidification non contrôlée (23).

La **Figure 2.5.** présente des micrographies comparatives d'un acier rapide de type T15 obtenu respectivement par métallurgie des poudres (MDP) et par coulée en lingot. Elles illustrent clairement l'avantage de la MDP en montrant une distribution uniforme et plus fine des carbures, en opposition à la microstructure grossière et orientée observée dans l'acier coulé en lingot

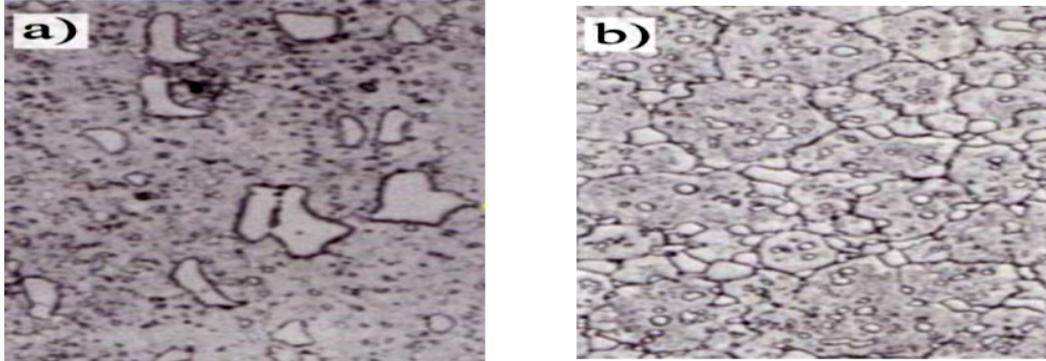


FIGURE 2.5 – Micrographies d'acier T15 montrant des carbures alliés, a) Acier corroyé et b) Acier élaboré par MDP[64].

2.2 Dopage par Y_2O_3

2.2.1 Généralités sur l'oxyde d'yttrium (Y_2O_3)

L'oxyde d'yttrium (Y_2O_3) est un oxyde céramique de type réfractaire, appartenant à la famille des oxydes rares. Il se présente sous forme de poudre blanche, chimiquement stable, avec un point de fusion élevé (environ $2430\text{ }^\circ\text{C}$) et une excellente résistance à l'oxydation. Son caractère non réactif en conditions extrêmes en fait un composant idéal pour les environnements métallurgiques sévères. L' Y_2O_3 est électriquement isolant, mais joue un rôle clé dans les alliages métalliques en raison de sa capacité à former des dispersoïdes stables.

Dans les systèmes métalliques, le Y_2O_3 ne se dissout pratiquement pas dans la matrice, ce qui favorise sa dispersion sous forme de particules ultrafines dans les aciers, notamment dans les aciers ODS (Oxide Dispersion Strengthened). Ces particules agissent comme obstacles au mouvement des dislocations, améliorent la stabilité thermique des grains et contribuent à la résistance à l'usure et au fluage[65, 66].

2.2.2 Dopage des aciers par Y_2O_3

Le dopage des aciers à outils par l'oxyde d'yttrium (Y_2O_3) constitue une stratégie innovante visant à améliorer les propriétés mécaniques et microstructurales des aciers élaborés par métallurgie des poudres. Ce procédé repose sur l'ajout contrôlé d'YO dans la poudre initiale, afin de tirer parti des effets bénéfiques de cet oxyde réfractaire, notamment en matière de raffinement de la microstructure, de stabilisation thermique et de résistance à l'oxydation[67].

2.2.2.1 Rôle métallurgique d' Y_2O_3

a. Raffinement de grain

Les particules d' Y_2O_3 agissent comme sites de nucléation durant la solidification ou la recristallisation, ce qui conduit à une taille de grain plus fine et améliore la résistance mécanique.

b. Renforcement par dispersion

La dispersion stable d' Y_2O_3 freine le glissement des dislocations, augmentant la dureté et la tenue en service[67].

c. Stabilité à haute température

Grâce à son point de fusion élevé ($> 2400\text{ }^\circ\text{C}$), l' Y_2O_3 stabilise la microstructure durant les cycles thermiques.

d. Amélioration de la propreté

Le dopage contribue à piéger les inclusions non métalliques, améliorant la durée de vie en fatigue[67].

2.2.2.2 Mécanismes associés au dopage

L'introduction d'un dopant dans les aciers élaborés par métallurgie des poudres modifie profondément les mécanismes physico-chimiques qui interviennent pendant le frittage. Ces effets, bien que dépendants de la nature et de la teneur du dopant, se traduisent par des améliorations significatives des propriétés finales du matériau. Les principaux mécanismes associés sont les suivants :

a. Formation de dispersoïdes nanométriques

Les particules de dopant en raison de leur faible solubilité dans la matrice métallique, se dispersent sous forme de dispersoïdes nanométriques très stables. Ces particules agissent comme des obstacles efficaces au mouvement des dislocations ainsi qu'à la migration des joints de grains. Ce phénomène est à l'origine d'un renforcement par dispersion, contribuant à accroître la dureté, la résistance au fluage et la tenue mécanique à chaud du matériau.

b. Diminution du taux de porosité pendant le frittage

La présence de dopant influence favorablement les mécanismes de diffusion responsables de la densification. Les particules dopantes favorisent la formation de contacts entre grains plus efficaces et peuvent également agir comme activateurs de frittage, en réduisant l'énergie d'activation nécessaire à la diffusion. Cela se traduit par une réduction du taux de porosité résiduelle et une augmentation du taux de densification finale, même à température modérée.

c. Stabilisation microstructurale à haute température

Les dispersoïdes d'oxyde jouent un rôle essentiel dans la stabilité dimensionnelle et microstructurale du matériau lors d'un traitement thermique ou d'un service prolongé à haute température. En limitant la croissance des grains et en freinant la coalescence des phases secondaires, le dopant permet de préserver les propriétés mécaniques dans des environnements sévères, en particulier dans les aciers ODS destinés à des applications à haute température.

2.2.2.3 Méthodes d'introduction du dopant

Lors de la synthèse d'une poudre ou de l'élaboration d'une barbotine, des éléments étrangers peuvent être introduits pour modifier le comportement en densification. L'ajout de seulement quelques centaines de ppm peut suffire à produire des microstructures très différentes, influençant directement les propriétés finales du matériau. Plusieurs méthodes d'introduction du dopant sont possibles[68].

a. Mélange par voie humide

Le dopant, généralement sous forme de sel (ex. nitrate ou chlorure) ou d'oxyde très finement dispersé, est incorporé dans une suspension aqueuse ou organique stable contenant la poudre de base. Cette méthode favorise un bon enrobage des particules et une répartition homogène du dopant après séchage. Elle est particulièrement adaptée lorsque le contrôle de la dispersion est critique, comme dans le cas des poudres ultrafines.

b. Mélange par voie sèche

Dans cette méthode, la poudre de dopant est mélangée mécaniquement à la poudre de base à l'aide de broyeurs à boulets, mélangeurs planétaires ou mélangeurs à cuve. Bien que simple à mettre en œuvre, elle nécessite un contrôle rigoureux du temps et de l'intensité du mélange pour éviter la ségrégation ou l'agglomération des particules d'oxyde[69].

c. Méthode d'imprégnation

Le dopant est dissous dans une solution puis ajouté lentement au support poreux, dans un volume équivalent à la capacité d'absorption des pores. Le dopant est d'abord dissous dans une solution liquide (généralement aqueuse), puis cette solution est introduite lentement dans une poudre poreuse ou un support absorbant. Le volume de solution est ajusté pour correspondre à la capacité d'absorption des pores. Cette méthode permet une distribution uniforme des ions dopants dans le réseau poreux, suivie d'un traitement thermique pour fixer l'oxyde formé sur les parois internes des grains ou pores.

2.2.2.4 Localisation des dopants

Les dopants peuvent se localiser dans différentes zones de la microstructure, influençant de manière significative le comportement du matériau lors du frittage[68].

a. Dopants en solution solide dans le grain (en volume)

Les atomes étrangers s'introduisent dans le réseau cristallin pendant le frittage, soit par substitution (à la place des atomes de la matrice), soit dans des sites interstitiels. Ces défauts ponctuels affectent les coefficients de diffusion en volume.

b. Dopants ségrégés aux joints de grains

Lorsque la solubilité dans le volume du grain est atteinte, les dopants peuvent se concentrer aux joints de grains sous forme de solution solide. Cette ségrégation modifie les propriétés de diffusion le long des joints, impactant le frittage et la croissance des grains.

c. Dopants sous forme de précipités

Si la solubilité est dépassée dans les grains et aux joints, le dopant peut former une seconde phase sous forme de précipités localisés aux joints de grains ou aux points triples. Ces précipités peuvent inhiber la migration des joints de grains, limitant ainsi la croissance, ou au contraire former une phase liquide, accélérant la diffusion et modifiant profondément les mécanismes de frittage.

Dans le cas des aciers, la solubilité de l'yttrium dans la matrice ferritique ou martensitique est extrêmement limitée, de l'ordre de quelques ppm.

L'Y₂O₃ ne forme donc pas de solution solide significative dans le volume du grain. Il tend plutôt à se concentrer aux joints de grains ou à former des précipités stables sous forme de dispersoïdes fins d'oxyde, particulièrement efficaces pour le renforcement par dispersion. Cette faible solubilité est justement exploitée dans les aciers ODS (Oxide Dispersion Strengthened), où les particules d'Y₂O₃ jouent un rôle crucial dans le blocage des dislocations et la stabilité thermique de la microstructure[70].

2.3 Conclusion

Dans ce chapitre, les différentes familles d'aciers à outils ont été présentées en tenant compte de leur classification, de leur composition chimique et des procédés d'élaboration. Une attention particulière a été portée à la métallurgie des poudres, qui constitue une voie privilégiée pour obtenir des matériaux à haute performance, grâce à une microstructure homogène et contrôlée.

Le chapitre a également mis en évidence l'intérêt du dopage par l'oxyde d'yttrium (Y₂O₃), dont les effets bénéfiques sur la microstructure, la densification et la tenue mécanique des aciers à outils ont été largement démontrés. L'Y₂O₃, en raison de sa stabilité thermique et de sa capacité à former des dispersoïdes, permet d'améliorer significativement la dureté, la résistance à l'usure et la stabilité dimensionnelle des matériaux frittés.

Sur la base de ces fondements théoriques, le chapitre suivant sera dédié à l'étude expérimentale portant sur l'élaboration d'un acier rapide de type **T15** dopé à l'oxyde d'yttrium (Y₂O₃). Il présentera en détail les conditions de consolidation de la poudre, les paramètres de frittage, ainsi que les méthodes de caractérisation microstructurale et mécanique mises en œuvre.

Fusce mauris. Vestibulum luctus nibh at lectus. Sed bibendum, nulla a faucibus semper, leo velit ultricies tellus, ac venenatis arcu wisi vel nisl. Vestibulum diam. Aliquam pellentesque, augue quis sagittis posuere, turpis lacus congue quam, in hendrerit risus eros eget felis. Maecenas eget erat in sapien mattis porttitor. Vestibulum porttitor. Nulla facilisi. Sed a turpis eu lacus commodo facilisis. Morbi fringilla, wisi in dignissim interdum, justo lectus sagittis dui, et vehicula libero dui cursus dui. Mauris tempor ligula sed lacus. Duis cursus enim ut augue. Cras ac magna. Cras nulla. Nulla egestas. Curabitur a leo. Quisque egestas wisi eget nunc. Nam feugiat lacus vel est. Curabitur consectetuer.

Chapitre 3

Procédure expérimental

Introduction

Ce travail a pour objectif l'étude de la cinétique de densification d'une poudre d'acier à outil de type T15 dopée à l'oxyde d'yttrium (Y_2O_3), consolidée par le procédé de Consolidation par Pression Atmosphérique (CAP). Ce procédé, alternatif au frittage isostatique à chaud, s'effectue à basse pression (0,1 MPa), équivalente à la pression atmosphérique, sans application de contrainte mécanique externe. Il permet ainsi d'explorer les mécanismes de frittage dans des conditions thermiques contrôlées, tout en conservant une approche économiquement viable.

Le travail expérimental s'articule autour de plusieurs étapes clés. Dans un premier temps, la poudre de T15 est soumise à une opération de désoxydation ou décapage, étape essentielle pour éliminer les oxydes de surface susceptibles d'entraver le processus de densification. Cette opération est suivie d'une caractérisation approfondie de la poudre, portant sur sa composition chimique, la morphologie des particules, ainsi que la distribution granulométrique et la taille moyenne des particules.

Dans une deuxième phase, le dopage à l'oxyde d'yttrium (Y_2O_3) est réalisé par imprégnation chimique, dans le but de modifier la cinétique de frittage et d'améliorer les propriétés mécaniques du matériau final. Une fois dopée, la poudre est soumise au procédé de CAP afin d'obtenir des échantillons consolidés.

Enfin, une série de caractérisations microstructurales et mécaniques est menée sur les échantillons obtenus, dans le but d'évaluer l'effet du dopage sur la cinétique de frittage, la densification et les propriétés mécaniques, notamment la dureté et la résistance à l'usure des échantillons obtenus. Ces étapes sont décrites en détail dans le présent chapitre.

3.1 Caractérisation des poudres utilisées

Au cours de cette étude, deux types de poudres ont été utilisés : une poudre d'acier à outil de type T15 et une poudre d'oxyde d'yttrium (Y_2O_3). Dans ce qui suit, nous présenterons les principales propriétés de ces poudres, ainsi que les techniques utilisées pour leur caractérisation. Les propriétés analysées sont : la composition chimique, la taille moyenne des particules, la distribution granulométrique et la morphologie des particules.

3.1.1 La poudre de l'acier à outil T15

3.1.1.1 La composition chimique

La composition chimique de la poudre d'acier à outil de type T15 utilisée dans cette étude a été déterminée par spectrométrie de masse. Les résultats obtenus sont présentés dans le **Tableau 3.1**. On observe que cette poudre est fortement enrichie en tungstène (W), vanadium (V), chrome (Cr) et cobalt (Co), ce qui confirme son appartenance à la nuance T15, conformément à la norme ASTM.

Table 3.1 – Composition chimique de la poudre d'acier à outil de type T15.

Élément	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	W	V	Co
[%] massique	1.23	0.28	0.37	5.00	0.23	0.68	13.7	5.66	5.03

3.1.1.2 La taille moyenne des particules et la distribution granulométrique

la taille moyenne et la distribution en taille moyenne des particules de la poudre d'acier T15 ont été déterminées par la technique de tamisage. Une masse de 200 gr de poudre a été placée au-dessus d'une série de tamis empilés, dont les ouvertures diminuent progressivement de haut en bas. Les tamis choisis, de haut en bas, ont les tailles des ouvertures respectivement (200 μ m, 140 μ m, 112 μ m, 75 μ m, 56 μ m, 40 μ m et 25 μ m), et l'assiette, qui sert à retenir les particules très fines. L'ensemble (poudre et tamis) est ensuite placé dans une machine de vibration qu'on la met en marche pendant 30 min. Lorsque le temps s'écoule et la masse de la poudre se sépare en plusieurs fractions appelées refus, on arrête la machine et on procède à la pesée du refus retenu de chaque tamis. La **figure 3.1** montre la tamiseuse utilisée.



FIGURE 3.1 – Photo de la tamiseuse utilisée.

Les résultats obtenus, présentés dans le **Tableau 3.2**, ont permis de déterminer la taille moyenne des particules ainsi que la courbe de distribution granulométrique de la poudre d'acier T15 montré par la **Figure 3.2** à partir de l'équation suivante :

$$Dm = O_1X_1 + \frac{1}{2}(O_1 + O_2)X_2 + \frac{1}{2}(O_2 + O_3)X_3 + \dots + \frac{1}{2}(O_n + O_{n+1})X_{n+1} \quad (3.1)$$

Où : Dm : Le diamètre moyen de la poudre ;

O1, O2, On : les ouvertures des tamis ;

X1, X2, Xn : fractions massiques des refus retenus des tamis.

Table 3.2 – Résultats de tamisage de la poudre d'acier à outil T15.

Ouverture de tamis (μm)	Masse de refus (g)	Fraction massique (%)
200	14.15	7.075
140	26.72	13.36
112	17.89	8.945
75	46.02	23.01
56	46.52	23.26
40	28.93	14.465
Assiette	16.37	8.185
Total	196.60	98.30

Le diamètre moyen des particules est de 94,3 μm

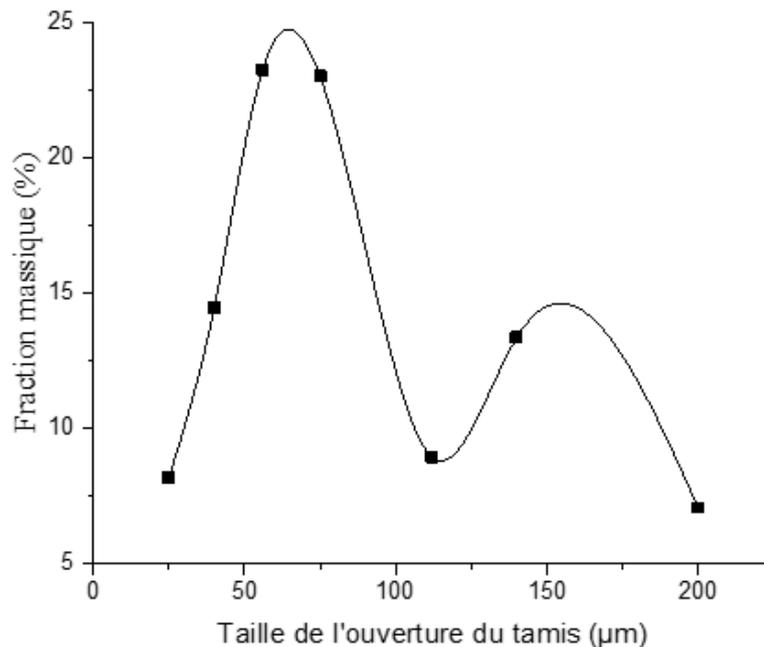


FIGURE 3.2 – Courbe de distribution granulométrique de la poudre d'acier à outils T15.

3.1.1.3 La morphologie des particules

La morphologie des particules de la poudre d'acier à outil T15, a été déterminée par microscopie électronique à balayage MEB. Les observations révèlent des particules de forme sphérique, ce qui confirme que cette poudre a été élaborée par atomisation à gaz. La Figure 334 présente les morphologies des particules de poudres utilisées.

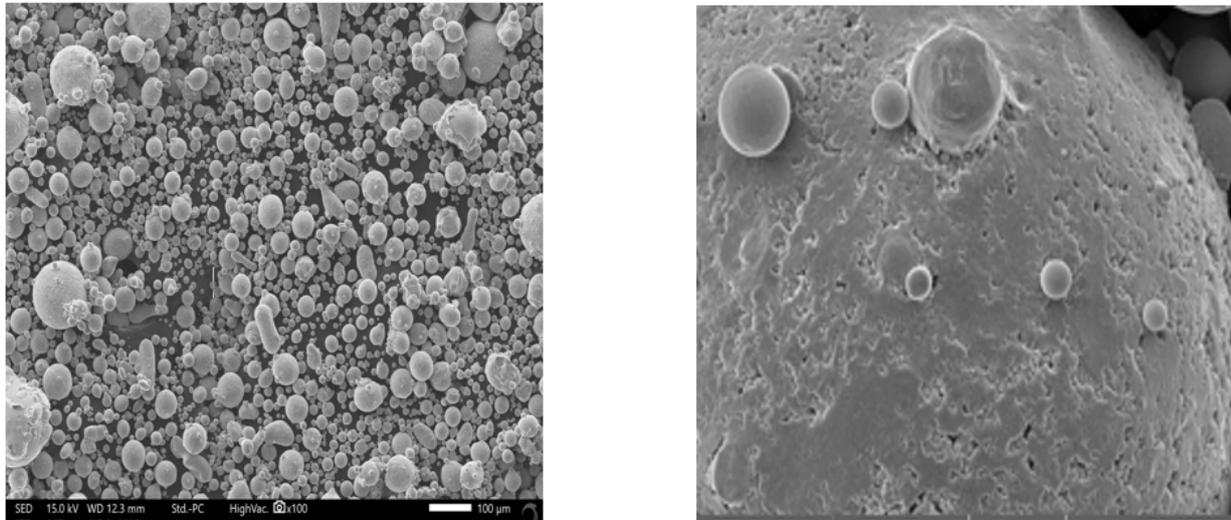


FIGURE 3.3 – Micrographies par MEB illustrant des particules de la poudre d’acier T15.

Cette analyse microstructurale ne montre pas seulement la morphologie mais aussi confirme la distribution granulométrique des poudres issue de tamisage.

3.1.2 La poudre d’oxyde d’yttrium

La poudre d’oxyde d’yttrium (Y_2O_3) utilisée pour le dopage se présente sous forme d’une poudre blanche très fine, comme le montre la **Figure 3.4**. Des analyses ont été effectuées par microscopie électronique à balayage (MEB) pour examiner la morphologie des particules, ainsi que par spectroscopie à dispersion d’énergie (EDS) pour identifier les éléments présents en surface.

L’analyse MEB révèle que les particules possèdent une morphologie irrégulière et angulaire, avec des tailles variant de quelques micromètres. La Figure 3.5 présente la micrographie par MEB de la poudre d’ Y_2O_3 ainsi que le spectre EDS associé, confirmant la composition élémentaire attendue. On y observe une forte présence de l’yttrium (Y) et de l’oxygène (O), éléments constitutifs de l’ Y_2O_3 , ainsi que du carbone (C).

La présence de carbone détectée dans le spectre EDS est due au support utilisé pour l’analyse (papier noir absorbant).

La présence de carbone détectée dans le spectre EDS est due au support utilisé pour l’analyse (papier noir absorbant).

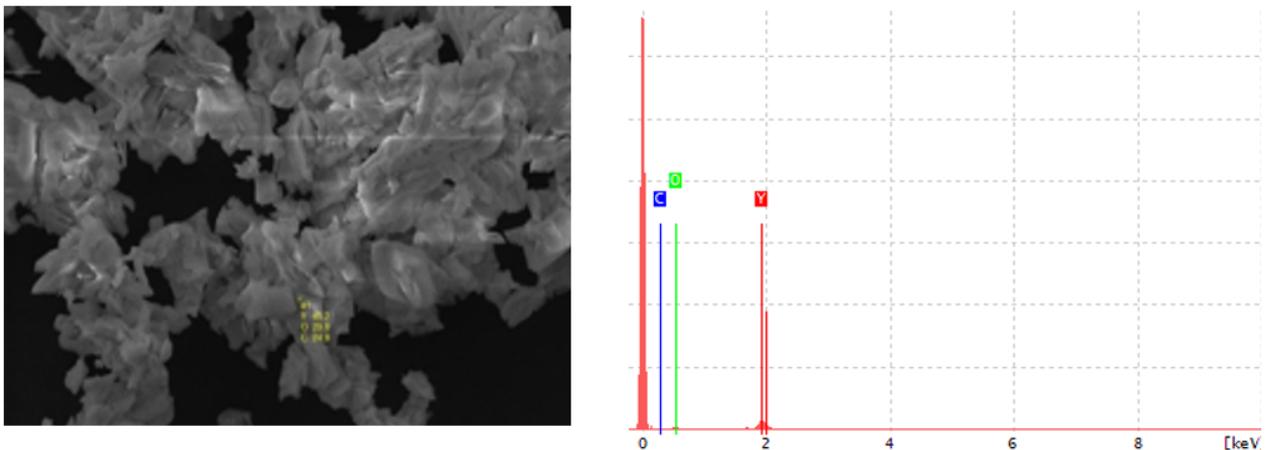
FIGURE 3.4 – Photo de la poudre d'oxyde d'yttrium Y_2O_3 .

FIGURE 3.5 – a) Micrographie par MEB et b) Spectre EDS de la poudre d'oxyde d'yttrium.

3.2 Préparation des échantillons

3.2.1 Décapage de la poudre d'acier à outils T15

La poudre d'acier à outil T15 utilisée présente une fine couche d'oxyde résiduelle, formée soit lors du procédé d'atomisation, soit par exposition prolongée à l'air ambiant.

Avant toute étape de frittage, un traitement de surface a été réalisé sur la poudre d'acier T15 afin d'éliminer les oxydes et les contaminants superficiels susceptibles de perturber la diffusion ou d'entraver la densification. Cette étape, appelée décapage, vise à améliorer la réactivité de la surface des particules.

Le décapage a été effectué par immersion de la poudre dans une solution de nital à 3% d' HNO_3 . La poudre a été agitée dans la solution pendant une durée de 20 min à la température ambiante puis soigneusement rincée à l'éthanol pour éliminer les résidus d'acide. Un séchage à environ 50 °C a ensuite été réalisé afin d'éviter toute oxydation secondaire.

Ce traitement a permis de restaurer une surface métallique propre et active, favorable à une meilleure dispersion du dopant et à une consolidation plus homogène lors du frittage par la technique CAP.

Les **figures 3.6** et **3.7** présentent respectivement l'état de surface des particules de la poudre d'acier à outil T15 avant et après l'opération de décapage chimique, ainsi que les spectres EDS associés. L'examen des micrographies montre qu'avant le décapage, la surface des particules est marquée par une rugosité prononcée, révélatrice de la présence d'un film d'oxydes métalliques, principalement à base de fer. Après le traitement, la surface devient nettement plus lisse, traduisant l'élimination de ces oxydes superficiels.

Les spectres EDS confirment cette observation : avant le décapage, on distingue un pic d'oxygène bien marqué, témoignant d'une teneur significative en oxydes à la surface des particules. Après le décapage, ce pic disparaît totalement, indiquant une élimination des oxydes.

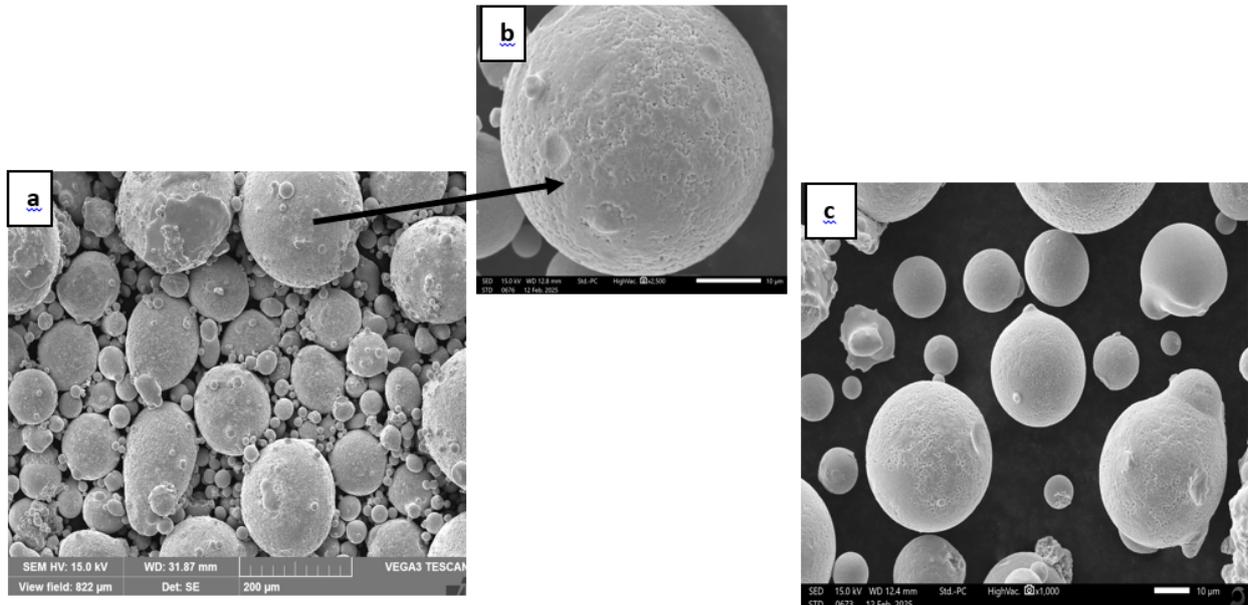


FIGURE 3.6 – Micrographies de la poudre d'acier à outil T15 : (a), (b) avant le décapage et (c) après le décapage.

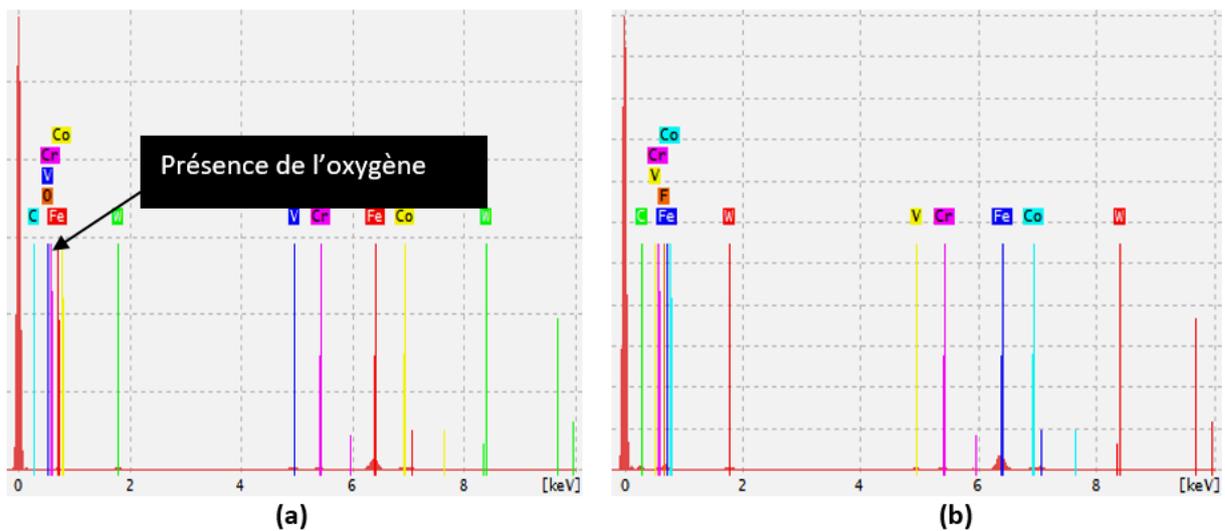


FIGURE 3.7 – Analyse de la surface des particules de poudre, (a) avant le décapage.

3.2.2 Dopage de la poudre d'acier à outil T15 à l'oxyde d'yttrium Y_2O_3

Dans le but d'améliorer la cinétique de densification lors du frittage et d'optimiser les propriétés mécaniques finales, la poudre d'acier à outil de type T15 a été dopée par de faibles quantités d'oxyde d'yttrium (Y_2O_3). L'ajout d'un tel oxyde dispersoïde est connu pour influencer favorablement la microstructure finale, notamment en limitant la croissance des grains, en stabilisant les joints de grains à haute température et en facilitant la diffusion atomique.

L'introduction du dopant a été réalisée par une imprégnation chimique, une méthode largement utilisée en métallurgie des poudres pour assurer une répartition homogène de l'additif sur la surface des particules métalliques. Cette technique permet un meilleur contrôle de la quantité déposée et favorise l'adhésion du dopant sans modifier la morphologie initiale de la poudre.

Les principales étapes de cette technique, illustrées dans le schéma présenté en Figure 3.8, sont résumées ci-après.

a. Préparation du mélange de poudres

Une quantité déterminée de poudre d'acier T15 est homogénéisée à sec avec la quantité appropriée d'oxyde d'yttrium (Y_2O_3), en fonction de la fraction massique cible. Le Tableau 3.3 présente les valeurs des masses respectives des deux poudres utilisées.

b. Ajout de l'éthanol

Le mélange est ensuite humidifié par l'ajout progressif d'éthanol afin de faciliter la dispersion du dopant.

c. Agitation

Le mélange (poudre et éthanol) est agité manuellement pendant une durée suffisante (environ 20 min) pour assurer une répartition homogène de l' Y_2O_3 à la surface des particules T15.

d. Séchage

Le mélange est finalement séché à environ $50^\circ C$ jusqu'à l'évaporation complète du solvant, en vue de la préparation aux étapes de consolidation.

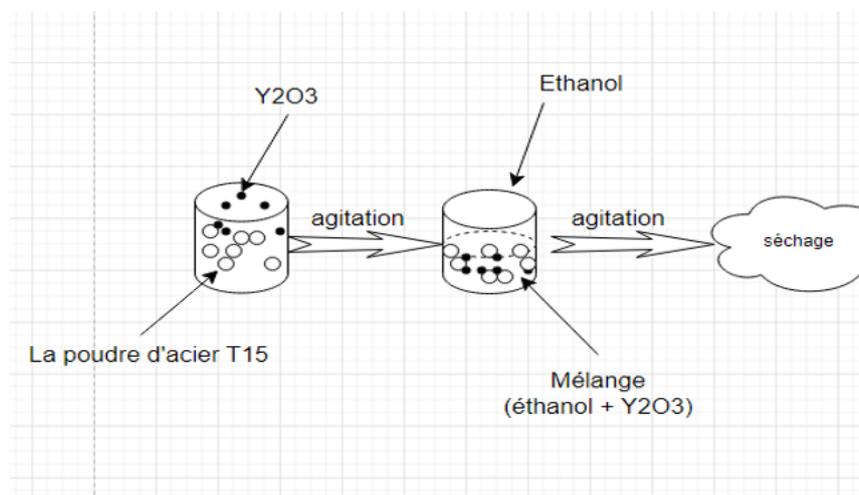


FIGURE 3.8 – Schéma du protocole de dopage de poudre d'acier T15 à l' Y_2O_3 .

Table 3.3 – Fractions massiques d' Y_2O_3 des différents échantillons.

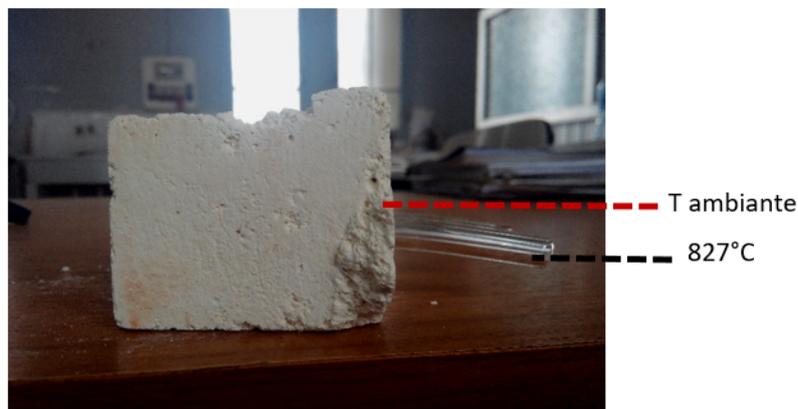
Ech	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
% Y_2O_3	0,01%	0,02%	0,03%	0,04%	0,05%	0,06%	0,07%	0,08%	0,09%	0,1%
m Y_2O_3 (gr)	0.001	0.002	0.003	0.004	0.005	0.006	0.007	0.008	0.009	0.01
m T15 (gr)	9.999	9.998	9.997	9.996	9.995	9.994	9.993	9.992	9.991	9.99

3.2.3 Présentation du procédé CAP

Les échantillons ont été obtenus par le procédé de consolidation par pression atmosphérique (CAP). La particularité de ce procédé réside dans l'utilisation des capsules en verre sous vide pour permettre la transmission de la pression atmosphérique à la poudre lors de frittage. Dans ce qui suit, nous présenterons les différentes étapes à suivre pour la consolidation de poudre d'acier T15 par procédé CAP.

3.2.3.1 Préparation des bouteilles en verre

Les bouteilles utilisées dans cette étude sont fabriquées en verre borosilicaté connu commercialement par le nom DURAN. Ce type de verre est connu pour sa température de ramollissement élevée. La température de ramollissement du verre, estimée à environ 827°C , a été mesurée expérimentalement en insérant un tube en verre DURAN dans une brique réfractaire, puis en observant sa déformation progressive lors d'une montée en température (**Figure 3.9**). Il a été constaté qu'à partir de cette température, le verre commence à se ramollir visiblement. Ainsi, à la température de frittage utilisée dans cette étude, le verre devient suffisamment fluide, permettant le ramollissement des parois de la bouteille. Ce comportement assure une transmission efficace de la pression atmosphérique à la poudre, favorisant une meilleure densification du matériau au cours du procédé de frittage.

FIGURE 3.9 – Le ramollissement du verre à 827°C .

Les bouteilles utilisées pour l'encapsulation présentent une forme cylindrique rappelant celle d'une capsule qui se termine par une longue tige droite d'environ 120 mm de longueur et 5 mm de diamètre. La partie principale, d'un diamètre de 15 mm et d'une longueur de 18 mm, se

termine par un cou rétréci facilitant le remplissage de la poudre, comme illustré sur les **figures 3.10** et **3.11**. Ces bouteilles ont été spécialement fabriquées par l'ENAVA.



FIGURE 3.10 – Photo de la bouteille utilisée pour la consolidation.

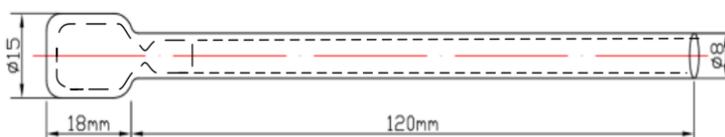


FIGURE 3.11 – Schéma de la bouteille utilisée pour l'encapsulation.

3.2.3.2 Les étapes de préparation des capsules

La procédure d'encapsulation de la poudre s'effectue en plusieurs étapes successives qui seront expliquées ci-après.

a. Etape 1 : remplissage de la poudre dans la bouteille

La poudre est introduite dans de les petites bouteilles, préalablement nettoyées afin d'éliminer toute impureté susceptible d'affecter le processus d'encapsulation. Le nettoyage initial consiste à essuyer soigneusement la partie principale de la bouteille à l'aide de coton propre et sec, en veillant à ne pas laisser de fibres résiduelles.

Une quantité précise de poudre est ensuite pesée à l'aide d'une balance de précision, puis introduite délicatement dans la chambre de la bouteille à l'aide d'un entonnoir en plastique ou en verre, afin d'éviter toute perte de matière. Après cette étape, l'intérieur de la tige longue est nettoyé à partir du col à l'aide d'un coton fin enroulé autour d'un fil ou d'une tige souple, pour garantir l'absence de particules ou de poussières pouvant perturber les étapes ultérieures de mise sous vide ou de scellement.

Après le nettoyage complet et le remplissage de la bouteille, cette dernière est soumise à une opération de cintrage. La longue tige en verre est chauffée localement à l'aide d'un chalumeau jusqu'à ramollissement, puis elle est délicatement courbée selon un angle adapté, généralement proche de 90° , afin de faciliter son raccordement ultérieur au système d'évacuation sous vide. Cette étape est réalisée avec précaution afin d'éviter toute fissuration ou déformation non désirée du verre. Le cintrage permet également de limiter les pertes de poudre lors des manipulations et de préparer la bouteille pour le scellement final.

La figure 3.12 illustre cette première étape.

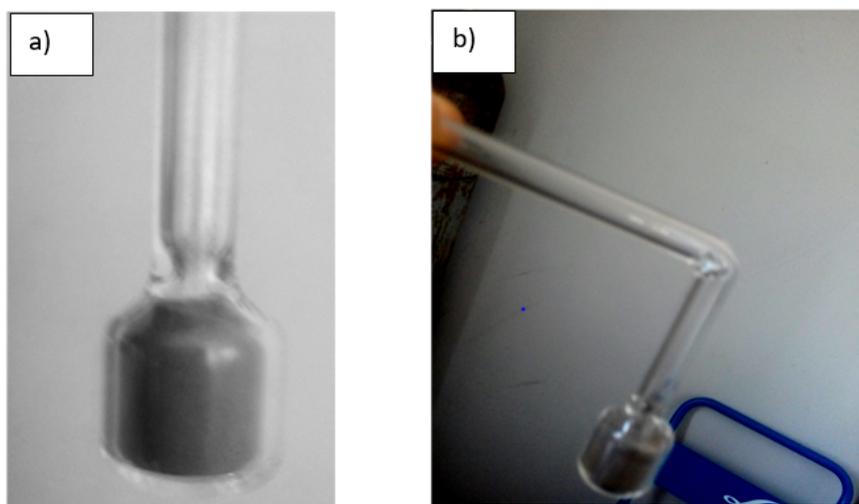


FIGURE 3.12 – Photo de : a) La bouteille en verre remplie de la poudre et b) Coudée (Première étape de l'encapsulation).

b. Etape 2 : fixation de la bouteille au dispositif d'évacuation

Après le remplissage de la poudre dans la bouteille en verre DURAN et le cintrage soigneux de la tige, cette dernière est fixée au dispositif d'évacuation.

Le dispositif est relié, d'un côté, à une pompe à vide primaire destinée à l'évacuation de l'air, et de l'autre côté, à une bouteille de gaz azote (N) utilisée ultérieurement pour la création d'une atmosphère inerte. Cette étape vise à préparer le système pour les opérations de vide, de purge et de scellement, en garantissant l'étanchéité et la stabilité de l'installation.

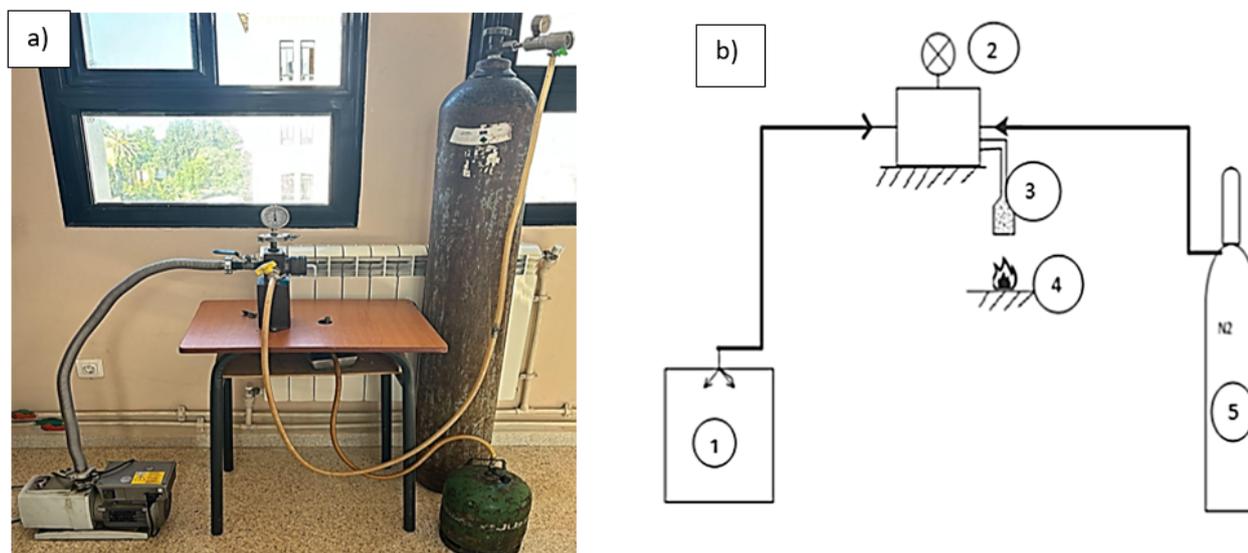


FIGURE 3.13 – a) Photo de dispositif d'évacuation et b) Schéma du principe du montage d'évacuation.

- 1-Pompe à vide ; 2-Manomètre ; 3-La bouteille en verre coudée;
4-Bec benzène ; 5-La bouteille de l'azote

c. Etape 3 : évacuation, chauffage et purge à l'azote

Une fois la bouteille fixée au dispositif, elle est soumise à une évacuation à l'aide de la pompe à vide primaire. En parallèle, la bouteille contenant la poudre est chauffée à environ 100°C à l'aide d'un bec benzène (Figure 3.14), afin de favoriser l'élimination de l'humidité adsorbée sur les particules.

Pour éliminer les résidus de gaz, notamment l'oxygène, une série de 5 cycles de purge au gaz N₂ est ensuite réalisée. À chaque cycle, la bouteille est d'abord mise sous vide, puis remplie de gaz N₂. Cette alternance permet de chasser efficacement les molécules d'oxygène et d'instaurer une atmosphère inerte. Cette étape est essentielle non seulement pour préserver l'intégrité chimique de la poudre encapsulée et éviter toute réaction indésirable lors de frittage, mais également pour garantir un niveau de vide adéquat avant le scellement définitif de la capsule.



FIGURE 3.14 – Chauffage au bec benzène.

d. Etape 4 : scellement des capsules

Une fois les moules refroidis et un niveau de vide satisfaisant atteint, les capsules sont scellées au niveau du cou, sous vide, par rétrécissement thermique. Cette opération est réalisée en chauffant intensément la tige de la bouteille à l'aide d'un chalumeau (Figure 3.15.a). Sous l'effet conjugué de la chaleur et de la pression de vide, les parois en verre se ramollissent, s'effondrent progressivement, puis se soudent naturellement, assurant ainsi une fermeture complète et étanche de la capsule.

Les capsules scellées, (Figure 3.15.b), sont ensuite placées dans un creuset en brique réfractaire, puis entourées de sable (voir Figure 3.15.c et 3.15.d). Le sable n'est pas utilisé en tant qu'agent réactif, mais uniquement pour deux raisons principales :

- Conserver la forme de la capsule en verre, qui devient totalement fluide à la température de frittage ;
- transmettre uniformément la pression atmosphérique à la surface de la capsule pendant le frittage, assurant ainsi une meilleure frittabilité de la poudre.

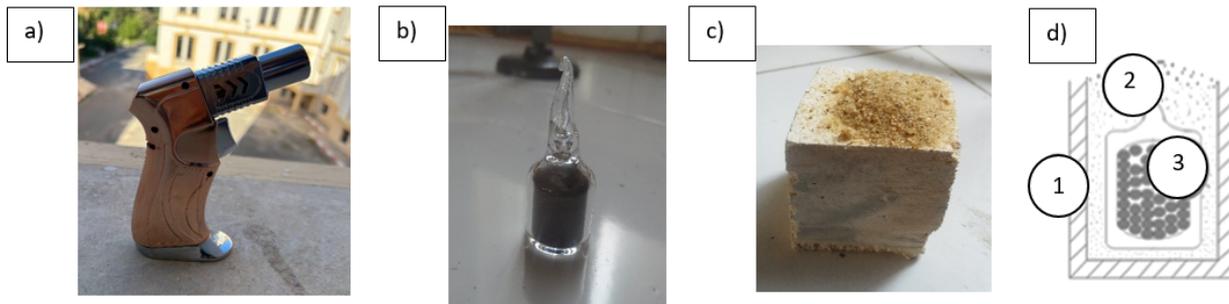


FIGURE 3.15 – a) Photo du chalumeau utilisé, b) Photo de la capsule scellée, c) Capsule dans le creuset et entourée du sable et d) Schéma illustratif de la capsule à l'intérieur du creuset.

1-Creuset en alumine ; 2- Sable siliceux ; 3-Capsule en verre.

e. Etape 5 : le frittage

Le frittage des capsules obtenues a été réalisé dans un four à moufle (**Figure 3.16**), sous atmosphère libre. L'étude de la cinétique de frittage au cours de la consolidation par le procédé CAP consiste à évaluer l'influence du temps de frittage ainsi que de la teneur en élément dopant sur la densification.

Les capsules de la poudre d'acier à outils T15, sans dopant, ont été frittées à 1250 °C pendant 1h, 2h, 4h et 6h. En revanche, les capsules de poudres dopées à l' Y_2O_3 ont été frittées à 1250°C pendant 6h.



FIGURE 3.16 – Photo du four utilisé.

A l'issue du frittage, les creusets contenant les capsules sont retirés du four à chaud (voir le **Figure 3.17.a**), puis laissés à refroidir à l'air libre jusqu'à température ambiante. Cette méthode de refroidissement naturel permet de simplifier le processus tout en évitant un refroidissement trop brutal susceptible d'entraîner des fissurations.

Une fois les capsules complètement refroidies, les échantillons frittés (**Figure 3.17.b**) ont été récupérés.

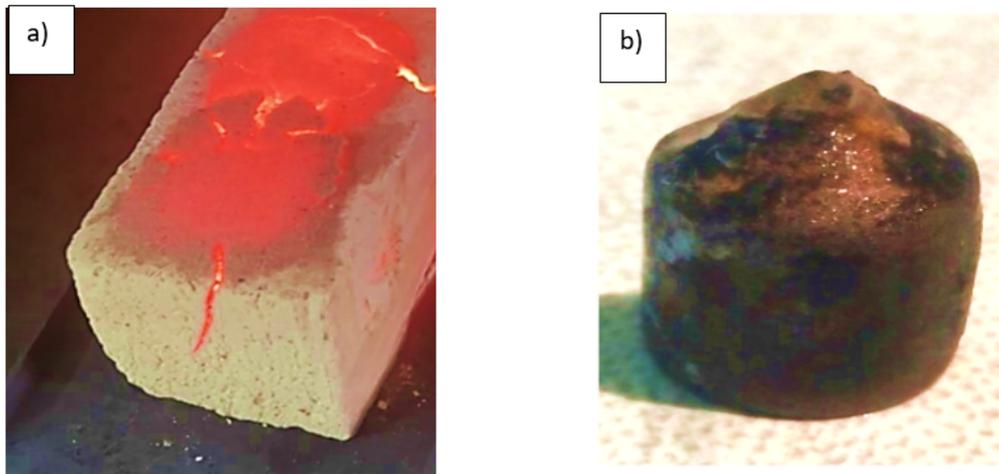


FIGURE 3.17 – Photo du creuset à la sortie four après frittage et b) Echantillon fritté récupéré.

3.2.4 Préparation métallographique

Les échantillons ont été préparés selon les étapes classiques de la métallographie, afin de permettre une observation microstructurale claire et fiable au microscope optique. Ces étapes comprennent la découpe, le polissage et l'attaque chimique.

3.2.4.1 Découpe des échantillons

Les échantillons ont été d'abord découper à l'aide d'un disque à meuler (**Figure 3.18**), permettant d'obtenir des sections de dimensions adaptées pour l'analyse. Cette opération a été réalisée avec précaution afin d'éviter toute déformation mécanique susceptible d'altérer la microstructure en surface.



FIGURE 3.18 – photo du disque à meuler utilisé.

3.2.4.2 Polissage

Le polissage vise à éliminer les irrégularités de surface et à obtenir une finition lisse, sans déformation plastique superficielle. Il comprend deux étapes successives : le pré-polissage, réalisé à l'aide de papiers abrasifs de granulométries décroissantes (de 80 à 4000), et le polissage fin, effectué sur feutrine avec des pâtes diamantées ou des suspensions d'alumine.

La figure 3.19 montre la polisseuse utilisée.



FIGURE 3.19 – Photo de la polisseuse utilisée.

3.2.4.3 Attaque chimique

L'attaque chimique permet de révéler la microstructure en faisant apparaître les joints de grains, les différentes phases et d'éventuels défauts. Elle est réalisée à l'aide du réactif Nital, composé de 3 % d'acide nitrique dilué dans de l'éthanol.

3.3 Technique de caractérisation

3.3.1 Caractérisation microstructurale

3.3.1.1 Microscopie optique

Le microscope optique est un outil d'analyse microstructurale basé sur les principes de l'optique géométrique. Bien qu'il s'agisse d'une méthode classique et relativement ancienne, il reste fondamental en métallographie, notamment pour les analyses quantitatives à l'échelle microscopique.

Dans cette étude, les observations ont été réalisées à l'aide d'un microscope Optika (**Figure 3.20**), disponible au sein du département de Génie des Matériaux. Cet appareil offre des grossissements allant de x50 à x500.

Cet instrument a permis d'évaluer plusieurs paramètres microstructuraux essentiels, notamment :

- Le taux de porosité des échantillons ;
- La distribution et la fraction volumique des phases ;
- La taille moyenne des grains dans les matériaux frittés.



FIGURE 3.20 – Photo du microscope optique utilisé.

3.3.1.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique incontournable pour l'analyse microstructurale fine des matériaux. Elle offre une résolution bien supérieure à celle du microscope optique, permettant une visualisation précise des structures internes.

Dans le cadre de cette étude, les observations ont été réalisées à l'aide d'un microscope MEB Jeol (**Figure 3.21**), disponible au sein du département de Génie Minier. Cet appareil permet des grossissements allant de $\times 100$ à $\times 3000$, et il est couplé à un système EDS (Energy Dispersive Spectroscopy), indispensable pour l'analyse élémentaire locale des phases présentes.



FIGURE 3.21 – Photo du microscope électronique à balayage JEOL utilisé.

3.3.2 Analyse quantitative

3.3.2.1 Taux de porosité

Le taux de porosité a été mesuré à l'aide du logiciel ImageJ, selon un protocole standardisé basé sur l'analyse d'images obtenues à partir de surfaces polies non attaquées, observées au microscope optique. Toutes les images ont été traitées selon les mêmes paramètres afin de garantir la reproductibilité des résultats. La porosité a été quantifiée soit automatiquement à l'aide des outils de seuillage d'ImageJ, soit manuellement par comptage ponctuel. Les mesures ont été réalisées sur plusieurs images représentatives, et la moyenne des valeurs obtenues a été calculée afin de minimiser les erreurs et d'améliorer la précision de l'évaluation.

3.3.2.2 Taille moyenne des grains

La taille moyenne des grains est un paramètre microstructural essentiel, influençant directement les propriétés mécaniques et physiques du matériau fritté. Plusieurs méthodes permettent son évaluation, telles que le calcul du diamètre moyen, de la surface moyenne des grains, du nombre de grains par unité de surface ou de volume, ainsi que la méthode des interceptions linéaires.

Dans cette étude, c'est la méthode d'interception linéaire qui a été retenue, car elle est la plus couramment utilisée en métallographie et est normalisée par la norme ASTM E112[71].

Elle repose sur les principes de la probabilité géométrique : un ou plusieurs segments-tests sont superposés à une micrographie, et le nombre d'interceptions avec les joints de grains est comptabilisé.

Pour garantir la fiabilité des résultats, la longueur du segment et le grossissement sont choisis de manière à obtenir au minimum 50 interceptions par image.

Les interceptions sont comptées selon des règles précises :

- 1 point pour une interception simple ou tangente avec un joint de grain ;
- 0,5 pour une interception à l'extrémité du segment ou avec un grain de phase différente ;
- 0,75 pour une interception sur un nœud triple (jonction entre trois grains).

La formule utilisée pour calculer la taille moyenne des grains (D) est donnée par :

$$D = \frac{L \cdot 1000}{N \cdot G} \cdot X_v \quad (3.1)$$

Où :

- D : diamètre moyen des grains (μm) ;
- L : longueur du segment-test (mm) ;
- N : nombre d'interceptions ;
- G : grossissement ;
- X_v : fraction volumique de la phase considérée.

Dans les matériaux à plusieurs phases tels que l'acier à outils T15, la présence de carbures et de porosités nécessite une correction de la formule de calcul de la taille moyenne des grains, afin d'exclure les fractions non représentatives de la matrice métallique. La formule corrigée utilisée est la suivante :

$$D = \frac{L \cdot 1000}{N \cdot G} \cdot (1 - X_c - X_p) \quad (3.2)$$

Avec :

- X_c : La fraction de carbures ;
- X_p : Le taux de porosité.

3.3.2.3 Identification des phases par DRX

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique d'analyse microstructurale quantitative permettant d'identifier les phases cristallines présentes dans un matériau. Elle fournit des informations précises sur la structure cristalline, la taille moyenne des cristallites, ainsi que les contraintes internes ou déformations de réseau. Contrairement aux techniques d'imagerie (comme la microscopie), la DRX repose sur l'interprétation des pics de diffraction pour extraire des données chiffrées sur l'organisation atomique du matériau. **Figure 3.23** montre l'appareil de DRX utilisé.



FIGURE 3.22 – Photo de l'appareil de DRX utilisé.

3.3.3 Caractérisation des propriétés mécaniques

3.3.3.1 La dureté

La dureté Vickers (H_v) des aciers à outils, intrinsèquement liée aux conditions de frittage et à la microstructure obtenue, a été mesurée à l'aide d'un microduromètre INNOVATEST Falcon 400 (**Figure 3.24**), au sein du laboratoire de Génie Mécanique de l'ENST.

Les essais ont été réalisés sous une charge optimale de **10 gf** retenue pour assurer des empreintes nettes.

Afin de tenir compte de l'hétérogénéité microstructurale et de réduire l'influence de l'orientation cristalline locale, les mesures ont été effectuées sur un grand nombre de sites choisis aléatoirement à la surface de l'échantillon.

La dureté moyenne a été calculée en agrégeant l'ensemble des valeurs individuelles selon la relation suivante :

$$\overline{H_v} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N H_{v,i} \quad (3.3)$$

Où :

$H_{v,i}$ est la dureté mesurée au site i et N le nombre total de mesures.

Cette méthodologie garantit une quantification robuste de la résistance à la pénétration du réseau cristallin fritté.



FIGURE 3.23 – Photo du microduromètre INNOVATEST Falcon 400 utilisé.

3.3.3.2 Les essais tribologiques

Les essais d'usure ont été effectués sur les échantillons, d'acier à outil de type T15, obtenus en utilisant un tribomètre (pion - plan), CSM, installé au centre de recherche des technologies industrielle (CRTI). Alger. (**Figure 3.24**).



FIGURE 3.24 – Photo du tribomètre utilisé.

Cet essai tribologique permet d'étudier l'usure et le frottement des matériaux. Le coefficient de frottement peut être mesuré. Le taux d'usure peut se traduire par une perte de masse. Pour évaluer l'influence des conditions de frittage sur l'évolution de l'usure, des mesures de masse à l'aide d'une balance électronique avec une précision de 1×10^{-4} g avant et après l'essai ont été réalisées pour chaque échantillon. La différence entre les deux pesées détermine la perte de masse Δm .

Le principe de ce test consiste à appliquer une charge verticale constante sur une bille fixe, en contact avec la surface plane d'un échantillon qui effectue un mouvement de glissement linéaire alternatif. Ce déplacement provoque une usure localisée sur la zone de contact, formant une empreinte linéaire.

Cet essai de frottement se déroule dans un environnement choisi et contrôlé afin d'étudier le comportement de l'un ou des deux matériaux. En l'occurrence, dans cette étude, le comportement tribologique de l'acier à outil de type T15 consolidé par CAP sera plus particulièrement étudié afin de comparer les différentes microstructures élaborées. Lors de tous les essais, les échantillons en acier constituent le disque du montage. Le pion est une bille en alumine de diamètre 6 mm. Le choix de la bille s'est porté sur un matériau dont l'usure est négligeable et la dureté est importante comparées à celle des aciers à outils qui font l'objet de notre étude. Les principales caractéristiques de la bille en alumine sont : pureté de 99,9 % et dureté de 1900 kg·mm⁻².

Tous les essais tribologiques ont été réalisés, sans lubrification et dans des conditions de température ambiante et de pression atmosphérique.

L'échantillon en acier est animé d'un mouvement relatif, en contact avec une bille en alumine. Tous l'ensemble est monté sur un bras élastique pour une distance de 50 m qui correspond approximativement à 1h 15min. Par conséquent, le coefficient de frottement (μ) sera déterminé. Les paramètres opératoires des essais tribologiques effectués sur les échantillons obtenus sont regroupés dans le **tableau.3.3**.

TABLE 3.4 – Les paramètres opératoires de l'essai tribologique.

Pion	Bille en alumine (diamètre 6mm)
Charge appliquée (N)	10N
Vitesse de glissement (cm.s⁻¹)	1,2
Distance parcourue (m)	50
Température de l'essai	ambiante
Atmosphère	Air atmosphérique
Fluide de lubrification	Aucun (frottement sec)

Conclusion

Les protocoles expérimentaux mis en œuvre dans ce travail ont permis d'étudier de manière rigoureuse l'effet du procédé CAP sur la densification, la microstructure, ainsi que sur la qualité finale du matériau obtenu. L'encapsulation sous atmosphère inerte, associée à un cycle de frittage contrôlé, a favorisé une densification optimale des échantillons. Les différentes techniques de caractérisation employées (microscopie optique et électronique, DRX, mesures de rugosité et de porosité) ont permis d'acquérir des données fiables sur l'évolution microstructurale en fonction des conditions de frittage.

Ces résultats constituent une base essentielle pour l'analyse des propriétés mécaniques et tribologiques, qui sera développée dans le chapitre suivant.

Chapitre 4

Résultats et discussions

Introduction

Ce chapitre présente les résultats expérimentaux obtenus lors de la consolidation d'une poudre d'acier rapide T15 par pression atmosphérique (CAP). L'étude se concentre exclusivement sur l'influence du temps de frittage à 1250°C sur la cinétique de densification, dans le but d'atteindre la densité théorique. Une fois cette densification complète obtenue, la poudre a été dopée par un dispersoïd d'oxyde d'yttrium (Y_2O_3), afin d'évaluer son effet sur le comportement du matériau.

Les échantillons consolidés ont ensuite fait l'objet d'une caractérisation approfondie. L'évolution de la microstructure a été observée, les phases présentes ont été identifiées par diffraction des rayons X (DRX), et les propriétés mécaniques ont été évaluées à travers des mesures de dureté et de résistance à l'usure. Ce travail met en évidence l'impact du temps de frittage et du dopage par Y_2O_3 sur la microstructure et le comportement mécanique de l'acier T15 obtenu par procédé CAP.

4.1 Cinétique de frittage

L'étude de la cinétique de frittage vise à analyser l'effet du temps de maintien à 1250°C sur la densification de la poudre d'acier T15. Cette étape est cruciale pour identifier la durée optimale permettant d'atteindre la densité théorique. Les résultats présentés ci-dessous montrent l'évolution de la porosité et de la taille moyenne des grains en fonction du temps de frittage.

4.1.1 Effet du temps de frittage sur le taux de porosité

La **figure 4.1** montre l'évolution du taux de porosité en fonction du temps de frittage des poudres frittées à 1250°C pendant 1h, 2h, 4h et 6h. On observe une diminution significative et progressive de la porosité avec l'augmentation du temps de frittage.

Au début, après 1h de frittage, le matériau obtenu présente un taux de porosité élevé d'environ 4,8%, ce qui confirme que la structure est encore très ouverte. Après 2h de frittage, la porosité chute à environ 2,5%, ce qui traduit le début du phénomène de densification. Ce processus se poursuit à 4 heures, où la porosité atteint environ 1%, et devient pratiquement nulle à 6 heures de frittage.

Cette évolution s'explique par les mécanismes de diffusion activés à haute température, favorisant la coalescence des particules et la fermeture progressive des pores. Ainsi, un temps de frittage plus long permet une meilleure diffusion de la matière, une réduction significative des pores et une amélioration de la densité du matériau. Ces résultats confirment que le contrôle du temps de frittage est un paramètre essentiel pour optimiser la microstructure et les propriétés mécaniques du matériau fritté.

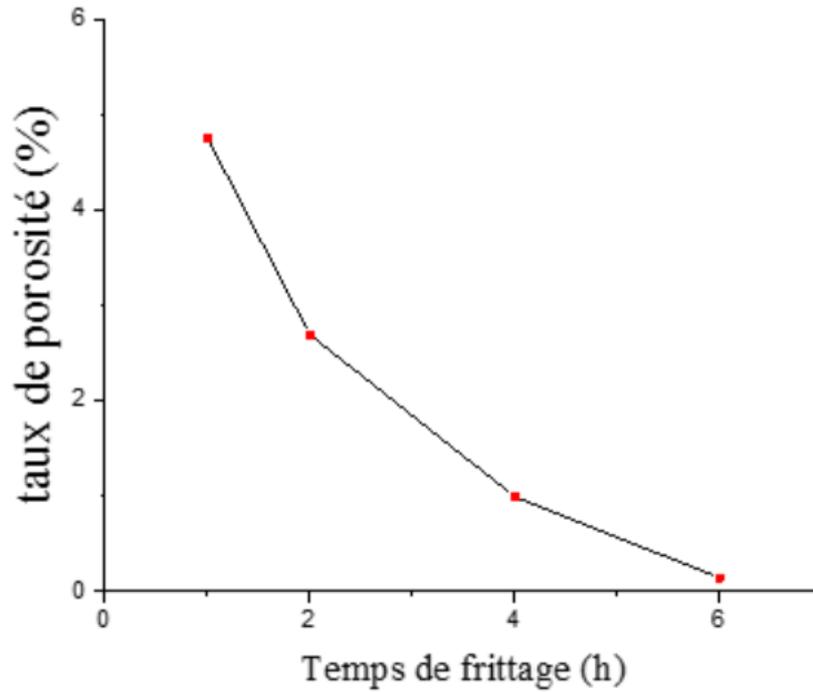


FIGURE 4.1 – L'effet du temps de frittage sur le taux de porosité.

La **figure 4.2** montre les micrographies optiques des échantillons frittés à 1250°C pendant **1h, 2h, 4h et 6h**. Ces micrographies ont été utilisées pour la représentation de la courbe présentée dans la **figure 4.1**.

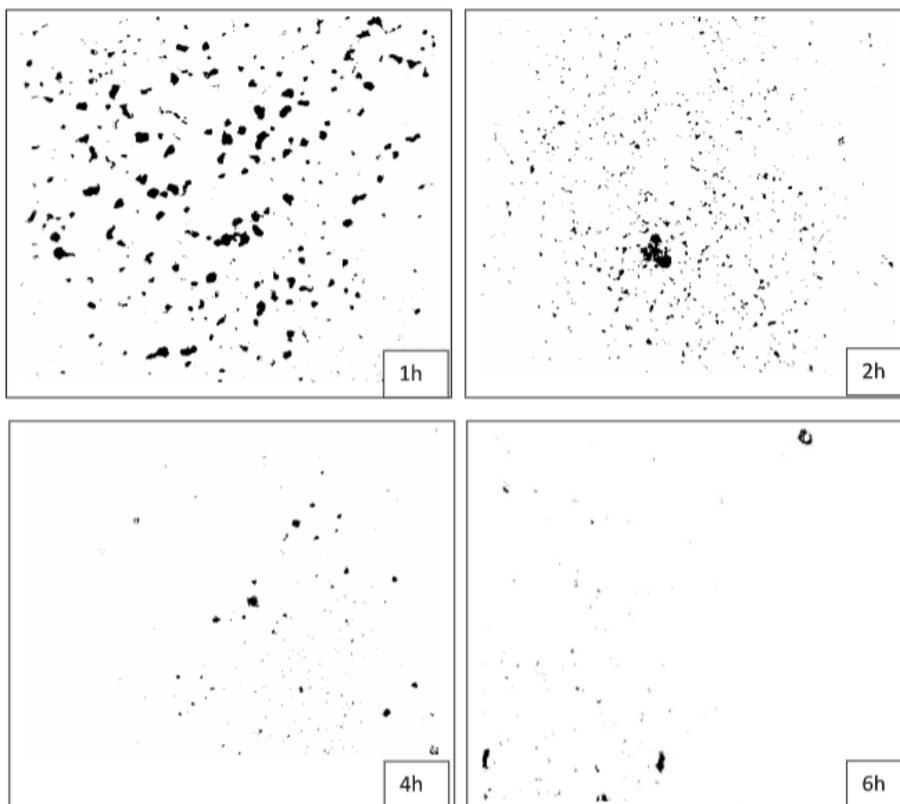


FIGURE 4.2 – Micrographies optiques illustrant l'évolution du taux de porosité en fonction de temps de frittage, X100.

4.1.2 Effet du temps de frittage sur la taille moyenne des grains

La **figure 4.3** montre l'évolution de la taille moyenne des grains en fonction du temps de frittage. On observe une augmentation progressive de la taille des grains avec l'augmentation du temps de frittage. Cette croissance est particulièrement rapide entre 1 et 2 h, puis elle se poursuit de manière plus modérée jusqu'à 6 h. Cette tendance met en évidence un phénomène typique de croissance granulaire induit par le frittage.

Cette évolution est attribuée aux mécanismes de diffusion activés à haute température, qui permettent aux atomes de migrer à travers les joints de grains. Cette migration favorise la coalescence des grains et la disparition des petits grains au profit des plus gros, un processus thermodynamiquement favorable visant à réduire l'énergie libre du système. Ainsi, plus le temps de frittage est long, plus les grains ont le temps de croître, ce qui se traduit par une augmentation de leur taille moyenne.

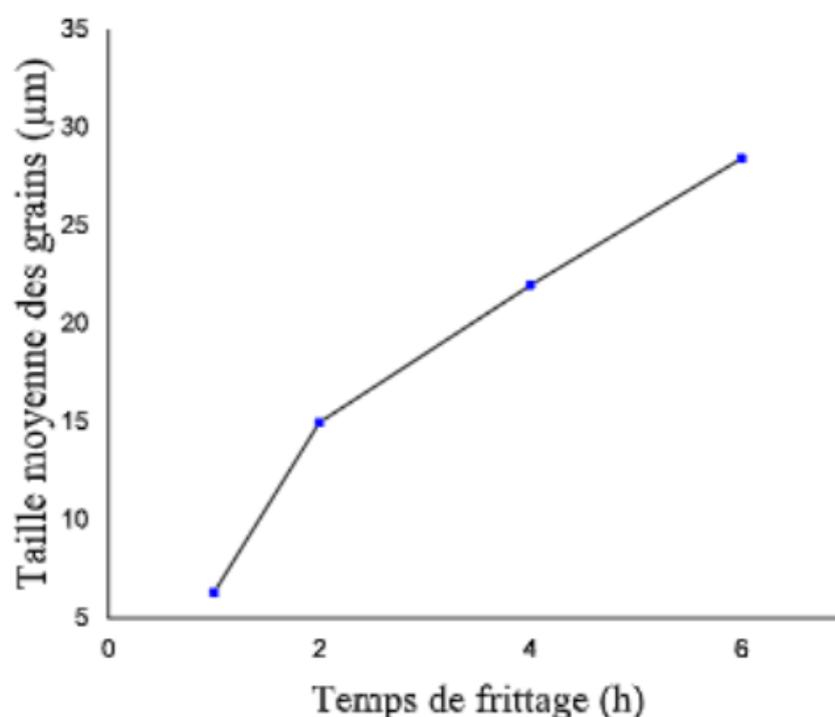


FIGURE 4.3 – L'effet du temps de frittage sur la taille moyenne des grains.

Courbe de densification

La figure 4.4 présente l'évolution simultanée du taux de porosité (%) et de la taille moyenne des grains (µm) en fonction du temps de frittage (h). On observe que, lorsque le temps de frittage augmente de 0 à 6 heures, le taux de porosité diminue de manière continue, passant d'environ 6 % à moins de 1 %, tandis que la taille moyenne des grains augmente régulièrement, allant de 10 µm à près de 30 µm.

Cette évolution s'explique par les mécanismes classiques du frittage : au fil du temps, les particules se rapprochent et les pores se referment sous l'effet des forces motrices de diffusion, ce qui entraîne une densification progressive du matériau et donc une diminution de la porosité. En parallèle, la croissance des grains se produit en raison de la migration des joints de grains, favorisée par la réduction de l'énergie de surface globale du système. Ainsi, l'augmentation du temps de frittage favorise à la fois une réduction significative de la porosité et une coalescence des grains, conduisant à une microstructure plus dense et à grains plus grossiers.

Ces observations sont typiques d'un frittage efficace, où la densification et la croissance granulaire sont deux phénomènes concomitants régis par la thermodynamique et la cinétique du matériau.

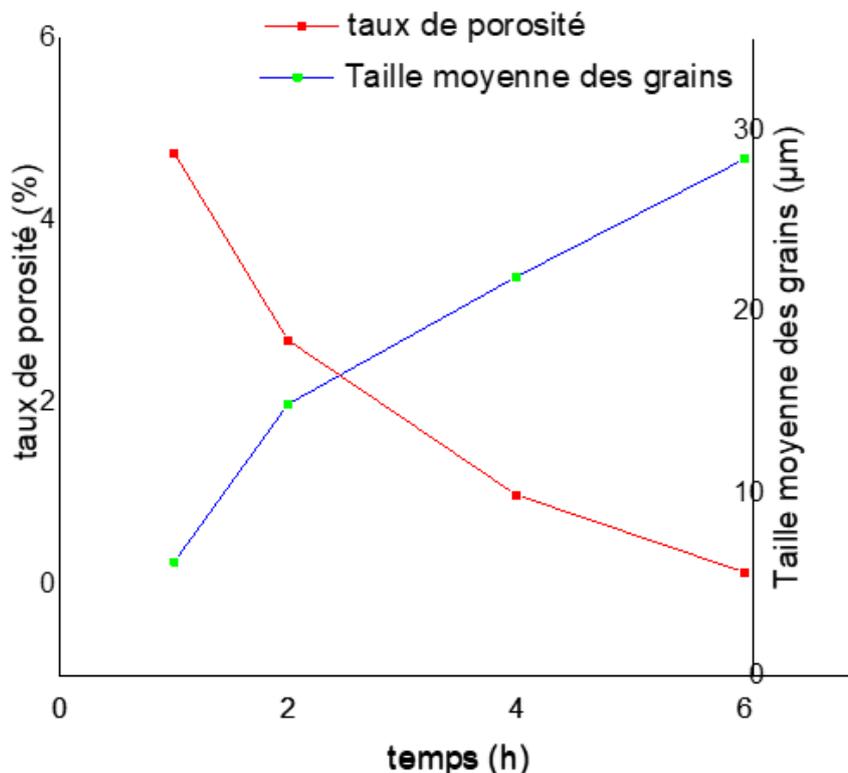


FIGURE 4.4 – Courbe de densification.

4.2 Dopage par Y_2O_3

Le dopage par l'oxyde d'yttrium (Y_2O_3) constitue une stratégie courante pour améliorer les propriétés des matériaux métalliques frittés. Dans cette partie, l'effet de la teneur en Y_2O_3 sur le taux de porosité et la taille moyenne des grains de l'acier T15 sera étudié.

4.2.1 Effet de la teneur en Y_2O_3 sur le taux de porosité

La figure ci-dessous montre l'évolution du taux de porosité en fonction de la fraction d' Y_2O_3 ajoutée à une poudre d'acier rapide T15, frittée à $1250^\circ C$ pendant 6 heures. On constate qu'entre 0 % et 0,05 % d' Y_2O_3 , la porosité demeure extrêmement faible, avoisinant 0 %. Cette faible porosité témoigne d'un frittage efficace dans cette plage de concentration, traduisant une densification quasi complète du matériau. À ce stade, l'ajout d' Y_2O_3 ne semble pas perturber la microstructure ; au contraire, de très faibles teneurs pourraient même faciliter les mécanismes de diffusion de surface, contribuant ainsi à l'activation du frittage.

En revanche, au-delà de 0,05 %, une augmentation notable du taux de porosité est observée. Celui-ci croît de manière presque linéaire pour atteindre environ 9 % à 0,1 % d' Y_2O_3 . Cette dégradation progressive de la densification peut être attribuée à plusieurs facteurs. L'excès d' Y_2O_3 pourrait favoriser la formation de phases secondaires aux joints de grains, ou induire l'apparition d'agglomérats d'oxyde, qui entravent les mécanismes de transport de matière, essentiels au

frittage. Par conséquent, le soudage entre particules devient incomplet, laissant subsister des vides résiduels dans la structure frittée.

Ces résultats mettent en évidence l'existence d'une concentration critique en Y_2O_3 , située aux alentours de 0,05 %, au-delà de laquelle son influence devient néfaste pour la densification.

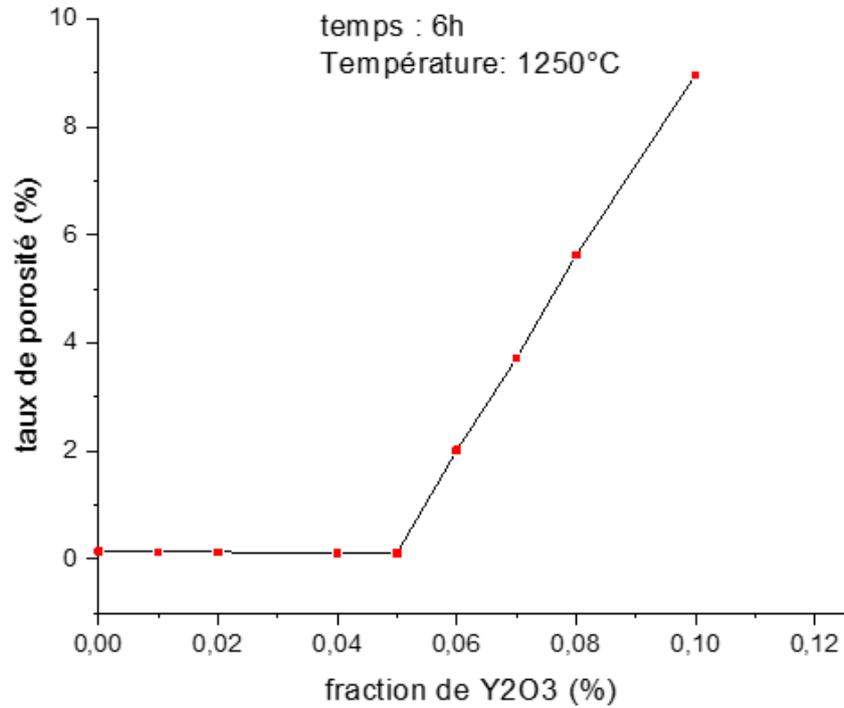


FIGURE 4.5 – Effet de la teneur en Y_2O_3 sur le taux de porosité des échantillons frittés à 1250°C pendant 6h.

La **figure 4.6** montre l'évolution du taux de porosité en fonction de la teneur en Y_2O_3 .

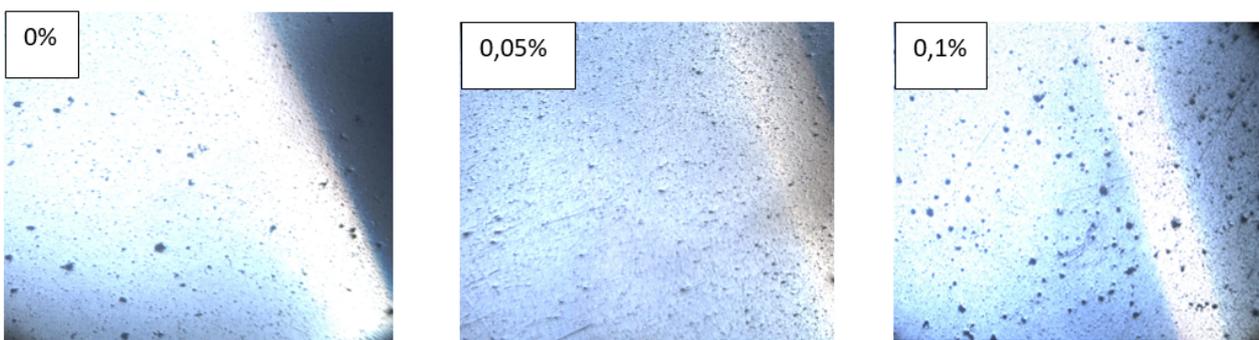


FIGURE 4.6 – Micrographie optique illustrant l'effet de la teneur en Y_2O_3 sur le taux de porosité des échantillons frittés à 1250°C pendant 6h, X100.

4.2.2 Effet de la teneur en Y_2O_3 sur la taille moyenne des grains

La figure ci-dessous représente l'évolution de la taille moyenne des grains en fonction de la fraction d' Y_2O_3 dans une poudre d'acier T15 frittée à $1250\text{ }^\circ\text{C}$ pendant 6 heures. Une diminution progressive et continue de la taille des grains est observée à mesure que la teneur en Y_2O_3 augmente.

Initialement, sans ajout d'oxyde d'yttrium, la taille moyenne des grains atteint environ $29\text{ }\mu\text{m}$. Dès l'ajout de quelques ppm d' Y_2O_3 , une réduction notable de la taille des grains est observée. Cette tendance se poursuit de manière marquée jusqu'à une teneur de $0,10\%$, où la taille des grains chute à environ $8\text{ }\mu\text{m}$.

Cette réduction significative de la taille des grains s'explique principalement par l'effet inhibiteur de Y_2O_3 sur la croissance des grains. En effet, l'oxyde d'yttrium peut se localiser préférentiellement aux joints de grains, où il agit comme une barrière à la mobilité des joints de grains, freinant la croissance granulaire pendant le frittage. De plus, Y_2O_3 pourrait favoriser la précipitation des phases secondaires, qui jouent un rôle de barrière physique à l'agrandissement des grains.

Cet affinage de la microstructure est en général bénéfique pour les propriétés mécaniques du matériau, notamment la dureté et la résistance à l'usure. Toutefois, si la teneur en Y_2O_3 devient excessive, elle peut aussi provoquer d'autres effets indésirables, comme l'augmentation de la porosité, comme vu précédemment.

En conclusion, l'ajout contrôlé de Y_2O_3 permet d'obtenir des grains fins, ce qui améliore potentiellement les performances de l'acier rapide T15. Cependant, cet effet bénéfique doit être équilibré avec les autres paramètres microstructuraux.

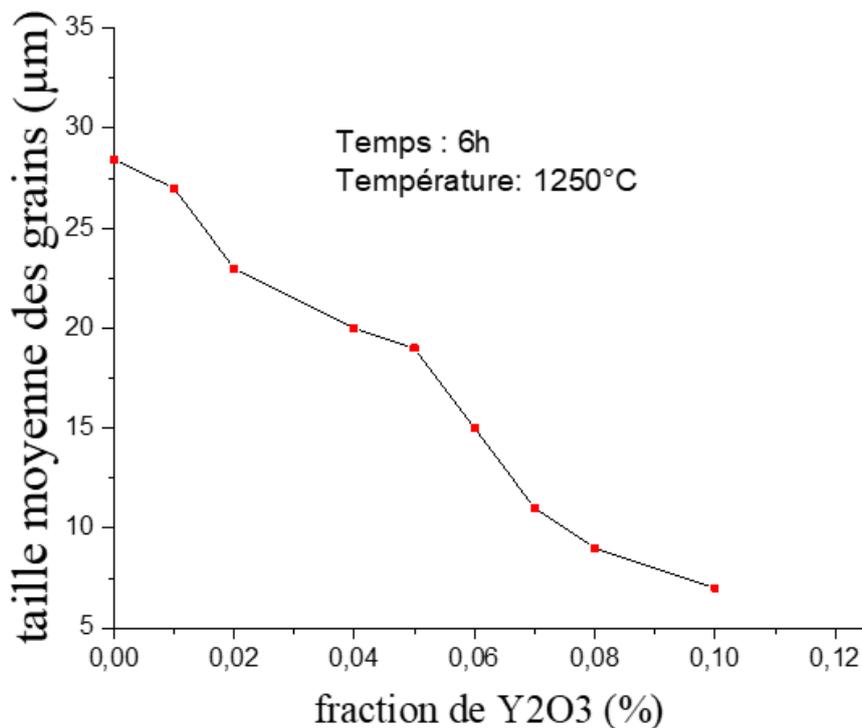


FIGURE 4.7 – Effet de la teneur en Y_2O_3 sur la taille moyenne des grains.

En comparant les résultats des deux courbes précédentes, on constate que l'ajout de quelques ppm d' Y_2O_3 à la poudre d'acier rapide T15 influence simultanément la taille des grains et le taux de porosité après frittage. Jusqu'à une fraction de 0,05 %, une réduction progressive de la taille moyenne des grains est observée, sans altération significative de la densité. Cette évolution suggère une amélioration de la microstructure, caractérisée par un affinement granulaire, tout en maintenant une densification élevée. En revanche, au-delà de cette teneur critique, bien que la taille des grains continue de diminuer, une augmentation marquée de la porosité est enregistrée, traduisant une dégradation notable de la densification. Ainsi, une faible teneur en Y_2O_3 ($< 0,05$ %) apparaît optimale pour favoriser l'affinement de la microstructure sans compromettre la densité, tandis qu'un ajout excessif d'oxyde d'yttrium détériore la cohésion du matériau fritté.

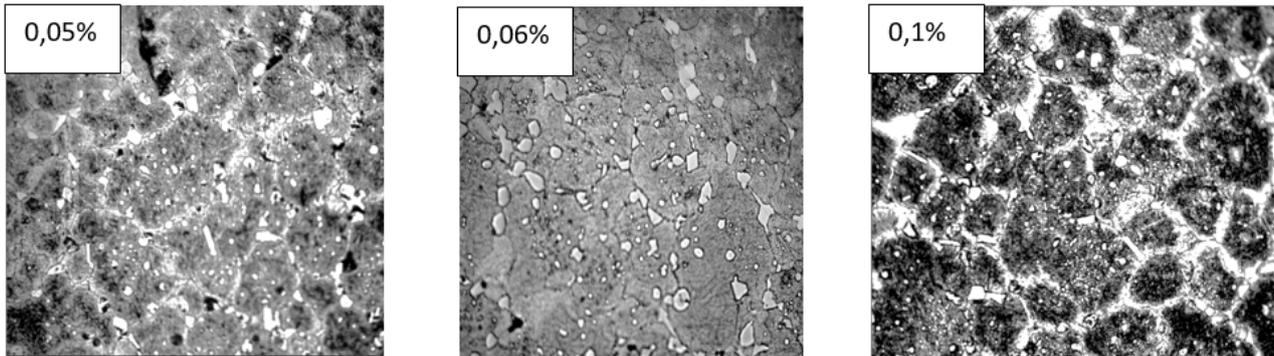


FIGURE 4.8 – Effet de la teneur en Y_2O_3 sur la taille moyenne des grains des échantillons frittés à 1250 °C pendant 6h, X400.

La figure 4.8 présente des micrographies optiques des échantillons dopés à différents taux (0,05 %, 0,06 % et 0,1 %), frittés à 1250 °C pendant 6h. L'analyse comparative ces micrographies révèle une évolution significative de la microstructure en fonction de la teneur en dopant. L'échantillon dopé à 0,05 % présente une microstructure relativement homogène avec des grains bien définis et une distribution modérée de phases secondaires sous forme d'inclusions blanches dispersées. Quelques porosités subsistent, indiquant une densification partielle. À ce stade, le dopant joue un rôle bénéfique en favorisant la cohésion entre les grains sans provoquer de sursaturation.

Pour l'échantillon dopé à 0,1 %, la microstructure devient plus hétérogène. On observe une croissance anormale de certains grains, une concentration excessive de phases secondaires et une présence accrue de porosités. Ce comportement peut être attribué à une sursaturation en dopant, entraînant une ségrégation locale et une précipitation incontrôlée des phases secondaires. Cette microstructure déséquilibrée peut altérer les propriétés mécaniques du matériau, notamment sa résistance mécanique et sa stabilité microstructurale.

4.3 Analyse microstructurale par microscope électronique à balayage MEB

L'effet du temps de frittage et de la teneur en YO sur la microstructure a été examiné par microscopie électronique à balayage (MEB). Les résultats et leur interprétation sont présentés ci-après.

4.3.1 Effet du temps de frittage sur le développement microstructural des échantillons

Figure 4.9 illustre l'évolution microstructurale d'un acier à outil T15 fritté à 1250 °C pendant 2h, 4h et 6h, observée par microscopie électronique à balayage (MEB). L'analyse comparative des trois micrographies révèle des transformations significatives en termes de porosité résiduelle et de distribution des carbures.

Après 2h de frittage, la microstructure montre une porosité encore marquée, avec des pores de taille relativement importante, répartis de manière hétérogène dans la matrice. Cette observation traduit une progression limitée de la densification, caractéristique du stade initial du frittage. Les carbures sont visibles sous forme d'amas localisés, suggérant une dispersion incomplète et une dissolution partielle insuffisante à ce stade.

A 4h de frittage, une réduction notable de la porosité est observée. Les pores deviennent plus petits, moins nombreux et mieux répartis, témoignant d'une avancée significative du frittage vers le stade intermédiaire. Les carbures, quant à eux, apparaissent plus fins et plus uniformément distribués dans la matrice, ce qui indique le début d'une homogénéisation microstructurale. La réduction de la taille des carbures résulte probablement d'une dissolution partielle, favorisée par l'augmentation de la durée de frittage à haute température.

Après 6h de frittage, la microstructure atteint un stade avancé de frittage. La quasi-disparition des pores traduit une densification proche de la densité théorique. Parallèlement, les carbures sont bien disséminés dans toute la matrice, avec une taille relativement homogène et une absence d'agglomérats visibles. Cette distribution uniforme des carbures est favorable à une amélioration des propriétés mécaniques, notamment la dureté et la résistance à l'usure.

Donc, l'augmentation du temps de frittage permet d'optimiser à la fois la densification et la dispersion des carbures. Ces évolutions microstructurales contribuent directement à l'amélioration des performances globales du matériau, en particulier pour des applications exigeantes où les propriétés mécaniques sont critiques.

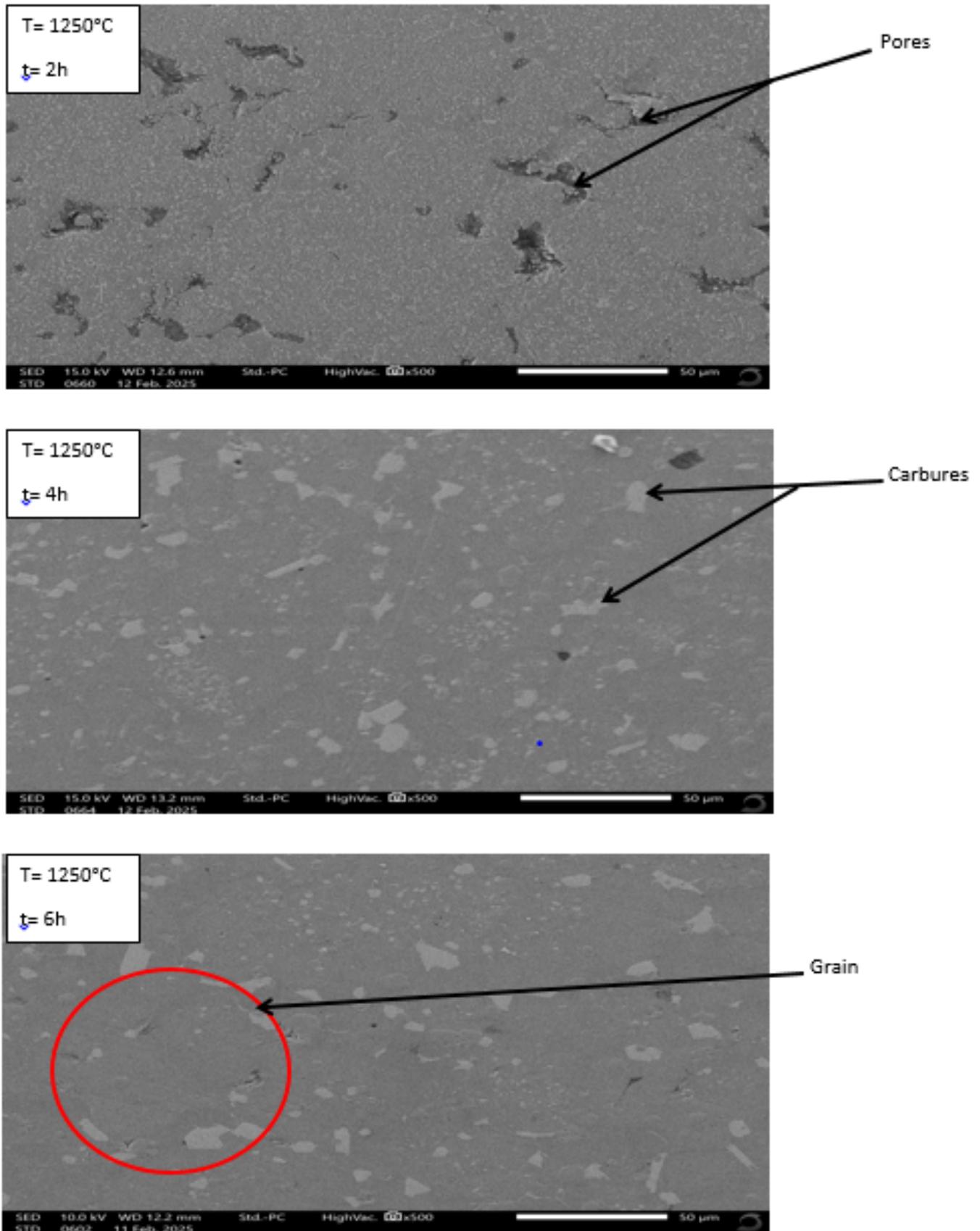


FIGURE 4.9 – Micrographies MEB des échantillons frittés à 1250 °C pendant 2h, 4h et 6h.

4.3.2 Effet du dopage sur le développement microstructural des échantillons

Figure 4.10 regroupe trois micrographies MEB illustrant la microstructure d'un acier à outil T15 dopé à différentes teneurs en Y_2O_3 (0,01 %, 0,05 % et 0,1 % en masse), après un frittage à 1250 °C pendant 6 heures. L'analyse comparative met en évidence l'influence du dopage en oxyde d'yttrium sur la densité, la dispersion des carbures et la porosité résiduelle.

L'échantillon dopé à 0,01 % Y_2O_3 présente une structure homogène avec une faible porosité et une distribution relativement uniforme des carbures, ce qui indique un bon niveau de densification et une interaction modérée du dopant.

Pour l'échantillon dopé à 0,05 %, la densité reste élevée, et l'on observe une dispersion plus fine et mieux répartie des carbures secondaires, ce qui pourrait être favorable à l'amélioration des propriétés mécaniques telles que la dureté et la résistance à l'usure.

En revanche, dans le cas du dopage à 0,1 %, la micrographie révèle une dispersion moins homogène avec l'apparition de zones de ségrégation et une légère augmentation de la porosité. Ce phénomène peut s'expliquer par une saturation locale du dopant, qui perturbe la cinétique de frittage et favorise l'agglomération des carbures ou la formation de phases secondaires indésirables.

Par conséquent, un dopage modéré en Y_2O_3 (autour de 0,05 %) semble optimiser la dispersion des carbures tout en réduisant efficacement la porosité. À des concentrations plus élevées, l'effet bénéfique du dopant tend à s'inverser, suggérant l'existence d'un seuil optimal au-delà duquel les propriétés microstructurales peuvent se détériorer.

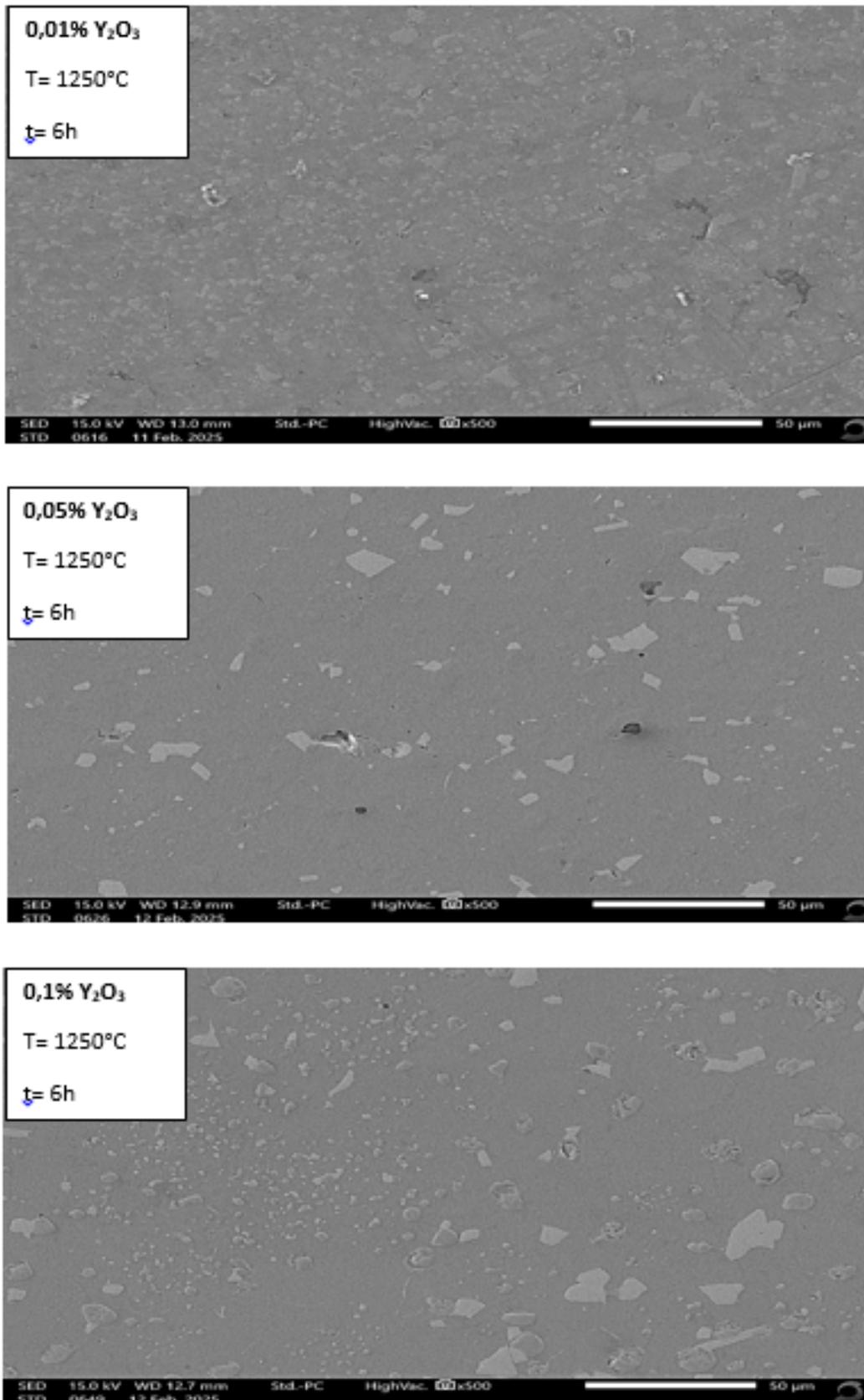


FIGURE 4.10 – Micrographies MEB des échantillons, dopés à 0,01%, 0,05% et 0,1% Y_2O_3 , frittés à $1250^\circ C$ pendant 6h.

4.4 Caractérisation des échantillons

4.4.1 Identification des phases par DRX

Une analyse par diffraction des rayons X (DRX) a été réalisée sur des aciers à outils T15 dopés à différents teneurs en oxyde d'yttrium (Y_2O_3) : 0,02 %, 0,06 % et 0,1 %, afin d'étudier les phases formées après consolidation.

Les résultats montrent la présence constante de carbures typiques tels que VC, WC, Mo_2C et Cr_7C_3 dans tous les échantillons, caractéristiques de la structure des aciers T15. L'ajout progressif de Y_2O_3 entraîne l'apparition de phases intermétalliques Fe-Y (notamment Fe_5Y), dont l'intensité augmente avec la teneur en dopant.

À faible taux (0,02 %), ces phases sont peu visibles. À partir de 0,06 %, leur présence devient plus marquée, et à 0,1 %, elles deviennent bien définies, indiquant une cristallisation plus avancée de l'yttrium.

Le **tableau 4.1** illustre les différentes phases présentes en fonction de la teneur en Y_2O_3 .

Ces phases peuvent contribuer à stabiliser la microstructure en limitant la croissance des grains pendant le frittage. L'oxyde d'yttrium favorise ainsi la formation d'une structure plus homogène et dense.

En conclusion, l'introduction contrôlée de Y_2O_3 modifie la structure des aciers T15 en favorisant la formation de nouvelles phases, tout en maintenant les caractéristiques principales du matériau.

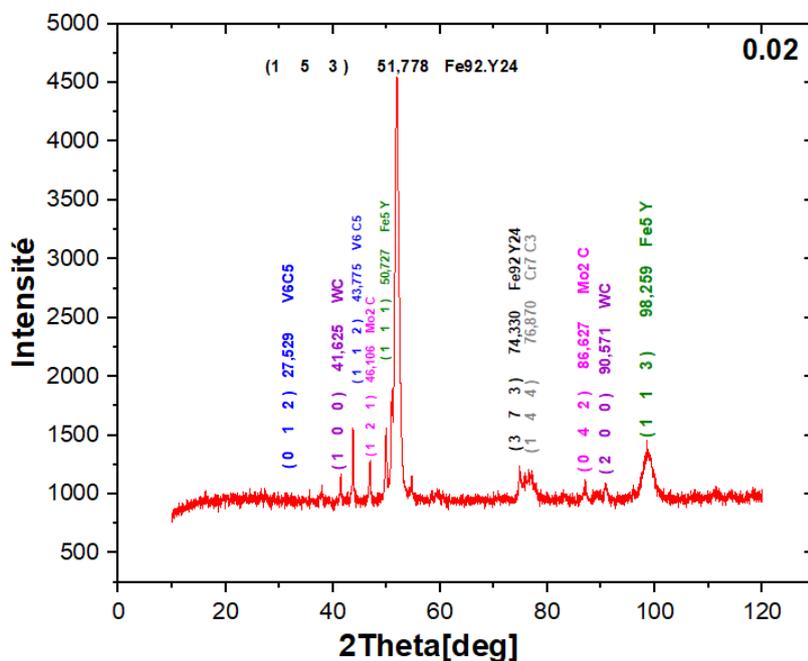


FIGURE 4.11 – Spectre DRX de l'acier à outils T15 dopé à 0,02%.

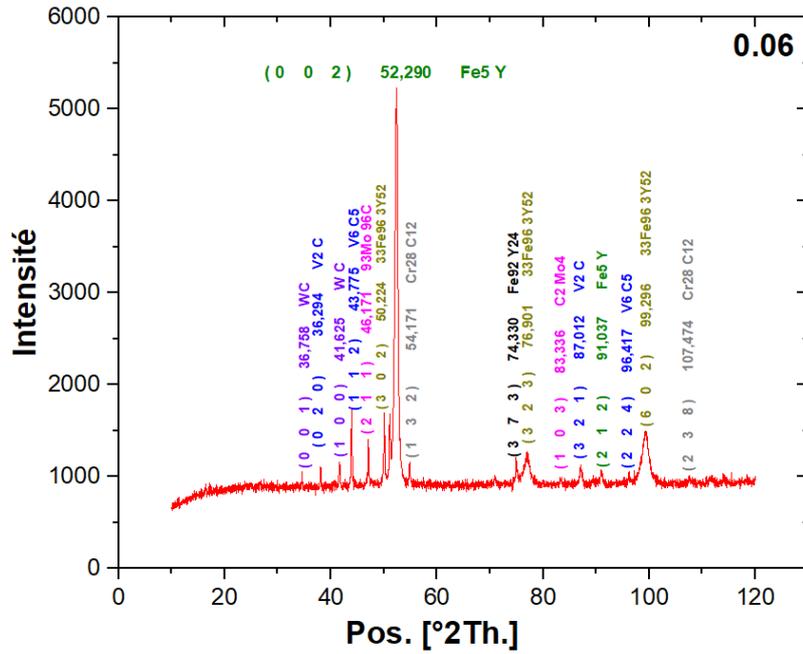


FIGURE 4.12 – Spectre DRX de l’acier à outils T15 dopé à 0,06%.

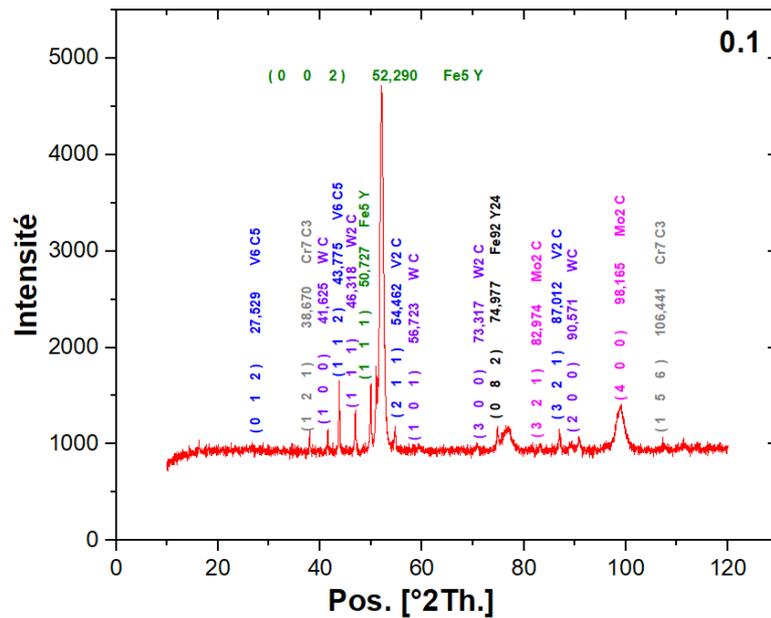


FIGURE 4.13 – Spectre DRX de l’acier à outils T15 dopé à 0,1%.

 TABLE 4.1 – Les principales phases identifiées par DRX de l’acier à outils T15 dopé à 0,02%, 0,06% et 0,1% d’Y₂O₃.

Teneur en Y ₂ O ₃	0,02%	0,06%	0,1%
Phase dominante	Fe ₉₂ Y ₂₄	Fe ₅ Y	Fe ₅ Y
Carbures	Des traces de (Mo ₂ C, WC, VC)	Présence marquée de (WC, Mo ₂ C, Cr ₂₈ C ₁₂)	Forte présence de (Cr ₇ C ₃ , Mo ₂ C, V ₂ C, WC)

4.4.2 La dureté

4.4.2.1 Evolution de la dureté en fonction du temps de frittage

La **figure 4.14** illustre l'évolution de la dureté Vickers (Hv) d'un acier T15 en fonction du temps de frittage, à une température constante de 1250 °C. On observe une augmentation progressive et significative de la dureté avec le prolongement du temps de frittage, passant 942,96 Hv à 1 h, à 1130,56 Hv à 6 h.

Cette amélioration continue de la dureté s'explique principalement par l'évolution de la microstructure au cours du frittage. Un temps plus long favorise une densification plus poussée, une réduction de la porosité résiduelle et une meilleure cohésion intergranulaire. Par ailleurs, le frittage prolongé favorise également une répartition plus homogène des carbures, en particulier les carbures de vanadium et de tungstène présents dans les aciers rapides, contribuant à une dureté élevée.

Cette courbe montre que l'optimisation du temps de frittage est un levier efficace pour améliorer la dureté de l'acier à outils T15.

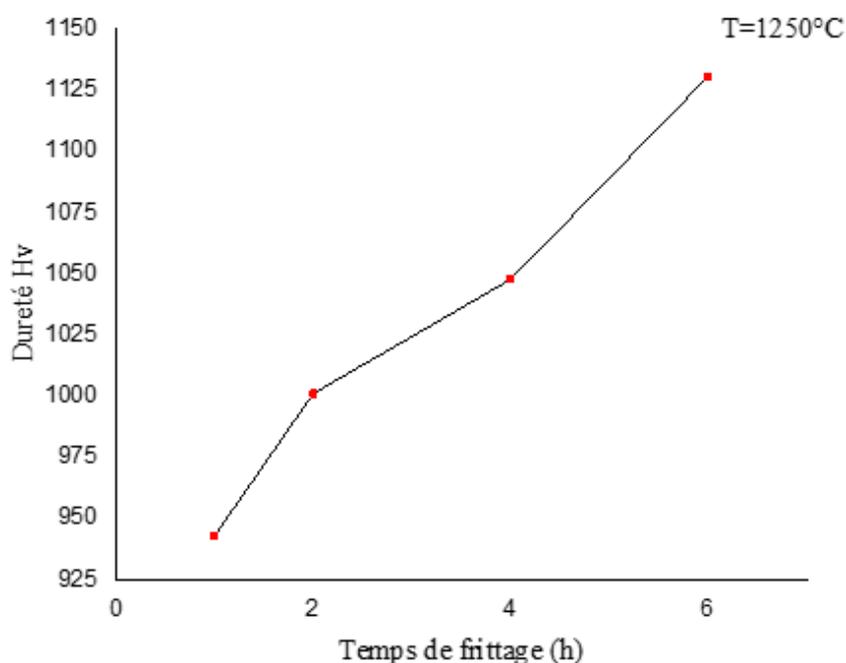


FIGURE 4.14 – Courbe de la dureté en fonction du temps de frittage des échantillons frittés à 1250°C.

4.4.2.2 Evolution de la dureté en fonction de la teneur en Y_2O_3

La **figure 4.15** représente l'évolution de la dureté Vickers (Hv) en fonction du pourcentage massique d'oxyde d'yttrium (Y_2O_3) ajouté à un acier à outils T15 fritté à 1250 °C pendant 6 h. L'analyse de cette courbe montre une variation non linéaire de la dureté avec le taux de dopage.

Au début, on observe une augmentation significative de la dureté lorsque la teneur en Y_2O_3

passé de 0% à 0,05%. Cette amélioration s'explique par le rôle du dopant en tant qu'agent de renforcement. À faible teneur (jusqu'à 0,05%), l'oxyde d'yttrium favorise une meilleure dispersion des carbures dans la matrice, réduit la porosité résiduelle et inhibe la croissance des grains. Ces phénomènes induisent une microstructure fine et homogène, ce qui se traduit par une dureté élevée, atteignant un maximum autour de 1670 Hv à 0,05% Y_2O_3 .

Cette évolution est confirmée par les résultats de **diffraction des rayons X (DRX)** (voir **tableau 4.1**). En effet, pour des teneurs faibles à modérées en Y_2O_3 (entre 0,02 % et 0,06 %), on observe l'apparition progressive de phases dures telles que Mo_2C , WC , VC , V_2C et $Cr_{28}C_{12}$, ainsi que la substitution progressive de la phase intermétallique $Fe_{92}Y_{24}$ par Fe_5Y . Ces phases, bien connues pour leur dureté intrinsèque élevée, participent activement au renforcement mécanique du matériau, notamment par effet de dispersion et blocage des dislocations, contribuant ainsi à l'amélioration globale des propriétés mécaniques[72][73].

Au-delà de la teneur en Y_2O_3 (0,05 %), la dureté décroît progressivement. Ce comportement peut être attribué à l'agglomération excessive des particules d'oxyde d'yttrium, créant des zones de fragilité ou perturbant la cohésion de la matrice métallique. Les résultats de **DRX** à 0,1 % confirment cette évolution : bien que la quantité de phases dures (notamment Cr_7C_3 , Mo_2C , V_2C) augmente, la phase $Fe_{92}Y_{24}$ a totalement disparu, et la matrice devient saturée en précipités. Une telle accumulation peut engendrer des hétérogénéités locales, favoriser la formation de porosités intergranulaires ou réduire l'efficacité de la densification, conduisant à une structure mécaniquement affaiblie.

Ainsi, un dosage optimal du dopant est crucial: 0,05% Y_2O_3 semble offrir le meilleur compromis entre densification, homogénéité microstructurale et performance mécanique.

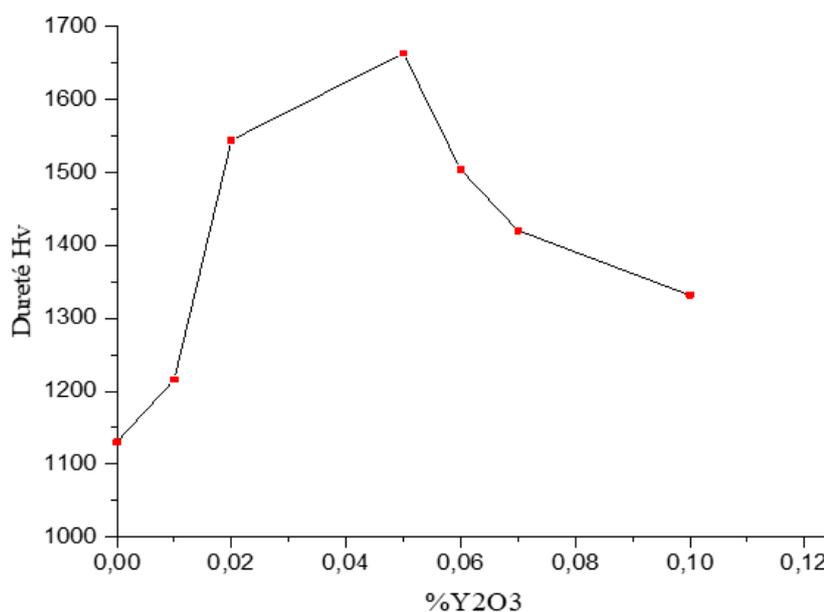


FIGURE 4.15 – Courbe de la dureté en fonction de la teneur en Y_2O_3 des échantillons frittés à $1250^{\circ}C$ pendant 6h.

La courbe de la dureté en fonction de la teneur en Y_2O_3 complète parfaitement les observations issues des micrographies MEB de la **figure 4.10**. Elle met en évidence une augmentation progressive de la dureté avec l'ajout d'oxyde d'yttrium, atteignant un maximum à 0,05 %, suivie d'une diminution au-delà de cette fraction.

Les résultats de **DRX** confirment cette évolution, révélant une transformation progressive

de la structure cristalline avec l'augmentation du dopage. Cette évolution traduit la formation et la répartition contrôlée de phases secondaires jusqu'à la teneur optimale (0,05 %), contribuant ainsi à l'amélioration de la dureté.

4.4.3 Le test d'usure

Afin d'évaluer le comportement à l'usure des échantillons obtenus, des essais tribologiques ont été réalisés. Ces tests permettent d'analyser l'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps, la perte de masse, ainsi que l'observation des traces d'usure observées en surface.

Les résultats obtenus sont présentés et interprétés ci-après, afin de mettre en évidence l'influence de la teneur en Y_2O_3 sur le comportement tribologique des échantillons, en corrélant les variations du coefficient de frottement, la perte de masse mesurée, et les caractéristiques des traces d'usure.

4.4.3.1 Le coefficient de frottement en fonction de la teneur en Y_2O_3

La **figure 4.16** illustre l'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps pour des échantillons d'acier à outils T15 dopés à différentes teneurs en Y_2O_3 (0 %, 0,05 % et 0,1 %). Après une courte phase transitoire initiale, marquée par une augmentation rapide du coefficient de frottement due à la mise en contact et à l'adaptation des surfaces, les trois courbes atteignent un régime stationnaire traduisant une usure stabilisée.

L'ajout de Y_2O_3 influence significativement le comportement tribologique des matériaux. L'échantillon non dopé présente le coefficient de frottement le plus élevé, accompagné d'une certaine instabilité, probablement liée à une porosité résiduelle plus importante et à une microstructure hétérogène, comme le confirment les micrographies MEB.

À une teneur de 0,05 %, le coefficient de frottement diminue notablement et devient plus stable. Cette amélioration est directement liée à une densification accrue, une meilleure dispersion des carbures et une réduction de la porosité, confirmées par l'analyse MEB et DRX. C'est également à cette teneur que la dureté maximale est atteinte, traduisant un équilibre optimal entre structure et propriétés mécaniques.

En revanche, une concentration plus élevée en Y_2O_3 (0,1 %) induit une légère hausse du coefficient de frottement et une réapparition de l'instabilité. Cela pourrait résulter d'une agglomération du dopant, engendrant une distribution moins homogène des carbures et une microstructure moins favorable à la résistance à l'usure.

Ainsi, ces résultats mettent en évidence une forte corrélation entre les propriétés tribologiques, la microstructure (observée par MEB), les résultats de DRX et la dureté mesurée. Le dopage à 0,05 % en Y_2O_3 apparaît comme optimal, offrant un bon compromis entre stabilité et réduction du frottement. Au-delà de cette valeur, les performances n'évoluent plus favorablement, soulignant l'existence d'une concentration optimale à ne pas dépasser.

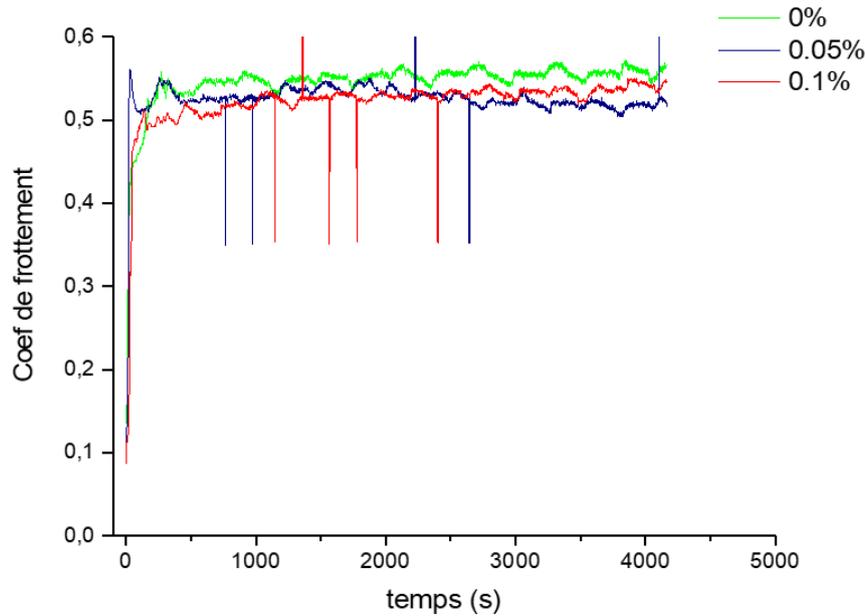


FIGURE 4.16 – Evolution du coefficient de frottement en fonction de la teneur en Y_2O_3 .

4.4.3.2 La perte de masse en fonction de la teneur en Y_2O_3

La **figure 4.17** représente la variation de la perte de masse en fonction de la fraction massique de Y_2O_3 ajoutée à un acier rapide T15.

On observe une diminution progressive de la perte de masse jusqu'à une teneur de 0,05 % en Y_2O_3 , où elle atteint un minimum. Cette tendance indique une amélioration significative de la résistance à l'usure grâce à l'ajout contrôlé de ce dopant.

À faible teneur (0,01 % à 0,05 %), l'oxyde d'yttrium semble favoriser une meilleure densification, une microstructure plus homogène et une distribution plus fine des carbures, limitant ainsi l'arrachement de matière lors du frottement.

Toutefois, au-delà de 0,05 %, la perte de masse augmente à nouveau, suggérant que des teneurs plus élevées entraînent des effets négatifs, tels qu'une possible agglomération du dopant, une diminution de la cohésion intergranulaire ou une fragilisation locale.

Ainsi, la teneur optimale en Y_2O_3 pour améliorer la résistance à l'usure est de 0,05 %, ce qui confirme les observations issues des mesures de dureté, des micrographies MEB, des résultats de DRX et du comportement tribologique.

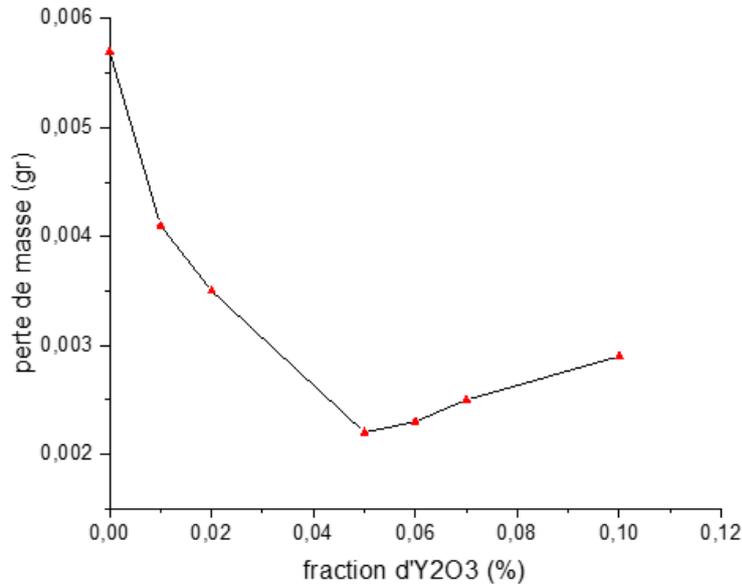


FIGURE 4.17 – Représentation de la perte de masse en fonction de la teneur e Y_2O_3 .

4.4.3.3 Analyse structurale des traces d'usure

La **figure 4.18** présente les micrographies optiques des traces d'usure obtenues après tests tribologiques sur des échantillons d'acier rapide T15 frittés à 1250 °C pendant 6 h, et dopés à différentes fractions massiques d'oxyde d'yttrium (0 %, 0,05 % et 0,1 %). L'objectif est d'évaluer l'effet du dopage sur le comportement à l'usure en comparant la morphologie, la largeur et la régularité des traces laissées sur les surfaces sollicitées.

L'observation montre que l'échantillon non dopé (0 % Y_2O_3) présente une trace d'usure relativement large et irrégulière, malgré une densification quasi totale. Cette usure marquée peut s'expliquer par une microstructure moins homogène, une répartition non optimale des carbures, et une moindre résistance à l'usure. L'absence de dopant ne permet pas de stabiliser efficacement les carbures, ce qui favorise la dégradation sous sollicitation tribologique.

En revanche, l'échantillon dopé à 0,05 % Y_2O_3 présente une trace nettement plus étroite, plus lisse et régulière. Ce résultat met en évidence une amélioration significative de la résistance à l'usure, une dispersion homogène des carbures et un affinement de la microstructure. Le dopant, en faible quantité, joue ici un rôle favorable dans la stabilité thermique et mécanique du matériau.

Pour l'échantillon dopé à 0,1 % Y_2O_3 , la trace d'usure s'élargit de nouveau, accompagnée d'une rugosité plus marquée. Cette dégradation des performances peut être attribuée à une agglomération des particules de Y_2O_3 à plus forte teneur, conduisant à des hétérogénéités locales et à une moins bonne tenue mécanique en surface.

La comparaison des trois micrographies montre clairement que le dopage à 0,05 % Y_2O_3 constitue un compromis optimal, assurant une résistance à l'usure supérieure grâce à une microstructure dense, fine et homogène, contrairement aux deux autres conditions qui présentent, soit un manque d'éléments stabilisateurs, soit un excès défavorable. Ces résultats corroborent les données de dureté et de coefficient de frottement obtenues précédemment.

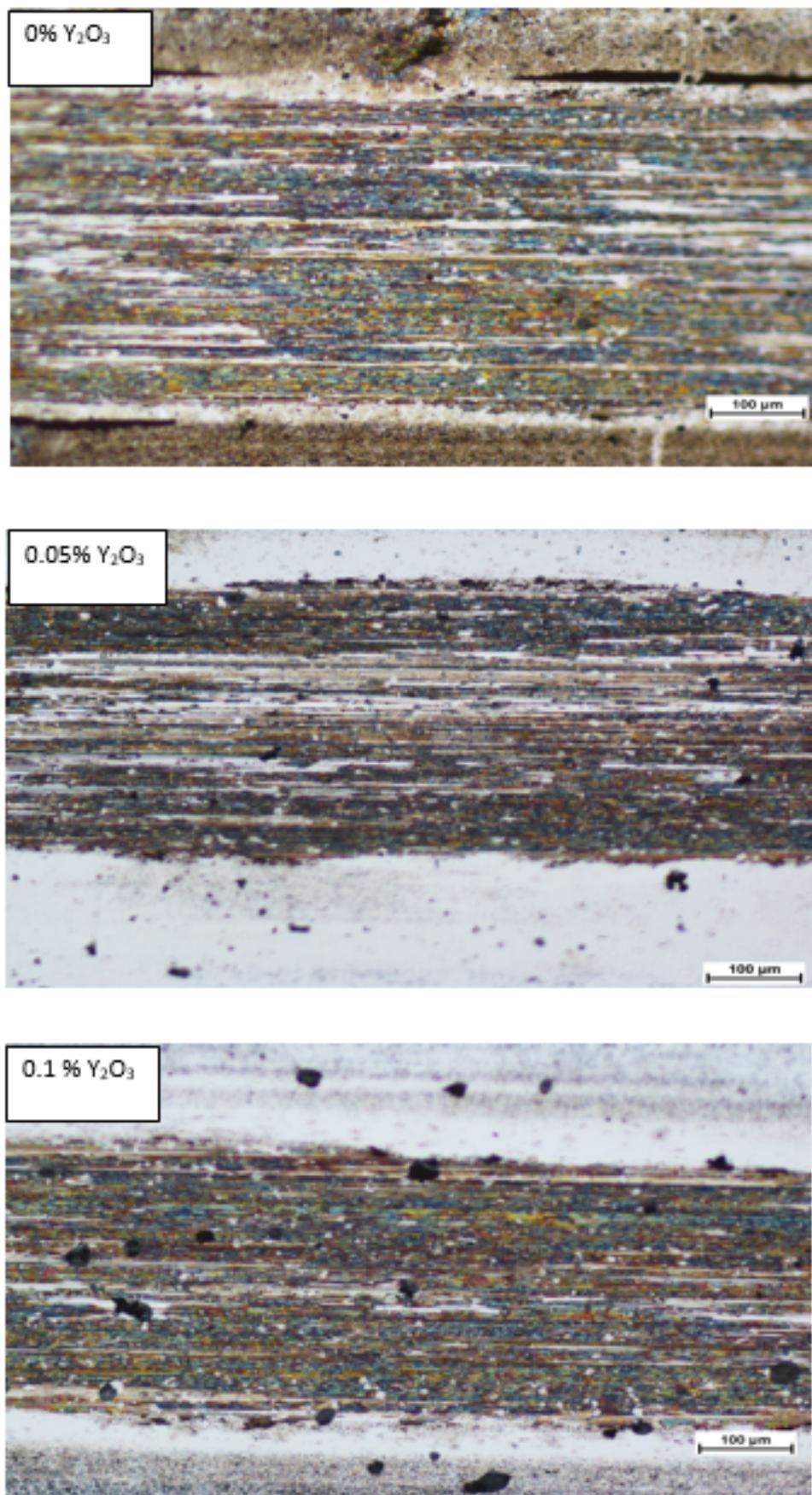


FIGURE 4.18 – Micrographies optiques des traces d'usure des échantillons frittés à 1250°C pendant 6h.

Conclusion

L'analyse approfondie des résultats expérimentaux a mis en évidence l'influence notable du temps de frittage et du dopage à l' Y_2O_3 sur les propriétés microstructurales, mécaniques et tribologiques de l'acier à outils T15. Les observations MEB ont révélé une amélioration de la densification et une meilleure dispersion des carbures avec l'augmentation du temps de frittage, tandis qu'un dopage de 0,05 % en Y_2O_3 s'est avéré optimal pour la dureté, la stabilité du coefficient de frottement et la résistance à l'usure. Les analyses DRX confirment cette tendance, montrant une évolution structurale favorable jusqu'à ce seuil. En revanche, une teneur plus élevée en Y_2O_3 entraîne une dégradation des performances, probablement due à l'agglomération des particules et à une hétérogénéité croissante de la microstructure.

Ces observations soulignent l'importance du contrôle précis des conditions de frittage et de la teneur en additifs pour optimiser les performances des matériaux métalliques élaborés par métallurgie des poudres. Les résultats obtenus posent ainsi les bases d'une meilleure compréhension des mécanismes d'interaction entre la microstructure, la composition et les propriétés fonctionnelles du matériau.

Conclusion générale

Ce travail s'est inscrit dans le cadre du développement de matériaux avancés à haute performance, en s'intéressant à l'élaboration et à l'optimisation de l'acier à outil T15 par métallurgie des poudres (MDP), à travers la mise en œuvre du procédé innovant de Consolidation par Pression Atmosphérique (CAP).

L'objectif principal était de mettre en évidence l'effet du temps de frittage à 1250 °C ainsi que du dopage à l'oxyde d'yttrium (Y_2O_3) sur la densification, la microstructure et les propriétés mécaniques de l'acier à outils T15, dans le but d'obtenir un matériau dense, homogène et mécaniquement performant.

Le travail s'articule autour de trois axes principaux :

1. L'Optimisation du temps de frittage à 1250 °C afin d'atteindre une densité proche de la valeur théorique avec une microstructure fine et uniforme ;
2. L'étude de l'effet du dopage à faible teneur en Y_2O_3 (de 0,01% à 0,1%) sur la cinétique de frittage et les développements microstructuraux ;
3. L'évaluation approfondie des propriétés mécaniques, en particulier la dureté et la résistance à l'usure en fonction des paramètres étudiés.

Le procédé CAP, simple, économique et sans recours à la haute pression, s'est révélé particulièrement adapté à la consolidation de poudres métalliques dans des capsules en verre.

Les premiers essais ont mis en lumière un obstacle majeur à la densification : la présence de couches d'oxydes en surface, confirmée par les analyses EDS, nécessitant une étape indispensable de décapage chimique pour restaurer l'aptitude au frittage.

Après élimination de cette couche d'oxyde, deux séries d'échantillons ont été élaborées et analysées :

- Une série frittée pendant des durées variables (de 1 à 6 heures),
- Une autre contenant différents teneurs en Y_2O_3 , allant de 0,01% à 0,1% en masse.

Les analyses métallographiques, les essais de dureté, d'usure, ainsi que des analyses par DRX ont permis d'aboutir aux conclusions suivantes :

- Le procédé CAP a permis une densification remarquable, avec atteinte de la densité théorique à 1250 °C après 6 h de frittage ;

- La porosité peut être contrôlée en morphologie et en répartition, permettant la formation soit d'un réseau fermé, soit d'un réseau poreux continu exploitable, notamment pour la rétention de lubrifiants dans des applications tribologiques (ex. : roulements autolubrifiants) ;

- Le dopage en Y_2O_3 à faible teneur ($< 0,05\%$) s'est révélé particulièrement bénéfique : il affine la microstructure, favorise une dispersion homogène des éléments d'alliage et améliore considérablement la dureté (jusqu'à 1600 HV) ainsi que la résistance à l'usure. Ces performances sont confirmées par la DRX, qui met en évidence l'apparition de phases secondaires renforçantes bien contrôlées ;

- La teneur optimale en Y_2O_3 est de 0,05%. Au-delà, le dopage devient préjudiciable : des zones hétérogènes, une agglomération des particules et une saturation de la matrice en oxydes apparaissent, dégradant les propriétés mécaniques et augmentant le coefficient de frottement ;

- Une corrélation directe a été établie entre la dureté et la résistance à l'usure : les échantillons les plus durs subissent moins de perte de masse et présentent un frottement réduit. Cela confirme le lien entre microstructure maîtrisée et performance mécanique.

Enfin, cette étude démontre l'efficacité du procédé CAP pour la consolidation de l'acier à outils T15 par métallurgie des poudres. Le contrôle thermique et le dopage ciblé à l'oxyde d'yttrium permettent d'optimiser la microstructure tout en améliorant la dureté et la résistance à l'usure. Une teneur optimale de 0,05% en Y_2O_3 offre un bon compromis entre performance mécanique et homogénéité. Au-delà de cette limite, des défauts microstructuraux apparaissent, réduisant la qualité du matériau. Le procédé CAP s'impose ainsi comme une alternative simple, efficace et économique aux méthodes de frittage classiques. Il répond pleinement aux exigences de performance, de reproductibilité et de rentabilité pour les applications industrielles.

Perspectives

Les résultats obtenus dans ce travail ouvrent plusieurs pistes intéressantes pour des recherches ultérieures. Il serait notamment pertinent :

- D'explorer l'effet de températures de frittage différentes (inférieures ou légèrement supérieures à 1250 °C) afin d'optimiser davantage le compromis entre densification, contrôle de la microstructure et économies d'énergie.
- D'étendre l'étude à d'autres types de dopants rares ou réfractaires (tels que La_2O_3 , CeO_2 ou ZrO_2) et de comparer leurs effets avec ceux de Y_2O_3 sur les propriétés mécaniques et la stabilité microstructurale.
- D'analyser en détail les phénomènes de diffusion atomique et de formation des phases secondaires par des techniques avancées comme la microscopie électronique à transmission (TEM).
- D'évaluer le comportement de l'acier T15 dopé en conditions de service réelles (température, chocs thermiques, environnements corrosifs) afin d'étudier sa durabilité et son aptitude à l'usinage.
- D'envisager une modélisation numérique du frittage sous pression atmosphérique pour mieux comprendre les mécanismes de densification et prédire les propriétés finales du matériau en fonction des paramètres du procédé.
- De réaliser des essais mécaniques complémentaires tels que la ténacité à la rupture, la fatigue et la résistance à chaud, afin d'évaluer le comportement global du matériau dans des conditions extrêmes.
- De tester les échantillons dans des environnements industriels réels (ex. : outils de coupe, matrices d'estampage) pour valider leurs performances en service.

Enfin, ces perspectives visent à consolider les résultats expérimentaux obtenus, à étendre les champs d'application du matériau développé et à renforcer la transition vers une exploitation industrielle réelle du procédé CAP pour la fabrication d'aciers rapides de haute performance.

Bibliographie

- [1] George ROBERTS et al. “Tool Steels: A Brief History and the Development of High-Speed Steel”. Anglais. In : *Journal of Materials Science* 33.9 (1998).
- [2] James A. SAGO, Joseph W. NEWKIRK et Gregory M. BRASEL. “Rapid Mechanical Alloying for Metal Powder Production”. Anglais. In : *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*. T. 2. Princeton, NJ : Metal Powder Industries Federation, 1997.
- [3] Chafia ALOUANE. “Consolidation d’une poudre d’acier à outil de type T15 par pression atmosphérique”. français. Thèse de doctorat. École Nationale Polytechnique d’Alger, 2021, p. 51-56.
- [4] André VO VAN. “Modélisation numérique et expérimentale du procédé de frittage en métallurgie des poudres”. français. Thèse de doctorat. Université de Technologie de Compiègne, 1998.
- [5] Laurent CUZACQ. “Élaboration et caractérisation de matériaux métalliques poreux par fabrication additive par dépôt de matière (Extrusion Additive Manufacturing) et par métallurgie des poudres”. français. Thèse de doctorat. Université de Bordeaux, 2024.
- [6] Louiza ARAB. “Élaboration par différentes méthodes et étude optique de poudres nanocristallines de ZnO pur et dopé par différents oxydes”. français. Thèse de doctorat. Université Ferhat Abbas Sétif 1, 2012.
- [7] Fritz THÜMLER et Rainer OBERACKER. *An Introduction to Powder Metallurgy*. Anglais. London : The Institute of Materials, 1993. ISBN : 9780901716262.
- [8] Othmane BOUCHENAF. “Mécanosynthèse et matériaux de construction: Optimisation et application pour la clinkérisation et la géopolymérisation”. français. Thèse de doctorat. Université Paris-Est, 2019.
- [9] Salah Eddine BRIKA. “Impact de la morphologie des poudres métalliques sur leur performance lors de l’étalement et la fusion laser sur lit de poudre”. français. Thèse de doctorat. Montréal, Canada : École de technologie supérieure (ÉTS), 2023.
- [10] Mathias MOSER. “Développement d’alliages à haute entropie base tungstène par des procédés de la métallurgie des poudres”. français. Thèse de doctorat. France : Université de Bourgogne, 2022.
- [11] G. S. UPADHYAYA. *Powder Metallurgy Technology*. Anglais. Cambridge, UK : Cambridge International Science Publishing, 2002. ISBN : 978-1-898326-40-3.
- [12] Beyza HASDEMIR. “Spreadability and Characterization of Metal Powders for Additive Manufacturing”. Anglais. Master’s Thesis. Izmir, Turkey : Izmir Institute of Technology, 2020.
- [13] T. YUKIMASA et S. TAKEMORI. “A Review of Metal Powder Production”. Anglais. In : *Metallurgical Review of MMIJ* 6.2 (1989), p. 38-53.
- [14] Randall M. GERMAN. *Powder Metallurgy Science*. Anglais. 2nd. Princeton, New Jersey : Metal Powder Industries Federation, 1994.

-
- [15] Mohamed N. RAHAMAN. *Ceramic Processing and Sintering*. Anglais. 3rd. Boca Raton, FL : CRC Press, 2017. ISBN : 9781482224475.
- [16] Abdelouahab REDJECHTA. “Étude microstructurale et mécanique des alliages Cu-Zn frittés sous pression et par électrodéposition”. français. Thèse de doctorat. Université des Sciences et de la Technologie d’Oran Mohamed-Boudiaf, 2018.
- [17] I. C. SINKA. “Modelling Powder Compaction”. Anglais. In : *KONA Powder and Particle Journal* 25 (2007), p. 4-22. DOI : 10.14356/kona.2007005.
- [18] Franck TOUSSAINT. “Étude expérimentale et simulation numérique de la mise en forme par compression et frittage de poudres”. français. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Grenoble (INPG), 2001.
- [19] Michel EUDIER. *Développement de la métallurgie des poudres*. français. Fiche technique M860 v2. Techniques de l’Ingénieur, 1994.
- [20] Usama M. ATTIA. “Cold-isostatic pressing of metal powders: A review of the technology and recent developments”. Anglais. In : *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences* 46.6 (2021), p. 587-610. DOI : 10.1080/10408436.2020.1854956.
- [21] Michel EUDIER. “Fabrication des produits frittés”. français. In : *Techniques de l’ingénieur, Matériaux métalliques*. M864. Techniques de l’Ingénieur, 1994, p. M864-1-M864-9.
- [22] Joamín GONZÁLEZ-GUTIÉRREZ, Gustavo Beulke STRINGARI et Igor EMRI. “Powder Injection Molding of Metal and Ceramic Parts”. Anglais. In : *Some Critical Issues for Injection Molding*. Sous la dir. de Jingyi XU. IntechOpen, 2012, p. 65-88. DOI : 10.5772/48173.
- [23] Abdolali FAYYAZ et al. “Micro-powder injection molding of cemented tungsten carbide: Feedstock preparation and properties”. Anglais. In : *Ceramics International* 41.3 (2015), p. 3605-3612. DOI : 10.1016/j.ceramint.2014.10.131.
- [24] Nutthita CHUANKRERKKUL, Peter F. MESSER et Hywel A. DAVIES. “Powder injection moulding of cemented carbides: Feedstock preparation and injection moulding”. Anglais. In : *Journal of Metals, Materials and Minerals* 17.1 (2007), p. 53-57.
- [25] L. OLMOS. “Étude du frittage de poudres par microtomographie in situ et modélisation discrète”. français. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Grenoble (INPG), 2009.
- [26] Sylvain MARTIN. “Contribution à la modélisation du frittage en phase solide”. français. Thèse de doctorat. Université de Technologie de Compiègne (UTC), 2014.
- [27] Sandrine BAUD. “Frittage en phase liquide du carbure de silicium: évolution des microstructures et des propriétés mécaniques: Étude thermodynamique des interactions oxydes/SiC”. français. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Grenoble (INPG), 2000.
- [28] Randall M. GERMAN. *Sintering: From Empirical Observations to Scientific Principles*. Anglais. Butterworth-Heinemann, 2014. ISBN : 9780124016828.
- [29] Sylvain MARTIN, Mohamed GUESSASMA, Jérôme FORTIN et al. “Modélisation du frittage par une approche dynamique des contacts”. In : *11e Colloque National en Calcul des Structures*. 2013.
- [30] Yazid BOUKEFOUSSA. “Type de frittage par dilatométrie anisotherme”. Thèse de doctorat. Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou (UMMTO), 2018.
- [31] Stéphane DUPIN. “Étude fondamentale de la transformation du polyamide 12 par frittage laser : mécanismes physico-chimiques et relations microstructures/propriétés”. Thèse de doctorat. INSA de Lyon, 2012.

- [32] Tiana DEPLANCKE. “Approche des mécanismes de frittage du UHMWPE : étude du comportement mécanique à l’état solide et à l’état fondu”. Thèse de doctorat. INSA de Lyon, 2013.
- [33] Gisèle Laure NANA KOUIMTOUDJI LECOMTE. “Transformations thermiques, organisation structurale et frittage des composés kaolinite-muscovite”. Thèse de doctorat. Université de Limoges, 2004.
- [34] Victor TRILLAUD. “Approche expérimentale du modèle à deux grains: premier stade du frittage de microsphères UO_{2+x} et UO_{2+x}/CeO_2 ”. Thèse de doctorat. Université de Montpellier, 2019.
- [35] Haret LYES et Nourddine BOUKHERROUB. “Étude de l’influence du temps de broyage et de la température de frittage sur le Zamak”. Thèse de doctorat. Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2022.
- [36] Hubert MULIN. “Étude de l’évolution chimique et microstructurale lors de la consolidation par frittage d’un alliage d’or 18 carats après mise en forme par Injection de Poudres Métalliques”. Thèse de doctorat. École Nationale Supérieure d’Arts et Métiers, 2012.
- [37] Michaël STE-MARIE. “Étude et modélisation du frittage de pièces moulées par injection de poudres métalliques d’acier inoxydable et de superalliage de nickel”. Thèse de doctorat. École Polytechnique de Montréal, 2009.
- [38] Laure RAMOND. “Étude comparative du frittage SPS et du pressage à chaud pour la densification de matériaux pulvérulents”. Thèse de doctorat. Université de Lille, 2011.
- [39] H. L. BLACK et al. “German patent N° 2913623”. Allemand. Brevet 2913623. German patent, novembre 1980. Nov. 1980.
- [40] V. N. DIGIAMBATTISTA. “Process for compacting metal powders”. Anglais. Brevet 3,704,508. U.S. patent, décembre 1972. Déc. 1972.
- [41] H. SUEYOSHI et al. “Preparation and wear properties of discontinuous ceramic fibre reinforced iron alloy by low isostatic press sintering”. Anglais. In : *Materials Science and Technology* 27.8 (2011), p. 1347-1352. DOI : 10.1179/1743284710Y.0000000052.
- [42] Rahmi ÜNAL. “Powder forming”. Anglais. In : *Modern Manufacturing Processes*. Springer, 2019, p. 65-87.
- [43] Denis MUTEL. “Développement de poudres d’acier à outils S7 par atomisation à l’eau pour la fabrication additive par fusion laser sur lit de poudre (LPBF)”. français. Mémoire de master. Université non précisée, 2023.
- [44] V. CHRISTAIN. “Étude des propriétés métallurgiques des aciers Toom pour applications industrielles”. français. In : *Revue de Métallurgie* 98.4 (2001), p. 325-332. DOI : 10.1051/metal/200198040325.
- [45] A. M. BAYER et L. R. WALTON. “Wrought tool steels”. Anglais. In : *Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys*. ASM International, jan. 1990, p. 425-432.
- [46] J. R. DAVIS. *Tool materials*. Anglais. Materials Park, OH : ASM International, 1995. ISBN : 978-0-87170-526-4.
- [47] R. WILSON. *Metallurgy and heat treatment of tool steels*. Anglais. Maidenhead, Berkshire, UK : McGraw-Hill Book Company (UK) Limited, 1975.
- [48] İsmail Seçkin ÇARDAKLI. “Solidification à forte vitesse de refroidissement, traitement thermomécanique et caractérisation de l’acier à outils pour travail à froid AISI DC53”. français. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Grenoble (INPG), 2019.

- [49] C. VOGEL et al. *Metallurgi for ingeniører*. Norvégien. 6th. Trondheim, Norvège : Tapir Forlag, 1993.
- [50] G. ROBERTS et al. *Tool steels*. Anglais. 5th. Materials Park, OH, USA : ASM International, 1998. ISBN : 978-0-87170-668-1.
- [51] Youcef HADJI. “Traitements thermiques des aciers à outils pour travail à chaud”. français. Mémoire de master. Université des Sciences et de la Technologie d’Oran Mohamed-Boudiaf, 2020.
- [52] J. R. DAVIS. *Tool materials*. Anglais. Materials Park, OH, USA : ASM International, 1995. ISBN : 978-0-87170-526-4.
- [53] Christian HØJERSLEV. *Tool steels*. Anglais. Copenhague, Danemark : Atlas of Metallurgical Phase Transformations, 2001.
- [54] R. A. NOGUEIRA et al. “Effect of heat treatment on microstructure of commercial and vacuum sintered high speed steels AISI M2 and T15”. Anglais. In : *Materials Science Forum*. T. 498. Trans Tech Publications Ltd, 2005, p. 367-372. DOI : 10.4028/www.scientific.net/MSF.498.367.
- [55] V. MARTINEZ, R. PALMA et J. J. URCOLA. “The relation of hardness to toughness and retained austenite content in N₂-H₂-CH₄ sintered T6, T15 and T42 high-speed steels”. Anglais. In : *Journal of Materials Science* 25.7 (1990), p. 3359-3367. DOI : 10.1007/BF00580135.
- [56] ASTM INTERNATIONAL. *Standard specification for tool steel high speed*. Anglais. ASTM A600-04. 2004. DOI : 10.1520/A0600-04.
- [57] VEREIN DEUTSCHER EISENHÜTTENLEUTE. *Stahlerzeugung und -verarbeitung in der Praxis*. Allemand. 2^e éd. Düsseldorf, Allemagne : Verlag Stahleisen, 1995. ISBN : 978-3798406894.
- [58] M. JELLINGHAUS. *Stahlerzeugung im Lichtbogenofen*. Allemand. 3^e éd. Düsseldorf, Allemagne : Stahl Eisen Verlag GmbH, 1994. ISBN : 978-3870872561.
- [59] C. REDL et S. HAMMARQVIST. “Design and application of advanced semi-automated ingot teeming systems”. Anglais. In : *Proceedings of AISTech Conference*. Pittsburgh, PA, USA : Association for Iron & Steel Technology (AIST), 2013.
- [60] A. MITCHELL. “Slag functions in the ESR process”. Anglais. In : *Proceedings of Liquid Metal Processing and Casting*. Santa Fe, NM, USA : The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), 2005.
- [61] G. HOYLE. *Electroslag processes – principles and practice*. Anglais. London, UK : Applied Science Publishers Ltd., 1983. ISBN : 978-0853349700.
- [62] Rafael Agnelli MESQUITA et Celso Antonio BARBOSA. “Spray forming high speed steel – properties and processing”. Anglais. In : *Materials Science and Engineering: A* 383.1 (2004), p. 87-95. DOI : 10.1016/j.msea.2004.04.044.
- [63] C. TORNBERG et A. FÖLZER. “New optimised manufacturing route for PM tool steels and high speed steels”. Anglais. In : *Proceedings of the Sixth International Tooling Conference – The Use of Tool Steels: Experience and Research*. Sous la dir. de J. BERGSTRÖM et al. Karlstad, Sweden : Karlstad University, 2002, p. 305-316.
- [64] R. D. PEASE III. “Metallography of powder metallurgy materials”. Anglais. In : *ASM Handbook, Volume 7: Powder Metal Technology and Applications*. Sous la dir. de S. R. LAMPMAN. ASM International, 1998, p. 250-261.
- [65] A. GARCIA-JUNCEDA et al. “Yttria-dispersed high-speed steel by powder metallurgy: Microstructure and mechanical properties”. Anglais. In : *Materials Science and Engineering: A* 527 (2010), p. 3804-3811. DOI : 10.1016/j.msea.2010.02.033.

-
- [66] R. L. KLUEH, J. P. SHINGLEDECKER, R. W. SWINDEMAN et al. “Oxide dispersion-strengthened steels: A comparison of some commercial and experimental alloys”. Anglais. In : *Journal of Nuclear Materials* 341.2–3 (2005), p. 103-114. DOI : 10.1016/j.jnucmat.2004.12.009.
- [67] L. YAN et al. “Additively manufactured Y_2O_3 -reinforced high speed steel with excellent strength and wear resistance”. Anglais. Available at SSRN 5178762. 2023. DOI : 10.2139/ssrn.5178762.
- [68] Nicolas ROUSSEL. “Optimisation du dopage d’alumine nanométriques et frittage par SPS : application aux céramiques transparentes”. français. Thèse de doctorat. Toulouse, France : Université Toulouse III – Paul Sabatier, 2013.
- [69] Guillaume JOSSÉRAND. “Élaboration et caractérisation d’aciers ODS ferritiques renforcés par la phase pyrochlore $Y_2Ti_2O_7$ ”. français. Thèse de doctorat. Rennes, France : INSA de Rennes, 2022.
- [70] Gang YAO et al. “Excellentes performances du composite W- Y_2O_3 grâce à l’amélioration du procédé de poudre et au raffinement de Y_2O_3 ”. français. In : *Materials & Design* 212 (2021), p. 110249.
- [71] Alan M. BAYER, B. BECHERER et Teledyne VASCO. “High-speed tool steels”. Anglais. In : *ASM Handbook*. T. 16. 1989, p. 51-59.
- [72] Gopal S. UPADHYAYA. *Cemented tungsten carbides: Production, properties and testing*. Anglais. William Andrew, 1998.
- [73] R. VIJAY, M. NAGINI, S. S. SARMA et al. “Structure and properties of nano-scale oxide-dispersed iron”. Anglais. In : *Metallurgical and Materials Transactions A* 45 (2014), p. 777-784.