

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique

Département de métallurgie

Laboratoire des sciences et génie des matériaux



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique



Thèse de doctorat D-LMD en métallurgie

Option : Science des matériaux

Chafia ALOUANE

Master en métallurgie, ENP.

Consolidation d'une poudre d'acier à outil de type T15 par pression atmosphérique

Présenté(e) et soutenue publiquement le (14/02/2021)

Composition du Jury :

Président	M. Mohamed lamine DGEHLAL	professeur	ENP
Promoteur	M. Abdelmadjid KASSER	MCA	ENP
Examineur	M. Mourad KEDDAM	professeur	USTHB
Examineur	M. Djamel MIROUD	professeur	USTHB
Examineur	M. Mohamed CHITROUB	professeur	ENP

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique

Département de métallurgie

Laboratoire des sciences et génie des matériaux



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique



Thèse de doctorat D-LMD en métallurgie

Option : Science des matériaux

Chafia ALOUANE

Master en métallurgie, ENP.

Consolidation d'une poudre d'acier à outil de type T15 par pression atmosphérique

Présenté(e) et soutenue publiquement le (14/02/2021)

Composition du Jury :

Président	M. Mohamed lamine DGEHLAL	professeur	ENP
Promoteur	M. Abdelmadjid KASSER	MCA	ENP
Examineur	M. Mourad KEDDAM	professeur	USTHB
Examineur	M. Djamel MIROUD	professeur	USTHB
Examineur	M. Mohamed CHITROUB	professeur	ENP

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire des Sciences et Génie des Matériaux (LSGM) de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger (ENP). Il a été mené sous la direction de Monsieur Abdelmadjid KASSER que je tiens à remercier profondément pour son encadrement, son aide, ses directives, ses conseils précieux, ses critiques constructives et surtout pour sa disponibilité et sa compréhension ainsi que pour la préparation et la mise à ma disposition des moyens de recherche qui ont permis de finaliser ce projet de thèse de Doctorat. Grace à lui, j'ai eu l'occasion de poursuivre mes recherches et de réaliser ce travail.

Je remercie particulièrement Mr. Mohamed El Amine DJEGHLAL, Professeur à l'ENP pour son aide et pour m'avoir fait l'honneur d'être le président de mon jury de thèse.

Je remercie vivement, les membres de jury, M. Mourad KEDDAM Professeur à l'USTHB, M. Djamel MIROUD Professeur à l'USTHB et M. Mohamed CHITROUB Professeur à l'ENP pour avoir accepté d'examiner ce travail et de faire partie du jury.

Mes sincères remerciements vont à Monsieur. Said MICHACHETI Professeur à l'EPST de Annaba, Monsieur Omar ALLAOUI Professeur à l'université de Laghouat et Monsieur Mosbah ZIDANI professeur à l'université de Biskra pour leurs précieuses aides et disponibilité lors de la caractérisation.

Je remercie profondément les chefs de Département de Génie Chimique et Génie Mécanique de l'ENP pour la fourniture des produits et des équipements d'usinage sans lesquels ces travaux n'auraient pas abouti.

Je voudrais aussi remercier tous les enseignants du Département de Métallurgie et tous les membres du LSGM pour leurs encouragements et leur soutien.

Je n'oublie pas de remercier tous mes amis pour leur soutien et leur sympathie. Je remercie aussi toute personne m'ayant apporté son aide, ne serait-ce qu'un minimum.

ملخص:

يهدف هذا العمل إلى دراسة الظواهر المصاحبة لعملية تلييد مسحوق فولاذ الأدوات التجاري من نو T15 باستخدام الضغط الجوي. أجريت الدراسة على مدى درجة حرارة تتراوح بين 1150 و 1250 °م، باستخدام مسحوق مملوء في زجاجات مصنوعة من Pyrex. يخضع التلييد أثناء هذه العملية إلى عدة عوامل مثل: درجة الحرارة و مدة التلييد وحجم حبيبات المسحوق و مستوى الفراغ. تشير النتائج إلى أنه يمكن تحسين تلييد هذا المسحوق باستخدام حبيبات صغيرة الحجم ومستوى فراغ وحرارة ووقت عاليين. يعتبر تغلغل الزجاج ميزة خاصة لهذه العملية. حيث انه في ظل ظروف معينة، يمكن للزجاج شديد السيولة أن يتغلغل عميقا بين الحبيبات، ويمنع الوصول إلى كثافة عالية. أثبتت هذه الدراسة أنه خلال تلييد مسحوق الفولاذ T15، يحدث تنافس بين تكثيف الحبيبات و توغل الزجاج. في درجة حرارة عالية 1250°م و باستخدام مستوى فراغ عالي 10^{-5} تور ، تكون سرعة إغلاق المسامات أكبر من سرعة تغلغل الزجاج مما يؤدي إلى تكثيف المسحوق بعد ساعة ونصف. في درجة حرارة منخفضة وأي مستوى فراغ، يحتاج المسحوق إلى مزيد من الوقت للوصول إلى كثافات أعلى. تم أيضا إجراء تطعيم مسحوق فولاذ T15 بواسطة Y_2O_3 . أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن هناك نسبة حرجة من Y_2O_3 (0.05%) تمكننا من الحصول على خصائص ميكانيكية عالية جدا. أخيرا يمكن القول أن عملية التلييد باستخدام CAP توفر إمكانية غلق لمسامات والحصول على بنية مجهرية دقيقة، مما يوفر تكاليف الإنتاج التي يمكن أن تكون المحفز الرئيسي للاستغلال الصناعي لهذه العملية.

الكلمات المفتاحية: التلييد بالضغط الجوي، مسحوق فولاذ الأدوات T15، معدل المسامية، تغلغل الزجاج، تطعيم Y_2O_3

Abstract:

An investigation on the Consolidation by Atmospheric Pressure (CAPing) of a gas atomized commercial T15 tool steel powder is presented. The study was carried out over a range of temperatures between 1150 and 1250°C using loose powder encapsulated in Pyrex glass bottles. The densification mechanisms during the CAPing process are subjected to several factors, such as sintering temperature and time, powder particle size and vacuum level. The results indicated that the densification of this powder could be enhanced by decreasing powder particle size and increasing the vacuum level, temperature and time of sintering. Glass penetration is a special characteristic of this process. At some conditions, the highly fluid glass may penetrate deeply throughout the powder aggregate and prevents it from densifying. This study has showed that during CAPing of T15 tool steel powder; there is a competition between the densification and the glass penetration rates. At high temperature (1250°C) and high vacuum level (10^{-5} tor), the pore closure rate is higher than the glass penetration rate and this leads to full density of the material within only 1.5 hour. However, at lower temperatures and vacuum conditions, the powder material needs much longer time to reach higher

densities. Doping of T15 tool steel powder by Y_2O_3 was carried out by chemical precipitation. The results showed that there is a critical fraction of 0.05% Y_2O_3 , for which the sintered material hit the highest levels of mechanical properties. Finally, it can be said that this process offers the possibility of closing the residual porosity and a good control of structural refinement, as well as a substantial production cost savings, which could prove a crucial decision making parameter for industrial exploitation of the process.

Key words: CAPing process, T15 tool steel powder, porosity rate, glass penetration, doping by Y_2O_3 .

Résumé :

Le travail de cette thèse porte sur l'étude de la cinétique de densification d'une poudre d'acier à outil, commercial, de type T15 par pression atmosphérique. L'étude a été réalisée sur une plage de température comprise entre 1150 et 1250°C, en utilisant une poudre libre encapsulée dans des bouteilles en verre de Pyrex. Les mécanismes de densification pendant le procédé CAP sont soumis à plusieurs facteurs, tels que la température et le temps de frittage, la taille moyenne des particules de poudre et le niveau de vide. Les résultats indiquent que la densification de cette poudre peut être améliorée en diminuant la taille moyenne des particules de poudre et en augmentant le niveau de vide, la température et le temps de frittage. La pénétration du verre est une caractéristique particulière de ce procédé. Dans certaines conditions, le verre, très fluide, peut pénétrer profondément dans l'agrégat en poudre et l'empêcher de se densifier. Cette étude a montré que lors de la consolidation par pression atmosphérique de la poudre d'acier à outil T15, il y'a une compétition entre les vitesses de densification et de la pénétration du verre. A haute température (1250°C) et niveau de vide élevé (10^{-5} torr), la vitesse de la fermeture des pores est supérieure à celle de la pénétration du verre, ce qui conduit à une densification du matériau après seulement 1,5 h. Cependant, à des températures et des conditions de vide inférieures, la poudre a besoin beaucoup plus de temps pour atteindre des densités plus élevées. Un dopage, de la poudre, par l' Y_2O_3 a été effectué par précipitation chimique. Les résultats obtenus ont montré qu'il y'a une fraction critique de l'ordre de 0.05% d' Y_2O_3 pour laquelle le matériau fritté présente les plus haut niveaux en propriétés mécaniques. Enfin, on peut dire que le procédé CAP offre la possibilité de fermer la porosité résiduelle et d'obtenir des microstructures fines, ainsi qu'une réduction

substantielle des coûts de production qui pourraient être le facteur déterminant pour l'exploitation industrielle de ce procédé.

Mots clés : La consolidation par pression atmosphérique, poudre d'acier à outil T15, taux de porosité, la pénétration de verre, dopage par l' Y_2O_3 .

Table de matières

Remerciements

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des symboles

Liste des abréviations

Introduction générale.....24

Chapitre 1 : Généralités sur la métallurgie des poudres

Introduction29

I. Elaboration des poudres.....29

1. Procédés mécaniques.....29

2. Procédés physiques.....30

3. Procédés chimiques.....31

II. Caractérisation de poudres31

1. Caractérisation de la taille moyenne et la distribution granulométrique des particules.....32

2. Caractérisation de la forme des particules.....32

III. Compactage des poudres.....33

1. Compression en matrice rigide.....33

2. Compression isostatique.....34

3. Le moulage par injection.....34

IV. Frittage35

1. Définition.....35

2. Les différentes étapes de frittage..36

3. La force motrice de frittage.....38

4. Les énergies motrices de frittage.....	39
4.1. Energie de surface.....	39
4.2. Energie due au gradient de contraintes.....	40
4.3. Energie due au gradient de lacunes.....	41
5. Mécanismes de transport de matière	41
5.1. Au joint de grains.....	42
5.2. En surface.....	43
5.3. En volume.....	44
5.4. Par évaporation- condensation.....	45
6. Les paramètres influents sur la cinétique de frittage.....	49
6.1. La taille des particules et la distribution granulométrique.....	49
6.2. La température.....	50
6.3. Le temps.....	50
6.4. L'atmosphère.....	51
7. Les techniques de frittage	51
7.1. La consolidation par pression atmosphérique.....	52
Conclusion.....	55

Chapitre 2 : Généralités sur les aciers à outils

Introduction.....	57
I. Définitions des aciers à outils.....	57
II. Classification des aciers à outils.....	58
1. Les éléments d'alliage.....	58
2. Les différentes classes des aciers à outils	59
2.1. Les aciers à outils pour travail à froid (cold work steels).....	59
2.2. Les aciers à outils pour travail à chaud (hot work steels).....	62
2.3. Les aciers rapides (High Speed Steels).....	66
3. L'acier à outil de type T15.....	71
III. Les carbures dans les aciers à outils.....	72
IV. Production des aciers à outils.....	74

1. Elaboration des aciers à outils par la métallurgie conventionnelle.....	74
2. Elaboration des aciers à outils par la métallurgie des poudres.....	74
Conclusion.....	80

Chapitre 3 : Tribologie

Introduction	82
I. Tribologie.....	82
1. Définition.....	82
2. Système tribologique.....	83
3. Le concept du 3eme corps.....	84
II. Mécanismes de tribologie.....	85
1. Frottement.....	86
2. Usure.....	87
2.1. Modes d'usure.....	89
2.2. Lois d'usure.....	94
3. La lubrification.....	95
3.1. La lubrification hydrodynamique.....	96
3.2. La lubrification limite.....	96
3.3. La lubrification à film mixte.....	96
3.4. La lubrification par film solide.....	96
III. Comportement tribologique des aciers.....	96
1. Effet de la dureté et de la microstructure.....	97
2. Effet de la vitesse de glissement	98
3. Effet de la température.....	99
4. Effet de la charge appliquée.....	100
5. Effet de l'humidité.....	101
Conclusion.....	101

Chapitre 4 : Matériaux et techniques de caractérisations

Introduction.....	104
I. Matériaux utilisés.....	104
1. La composition chimique.....	105
2. La granulométrie des poudres.....	105
3. La morphologie des particules de poudres utilisés.....	108
II. Procédure expérimentale.....	110
1. La désoxydation de la poudre.....	110
2. Présentation du procédé CAP.....	113
2.1. Le choix du verre et la préparation des bouteilles en verre.....	113
2.2. Les étapes de préparation des capsules.....	115
3. Etalonnage du four de frittage.....	118
4. Le frittage.....	120
5. Le dopage.....	122
6. Récapitulatif du plan de cette thèse.....	123
III. Techniques de caractérisation.....	125
1. Caractérisation microstructurale.....	125
1.1. Préparation de surfaces.....	125
1.2. Microscopie optique.....	125
1.3. Microscopie électronique.....	126
1.4. Caractérisation de la porosité.....	127
1.5. Caractérisation de la taille moyenne des grains.....	127
1.6. Détermination de l'énergie de surface.....	129
2. Caractérisation des propriétés mécaniques.....	131
2.1. La dureté.....	131
2.2. Les essais tribologiques.....	132

Chapitre 5 : Résultats et discussions

La première partie : Cinétique de frittage

Introduction.....	136
I. Effet de la température et du temps de frittage sur la densification.....	137
II. Effet de la taille moyenne des particules et le temps de frittage sur la densification.....	142
III. Effet du niveau de vide et du temps de frittage sur la densification.....	147
IV. Effet de la forme des particules et temps de frittage sur la densification.....	152
V. Cinétique de densification.....	156
Conclusion.....	157

La deuxième partie : Etude de la pénétration du verre

Introduction.....	158
I. Influence de la température du temps de frittage et du niveau de vide sur la pénétration du verre.....	158
II. Effet de la taille moyenne et forme des particules de poudre sur la pénétration du verre...	162
III. Estimation de la taille moyenne critique de particules de poudres pour éliminer la pénétration du verre.....	164
IV. Evolution microstructurale de la pénétration du verre.....	165
Conclusion.....	170

Troisième partie : le dopage de la poudre par Y_2O_3

Introduction.....	171
I. Effet du dopage sur la cinétique de densification.....	174
Conclusion.....	180

Quatrième partie : propriétés mécaniques

Introduction	181
I. Les carbures présents dans les échantillons obtenus	181
II. La dureté	184
1. Effet du temps de frittage et niveau de vide	184
2. Effet de la taille moyenne des particules	186
3. Effet du dopage	188
III. Tests tribologiques	192
1. Le coefficient de frottement	192
1.1. Effet des conditions de frittage sur le coefficient de frottement	192
1.2. Effet du dopage sur le coefficient de frottement	196
2. Perte de masse	198
3. Etats de surfaces des échantillons après le test d'usure	198
Conclusion	204

Conclusions générales et perspectives

Conclusions générales	208
Perspectives	210
Références bibliographiques	212

Liste de figures

Figure 1.1: représentation schématique du procédé d'atomisation à gaz [12].....	31
Figure 1.2: Vue schématique des différentes morphologies des poudres [16].....	33
Figure 1.3: Représentation schématique de deux particules voisines au début du frittage [23].....	36
Figure 1.4: La courbe de la densification au cours du frittage [33].....	37
Figure 1.5 : Les changements géométriques des grains lors du frittage [34].....	38
Figure 1.6: Représentation schématique du phénomène de transport de matière au joint de grains.....	43
Figure 1. 7: représentation du phénomène du transport de matière en surface [39].....	44
Figure 1. 8: représentation du phénomène du transport de matière en volume [39].....	45
Figure 1. 9: représentation du phénomène du transport de matière	46
Figure 1. 10: Schéma des évolutions microstructurales par les différents modes de diffusion (a) flux de joint de grains ou (b) flux de surface libre des particules [40].....	47
Figure 1. 11: 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.....	54
Figure 2. 1: Micrographies d'acier à outils pour travail à froid de type (a) D7 élaboré par MDP [75] et (b) D3 élaboré par un procédé de métallurgie conventionnel [76].....	62
Figure 2.2 : Effet du vanadium sur la dureté à chaud des aciers à outils pour le travail à chaud [77].....	65
Figure 2. 3: Effet du vanadium sur la dureté à chaud des aciers à outil pour le travail à chaud [77].....	66
Figure 2.4 : micrographie d'un acier de type H13 fritté.....	68
Figure 2. 5: Micrographie MEB d'un acier de type H13 fritté [78].....	70

Figure 2. 6: Micrographie MEB d'un acier rapide de type M2 fritté [82].....	70
Figure 2. 7 : Dureté à chaud des aciers rapides, comparé à celle des autres aciers [77].....	71
Figure 2. 8 : La résistance à l'usure des différents types d'aciers rapides [84].....	72
Figure 2. 9 : La dureté (a) des différents outils de coupes [86] et (b) des différents carbures [85].....	73
Figure 2. 10 : Microstructure d'un acier à outil M3/2 élaboré par la métallurgie conventionnelle [87]	74
Figure 2. 11 : Distribution de la taille des carbures primaires d'un acier de coupe rapide T15 élaboré par un procédé de coulé en lingotière (courbe en rouge) et par un procédé de MP (courbe en noir) [77].....	76
Figure 2. 12 : (a) la résistance à l'usure et la dureté [1] et (b) la résistance à la flexion [91] des aciers rapides élaborés par la métallurgie des poudres et conventionnelle.....	77
Figure 2. 13 : Micrographies d'acier T15 montrant des carbures alliés, a) Acier corroyé et b) Acier élaboré par MDP [92].....	77
Figure 2. 14 : Morphologie des poudres d'acier à outils atomisées; (a) Poudre d'acier rapide T15 atomisée à gaz [93] et (b) Poudre PM-23 atomisée à l'eau [94].....	78
Figure 2. 15 : Schéma illustrant l'atomisation à gaz de poudres alliées [95].....	79
Figure 2. 16 : Microstructure d'une poudre d'acier T15 atomisée au gaz [93].....	80
Figure 3. 1: Représentation schématique d'un système tribologique [101].....	83
Figure 3. 2: La théorie du 3ème corps en tribologie [102].....	85
Figure 3. 3. Sollicitations mécaniques du contact en tribologie [100].....	86
Figure 3. 4: Phases de dégradation par usure [108].....	88
Figure 3. 5: Représentation du mécanisme d'usure par abrasion à : (a) deux corps (b) trois corps et (c) l'état de surface après cette usure [109].....	90
Figure 3. 6: Représentation de : (a) mécanisme d'usure par adhésion et (b) l'état de surface après cette usure [109].....	91
Figure 3. 7: Représentation de : (a) mécanisme d'usure par fatigue et (b) l'état de surface après cette usure [109].....	92
Figure 3. 8: Représentation de : (a) mécanisme d'usure par corrosion [106] et (b) l'état de surface après cette usure [109].....	93
Figure 3. 9 : Résistance à l'usure abrasive en fonction de la dureté [113].....	97
Figure 3. 10: Effet de la vitesse de glissement sur : (a) le coefficient de frottement et (b) la surface usée des deux 1er corps [116].....	99
Figure 3. 11: Effet de la température sur la surface de la matière enlevée [116].....	100
Figure 3.12 : Effet de la charge appliquée sur le taux d'usure d'un acier à outil de type T1 [128].....	101

Figure 4. 1: La distribution en taille moyenne des particules de la poudre sphérique.....	106
Figure 4. 2: la distribution en taille moyenne des particules de la poudre irrégulière	107
Figure 4. 3:La distribution des particules de taille moyenne : (a) comprise entre 25 et 75 μm , (b) entre 75 et 140 μm et (c) supérieure à 140 μm	108
Figure 4. 4: Micrographies par MEB des particules de la poudre de l'acier T15 : (a) atomisée à gaz et (b) atomisée à l'eau.....	109
Figure 4. 5: micrographie obtenue par MEB de la poudre d'Y ₂ O ₃	110
Figure 4. 6: Micrographies de la poudre d'acier à outil T15 : (a), (b) avant le décapage et (c) après le décapage	112
Figure 4. 7: Analyse de la surface des particules de poudre, (a) avant le décapage.....	112
Figure 4. 8: La composition chimique du verre obtenue par EDS.....	113
Figure 4. 9: Le ramollissement du verre à 827 °C.....	114
Figure 4. 10: photo réelle de la bouteille utilisée pour l'encapsulation.....	114
Figure 4. 11: schéma de la bouteille utilisée pour l'encapsulation.....	115
Figure 4. 12:Schéma illustratif du dispositif utilisé pour l'encapsulation.....	116
Figure 4. 13:Photo de la bouteille en verre remplie en poudre et coude.....	117
Figure 4. 14: photo de l'opération de dégazage (deuxième étape de l'encapsulation)	117
Figure 4. 15: photo de l'opération de séparation de la capsule en verre par chauffage au chalumeau (troisième étape de l'encapsulation).....	118
Figure 4. 16: photo de la capsule obtenue puis placée dans le creuset en alumine.....	118
Figure 4. 17: Principe de fonctionnement du thermocouple.....	119
Figure 4. 18: représentation graphique de la température mesurée par le thermocouple en fonction de la température réglée.....	120
Figure 4. 19: photo de l'échantillon obtenu après frittage.....	122
Figure 4. 20: schéma de la procédure suivie au cours de dopage	122
Figure 4. 21: Protocole expérimental suivi lors de ce travail.....	124
Figure 4. 22: photo du microscope optique utilisé	126
Figure 4. 23: photo du microscope électronique à balayage utilisé.....	127
Figure 4. 24: photo du microduromètre utilisé.....	132
Figure 4. 25 : Photo du tribomètre pion-plan CSM utilisé.....	132
Figure 4. 26. Schéma de principe du tribomètre de type (pion – plan).....	133

Figure 5. 1 : Effet de la température et du temps de frittage sur le taux de porosité.....	138
Figure 5. 2: Effet de la température et du temps de frittage sur la taille moyenne des grains.....	139
Figure 5. 3: microstructures, traitées par imageJ, des échantillons frittés à différentes température pendant différents temps en utilisant un vide primaire. (sans attaque chimique).....	140
Figure 5. 4: microstructures des échantillons frittés à: (a) 1150 °C, (b) 1200 °C et (c) 1250 °C pendant 6h en utilisant un vide primaire (avec attaque chimique au nital 4%).....	141
Figure 5. 5: Effet du temps et de la taille moyenne des particules de poudre sur le taux de porosité.....	142
Figure 5. 6: Energie de surface en fonction de la taille moyenne des particules de poudre.	143
Figure 5. 7 : Effet de la taille moyenne des particules de poudre sur la taille moyenne des grains.....	144
Figure 5. 8: Microstructures, traitées par imageJ, d'échantillons frittés à 1250°C pendant différents temps en utilisant un vide primaire et poudres à granulométrie différente.....	145
Figure 5. 9 : Microstructures d'échantillons frittés à 1250°C pendant 4h en utilisant un vide primaire et poudre à particules de taille : (a) 43µm, (b) 87µm et (c) 152µm.....	146
Figure 5. 10: Effet de niveau de vide sur le taux de porosité des échantillons frittés à 1250°C.....	148
Figure 5. 11: Effet du niveau de vide et temps de frittage sur la taille moyenne des grains.....	149
Figure 5. 12: Micrographies d'échantillons frittés à 1250°C pendant des temps et niveaux de vide différents. (sans attaque chimique).....	150
Figure 5. 13: Microstructures d'échantillons frittés à 1250°C pendant 6h en utilisant (a) vide primaire et (b) vide secondaire.....	152
Figure 5. 14: Effet de la forme de particules de poudre et le temps de frittage.....	153
Figure 5. 15: Effet de la forme des particules de poudre et du temps de frittage.....	154

Figure 5. 16: Microstructures des échantillons frittés à 1250 °C pendant différents temps en utilisant un vide primaire et poudres à formes différentes.....	155
Figure 5. 17: Evolution interactive du taux de porosité et de la taille des grains en fonction du temps de la poudre d'acier à outil T15 fritté par CAPing.....	156
Figure 5. 18: Micrographies optiques d'échantillons frittés à 1250°C.....	157
Figure 5. 19: illustration schématique de la pénétration du verre.....	158
Figure 5. 20: Influence de la température et temps de frittage sur la pénétration du verre dans le cas d'un vide primaire.....	159
Figure 5. 21: Influence de la température et temps de frittage sur la pénétration du verre dans le cas d'un vide secondaire.....	160
Figure 5. 22: Log(viscosité) en fonction de la température [136, 137].....	161
Figure 5. 23: Effet de la taille moyenne de particules de poudre et temps de frittage sur la pénétration du verre dans une poudre de forme sphérique.....	163
Figure 5. 24: Effet de la forme de particules de poudre et temps de frittage.....	164
Figure 5. 25: Ajustement linéaire et extrapolation de la courbe taille moyenne de particules-pénétration du verre d'échantillons frittés à 1250°C pendant 8h.....	165
Figure 5. 26: Pénétration du verre dans la poudre de taille moyenne 152µm fritté par le procédé CAP.....	166
Figure 5. 27: Influence de la température et temps de frittage sur la pénétration du verre d'échantillons frittés sous vide primaire.....	167
Figure 5. 28: Influence de la taille moyenne des particules de poudre sur la pénétration du verre d'échantillons frittés à 1250°C sous vide primaire..	168
Figure 5. 29: Influence de la forme des particules de poudre sur la pénétration du verre d'échantillons frittés à 1250 °C pendant 4h sous vide primaire..	169
Figure 5. 30: Microstructure de la couche de pénétration du verre, montrant les pores remplis en verre.....	169

Figure 5. 31: Micrographies obtenues par MEB des poudres dopées par différentes.....	173
Figure 5. 32: Représentation schématique de la dispersion d'Y ₂ O ₃ dans la poudre d'acier T15.....	174
Figure 5. 33: Effet du dopage par Y ₂ O ₃ sur le taux de porosité d'échantillons frittés, sous vide primaire, à 1250°C pendant 6h.....	176
Figure 5. 34: Effet du dopage par Y ₂ O ₃ sur l'affinement des grains d'échantillons frittés, sous vide primaire, à 1250°C pendant 6h.....	176
Figure 5. 35: Microstructures traitées par imageJ du taux de porosité en fonction de la teneur en Y ₂ O ₃ d'échantillons frittés à 1250°C sous vide primaire pendant 6h.....	177
Figure 5. 36: Micrographies optique d'échantillons dopés par différentes teneur en Y ₂ O ₃ , frittés à 1250 °C sous vide primaire pendant 6h.....	178
Figure 5. 37: Micrographies obtenues par MEB d'échantillons dopés par différentes teneur en Y ₂ O ₃ , frittés à 1250°C sous vide primaire pendant 6h.....	179
Figure 5. 38: Micrographie optique de l'échantillon fritté à 1250°C pendant 6h par vide primaire.....	182
Figure 5. 39: Micrographie par MEB de l'échantillon fritté à 1250°C pendant 6h par vide primaire.....	182
Figure 5. 40: Résultats de l'EDS de (a) la matrice, (b) les particules arrondies et (c) les particules irrégulières d'un échantillon fritté à 1250°C sous vide primaire, pendant 6h.....	183
Figure 5. 41: Variation de la dureté Hv en fonction du temps de frittage et le niveau de vide des échantillons frittés à 1250°C.....	185
Figure 5. 42: Evolution de la fraction de carbures en fonction de la taille moyenne des grains.....	186
Figure 5. 43: Variation de la dureté Hv en fonction du temps de frittage et la taille moyenne des particules d'échantillons frittés à 1250°C sous vide primaire.....	187
Figure 5. 44: Variation de la dureté Vickers en fonction de la fraction d'Y ₂ O ₃	189
Figure 5. 45: Effet de la teneur en Y ₂ O ₃ sur la distribution et taille des carbures.....	191

Figure 5. 46: Evolution du coefficient de frottement en fonction du temps de glissement pour 3 durées de frittage.....	194
Figure 5. 47: Evolution du coefficient de frottement en fonction du temps de glissement pour les différentes tailles moyennes des particules de poudre.....	195
Figure 5. 48: Variation du coefficient de frottement du temps de glissement pour les différentes fractions d'Y ₂ O ₃	197
Figure 5. 49: Variation de la perte de masse en fonction de la fraction d'Y ₂ O ₃	198
Figure 5. 50: Micrographies optiques montrant l'effet de la taille moyenne des particules de poudre sur la piste d'usure	201
Figure 5. 51: Micrographies optiques montrant l'effet du dopage sur la piste d'usure	202
Figure 5. 52: Micrographies optiques montrant l'effet du dopage sur la piste d'usure.....	203
Figure 5. 53: Surface d'usure d'un échantillon dopé à 0.05% d'Y ₂ O ₃	204

Listes de tableaux

Tableau.1. 1: méthodes de détermination de la taille moyenne des particules de poudre et leur distribution granulométrique [13].....	32
Tableau.1. 2: Présentation des différents modes de diffusion ainsi que leurs conséquences [29].....	48
Tableau.2. 1: les principaux types d'aciers à outil pour le travail à froid [74].....	60
Tableau.2. 2: propriétés de quelques types d'aciers à outils pour travail à froid [68].....	61
Tableau.2. 3: Les principales nuances d'aciers à outil pour travail à chaud.....	63
Tableau.2. 4: Les caractéristiques des différents types d'aciers pour travail à chaud [68].....	64
Tableau.2. 5: Les différents types d'aciers rapides du groupe M.....	67
Tableau.2. 6: Les caractéristiques des différents types d'aciers rapides de type M [68].....	67
Tableau.2. 7: Les différents types d'aciers rapides de type T [74].....	69
Tableau.2. 8: Les caractéristiques des différents types d'aciers rapides de type M [68].....	69
Tableau.3. 1: Les coefficients de frottement de quelques couples de matériaux [105].....	87
Tableau.4. 1: La composition chimique de la poudre utilisé dans ce travail.....	105
Tableau.4. 2: Résultats de tamisage des poudres d'acier à outil T15.....	106
Tableau.4. 3: Les différentes conditions de frittage au cours de ce travail.....	121
Tableau.4. 4: les paramètres opératoires de l'essai tribologique.....	134
tableau.5. 1: La composition des échantillons dopés.....	175
Tableau.5. 2: la composition chimique obtenue par EDS des différents carbures.....	183

Liste des symboles

p : le taux de porosité

d_r : une densité relative

V_p : Volume des pores

V : Volume total

V_{th} : Volume théorique du matériau à densité maximale

dG : l'énergie superficielle

$\sigma_{ss} dA_{ss}$: Energie des forces inter-faciales aux joints de grains

$\sigma_{sv} dA_{sv}$: Energie de tension superficielle des surfaces libres

D : coefficient de diffusion

E_a : l'énergie d'activation

k_b : la constante de Boltzmann

T : la température.

D_0 : le coefficient de diffusion nominal

μ : le coefficient de frottement

F_n : la force normale

F_t : force de frottement

V_u : le volume de matière usée

L : la distance de glissement parcourue

F_n : la force normale

K : coefficient d'usure

σ_y : la contrainte d'écoulement

dh/dt : vitesse d'usure

P : la pression de contact (P)

v : la vitesse de glissement (v)

C : coefficient de calage.

D_m : Le diamètre moyen de la poudre

D : le diamètre moyen du grain de la phase choisie

N : le nombre de joints de grains de la phase d'intérêt, interceptés par le segment-test

L : la longueur du segment-test

X_v : la fraction décimale de la phase choisie

G : le grossissement utilisé

X_c : la fraction de carbures

X_p : le taux de porosité

W : énergie de surface

γ : la tension superficielle

S_t : la surface spécifique de la poudre

N_p : le nombre de particules de poudre

S_p : la surface de la particule de poudre

ρ : Densité théorique de la poudre

V_p : Volume d'une particule.

Liste des abréviations

CAP : Consolidation by Atmospheric Pressure

HIP : Hot Isostatic Pressing

HP : Hot Pressing

MDP : Métallurgie Des Poudres

SPS : Spark Plasma Sintering

Introduction générale

Introduction générale

Les aciers à outils appelés aussi aciers rapides suscitent un grand intérêt depuis des dizaines d'année. Ils occupent une place très importante dans l'industrie des métaux et alliages. Ils sont connus par leurs propriétés mécaniques qui combinent la bonne résistance à l'usure et la grande dureté notamment à chaud. Du point de vue nuance, l'élaboration de ces aciers est un art scientifique acquis à travers plusieurs années de recherche et d'expérimentation. Du point de vue technologique et selon leurs applications, les aciers à outil peuvent être fabriqués par plusieurs procédés. Les deux procédés les plus répandus sont le procédé conventionnel de fusion-coulée-solidification et la métallurgie des poudres.

La métallurgie des poudres (MDP) est un domaine en plein essor et très attractif. Ce procédé de mise en œuvre des matériaux permet la production de pièces relativement massives et complexes à un coût compétitif. C'est un procédé plus écologique, en comparaison aux procédés conventionnels de mise en œuvre des matériaux (fusion-coulée-solidification en lingots) et qui présente plusieurs avantages. Parmi les avantages du procédé de MDP comparativement aux procédés conventionnels, il permet de réduire les opérations secondaires d'usinage et de fabriquer des matériaux avec des microstructures et propriétés isotropes. Il permet également d'obtenir des pièces près des côtes finales et avec des surfaces fonctionnelles. Il est moins énergivore et il nécessite moins de matières premières. Les pièces produites par la MDP présentent une bonne homogénéité chimique et une excellente reproductibilité des propriétés mécaniques. Sur le plan économique (réduction des couts), le procédé MDP est plus compétitif grâce à la réduction des étapes d'élaboration sur la chaîne de production.

L'étape la plus importante dans la production par MDP, est le frittage. Cette étape est influencée par plusieurs paramètres, qui sont : la température et le temps de frittage, les propriétés de la poudre essentiellement sa composition chimique, la forme et la taille moyenne des particules et l'atmosphère de frittage. Plusieurs techniques sont utilisées pour la consolidation des poudres. Parmi celles-ci, on cite le procédé de la **Consolidation par Pression Atmosphérique (CAP)**.

Introduction générale

Le procédé CAP est un procédé, relativement récent, de densification des poudres. Il est similaire au procédé HIP. Il a été identifié comme un processus de consolidation des poudres d'acier à outil en 1980, lorsque Black et al, de la compagnie américaine *Universal Cyclops Corporation*, ont utilisé avec succès cette technique pour densifier les poudres des matériaux réfractaires à une densité très proche de la densité théorique. Ils ont publié un brevet qui indique que la consolidation peut être réalisée en encapsulant la poudre dans des bouteilles en verre ayant une viscosité adéquate à la température de frittage. Ces moules remplis de poudre sont mis sous vide et scellés. La densification est assurée par le chauffage à une température élevée où les processus de diffusion sont rapides, puis en maintenant jusqu'à ce que les pores soient fermés. A cause du vide à l'intérieur des capsules, le verre très fluide, à la température de frittage, applique une contrainte hydrostatique sur le matériau en poudre qui accélère le processus de densification. On peut donc parler d'un frittage activé par une pression extérieure. Le brevet indique également que les bouteilles sont en verre de pyrex et que la poudre doit être d'abord traitée avec un composé activant la surface (acide borique). Donc, pour étudier le processus de compactage, il est nécessaire d'identifier les paramètres importants qui contrôlent l'utilisation réussie du procédé CAP. En comparant aux autres procédés existants, ce procédé offre une consolidation à moindre coût et à un rendement très élevé.

La métallurgie des poudres (MDP) est le procédé le plus important, vu ses avantages, surtout dans les domaines d'automobiles et des outils de coupes qui utilisent des pièces fabriquées à partir des poudres d'acier. Bien que la technologie liée à ces deux secteurs soit bien établie depuis longtemps, la demande est en croissance pour des pièces de hautes performances possédant des microstructures fines et des propriétés mécaniques élevées principalement la dureté et la résistance à l'usure.

Depuis plusieurs années, pour avoir ces propriétés mécaniques élevées, l'industrie de la métallurgie des poudres utilise des éléments dopants, les terres rares, pour contrôler la microstructure des pièces finies. Il est connu que les développements microstructuraux sont très sensibles à l'ajout de ces éléments dopants dans la poudre. Ces additifs sont généralement chimiquement actifs et peuvent se combiner par les inclusions ou même des éléments de la matrice pour former des phases intermétalliques ou des oxydes. Ces phases peuvent impacter fortement à la fois la densification et les évolutions microstructurales au cours du frittage.

Introduction générale

Dans notre étude nous avons pensé à utiliser l'oxyde d'yttrium (Y_2O_3) comme élément dopant pour obtenir une microstructure fine et améliorer les propriétés mécaniques du produit fritté.

La présente étude a pour objectif, principal, l'étude de la cinétique de frittage d'une poudre d'acier à outil de type T15 dopée par un dispersoid Y_2O_3 durant la consolidation par pression atmosphérique. Pour aboutir à cet objectif :

- (i) Une optimisation des conditions de frittage par le procédé CAP a été faite pour obtenir des densités très proches de la densité théorique, en variant notamment la température, le temps de frittage, le niveau de vide ainsi que la taille et la forme des particules de poudre de l'acier à outil T15 étudié. Tous ces paramètres influent sur la cinétique de frittage objet de cette étude.
- (ii) Une étude du phénomène de pénétration du verre dans le but de minimiser ou même d'éliminer cette couche superficielle ;
- (iii) Une étude du comportement au frittage de la poudre d'acier T15 en présence de l'oxyde Y_2O_3 ;
- (iv) Détermination des différentes évolutions microstructurales et des propriétés mécaniques notamment la dureté et la résistance à l'usure des produits obtenus.

Ce travail s'articule autour de cinq chapitres :

- Le premier chapitre du manuscrit est consacré à une présentation générale sur la métallurgie des poudres incluant les principales techniques d'élaboration et de caractérisation des poudres, les procédés de compactage et une description des phénomènes observés lors du frittage.
- Le second chapitre est consacré aux généralités sur les aciers à outils, plus spécialement, l'acier à outil T15 qui fait l'objet de cette étude.
- Le troisième chapitre porte sur l'usure des matériaux, modes et paramètres ;
- Le quatrième chapitre est consacré à la description détaillée de tous les protocoles de préparation des échantillons et toutes les techniques et méthodes de caractérisations utilisées durant ce travail.

Introduction générale

- Le dernier chapitre est réservé aux résultats obtenus et leurs interprétations. Ces résultats sont liés à l'étude de l'influence des différents paramètres de frittage ainsi que l'effet de l'ajout de petites quantités d'un dispersoid Y_2O_3 sur la cinétique de frittage pendant la consolidation par pression atmosphérique. Les développements microstructuraux et les propriétés mécaniques évaluées sont aussi présentés et discutés dans ce chapitre.

Enfin, le manuscrit se termine par la présentation de conclusions et perspectives qu'ouvrent ce travail.

Chapitre 1 :

*Généralités sur la métallurgie des
poudres*

Introduction

La métallurgie des poudres est l'une des nouvelles techniques permettant la fabrication de produits et pièces mécaniques de dimensions, plus précises, très proches des côtes finales et avec des surfaces fonctionnelles, limitant ainsi les opérations secondaires d'usinage requises pour les pièces moulées ce qui entraîne une baisse sensible des coûts de production. La MDP offre également des possibilités d'élaboration par mécano-synthèse, de certains alliages, qui ne peuvent pas être obtenus par les techniques de la métallurgie classique, tels que les carbures cémentés et les aciers à outils très fortement liés avec des microstructures très fines et isotropes.

Une présentation générale des différentes étapes de fabrication des pièces par la métallurgie des poudres et plus précisément l'étape de frittage sera détaillée dans ce chapitre. Les principales techniques d'élaboration de poudres ainsi que les techniques de consolidation seront également présentées. Nous aborderons aussi les principaux mécanismes du transport de matière qui contrôlent les développements microstructuraux au cours du frittage.

I. Elaboration des poudres

L'élaboration des poudres se fait par plusieurs procédés : mécaniques, physiques ou chimiques. Chacune de ces méthodes a une grande influence sur la granulométrie et la morphologie des poudres obtenues ainsi que sur les propriétés et la microstructure des pièces finales. Le choix du procédé d'élaboration approprié dépend du taux de production requis, de la nature, des propriétés et de l'application de la poudre ainsi que des propriétés et des structures souhaitées des produits finaux. Dans ce qui suit, on présente un aperçu général sur les procédés de fabrication des poudres [1,2].

1. Procédés mécaniques

Du point de vue mécanique, les techniques couramment utilisées sont celles du broyage et la mécano-synthèse. Ces derniers sont largement utilisés pour la production des poudres dures ou des céramiques.

Le broyage est une technique basée sur la fragmentation d'un solide, par choc, pour augmenter sa surface spécifique. Il permet l'obtention des poudres de morphologies irrégulières ou angulaires et de tailles pouvant atteindre des dizaines de microns. Il consiste à

agiter un mélange de poudre relativement grossière et des billes dans une enceinte (le broyeur). Ce broyeur peut être décrit comme une enceinte fermée contenant des éléments broyant (billes, hélices), animés d'un mouvement rotatif ou vibratoire permettant la fragmentation des poudres par choc et par frottement.

Durant le broyage, sous l'effet de collisions, trois phénomènes peuvent être engendré (la déformation plastique, la fracturation et le collage des particules les uns aux autres) conduisant à la formation des agrégats ou des particules [3].

2. Procédés physiques

Les méthodes physiques se réfèrent essentiellement aux techniques d'atomisations. Ces dernières consistent à désintégrer un métal liquide en fines gouttelettes par un fluide atomiseur qui peut être un gaz, de l'eau, ou même de l'huile. Le fluide atomiseur est sous haute pression ce qui permet la désintégration à grandes vitesses. Durant la désintégration, les particules de poudre se forment sous l'effet des tensions superficielles du métal liquide. La forme finale des particules de poudre dépend donc de la tension superficielle et de la nature du fluide atomiseur utilisé pour la désintégration [4-7]. En fait la forme des particules dépend du rapport entre les vitesses de solidification (V_{sol}) et de sphéroïdisation (V_{sph}) durant l'atomisation. Si le fluide atomiseur utilisé est un gaz, à cause de la faible capacité d'absorption de la chaleur et de trempe de ce dernier, on aura ($V_{sph} > V_{sol}$) d'où on obtient des particules de forme sphérique, car le métal liquide se solidifie relativement doucement, ce qui donne le temps aux tensions superficielles d'agir et de sphéroïdiser les gouttelettes métalliques encore liquides. En revanche, si le fluide atomiseur utilisé est un liquide (comme l'eau par exemple), à cause de la grande capacité d'absorption de la chaleur et de trempe de ce dernier, on aura ($V_{sol} > V_{sph}$) d'où on obtient des particules de forme irrégulière, car les gouttelettes liquides sont figées et solidifiées dans leur forme chaotique immédiatement après la désintégration. Il convient de dire ici que les poudres de forme sphériques sont incompressibles donc inadéquates pour les besoins du compactage à froid, tandis que les poudres de forme irrégulière sont hautement compressibles et donc très convenables pour le compactage à froid [8-11]. La figure 1.1 représente schématiquement le procédé d'atomisation à gaz.

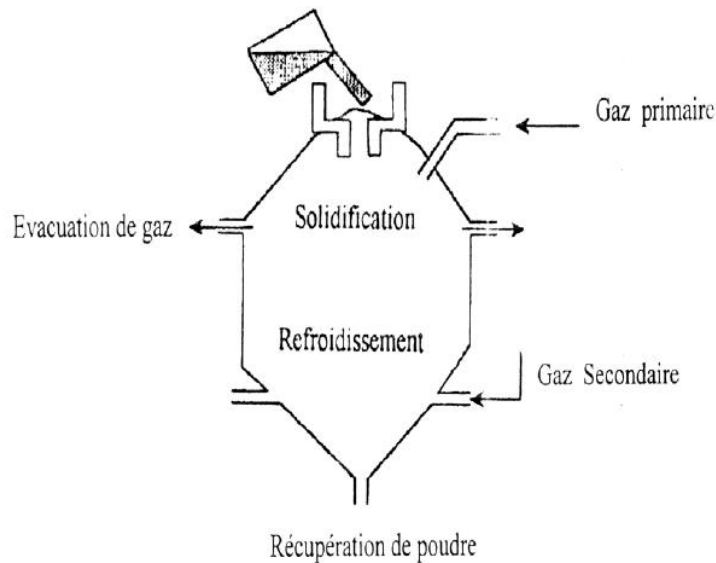


Figure 1. 1: représentation schématique du procédé d'atomisation à gaz [12].

3. Procédés chimiques

Ce sont des procédés permettant l'obtention des particules de poudre après des processus impliquant la dissociation ou des transformations de phases des complexes et des composés chimiques des métaux. Les procédés chimiques les plus répandus sont l'électrodéposition par électrolyse et la réduction des oxydes métalliques. Cette dernière consiste à broyer mécaniquement les oxydes métalliques puis les réduire au carbone ou à l'hydrogène à une température inférieure à la température de fusion du métal [64].

II. La caractérisation des poudres

Dans la métallurgie des poudres, les propriétés des poudres de départ contrôlent le mode de consolidation et de densification et déterminent les propriétés des pièces finales. Il est donc essentiel d'appliquer des méthodes appropriées pour une caractérisation quantitative, au moins des propriétés les plus importantes des poudres qui sont :

- La taille et la distribution en taille des particules de la poudre ;
- La morphologie des particules de la poudre.

Ces propriétés jouent un rôle crucial dans le comportement de la poudre lors de la compression, de l'activité de frittage, de retrait et de la porosité des pièces finales.

1. Caractérisation de la taille moyenne et la distribution granulométrique des particules

La taille des particules est l'une des propriétés importantes de la poudre. Elle a une grande influence sur la cinétique de frittage. Elle peut être déterminée par plusieurs méthodes. Le choix de la méthode de caractérisation dépend de la granulométrie moyenne des particules. Le tableau.1.1 présente les méthodes couramment utilisées pour la détermination de la taille moyenne des particules de la poudre et leur distribution granulométrique ainsi que leur champ d'application approximatif (la plage approximative de la taille moyenne des particules).

Tableau.1. 1: méthodes de détermination de la taille moyenne des particules de poudre et leur distribution granulométrique [13].

Méthode de séparation	Taille des particules
Tamissage	20 – 10000 μm
Sédimentation	0,1 - 100 μm
Microscopie optique	>10 μm
Microscopie électronique à balayage	>0,1 μm
Microscopie électronique à transmission	>0,001 μm

2. Caractérisation de la forme des particules

Les poudres métalliques présentent une grande diversité de formes. Ces formes de particules dépendent de leurs procédés d'élaboration et de leurs propriétés mécaniques [14]. Cette caractéristique est importante car elle détermine le comportement des particules de la poudre lors de la consolidation et influence la surface spécifique de la poudre et la densité après consolidation. On peut la déterminer par plusieurs méthodes dont la plus répandue est la microscopie optique ou électronique [15, 64]. La figure 1.2 montre les différentes formes des particules des poudres qui existent.

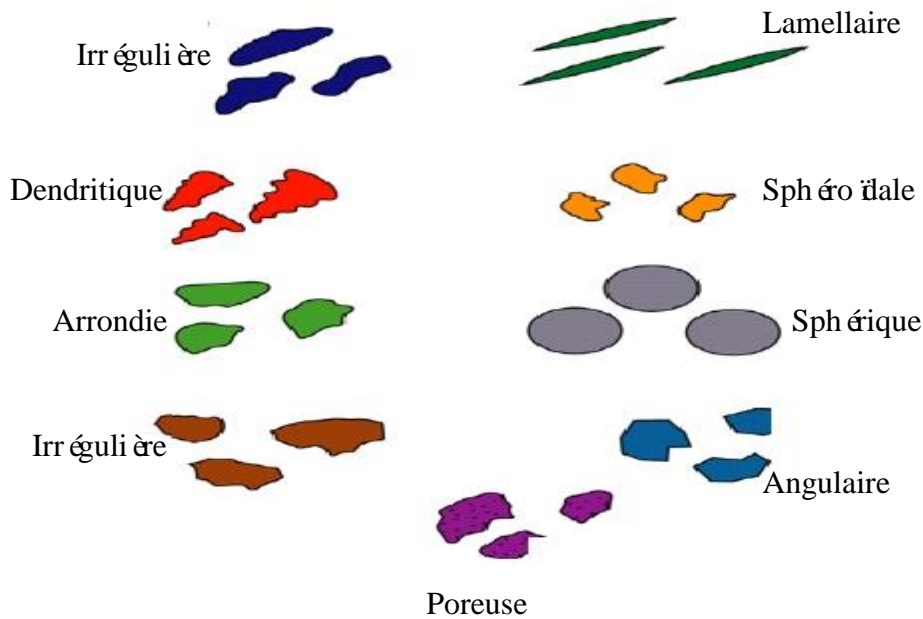


Figure 1. 2: Vue schématique des différentes morphologies des poudres [16].

III. Compactage des poudres

Les poudres métalliques et céramiques sont transformées en pièces de forme et de densité désirées par compactage à froid ou à chaud. Dans ce qui suit, on présente les techniques de compactage les plus répandues.

1. Compression en matrice rigide

Le compactage en matrice rigide, est la technique la plus dominante pour le façonnage des matériaux en poudre. Les particules de la poudre sont mise en forme et consolidées par compactage dans une matrice rigide, par l'application d'une pression à travers un certain nombre de poinçons. Ici, on distingue le compactage uniaxial et le compactage multiaxial. Le compactage uniaxial est utilisé pour fabriquer des pièces de forme relativement simple. Il est réalisé à travers l'action de deux poinçons supérieurs et inférieurs se déplaçant verticalement de part et d'autre de la poudre, et dans le sens opposé. Cependant, si la forme de la pièce est plus compliquée, on peut alors opter pour un compactage multiaxial moyennant l'utilisation de plusieurs poinçons (plus de deux) agissant dans plusieurs directions. Généralement, pour obtenir des densités élevées, une lubrification préalable, soit de la poudre ou de l'équipement de compactage, est nécessaire. La lubrification permet de réduire les forces de frottement inter-particules et inter-équipement, de réduire la pression de compactage, d'obtenir des

densités homogènes et de faciliter l'éjection des comprimés. Généralement, lors du compactage, la compression s'effectue en trois étapes [17,18.] :

- Le remplissage de la poudre dans la cavité de la matrice rigide ;
- Le compactage obtenu par le mouvement des poinçons ;
- L'éjection du comprimé.

2. Compression isostatique

C'est un procédé de façonnage agissant sur toutes les faces du matériau pour la fabrication des produits spéciaux tels que creusets, tubes, pièces réfractaires...etc. Ici, la pression est appliquée uniformément par l'intermédiaire d'un fluide (huile, eau ou gaz) moyennant un moule élastique flexible généralement en caoutchouc [19]. Le moule élastique est ouvert au moins d'un côté et après remplissage de la poudre, à particules irrégulières, on ferme le moule mécaniquement et on fait agir la pression par un fluide placé entre l'enveloppe élastique et un bloc d'acier. Le fluide transmet la pression de manière uniforme dans toutes les directions à travers le moule flexible [20].

3. Le moulage par injection

Le moulage par injection est une technologie de mise en forme de la poudre dans lequel des poudres métalliques ou céramiques sont mélangées à un liant organique pour former une "matière première" qui est injectée par la suite à des températures modérées dans un moule ayant la forme requise. Le liant est retiré par un processus de déliantage, et la structure restante de la poudre est ensuite frittée [20].

Les techniques de compactage citées auparavant représentent les techniques fondamentales de mise en forme des poudres. Cependant, il existe plusieurs autres techniques de compactage, parmi elles on cite :

- Le compactage par explosion ;
- Le laminage des poudres ;
- Le compactage continu.

IV. Frittage

1. Définition

Le frittage est le terme utilisé pour décrire la consolidation thermique d'un matériau pulvérulent sans fusion d'au moins l'un de ses constituants. Au cours du chauffage, des ponts entre les particules de poudre sont établis (Figure 1.3). Ces ponts croissent grâce à un transport de matière entre les particules, afin de minimiser les excès d'énergies libres d'interfaces, ce qui s'accompagne généralement d'une diminution de la porosité et d'une croissance des grains [21,22]. Ces changements microstructuraux sont appelés *densification* qui est décrite par un taux de porosité (p) ou une densité relative (d_r) tel que :

$$p = \frac{V_p}{V} \dots\dots\dots (1.1)$$

et

$$d_r = \frac{V_{th}}{V} = 1 - p \dots\dots\dots (1.2)$$

Où :

- V_p : Volume des pores (m^3) ;
- V : Volume total (m^3) ;
- V_{th} : Volume théorique du matériau à densité maximale (m^3) [23,24].

La diminution de la porosité se manifeste de façon macroscopique par *un retrait*, qui exprime la réduction des dimensions de la pièce, et d'*une densification*, qui exprime la réduction du volume de la pièce, par rapport à la pièce crue [21,25]. Le cycle de frittage comprend généralement une période de chauffage à la température de frittage, ensuite une période isotherme de maintien à température constante et finalement un refroidissement. Les vitesses de chauffage et refroidissement doivent être contrôlées pour éviter une fissuration, surtout dans les matériaux céramiques [26].

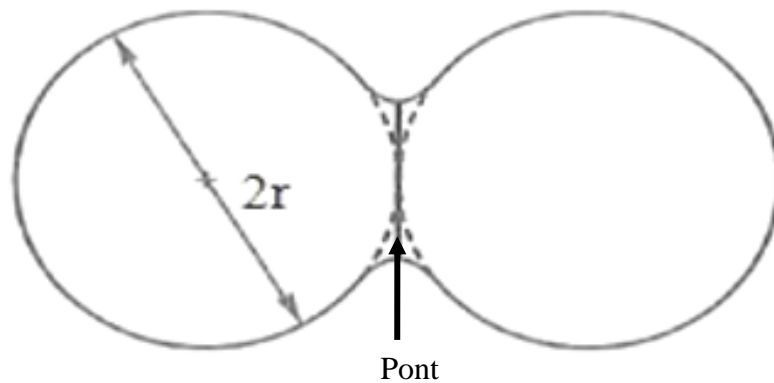


Figure 1. 3: Représentation schématique de deux particules voisines au début du frittage [23].

Le frittage existe en deux types : le frittage en *phase solide* et le frittage en *phase liquide*. Le frittage en phase liquide est un procédé d'élaboration de matériaux à partir de poudres ayant au moins deux constituants. L'un d'eux doit être susceptible de fondre à la température de frittage, conduisant ainsi à la présence d'une phase liquide [23, 24]. L'écoulement de cette phase liquide, par capillarité, assure la densification du deuxième constituant du matériau qui est généralement un réfractaire. Dans le cas du frittage en phase solide, il n'y a fusion d'aucun des constituants de la poudre de départ. La densification se produit uniquement par diffusion entre constituants par différents mécanismes de transport de matière sous l'action de la chaleur seulement [29-32].

2. Les différentes étapes de frittage

Les étapes de frittage sont données sur la courbe de la densification (Figure 1.4) représentant l'évolution de la densité relative en fonction du temps de frittage.

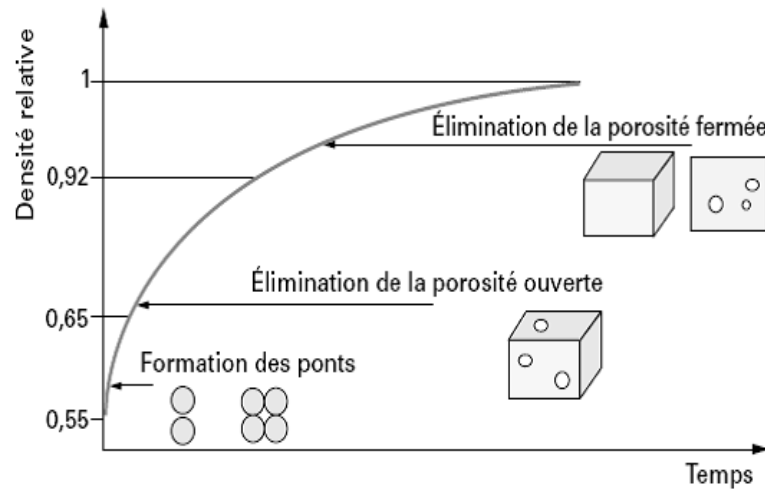


Figure 1. 4: La courbe de la densification au cours du frittage [33].

D'après cette courbe on distingue trois stades durant le frittage. La figure 1.5 illustre les structures géométriques qui représentent ces trois stades. Ces derniers sont :

- **Stade initial**

Il est caractérisé par la formation des contacts entre les particules qui se font sur de très faibles surfaces. Avec la montée en température, ces contacts vont progressivement s'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 associée. 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. Les centres inter-particules restent presque constants, il y a augmentation de la résistance mécanique, une légère augmentation de la conductivité thermique et une diminution de la résistivité électrique.

- **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 inter granulaires.

A cette étape, la majorité des pores s'arrondissent mais restent interconnectés et il devient difficile de distinguer les particules initiales car la majorité d'entre elles ont perdu 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.

- **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 zéro. Ces changements microstructuraux permettent une densification totale où la densité varie entre 92 et 100% de la densité théorique.

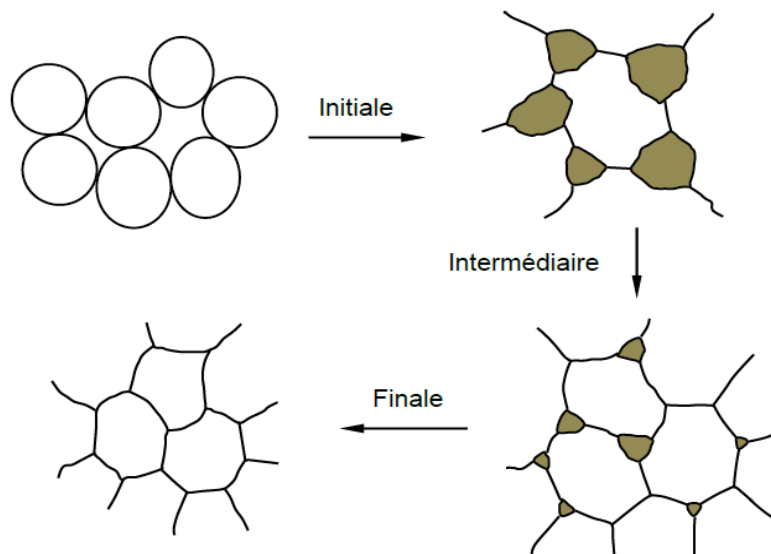


Figure 1. 5: Les changements géométriques des grains lors du frittage [34].

3. La force motrice de frittage

Le frittage se produit grâce à l'excès d'énergie libre contenue dans un solide pulvérulent par rapport à un solide dense du même matériau et de même volume. Cet excès d'énergie

représente la principale force motrice du frittage. La grandeur qui permet de quantifier l'énergie libre associée à une interface s'appelle *tension de surface* ou *tension superficielle*. Elle est homogène à une force par unité de longueur ou, de façon équivalente, à une énergie par unité de surface. Par définition, la tension de surface est l'énergie à fournir pour augmenter l'aire de la surface d'une unité et d'éliminer complètement les pores. Elle est générée par :

- La diminution de la surface spécifique due à la croissance des zones de contact des particules.
- La diminution du volume des pores et /ou de la sphéroïlisation des pores.
- L'élimination des concentrations de défauts du réseau (défauts ponctuels et dislocations) dans la masse de poudre. Ces défauts résultent des différentes transformations qu'a subi le matériau en poudre durant les processus de fabrication [35].

4. Les énergies motrices de frittage

Afin que le matériau pulvérisé puisse donner lieu à un produit fritté il est nécessaire qu'il y ait une force motrice capable de conduire le système vers un état de stabilité thermodynamique maximal, même si cette force est différente pour les différents états du processus. Les différentes forces motrices de frittage sont :

- L'énergie de surface ;
- L'énergie due au gradient de contraintes ;
- L'énergie due au gradient de lacunes.

4.1. Energie de surface

L'énergie de surface d'une poudre est plus grande que son énergie en état solide. Cette augmentation dans l'énergie superficielle est celle qui crée une force motrice qui participe à l'évolution du système de poudres (donc à son frittage) et à la densification de la matière.

Le système essaie donc de minimiser son énergie superficielle par réduction (minimisation) de l'aire de sa surface. Cette réduction se fait par le soudage des grains et leur croissance (grossissement) les uns par rapport aux autres. La compétition entre ces deux évolutions sera constamment présente lors du chauffage du matériau [36].

L'énergie superficielle peut s'exprimer par :

$$dG = \sigma \cdot dS \dots \dots \dots (1.3)$$

Avec dS : La variation dans l'aire du système de poudres.

Dans la première étape de frittage, cette énergie, superficielle, est liée directement au potentiel superficiel de la matière et la surface totale des particules (grains). Cependant elle correspond à la somme des énergies des joints de grains entre particules voisines et l'énergie superficielle des surfaces libres (solide-vapeur), donc elle peut être exprimée par la relation :

$$dG = \sigma_{ss} dA_{ss} + \sigma_{sv} dA_{sv} \dots \dots \dots (1.4)$$

Où :

- $\sigma_{ss} dA_{ss}$: Energie des forces inter-faciales aux joints de grains ;
- $\sigma_{sv} dA_{sv}$: Energie de tension superficielle des surfaces libres ;
- $dA_{ss} > 0$: représente l'augmentation des surfaces de contacts entre grains (joints de grains) ;
- $dA_{sv} < 0$: représente la diminution des surfaces solide- vapeur due au retrait du volume totale de la matière.

Les énergies des joints de grains sont beaucoup plus faibles que les énergies des solide-vapeur ce qui explique que dG serait négatif.

Notons que l'excès d'énergie du système, lié à l'énergie de surface, ne peut à lui seul faire évoluer le système, mais seulement orienter cette évolution. L'essentiel de l'énergie nécessaire étant parallèlement apporté couramment par voie thermique.

4.2. Energie due au gradient de contraintes

Il est établi que la pression de vapeur au niveau d'une surface concave est inférieure à la pression de vapeur d'équilibre, alors que celle au niveau d'une surface convexe est supérieure.

Il existe entre la surface concave et la surface convexe, sous l'effet de courbures, des gradients de potentiel chimique correspondant à des gradients de contraintes. Ces derniers sont susceptibles de créer un transfert de matière par évaporation-condensation, ce qui aura tendance à accroître la surface du cou et fermer la porosité

Les gradients de contraintes agissent comme des moteurs pour le frittage :

- Dans la phase gazeuse, la pression au-dessous de la surface convexe des grains est supérieure à celle qui existe à l'équilibre du pont de raccordement ;
- Dans la phase condensée, la concentration en matière sous la surface en compression des grains est supérieure à la concentration sous la surface en tension du pont ;
- Au centre du joint de grain, on assimile l'état du matériau à celui qui existe sous une surface plane, donc sans contrainte [37].

4.3. Energie due au gradient de lacunes

Au point de contact inter-particule, la concentration en lacunes change, soit en excès, soit en défaut selon la courbure de la surface concave (pores) ou convexe (particules). L'établissement d'un gradient de concentration en lacunes entre ses deux surfaces constitue, avec la croissance de la température, une énergie motrice qui provoque la diffusion des lacunes depuis les régions de forte concentration que sont les pores (considérés comme des sources à lacunes), vers les régions de faible concentration, que sont l'intérieur des particules (considérés comme des siphons à lacunes). Ce mouvement de lacunes correspond à une diffusion inverse d'atomes depuis ces mêmes particules vers les pores qui se remplissent ainsi en matière jusqu'à leur fermeture.

La densification se produit suite à la neutralisation des lacunes entre les particules au niveau des joints de grains, des dislocations, limites entre phases, ou d'autres formes d'interfaces. Plus la courbure des surfaces des pores est importante plus le flux de transport des lacunes est important, donnant lieu à une cinétique de frittage plus importante [38].

5. Mécanismes de transport de matière

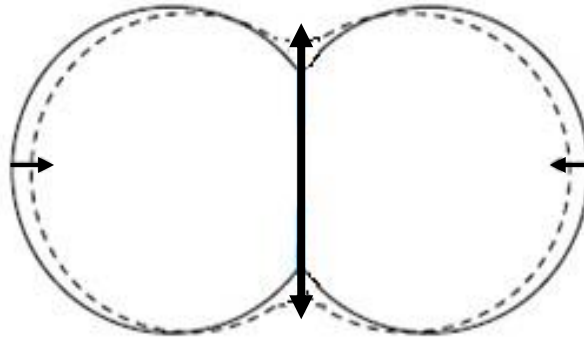
Comme, nous l'avons indiqué précédemment, le frittage est assuré, sous l'action des gradients de contraintes et de concentrations, par le transport de matière vers la surface du cou (pont) qui est la source de lacunes. La source de matière peut être soit le joint inter-particule,

soit la surface des particules loin de la surface des ponts, ou alors des mailles cristallines. Les processus de transport de matière peuvent être réalisés par plusieurs mécanismes. Ces mécanismes se distinguent par les sources et les chemins de transfert de la matière. Nous allons les présenter brièvement dans le cas de deux grains monocristallins en contact. Il existe quatre principaux mécanismes qui sont présentés dans ce qui suit.

5.1. Au joint 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 [25]. Son impact dépend néanmoins de la taille des grains ou de la densité des joints de grains. Plus les grains sont fins, plus la diffusion selon les joints de grains est prépondérante.

Le schéma ci-dessous de la Figure 1.6 représente la diffusion au joint de grains seul, avec le phénomène de *retrait*.



Diffusion aux joints de grains

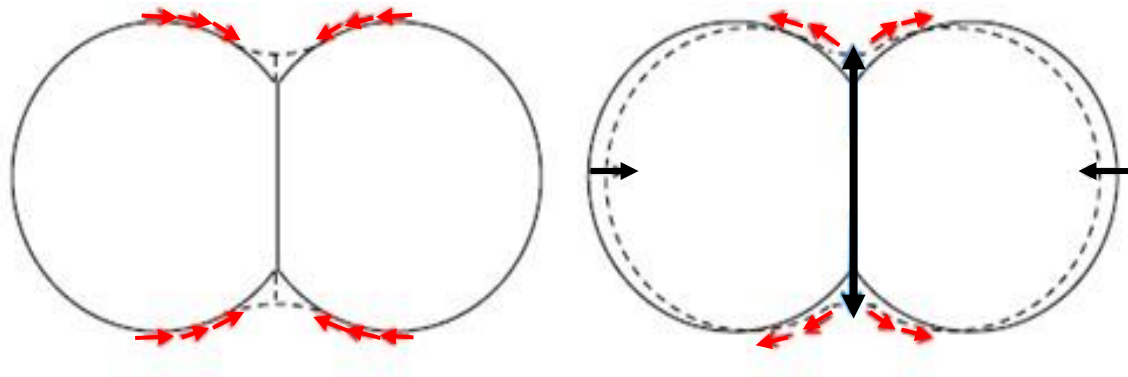
Figure 1. 6: représentation schématique du phénomène de transport de matière au joint de grains [39].

5.2.En surface

Le transfert de matière, par ce mécanisme, se fait le long de la surface libre des particules. En raison du grand nombre de lacunes en surface des cristaux, ce mode de diffusion est généralement plus rapide que la diffusion en volume ou au joint de grains et il est prépondérant au début du 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 particules 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.

Les deux configurations sont représentées dans la Figure 1.7 ci-dessous.



Diffusion en surface

Diffusion en joints de grains

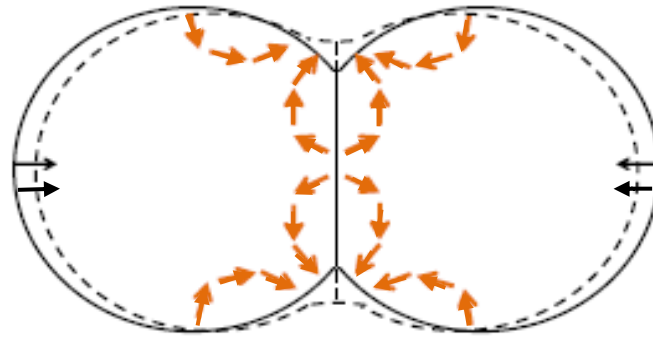
Diffusion en surface

Figure 1. 7: représentation du phénomène du transport de matière en surface [39].

5.3.En volume

La diffusion se fait grâce aux lacunes du cristal. Un atome saute sur un site vacant, libérant son ancien site qui devient vacant et ainsi de suite. Ce mode de diffusion est beaucoup plus lent qu'en surface ou au joint de grains. 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 [40].

Dans le cas des matériaux homogènes, il ne joue qu'un rôle mineur. Le schéma suivant (Figure 1.8) présente les différents chemins possibles de la diffusion en volume [41]



Diffusion en volume

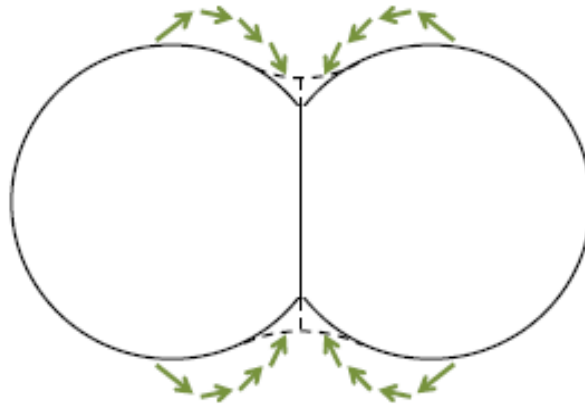
Figure 1. 8: représentation du phénomène du transport de matière en volume [39].

5.4.Par évaporation- condensation

Le transport de matière peut se faire aussi 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 sur une surface courbée. Ce phénomène est analogue à la condensation capillaire. Les conséquences sont identiques à la diffusion en surface [42].

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 libre des particules, produisant une sorte de nuage à l'intérieur des pores. Ensuite, sous certaines conditions de pression favorable, il se produit une condensation atomique à la surface des cous.

Le cas de la diffusion par évaporation-condensation est représenté ci-après (Figure 1.9).



Diffusion par évaporation-condensation

Figure 1. 9: représentation du phénomène du transport de matière par évaporation-condensation [39].

En plus de ces quatre mécanismes de transport de matière principaux, 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 [43]. 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, finaux, du frittage et contribue au grossissement des grains.

Ainsi, les différentes voies de diffusion ont des conséquences diverses sur l'évolution du frittage. Une autre façon de définir le rôle des flux de matière est d'examiner les sources de matière dont les principales sont : *la surface libre du grain* et *le centre du joint de grains* comme le montre la Figure 1.10. Dans ce schéma, les flux se distinguent en deux catégories, selon la source de matière qui est soit le joint de grain ou la surface de grain. Ces deux types de flux seront détaillés ci-après.

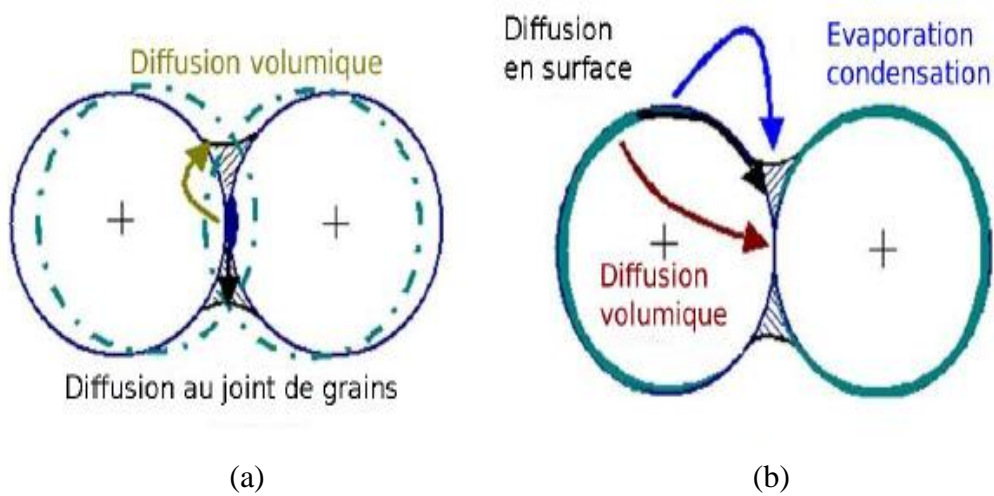


Figure 1. 10: Schéma des évolutions microstructurales par les différents modes de diffusion (a) flux de joint de grains ou (b) flux de surface libre des particules [40].

- La diffusion depuis la surface libre des particules apporte de la matière à la surface du cou, provoquant ainsi son grossissement. Le grossissement du cou solide entre les particules est responsable de la consolidation du contact. La diffusion peut se faire en surface, en volume, ou par évaporation condensation.
- La diffusion depuis le centre du joint de grain se fait également en direction de la surface du cou. Elle enlève ainsi de la matière de la zone de contact, le joint de grains. Ce défaut de matière se traduit par un rapprochement des centres des deux particules qui est à l'origine de la densification. Cependant, le dépôt de matière à la surface du cou contribue également à son grossissement et participe au phénomène de consolidation. Le mécanisme principal de transport de matière est la diffusion au joint de grains mais la diffusion en volume peut également jouer ce rôle. Il faut noter que tous les flux de matière contribuent à la consolidation, mais à des degrés différents. Cette contribution varie en fonction de la compétition entre les modes de diffusion. La dominance d'un mécanisme de transport de matière dépend des conditions de frittage qui changent continuellement pendant le frittage. Un mécanisme peut dominer tant que les conditions lui sont favorables. Si les conditions ne lui sont plus favorables, il cesse alors de

dominer, et un autre mécanisme prend le relai de la dominance. Cette compétition entre mécanismes de transport de matière continue ainsi jusqu'à la fermeture totale de la porosité conduisant à une situation d'énergie minimale ou presque nulle dans le système.

Les conséquences atteintes depuis chaque mode de diffusion sont regroupés dans le tableau.1.2.

Tableau.1. 2: Présentation des différents modes de diffusion ainsi que leurs conséquences [29].

source	Mode de diffusion	Densification	consolidation
Surface libre	Surface	X	✓
	Gazeux	X	✓
	Volume	X	✓
Joint de grains	Joint de grains	✓	✓
	Volume	✓	✓

D'une façon générale, la diffusion volumique intervient peu pour des matériaux avec un seul constituant. Elle se fait à travers des lacunes du réseau et dépend, par conséquent, des propriétés du cristal. Elle joue cependant un rôle primordial pour les matériaux non homogènes à plusieurs constituants. L'homogénéisation de la concentration se fait alors grâce à l'inter-diffusion en volume. La diffusion gazeuse joue un rôle équivalent à la diffusion en surface mais nécessite plusieurs étapes, l'évaporation, la diffusion gazeuse puis la condensation. La plus lente des trois étapes détermine la vitesse et l'importance du phénomène. Dans la majorité des cas usuels de frittage, les diffusions surfacique, aux joints de grains ou par évaporation condensation sont prédominantes. Au-delà de sa contribution à la consolidation par apport de matière vers la zone de contact, la diffusion surfacique permet également de redistribuer, à la surface des grains, l'excédent de matière déposé à la surface du cou par diffusion au joint de grains [43-47].

6. Les paramètres influents sur la cinétique de frittage

Les principales variables qui déterminent l'évolution du frittage et les propriétés des produits finis ainsi que leurs microstructures, peuvent être divisés en deux catégories [48] :

- des variables liées au matériau, (c. à d. la poudre), incluent la composition chimique, la taille, la forme et la distribution en taille des particules de poudre;
- des variables, principalement thermodynamiques, liées au procédé telles que la température, le temps, l'atmosphère, la pression et la vitesse de refroidissement et de chauffage.

Dans ce qui suit, on présente les principaux paramètres qui influent sur la cinétique de frittage.

6.1. La taille des particules et la distribution granulométrique

La taille des particules est l'un des paramètres principaux qui déterminent la cinétique du frittage. Elle peut influencer sur le mode de diffusion prédominant et modifier ainsi complètement le scénario du frittage.

Lorsque les particules ont des tailles différentes, la cinétique de *retrait* et de *densification* varie d'un contact à l'autre. L'utilisation de mélanges de poudre de tailles de particules différentes ou d'une large distribution en tailles de particules entraîne, souvent, une augmentation de la densité verte. Cela fait que le retrait nécessaire à la densification complète est réduit. Pour une même taille moyenne des particules, une augmentation de la plage de la distribution granulométrique entraîne une augmentation de la densification au cours des premiers stades du frittage, probablement due à la présence de particules fines, ainsi que de pores fins. Cependant, la densification au cours du stade final du frittage dépend essentiellement de la disposition des particules. Un remplissage hétérogène conduit souvent à une densification différentielle et une croissance accrue des grains (en raison de la force motrice accrue résultante de la différence de taille), de sorte que l'obtention d'une densité élevée peut être difficile. D'autre part, pour un remplissage homogène, qui se traduit par des pores fins avec une distribution granulométrique limitée, une densité finale élevée peut être obtenue quelle que soit la plage de la distribution granulométrique initiale [49,50].

6.2. La température

Comme de nombreux phénomènes faisant appel à des mouvements d'atomes, la température fait augmenter rapidement la vitesse du frittage que l'on peut caractériser par la

valeur du retrait. Cependant, les températures très élevées, par rapport à la température de fusion, ne sont pas toujours utilisées car elles provoquent des déformations dans les pièces par fluage sous l'action de leur propre poids [51]. Les paramètres les plus sensibles à la température sont, principalement, la diffusion, la viscosité... etc.

La température est, avec la taille des particules, le paramètre qui détermine la cinétique du frittage. L'augmentation de la température de frittage implique une activation de la diffusion d'atomes. Les coefficients de cette diffusion sont de la forme suivante :

$$D = D_0 e^{-E_a/k_b T} \dots\dots\dots (1.5)$$

Où :

- E_a : l'énergie d'activation (J);
- k_b : la constante de Boltzmann ($k = 1,380\ 649 \times 10^{-23} \text{ J K}^{-1}$) ;
- T : la température (K) ;
- D_0 : le coefficient de diffusion nominal (m^2s^{-1})

La température de frittage permet de sélectionner les zones de prédominance des différents mécanismes de diffusion et de favoriser l'un ou l'autre des scénarios.

6.3.Le temps

Bien que le degré de frittage augmente avec l'augmentation du temps, l'effet restera toujours faible par rapport à la dépendance de la température. La perte de la force motrice par restauration, avec l'augmentation du temps quelle que soit la température, est l'une des raisons pour lesquelles il est difficile d'éliminer complètement la porosité par frittage seulement. Par conséquent, il faut essayer d'obtenir les propriétés souhaitées par des temps de frittage les plus courts et des températures plus élevées. Le temps de frittage est connu comme une variable mixte, car plus de temps à une température maximale augmente le frittage mais des temps plus long contribuent à un grossissement rapide des microstructures, ce qui n'est pas souhaitable dans la plupart des matériaux.

6.4.L'atmosphère

Presque tous les métaux, d'importance technique, réagissent avec le gaz de leur atmosphère environnante même à température ambiante, mais plus encore lorsqu'ils sont

traités à des températures plus élevées. La raison la plus importante pour l'utilisation d'atmosphères de frittage spéciales est de protéger contre l'oxydation et la réoxydation des poudres métalliques frittées [52].

Il existe de nombreuses autres façons, où une atmosphère de frittage peut influencer le processus de frittage. En réduisant les oxydes, l'atmosphère peut créer ou libérer des atomes métalliques mobiles. Au cours du stade final de frittage, lorsque les pores sont déconnectés et isolés, le gaz de l'atmosphère de frittage piégé dans les pores peut limiter la densification totale, empêcher le retrait et même entraîner une croissance des pores et un gonflement du produit final [53].

7. Les techniques de frittage

Le frittage traditionnel est généralement réalisé par chauffage et sans application de contraintes mécaniques. On parle alors de frittage *naturel* ou frittage *libre*. Malheureusement, la densification de certains matériaux par ce procédé est difficile, en raison des faibles cinétiques de diffusion, ou encore de la prédominance de mécanismes de grossissement de grains. Il est ainsi apparu de nombreux procédés, appelés procédés de *frittage activé*, dans le but d'accélérer ces cinétiques, de limiter la croissance des grains et de permettre l'obtention de produits aux excellentes propriétés. L'activation du frittage se fait par l'une des techniques suivante [54]:

- La finesse des particules de la poudre par broyage ou par procédés chimiques ;
- Répartition granulométrique ;
- Homogénéité du mélange ;
- Introduction d'une forte pression ou d'une pression isostatique ;
- Utilisation des poudres possédant une forte distribution granulométrique où les petites particules remplissent les pores entre les plus grosses, ce qui augmente la surface de contact entre les particules et de l'ensemble du système.

Parmi les procédés de frittage activé nous citerons plus particulièrement :

- Le pressage à chaud (Hot Pressing, HP) où le matériau à fritter est placé dans une enceinte où il est pressé de manière uni-axiale au cours du frittage à travers un système de poinçons.

- Le compactage isostatique à chaud « dit HIPing » (Hot Isostatic Pressing), où une contrainte mécanique est appliquée de manière isotrope par l'intermédiaire d'un gaz. Dans ce procédé, l'échantillon de poudre est encapsulé préalablement au traitement et la contrainte est transmise par l'intermédiaire de cette enveloppe ;
- Le frittage flash SPS (Spark Plasma Sintering) où le chauffage, et le frittage, sont réalisés par l'application d'un courant électrique (continu, pulsé ou alternatif) à travers une enceinte de pressage ;
- La consolidation par pression atmosphérique ou CAPing (Consolidation by Atmospheric Pressure) qui est utilisé pour la consolidation de différents matériaux ferreux et céramique dont l'acier à outil T15 objet de ce travail de thèse.

7.1. La consolidation par pression atmosphérique

Le procédé CAP est un procédé relativement récent, de densification des poudres réfractaires, d'acier à outil et des superalliages. Dans le principe, il est similaire au procédé HIPing qui lui est caractérisé par son coût élevé. Il a été identifié comme un processus de consolidation des poudres en 1980, lorsque Black et al, de la compagnie américaine *Universal Cyclops Corporation*, ont utilisé avec succès cette technique pour densifier les poudres des matériaux réfractaires et des superalliages, atomisés à gaz, à une densité très proche de la densité théorique [55,56]. Ils ont publié un brevet qui indique que la consolidation peut être réalisée à l'aide d'équipements moins coûteux.

La poudre utilisée, dans ce procédé doit être, de préférence, atomisée à gaz de haute qualité de très faibles teneurs en Oxygène, et de forme sphérique. Cette dernière est mélangée avec des ajouts activant en faibles quantités tels que l'acide borique H_3BO_3 dans le méthanol. Ce traitement permet de réduire l'effet nuisible de la couche d'oxyde pour la diffusion lors du frittage. L'alcool est complètement évaporé par un léger préchauffage sous vide en laissant une fine couche uniforme de l'acide borique sur chaque particule de poudre. La présence de ces ajouts n'affecte pas les propriétés mécaniques des produits finaux puisqu'ils sont introduits en très faibles quantités. Le choix de l'ajout dépend de l'alliage à fritter [57-62].

La poudre traitée est ensuite transférée dans un moule en verre se terminant avec une extrémité longue. La composition de verre doit être soigneusement choisie en fonction des propriétés de ramollissement aux hautes températures. En général, on utilise un verre

borosilicaté (Pyrex). Ces types de verre sont une viscosité adéquate à la température de frittage.

La poudre est dégazée en connectant l'extrémité du moule avec une pompe à vide tout en chauffant la poudre à une température d'environ 100°C. Cette opération permet d'éliminer les gaz et l'humidité retenus dans la poudre. Après une durée suffisante de dégazage, le tube en verre est soudé au niveau du cou de la bouteille en le portant à la température de ramollissement et en détachant la partie qui contient la poudre. La capsule obtenue est placée dans un creuset réfractaire puis entourée par du sable siliceux ou par une poudre de graphite. Le graphite ou le sable utilisé permet de maintenir les capsules dans leurs positions initiales, même après la fusion du verre aux hautes températures.

Les creusets en alumine ou autres matériaux réfractaires, sont placés dans des fours à mouffles standards, sous atmosphère d'air ambiant à la température de frittage. Pendant le frittage, le verre se ramollit et se déforme plastiquement sous l'effet de la pression atmosphérique transmettant celle-ci à la poudre à fritter. Les ajouts activant permettent d'accélérer les processus diffusionnels et la vitesse de densification. On produit des pièces avec des densités variant entre 95 et 99% de la densité théorique. Lors du refroidissement et sous l'effet de la différence des coefficients de dilatation, le verre se décolle spontanément. Préalablement au travail à chaud, la surface des lingots consolidés par CAPing, est nettoyée par une opération de sablage. La Figure 1.11 montre les différentes étapes de consolidation par procédé CAP.

Les pièces obtenues sont transférées pour un travail thermomécanique afin d'atteindre la densité complète. Le travail à chaud est réalisé soit par forgeage à chaud, par extrusion à chaud ou par laminage à chaud.

L'avantage principal du procédé CAP est le coût faible des équipements et des opérations ainsi que la simplicité du procédé qui utilise un four à moufle standard. Cependant, les autres procédés nécessitent beaucoup d'équipements complexes qui assurent une très grande pression et une atmosphère protectrice à haute température, ce qui augmente le prix de l'investissement. De plus, le procédé CAP présente un coût plus faible à cause du faible prix de revient du moule préparé en verre à l'opposé du procédé HIP où l'on utilise de hautes pressions et des canettes métalliques, généralement en acier, qui nécessitent une mise en forme et un soudage suivi par un contrôle d'étanchéité [63,64].

D'autre part, la surface interne du moule en verre est plus propre. Le décollage spontané du verre lors du refroidissement, dans le cas de ce procédé présente un autre avantage puisqu'il ne nécessite pas d'autres opérations d'usinage secondaire ou de meulage ou autre pour le démoulage.

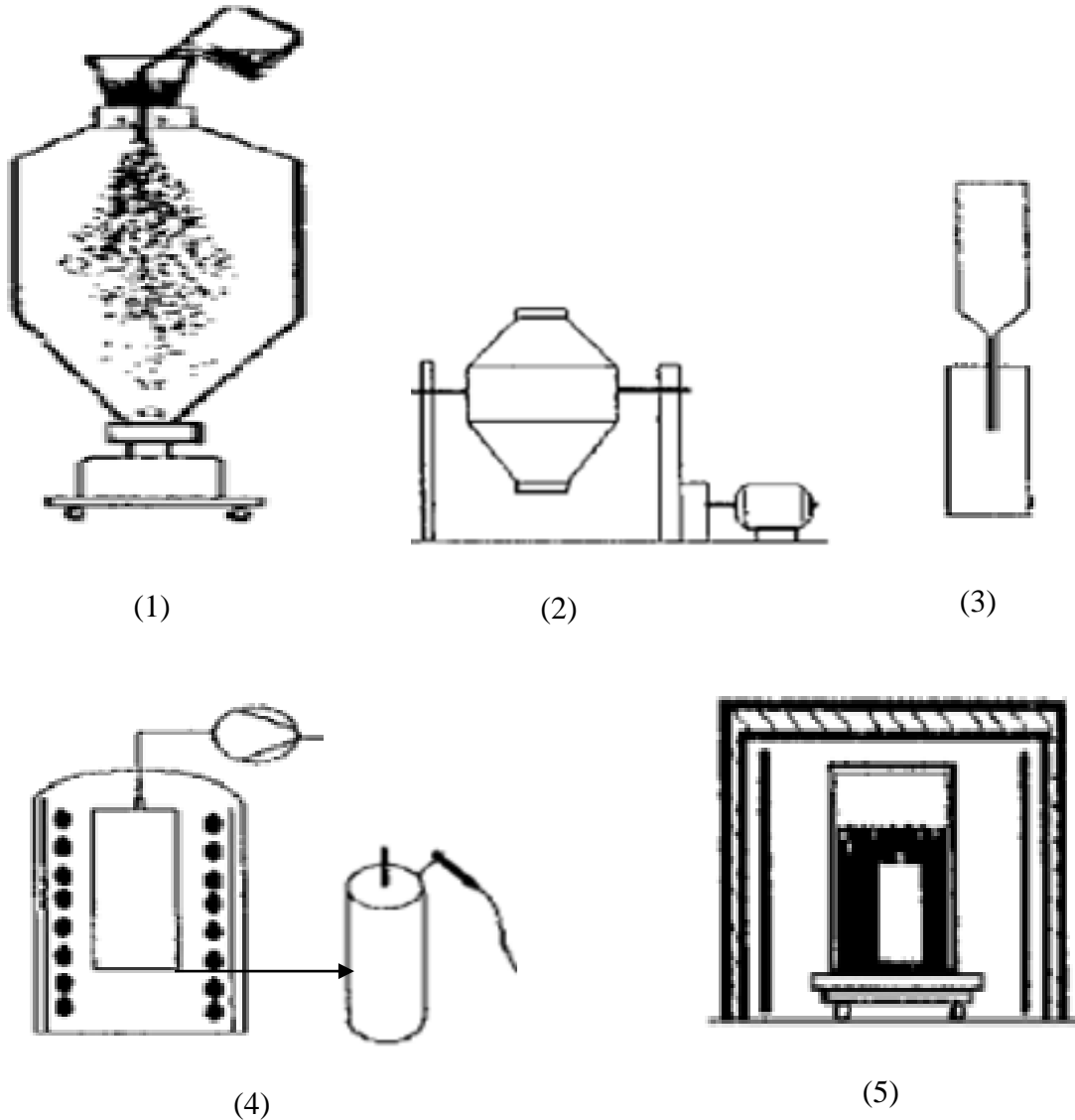


Figure 1. 11: Consolidation par pression atmosphérique : (1) atomisation à gaz, (2) mélange par H_3BO_3 , (3) remplissage de la cannette en verre, (4) dégazage et soudage de la cannette et (5) frittage dans un four à moufle.

Conclusion

Le procédé CAP présente de nombreux avantages prometteurs par rapport aux autres procédés de frittage. Ces avantages sont liés aux coûts de production et aux propriétés des pièces frittées. Pour mieux comprendre les changements microstructuraux lors de ce procédé

Généralités sur la métallurgie des poudres

dans les aciers à outil, nous devons étudier les propriétés des aciers à outils, notamment, l'acier à outil de type T15. Dans ce qui suit, nous présentons brièvement des généralités sur les aciers à outil et sur l'acier T15 qui fait l'objet de notre étude.

Chapitre 2 :

Généralités sur les aciers à outils

Introduction

Les aciers à outils sont des alliages, particuliers des aciers, utilisés pour fabriquer les outils d'usinage, les matrices et les moules qui façonnent, forment et découpent d'autres matériaux à des températures ordinaires ou même à des températures élevées. Ils sont utilisés dans plusieurs applications pour leurs performances optimales liées à la résistance à l'usure, la ténacité et la dureté, notamment à chaud. Dans ce chapitre, nous allons présenter les aciers à outils en général. Nous présenterons leurs compositions, leurs microstructures et leurs caractéristiques mécaniques. Puis, nous allons présenter le matériau sélectionné pour notre étude, l'acier rapide T15. Nous ferons quelques rappels sur sa composition chimique, sa structure et ses propriétés mécaniques. Nous insisterons, particulièrement, sur son élaboration par la métallurgie des poudres ainsi que son comportement à chaud, notamment au cours du frittage.

I. Définitions des aciers à outils

Les aciers à outils sont des alliages à base de Fer-Carbone. Ils sont utilisés lors de la mise en forme des métaux à froid et à chaud (poinçons, matrices, cylindres de laminoirs, des outils de coupe, de mise en forme...etc.). Les premiers aciers à outils ont été fabriqués en 1868 par Robert Mushet [65]. Ces aciers ne sont que des aciers simples au carbone. De plus en plus, au début du 20^{ème} siècle, de nombreux aciers ont été développés. Ces aciers contiennent des quantités relativement importantes en éléments d'alliages tels que : le tungstène, le vanadium, le manganèse, le cobalt et le chrome. Ils permettent de répondre aux demandes des services de plus en plus sévères, de fournir de meilleurs contrôles dimensionnels et d'améliorer les propriétés des produits finis lors des traitements thermiques en éliminant les fissurations [66].

En service, la plupart des outils sont soumis à des charges extrêmement élevées et ils doivent les supporter sans se rompre et sans subir des usures ou des déformations. En effet, pour répondre à ces exigences, on recherche toujours des matériaux qui combinent des duretés élevées, des résistances maximales à l'usure et des ténacités élevées. Ces propriétés optimales sont caractéristiques des aciers à outils. Ces derniers contiennent des carbures, de dureté relativement élevée, de résistance à l'usure élevée et de ténacité élevée, précipités dans une matrice martensitique [67, 68].

II. Classification des aciers à outils

Il existe plusieurs gammes d'aciers à outils qui sont classés selon leur utilisation principale de travail à froid, à chaud ou de coupe à grandes vitesses. La microstructure et les propriétés spécifiques de chacune de ces gammes d'acier à outil sont obtenues en ajoutant des éléments d'alliages comme Mn, Cr, Si, V, Ni, Mo, Co et W à des teneurs appropriées. La teneur en carbone varie de 0,1 à 2,85% de la masse totale alors que la teneur en éléments d'alliage est de 1 à 43% de la masse totale. La microstructure et les propriétés des différentes classes d'aciers à outils dépendent fortement de leur composition chimique. Dans ce qui suit, nous présenterons l'effet des différents éléments d'alliages sur les propriétés des produits finis ainsi que les différentes classes des aciers à outil.

1. Les éléments d'alliage

- **Le carbone** : comme dans tout autre acier, le carbone est l'élément le plus important dans le phénomène du durcissement structural. Il stabilise l'austénite pendant la trempe. Durant l'austénitisation, le carbone se dissout dans la matrice et provoque la formation de la martensite au refroidissement [66].Après le revenu, la majeure fraction du carbone se combine avec certains éléments d'alliage pour former des carbures très durs.
- **Le chrome** : se trouve généralement dans les aciers rapides dans l'ordre de 4%. Il augmente la trempabilité et les propriétés de coupes des aciers, diminue le grossissement des grains lors de l'austénitisation, retarde l'adoucissement lors du revenu et contribue à la réduction de l'oxydation à haute température. Il forme également des carbures stables qui contribuent à la résistance à l'abrasion et à la résistance à haute température [69].
- **Le tungstène et le molybdène** : améliorent la résistance à l'adoucissement au revenu et augmente la résistance à l'usure et la résistance à haute température. Ils forment avec le carbone des carbures très durs. Ces carbures favorisent la formation des structures à grains fins. Les carbures les plus prédominant sont sous forme de M_6C tels que : Fe_3W_3C ou plus généralement $(Fe, Mo, W)_6C$.

- **Le vanadium** : améliore la dureté à chaud et la résistance à l'usure par la formation des carbures stable de vanadium de type MC. Il agit comme inhibiteur de grossissement des grains lors des traitements thermiques. Une petite quantité de cet élément peut affiner les grains de l'acier [66]. La combinaison des deux carbures, MC et M_6C , permet d'atteindre des niveaux de dureté et de résistance à l'usure très élevée [70]
- **Le silicium**, avec une teneur voisine de 0,3% en masse, est utilisé comme désoxydant dans l'acier liquide au stade final de l'élaboration. Des teneurs d'environ 1% entraînent une augmentation de la limite élastique, de la résistance à l'oxydation au-delà de 1000°C et de la trempabilité par effet de synergie avec d'autres éléments d'alliage comme le molybdène. Il permet aussi de diminuer la stabilité des carbures M_2C , ce qui diminue la fragilité du métal.

2. Les différentes classes des aciers à outils

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

2.1. Les aciers à outils pour travail à froid (cold work steels)

Ces aciers sont caractérisés par des teneurs en carbone élevées entraînant des duretés élevées et des teneurs en éléments de durcissement, tels que : V, W et Mo, faibles car ce type des aciers ne travaille qu'à basse température et il n'est pas conçu pour générer des résistances élevées à des températures élevées [71, 72].

Les aciers à outils pour travail à froid sont généralement utilisés à des températures inférieures à 250°C, le plus souvent à la température ambiante [73]. Cette limite de température existe parce que, en pratique, la température n'affectera pas le procédé et les conditions de la pièce et donc n'entraîne pas de variations des propriétés de l'outil et de la surface de l'outil et de la pièce formée [72].

Dans cette classe d'acier, on distingue plusieurs types :

- Aciers à outils trempés à l'eau, désignés selon AISI par les aciers **W** ;
- Aciers à outils résistants aux chocs, désignés selon AISI par les aciers **S**;
- Aciers à outil pour travail à froid trempés à l'huile, désignés selon AISI par les aciers **O**;

Généralités sur les aciers à outils

- Aciers à outils pour travail à froid, moyennement alliés, trempés à l'air, désignés selon AISI par les aciers **A**;
- Aciers à outils pour travail à froid à haute teneur en carbone et en chrome, désignés selon AISI par les aciers **D**.

Les principaux types d'aciers à outils pour travail à froid avec leur composition chimique sont donnés sur le tableau.2.1.

Tableau.2. 1: les principaux types d'aciers à outil pour le travail à froid [74].

	C	Si	Mn	Cr	V	W	Mo
Acier à outils pour travail à froid trempé à l'huile							
O1	0.90	0.30	1.20	0.50	0.10	0.50	--
Aciers à outils trempés à l'eau							
W1	1.00	0.20	0.20	--	--	--	--
W2	1.00	0.20	0.20	--	0.22	--	--
Acier à outil pour travail à froid, moyennement alliés, trempés à l'air							
A2	1.00	0.30	0.70	5.00	0.22	--	1.10
Aciers à outils pour travail à froid à haute teneur en carbone et en chrome							
D2	1.50	0.30	0.30	12.00	0.90	--	0.90
D3	2.10	0.30	0.30	12.00	--	--	--
D7	2.35	--	--	12.00	4.00	--	1.00
Aciers à outils résistants aux chocs							
S1	0.50	0.20	0.20	1.30	0.20	0.20	--
S7	0.50	0.50	0.50	3.20	--	--	1.50

Les aciers à outils pour travail à froid ont été développés pour assurer des propriétés mécaniques optimales lors de service, généralement à des températures ambiantes. En raison, des teneurs élevées en carbone et en éléments d'alliages, ces aciers présentent des niveaux élevés, notamment, de la dureté, de la ténacité et de la résistance à l'usure. Le tableau.2.2 regroupe les différentes propriétés des différents types d'aciers à outils de cette classe.

Généralités sur les aciers à outils

Tableau.2. 2: propriétés de quelques types d'aciers à outils pour travail à froid [68].

	Résistance aux chocs	Dureté approximative (HRC)	usinabilité	Résistance aux déformations	Résistance à l'usure
O1	Plus élevée	57-62	élevée	Faible	Moyenne
W1	Moyenne	50-64	Plus élevée	faible	Faible à moyenne
A2	Plus élevée	57-62	Moyenne	Elevée	Elevée
D2	Plus élevée	54-61	Faible	Elevée	Elevée à très élevée
D7	Plus élevée	58-67	Faible	Elevée	Plus élevée
S1	Elevée	40-68	Moyenne	Très élevée	Moyenne

La Figure 2.1 présente la microstructure typique d'un acier à outil pour travail à froid. La Fig.2.1.a, représente une microstructure d'un acier pour travail à froid de type D7 qui contient une teneur élevée en carbone, en chrome et en vanadium, ce qui favorise la formation d'une fraction élevée de carbure. La Figure 2.1.b, est une microstructure d'un acier pour travail à froid de type D3 qui contient une fraction volumique importante de carbures. Il est clair que la réduction de la teneur en carbone et en élément d'alliages réduit la fraction des carbures présents. La différence frappante entre ces deux microstructures, réside dans le fait que l'acier élaboré par MDP présente une structure fine, homogène et uniformément distribué des grains et des carbures, alors que celle élaborée par le procédé conventionnel est beaucoup plus grossière et hétérogène surtout en termes de carbures.

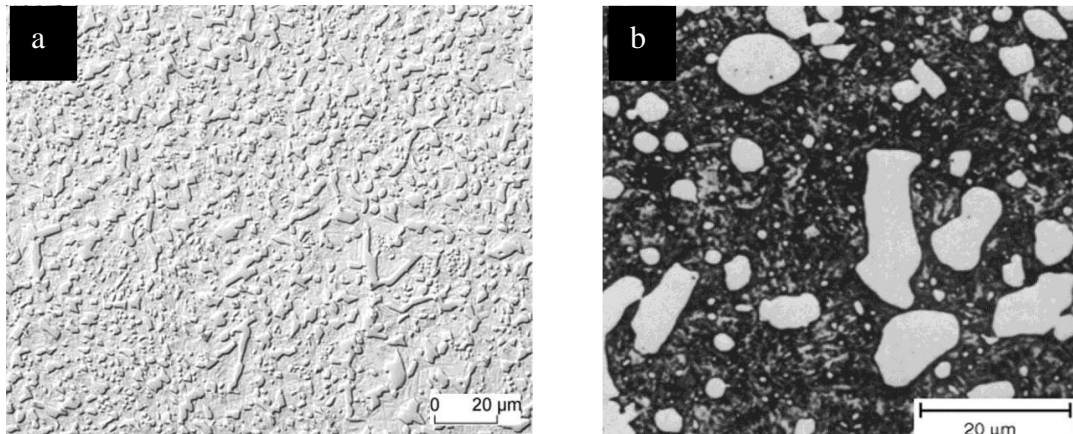


Figure 2. 1: Micrographies d'acier à outils pour travail à froid de type (a) D7 élaboré par MDP [75] et (b) D3 élaboré par un procédé de métallurgie conventionnel [76].

2.2. Les aciers à outils pour travail à chaud (hot work steels)

Ces aciers sont désignés, selon la classification AISI, par les aciers du groupe H. Ils sont élaborés pour résister à l'adoucissement durant de longues périodes à haute température. Ils sont divisés en trois classes selon l'élément d'alliage principal qui leur confère une dureté à chaud élevée. On distingue : les aciers pour travail à chaud au chrome, qui contiennent 5% de Cr et des quantités importantes d'autres éléments (le silicium, le molybdène et le vanadium). Les aciers pour travail à chaud au tungstène et les aciers pour travail à chaud au molybdène. La teneur en carbone est relativement faible (0.25 – 0.70%), ce qui leur confère une bonne ténacité. Les différents types d'aciers pour travail à chaud sont regroupés dans le tableau 2.3.

Généralités sur les aciers à outils

Tableau.2. 3: Les principales nuances d'aciers à outil pour travail à chaud
utilisées dans l'industrie [74]

	C	Si	Mn	Cr	V	W	Mo
Les aciers à outils pour travail à chaud au chrome							
H10	0.34	1.00	0.30	3.20	0.40	--	2.50
H11	0.36	1.00	0.30	5.00	0.40	--	1.30
H12	0.36	1.00	0.30	5.00	0.30	1.50	1.50
H13	0.38	1.00	0.30	5.00	0.90	--	1.30
H19	0.40	0.30	0.30	4.20	2.00	4.20	0.20
Les aciers à outils pour travail à chaud au tungstène							
H21	0.32	0.30	0.30	3.50	0.40	9.00	--
H22	0.35	--	--	2.00	--	11.00	--
Les aciers à outils pour travail à chaud au molybdène							
H42	0.60	--	--	4.00	2.00	6.00	5.00

Les aciers du groupe H présentent de bons niveaux de dureté à chaud pour les alliages basés sur le tungstène et le molybdène, principalement à cause des carbures alliés présents. Ils présentent ainsi de bons niveaux de résistance à la déformation aux hautes températures, de résistance aux chocs thermiques et mécaniques et de résistance à l'usure. Les propriétés, citées auparavant, des aciers à outils pour le travail à chaud, pour les différentes classes, sont regroupées dans le tableau 2.4.

Tableau.2. 4: Les caractéristiques des différents types d'aciers pour travail à chaud [68].

	Résistance aux chocs	Dureté approximative (HRC)	usinabilité	Résistance aux déformations	Résistance à l'usure
H10	Plus élevée	39-56	Moyenne à élevée	Elevée	Moyenne
H11	Plus élevée	38-54	Moyenne à élevée	Elevée	Moyenne
H12	Plus élevée	38-55	Moyenne à élevée	Elevée	Moyenne
H13	Plus élevée	38-53	Moyenne à élevée	Elevée	Moyenne
H19	Elevée	40-57	Elevée	Elevée	Moyenne à élevée
H21	Elevée	36-54	Moyenne	Elevée	Moyenne à élevée
H22	Elevée	39-52	Moyenne	Elevée	Moyenne à élevée
H42	Moyenne	50-60	Moyenne	Très élevée	Moyenne à élevée

Les propriétés citées dans le Tableau 2.4 dépendent fortement des différents éléments d'alliages, notamment la dureté à chaud. Cette caractéristique est très sensible à l'ajout de petites quantités de vanadium. La Figure 2.2 présente l'effet de la teneur en vanadium sur la dureté à chaud d'un acier pour travail à chaud au chrome. Cette figure met en évidence l'effet important d'un faible ajout de vanadium sur la dureté à chaud. Un ajout de 0.5 % V fait passer la dureté à chaude de 22 HRC ($\approx 240\text{HV}$) à 33 HRC ($\approx 320\text{HV}$) et la dureté à froid de 49.1HRC ($\approx 510\text{HV}$) à 50 HRC ($\approx 530\text{HV}$) [77]. La dureté des carbures de vanadium est de l'ordre de 3000 HV et ils permettent d'accroître de façon importante la résistance à l'usure des aciers à outils.

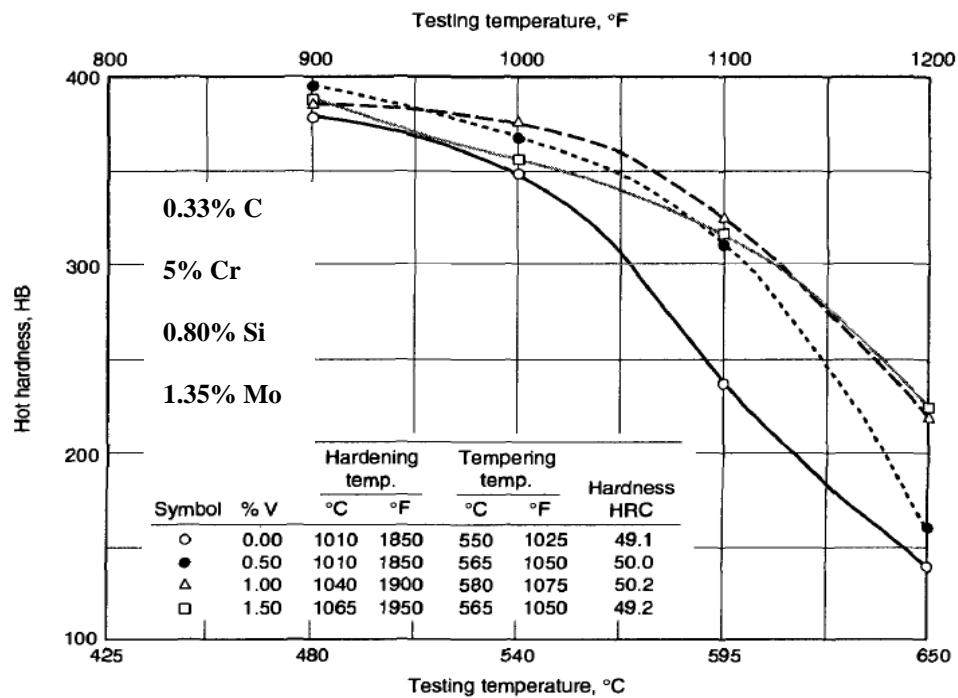


Figure 2. 2: Effet du vanadium sur la dureté à chaud des aciers à outil pour le travail à chaud [77]

La microstructure typique de ces aciers est caractérisée par la présence de faibles fractions en carbures riche en V (de type MC). La Figure 2.3 représente une micrographie d'un acier de type H13 fritté.

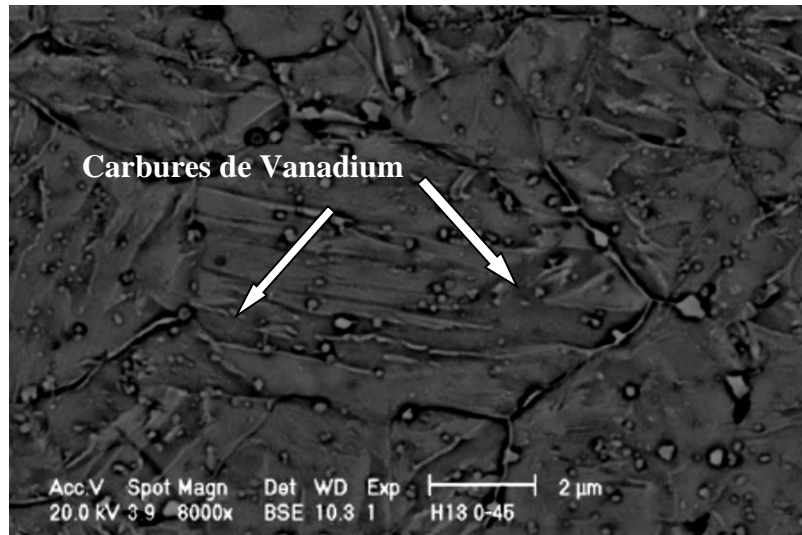


Figure 2. 3: Micrographie MEB d'un acier de type H13 fritté [78].

2.3. Les aciers rapides (High Speed Steels)

Ce sont des matériaux développés pour une utilisation principale dans le domaine des outils de coupes qui génèrent une chaleur considérable à grande vitesses d'usinages des différents métaux, aciers ou autres [65, 79]. Ils appartiennent au groupe Fe-C-X où X est généralement du : W, Mo, V, Cr et/ ou Co. Ils sont caractérisés par leur capacité d'atteindre des niveaux de duretés élevées à froid et à chaud. Ces propriétés sont dues au renforcement de la matrice par les carbures d'éléments d'alliages cités au-dessus [79,80].

On distingue, selon la classification AISI, deux types d'aciers rapides : les aciers rapides au molybdène, désignés selon AISI par les aciers du groupe M et les aciers rapides au tungstène, désignés selon AISI par les aciers du groupe T [81].

2.3.1. Les aciers rapides du type M

Ils contiennent, principalement, du molybdène, tungstène, chrome, vanadium, cobalt et du carbone. La ténacité de ces aciers est légèrement supérieure à celle des aciers rapides de type T. Cependant, les autres propriétés de ce groupe sont similaires à celles du groupe T. Ces propriétés mécaniques sont très sensibles à l'augmentation des teneurs en élément d'alliage. L'augmentation de la teneur en vanadium et en carbone augmente la résistance à l'usure alors que l'augmentation de la teneur en cobalt améliore la dureté à chaud et réduit simultanément la ténacité. Selon la teneur en éléments cités précédemment, on peut distinguer plusieurs types d'acier rapide de groupe M. Ces types sont regroupés dans le tableau 2.3

Généralités sur les aciers à outils

Tableau.2. 5: Les différents types d'aciers rapides du groupe M
et leur composition chimique [74].

	C	Mn	Si	Cr	V	W	Mo	Co	Ni
M1	0.80	--	--	4.00	1.00	1.50	8.00	--	--
M2	0.85-1	--	--	4.00	2.00	6.00	5.00	--	--
M3	1.05	--	--	4.00	2.40	6.00	5.00	--	--
M4	1.30	--	--	4.00	4.00	5.50	4.50	--	--
M6	0.80	--	--	4.00	2.00	4.00	5.00	12.00	--
M7	1.00	--	--	4.00	2.00	1.75	8.75	--	--
M10	0.85-1	--	--	4.00	2.00	--	8.00	--	--
M30	0.80	--	--	4.00	1.25	2.00	8.00	5.00	--
M33	0.90	--	--	4.00	1.15	1.50	9.50	8.00	--
M34	0.90	--	--	4.00	2.00	2.00	8.00	8.00	--
M36	0.80	--	--	4.00	2.00	6.00	5.00	8.00	--

Les aciers du groupe M présentent des niveaux de dureté relativement élevés selon leur composition chimique, précisément selon la teneur en carbone. Dans les nuances où le taux en carbone est faible, la dureté est relativement plus faible que celle des nuances à teneur en carbone plus élevée. Les propriétés de ces aciers sont regroupées dans le Tableau.2.6.

Tableau.2. 6: Les caractéristiques des différents types d'aciers rapides de type M [68]

	Résistance aux chocs	Dureté approximative (HRC)	usinabilité	Résistance aux déformations	Résistance à l'usure
M1	Moyenne	60-65	Moyenne	Très élevée	Très élevée
M2	Moyenne	60-65	Moyenne	Très élevée	Très élevée
M7	Moyenne	61-66	Moyenne	Très élevée	Très élevée
M10	Moyenne	60-65	Moyenne	Très élevée	Très élevée
M37	Moyenne	60-65	Moyenne	Plus élevée	Très élevée

La microstructure des aciers rapide de type M est caractérisée par la présence d'une matrice martensitiques et des carbures alliés (principalement M_6C et MC). La Figure 2.4 présente une micrographie électronique typique d'un acier M2.

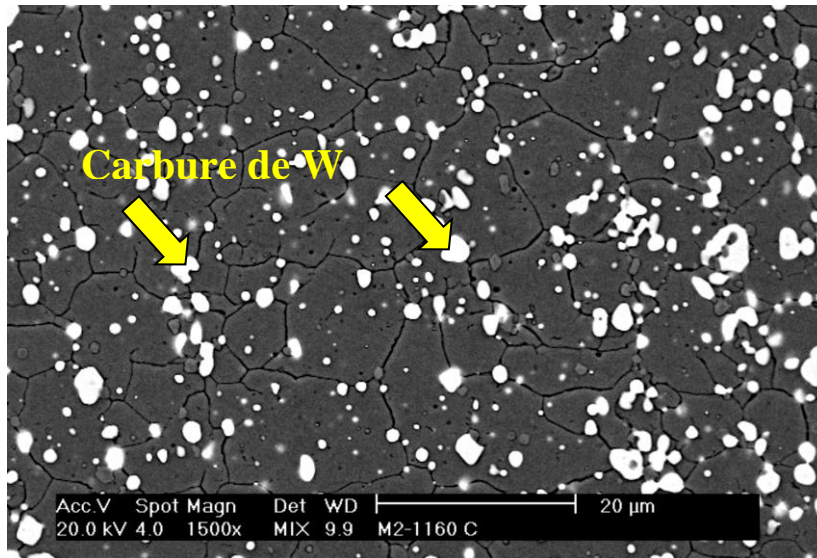


Figure 2. 4: Micrographie MEB d'un acier rapide de type M2 fritté [82]

2.3.2. Les aciers rapides de type T

Les aciers rapides de type T sont des aciers contenant principalement du W, Cr, V, Co et C. Ils se caractérisent par une dureté, à chaud et à froid, et une résistance à l'usure très élevées. La combinaison de ces deux propriétés rend les aciers à outil de ce type adaptés aux nombreuses applications de haute performance des outils de coupe. Ils sont principalement utilisés dans le domaine des outils de coupe tels que : les forêts, les alésoirs, les fraises...etc. [66].

Il existe une large gamme d'aciers rapides de type T, selon la teneur en éléments d'alliages. Les tableaux.2.7 et 2.8 présentent, respectivement, les différents types et les principales caractéristiques des aciers rapides de type T.

Généralités sur les aciers à outils

Tableau.2. 7: Les différents types d'aciers rapides de type T [74]

	C	Mn	Si	Cr	V	W	Mo	Co	Ni
T1	0.75	--	--	4.00	1.00	18.00	--	--	--
T2	0.80	--	--	4.00	2.00	18.00	--	--	--
T4	0.75	--	--	4.00	1.00	18.00	--	5.00	--
T5	0.80	--	--	4.00	2.00	18.00	--	8.00	--
T6	0.80	--	--	4.00	1.50	20.00	--	12.00	--
T8	0.75	--	--	4.00	2.00	14.00	--	5.00	--
T15	1.50	--	--	4.00	5.00	12.00	--	5.00	--

Tableau.2. 8: Les caractéristiques des différents types d'aciers rapides de type M [68].

	Résistance aux chocs	Dureté approximative (HRC)	usinabilité	Résistance aux déformations	Résistance à l'usure
T1	Elevée	60-65	Moyenne	Très élevée	Très élevée
T4	Moyenne	62-66	Moyenne	Plus élevée	Très élevée
T6	Moyenne	60-65	Faible à moyenne	Plus élevée	Très élevée
T15	Moyenne	63-68	Faible à moyenne	Plus élevée	Plus élevée

De plus, ces aciers présentent des niveaux élevés de dureté à chaud. Cette dernière est très sensible à l'ajout du Co. Le cobalt fait durcir la matrice par solution solide. La Figure 2.5 met en évidence l'effet de la teneur en cobalt sur la dureté à chaud d'aciers à coupe rapide de la gamme T. A une température de 500°C, l'acier T1 a une dureté d'environ de 550HB alors que la dureté de l'acier T6 est de l'ordre de 615HB.

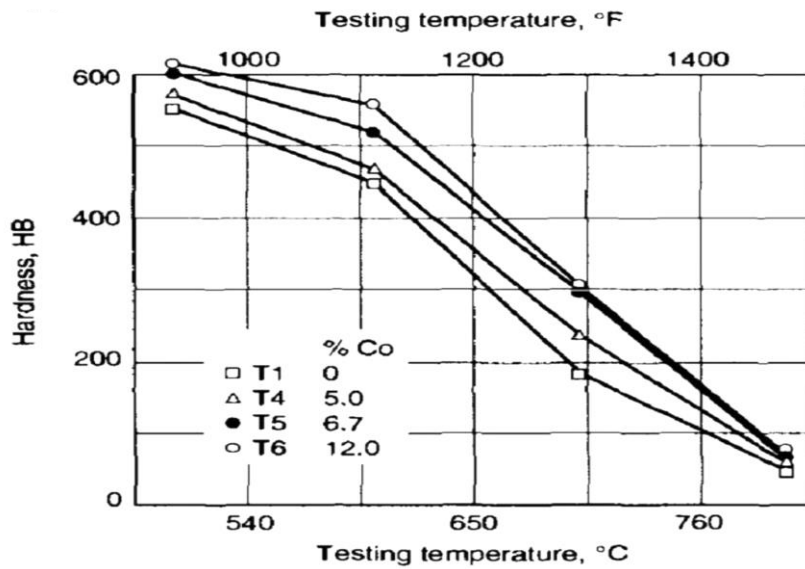


Figure 2. 5: Effet de la teneur en cobalt sur la dureté à chaud des aciers à outils de la gamme T [77]

La microstructure typique de ces aciers rapide de type T est composée d'une matrice martensitique et de carbures alliés (principalement M_6C et MC). La Figure 2.6 présente une micrographie typique d'un acier T6.

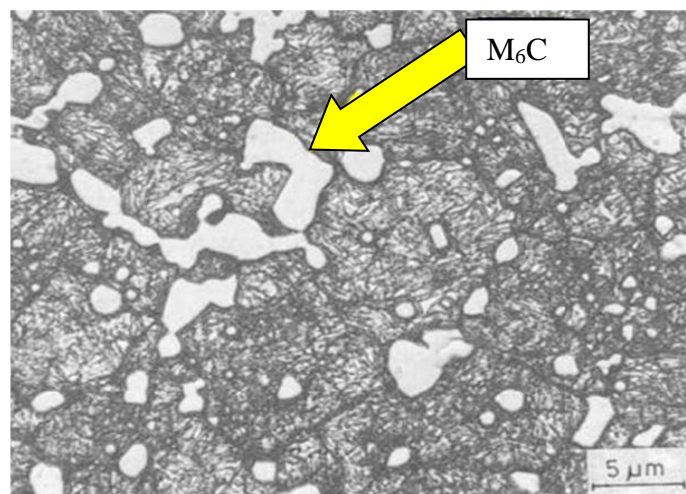


Figure 2. 6: micrographie d'un acier rapide de type T6 fritté [83].

3. L'acier à outil de type T15

L'acier T15 est un acier super rapide au tungstène qui contient, principalement, des teneurs élevées en tungstène et vanadium pour lui confère une dureté et une résistance à l'usure maximale et en cobalt pour lui donner une bonne dureté à chaud [64, 69]. Sa composition chimique, selon l'AISI, est donnée sur le tableau.2.7.

Les aciers rapides de type T15 sont fabriqués pour résister aux déformations, particulièrement à chaud, lors du travail par enfoncement, cisaillement ou pénétration dans le métal pour arracher une fraction de matière sous forme de copeaux. Il est utilisé pour la fabrication des poinçons et des matrices qui servent à presser les métaux sous forme de poudres.

Comparativement aux autres aciers à outils, l'acier T15 présente des niveaux de dureté, notamment à chaud, très élevée comme le montre la Figure 2.7 Ce niveau de dureté est dû, principalement, aux carbures de tungstène et de vanadium qui ont une dureté très élevée (environ 3000Hv).

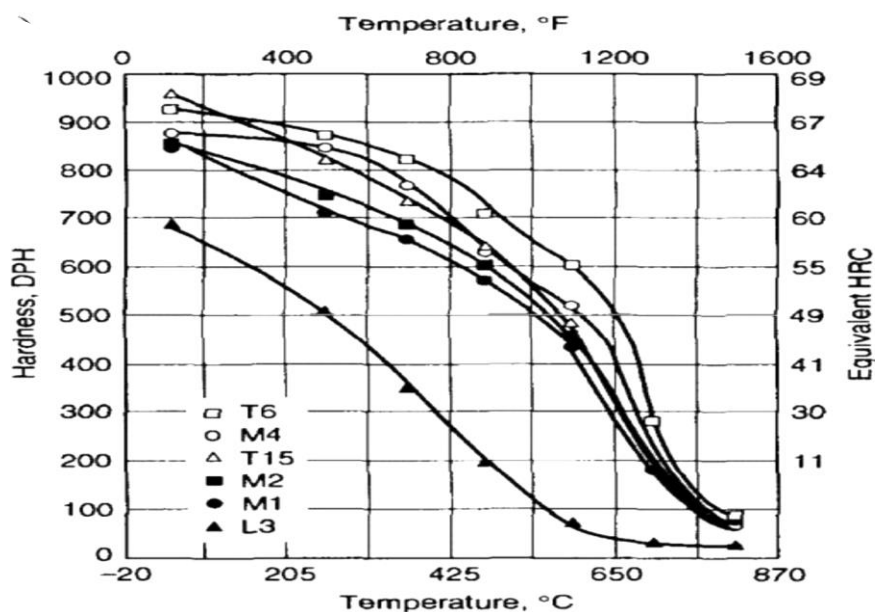


Figure 2. 7: Dureté à chaud des aciers rapides, comparée à celle des autres aciers [77].

L'acier T15 présente une limite d'élasticité élevée, une bonne ténacité et une résistance aux chocs élevés. Il est caractérisé aussi par une excellente résistance à l'usure. Cette résistance à l'usure présente le niveau le plus élevé par rapport aux autres aciers à outils, comme le montre, clairement, la Figure 2.8.

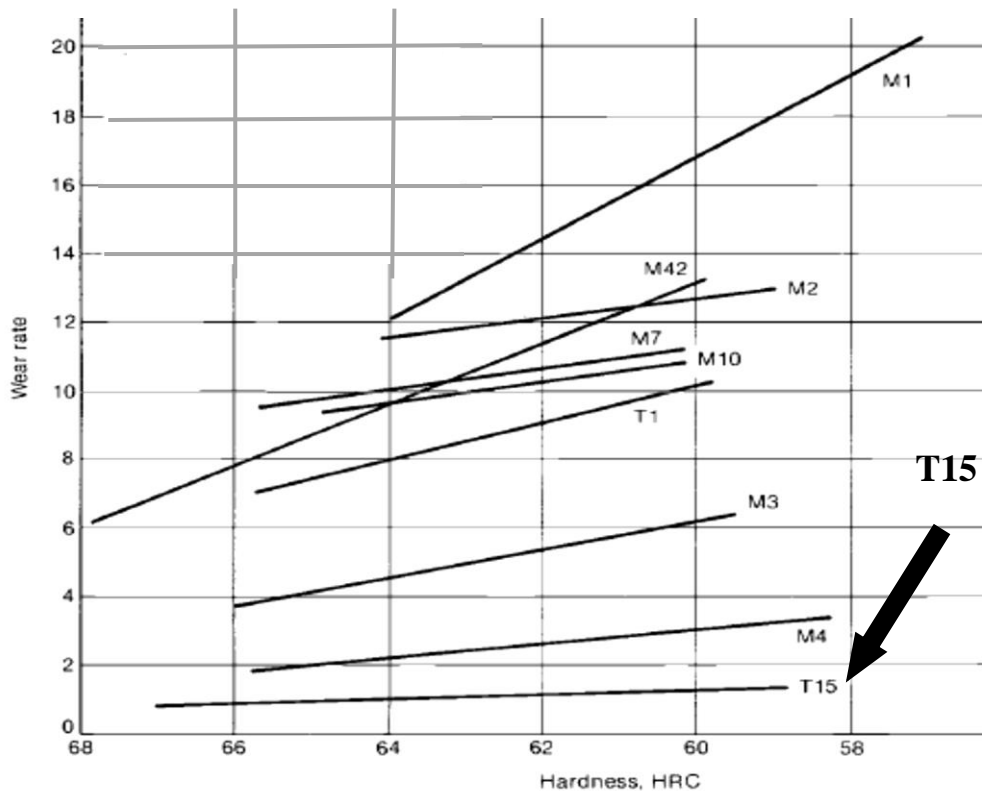


Figure 2. 8: La résistance à l'usure des différents types d'aciers rapides [84].

En raison de sa résistance à l'usure élevée et sa grande dureté, l'acier à outil de type T15 est utilisé dans des applications très spécialisées. Il est adapté pour l'usinage des matériaux de hautes résistances à la traction, tels que les aciers traités thermiquement, et pour résister à l'abrasion rencontrée, lors du service, avec la fonte dure, les aciers moulés, le bois...etc. Il est aussi largement utilisé, dans les outils de coupe pendant le tournage et le fraisage. Il est également utilisé pour la fabrication des forets et des outils de coupe pour les matériaux très durs et très difficiles à usiner, tels que les alliages du titane et du nickel. Comme on peut le trouver dans les broyeurs pour la fragmentation, notamment à grandes vitesses, des matériaux durs [71].

III. Les carbures dans les aciers à outils

Parmi les matériaux réfractaires de coupe, les aciers à outils ont la plus faible dureté et la plus grande ténacité comme le montre la Figure 2.9.a. Leur dureté est obtenue après des traitements thermiques, de sorte qu'ils ne sont pas naturellement durs. Après les traitements thermiques, la structure martensitique se forme, dans laquelle se trouvent des carbures

dispersés. Ces carbures, qui sont formés lors de la solidification, sont obtenus par la combinaison du carbone avec les éléments d'alliages, principalement, le W, le Mo et le V. Cependant, une partie des carbures fins se précipitent dans la matrice lors du revenu, ce qui entraîne un durcissement secondaire. Les aciers à outils obtiennent leurs duretés non pas par la martensite mais par le durcissement secondaire par précipitation. Par conséquent, la dureté, notamment à chaud, de la plupart des aciers à outils est dû à la dureté élevée des carbures fins précipités [65]

Les principaux carbures qui peuvent précipiter dans les aciers à outils sont : les carbures de type M_6C (riche en Mo ou W) et les carbures de type MC (riche en V). Leur dureté est donnée sur la Figure 2.9.b. Ils sont, généralement plus durs que la matrice dont ils précipitent. [85].

Les carbures présents dans les aciers à outils jouent un rôle dominant dans le contrôle des propriétés mécaniques, souhaitées. La microstructure, de la plupart des aciers à outils, est similaire aux microstructures typiques données auparavant. Elle détermine les propriétés des aciers et se caractérisent par : une matrice de dureté élevée et une dispersion des carbures.

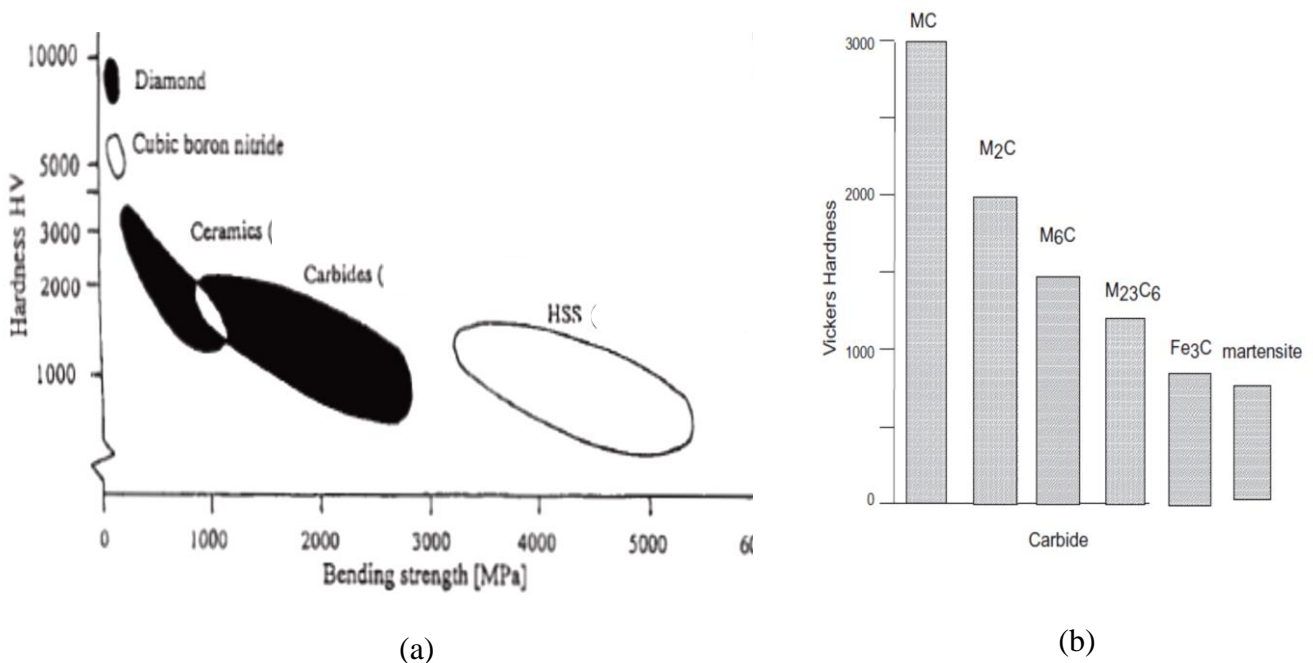


Figure 2. 9: La dureté (a) des différents outils de coupes [86] et (b) des différents carbures [85].

IV. Production des aciers à outils

La production des aciers à outils se fait par des procédés conventionnels, de fusion et coulée en lingotière, ou par la métallurgie des poudres, MDP.

1. Elaboration des aciers à outils par la métallurgie conventionnelle

La coulée en lingot est un procédé relativement simple dont l'utilisation principale est la production de matrices, de moules et d'outils de coupe. Les principales difficultés dans la production d'aciers à outils par coulée résident dans leur microstructure grossière et hétérogène. En plus de la distribution hétérogène des carbures, particulièrement les carbures de vanadium, ceux-ci ont une orientation préférentielle dans la direction de corroyage et leur taille est relativement élevée. Cette microstructure anisotrope conduit nécessairement à des propriétés anisotropes lesquelles, peuvent conduire à des ruptures en service qui peuvent s'avérer parfois, catastrophiques. La Figure 2.10 présente une micrographie à structure orientée, d'un acier de coupe rapide M3/2 élaboré par le procédé traditionnel de coulée en lingotière.

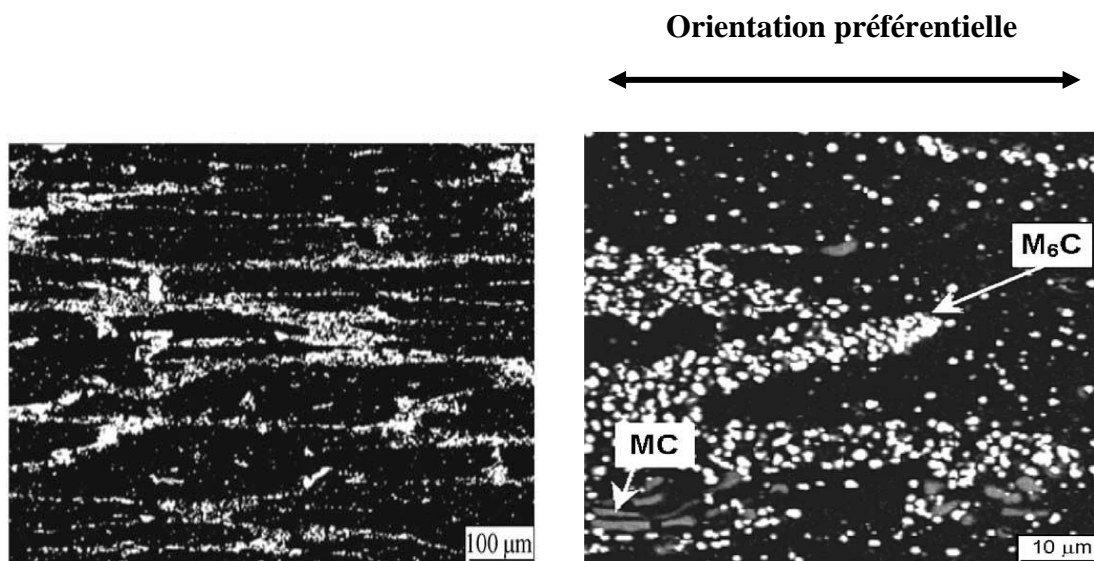


Figure 2. 10: Microstructure d'un acier à outil M3/2 élaboré par la métallurgie conventionnelle [87]

2. Elaboration des aciers à outils par la métallurgie des poudres

La *métallurgie des poudres* (MDP) est devenue un procédé majeur pour la fabrication des aciers à outils et des pièces en aciers à outil à hautes performances. Elle est utilisée, principalement, pour la production des aciers rapides.

Généralités sur les aciers à outils

Pour la plupart des applications, les aciers à outils élaborés par la MDP présentent des avantages distincts par rapport à ceux élaborés par métallurgie conventionnelle. En raison d'une ségrégation prononcée pendant la solidification des lingots à cause du refroidissement lent, les aciers obtenus conventionnellement présentent, souvent, des microstructures grossières et non uniformes, accompagnées de faibles propriétés transversales et des problèmes de contrôle de la taille et d'uniformité de la dureté pendant le traitement thermique. En revanche, la solidification rapide des poudres atomisées utilisées pour la production des aciers à outils, élimine cette ségrégation et produit des microstructures très fines avec une distribution uniforme des éléments structuraux tels que les grains, les carbures et même des défauts comme les inclusions non métalliques et les porosités. Cela permet de produire de nouveaux aciers à outils, de composition voulue et bien choisie, qui ne peuvent pas être fabriqués par la métallurgie classique.

Pour les aciers rapides, plusieurs propriétés importantes, des pièces finales, ont été améliorées par la MDP, notamment, la ténacité, l'usinabilité, le contrôle dimensionnel pendant le traitement thermique et les performances de coupe dans des conditions difficiles. Une grande variété des aciers rapides a été produite par la MDP tel que les aciers : M2, M3, T1, T15, T42...etc. [70, 82, 83]

Les aciers rapides élaborés par la MDP se distinguent par la répartition uniforme et la petite taille des carbures primaires. La distribution en taille des carbures primaires dans l'acier rapide de type T15 obtenu par la métallurgie conventionnelle et la métallurgie des poudres ont été mesurées, comme le montre la Figure 2.11. La taille de la plupart des carbures présents dans l'acier obtenu par MDP est inférieure à environ $3\mu\text{m}$, alors que la taille de ceux dans l'acier produit conventionnellement couvre toute une plage de taille jusqu'à environ $34\mu\text{m}$, avec une taille médiane de $6\mu\text{m}$ [1].

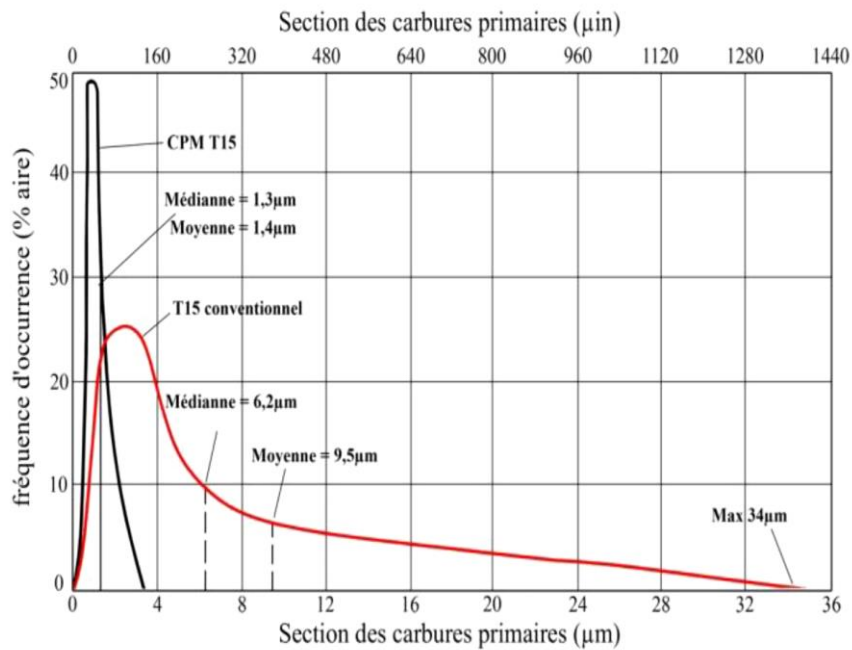


Figure 2. 11: Distribution de la taille des carbures primaires d'un acier de coupe rapide T15 élaboré par un procédé de coulée en lingotière (courbe en rouge) et par un procédé de MP (courbe en noir) [77].

Les propriétés, principales, des aciers à outils qui ont été améliorées par la métallurgie des poudres sont : la résistance à l'usure, la résistance à la flexion et la dureté, comparativement aux aciers élaborés par la métallurgie classique [81, 88- 90].

La Figure 2.12 montre les différences entre les deux procédés d'élaboration.

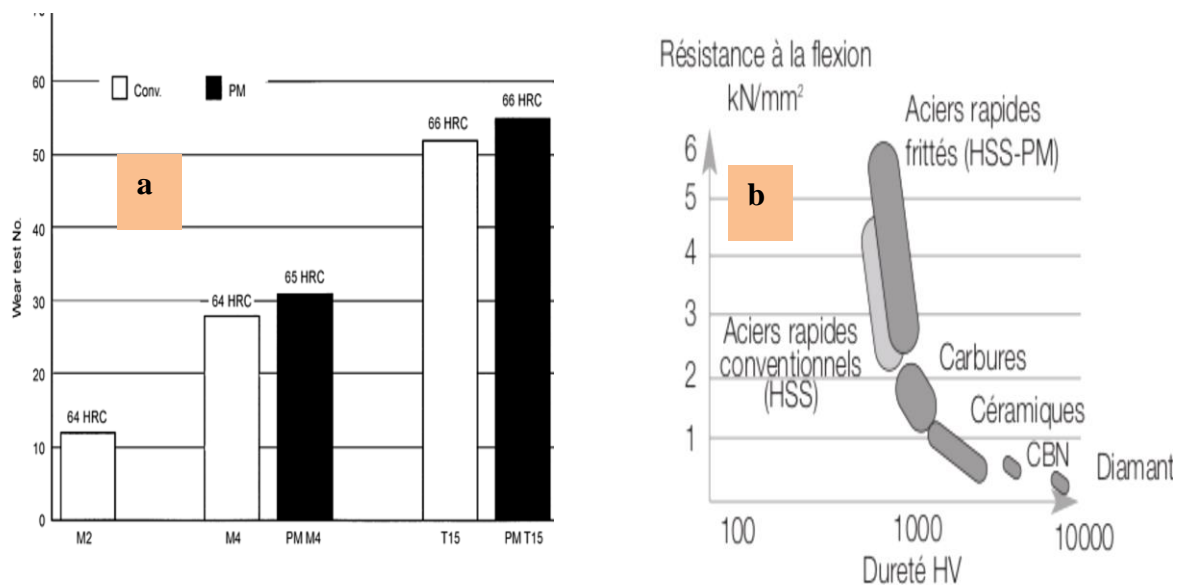


Figure 2. 12: (a) la résistance à l'usure et la dureté [1] et (b) la résistance à la flexion [91] des aciers rapides élaborés par la métallurgie des poudres et conventionnelle.

Les Figure 2.13 présentent des micrographies d'un acier rapide de type T15 élaboré par les deux méthodes, la MDP et le procédé des lingots. Les Figure 2.11, 2.12 et 2.13 illustrent l'avantage du procédé de métallurgie des poudres sur celui de la coulée en lingot à travers une meilleure distribution des carbures et une microstructure homogène et plus fine dans le produit élaboré par MDP.

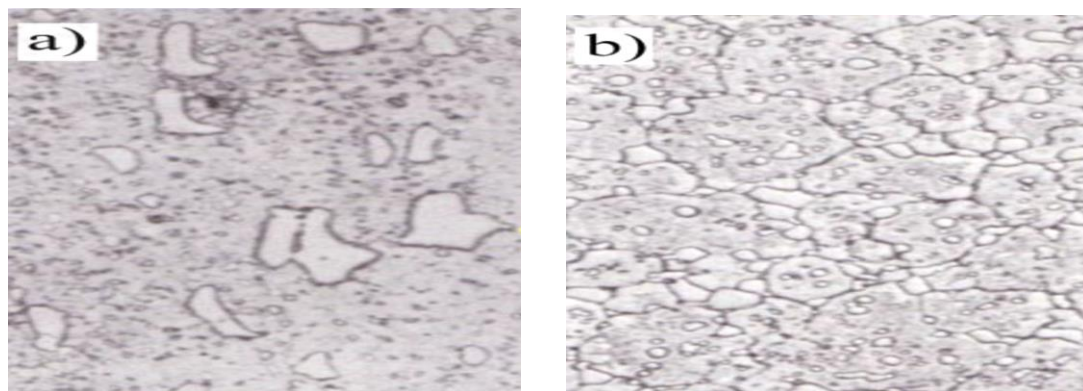


Figure 2. 13: Micrographies d'acier T15 montrant des carbures alliés, a) Acier corroyé et b) Acier élaboré par MDP [92].

Le procédé le plus utilisé pour l'élaboration des poudres d'aciers à outils est l'atomisation. Ces aciers peuvent être produits par atomisation à gaz ou à l'eau. Le fluide

d'atomisation est sélectionné en fonction de l'alliage atomisé ou du procédé de mise en œuvre pour la production de pièces. La morphologie est la principale caractéristique qui sera influencée par le choix du fluide atomiseur. Toutefois, dans le cas d'aciers à outils qui contiennent des teneurs élevées en éléments susceptibles à l'oxydation, le choix du fluide d'atomisation aura un impact important sur l'oxydation des poudres. La Figure 2.14.a présente une micrographie mettant en évidence la morphologie plutôt sphérique d'un acier à outils de type T15 atomisés à gaz. Dans le cas où les poudres sont obtenues par atomisation à l'eau, la morphologie des poudres est irrégulière (Figure 2.14).

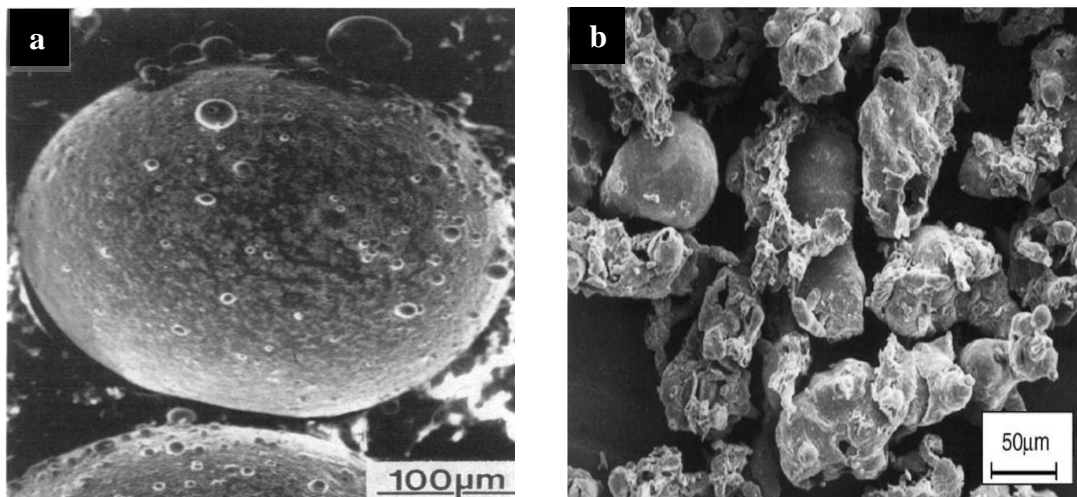


Figure 2.14: Morphologie des poudres d'acier à outils atomisées; (a) Poudre d'acier rapide T15 atomisée à gaz [93] et (b) Poudre PM-23 atomisée à l'eau [94].

Le procédé d'atomisation est un procédé relativement simple. Tout d'abord, l'acier liquide contenant les éléments d'alliage est atomisé avec des jets (argon, azote, eau, etc.) à haute pression. La Figure 2.15 présente un schéma typique du procédé d'atomisation à gaz. Un des avantages de l'atomisation au gaz inerte comparativement à l'eau est qu'il permet de limiter l'oxydation des éléments d'alliage des aciers à outils, qui contiennent en général une teneur en chrome relativement élevée ($> 4\% \text{Cr}$). Les gouttelettes liquides se solidifient rapidement pour former des particules de poudres. Le diamètre des particules est typiquement inférieur à quelques centaines de microns [95].

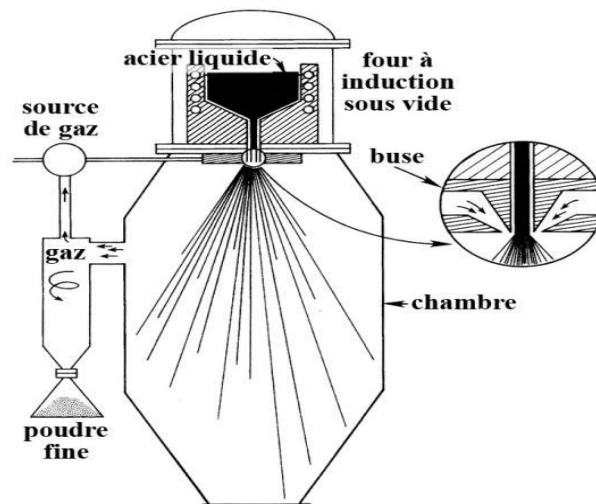


Figure 2.15: Schéma illustrant l'atomisation à gaz de poudres alliées [95].

Après atomisation, les poudres sont traitées thermiquement pour deux raisons principales : soit pour réduire les oxydes et/ou pour abaisser leur dureté. Les poudres atomisées à l'eau sont inévitablement oxydées en surface dû au contact entre l'eau et le fer ou des éléments d'alliage comme le chrome. La couche d'oxyde superficielle est nuisible au frittage, car elle limite la création de bons liens métallurgiques entre les particules de poudre. Pour éliminer cette couche superficielle, les poudres peuvent être traitées thermiquement sous vide ou sous atmosphère réductrice, ce qui permet de réduire la couche d'oxyde. Par ailleurs, les aciers à outils, compte tenu de leur utilisation, contiennent une teneur importante en éléments d'alliage, en plus de contenir une teneur relativement élevée en carbone. La microstructure telle qu'atomisée de ces aciers, en plus d'être relativement fine, contient des carbures et une matrice alliée, qui peut être ferritique, austénitique ou martensitique. La dureté des poudres est donc relativement élevée, ce qui limite leur compressibilité. Les poudres sont donc typiquement recuites pour maximiser la dissolution des carbures relativement grossiers et d'obtenir une matrice douce de faible dureté contenant peu de carbures. La Figure 2.16 présente la microstructure d'une poudre d'acier T15 atomisée à gaz. La dureté de cette poudre T15 telle qu'atomisée est de l'ordre de 1100 Hv [74], alors que la dureté typique après recuit d'un acier T15 est de l'ordre de 230 à 290 Hv [75].

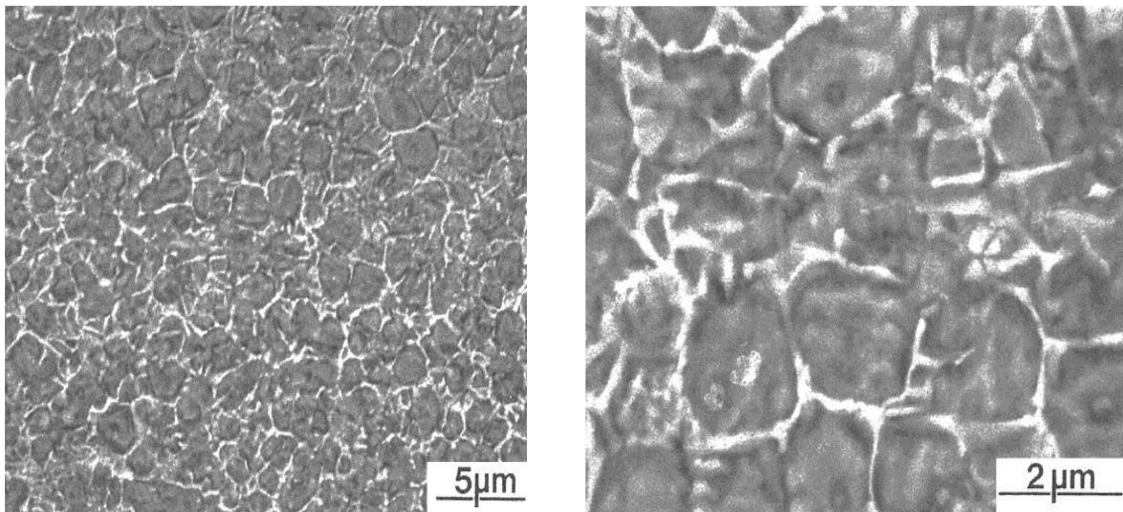


Figure 2.16: Microstructure d'une poudre d'acier T15 atomisée au gaz [93].

Conclusion

Les aciers à outils, spécialement les aciers rapides, sont largement utilisés dans l'industrie, et plus précisément les aciers rapides obtenus par la métallurgie des poudres. Ces aciers sont sélectionnés pour leurs propriétés mécaniques, notamment la dureté à chaud, la ténacité et la résistance à l'usure. L'acier rapide de type T15 présente le niveau le plus élevé de la résistance à l'usure. Dans ce qui suit, on présentera brièvement les différents modes de dégradation des surfaces des aciers en contact.

Chapitre 3 :

Tribologie

Introduction

Généralement, les aciers à outils rapides, utilisés pour les outils de coupes à grandes vitesses, sont portés à des effets thermiques élevés et à des conditions sévères d'usure, lors du service. Il est bien connu que les mécanismes d'usure dépendent fortement des caractéristiques du matériau, notamment la composition chimique, la microstructure et les propriétés de surface mais aussi des conditions de travail telles que l'environnement, la lubrification, la température...etc.

Dans ce chapitre, on présentera les divers aspects de la tribologie. On abordera le frottement, l'usure et la lubrification. Une présentation des principaux mécanismes d'usure ainsi que les différents paramètres influant sur la dégradation des surfaces des aciers seront expliqués, brièvement.

I. Tribologie

1. Définition

La tribologie est un terme, relativement nouveau, dérivé du mot grec *tribos*, qui signifie frottement ou friction. Elle a été identifiée, comme un domaine technique de grande importance, en 1966 [96]. La tribologie est donc définie comme "la science et la technologie des surfaces en interaction dans un mouvement, relatif, les unes par rapport aux autres". Elle englobe l'étude du frottement, de l'usure et de la lubrification des surfaces de contact entre deux solides [97]. La lubrification permet de séparer les surfaces en contact par un film lubrifiant et par conséquent de limiter l'usure. Quatre éléments interviennent au cours des processus tribologiques : les deux corps frottant, le corps créé dans l'interface (3^{ème} corps) et l'environnement.

La tribologie s'intéresse, principalement, à la recherche des méthodes qui permettent de décrire le comportement mécanique des contacts. On s'intéresse donc à l'étude des propriétés des surfaces des corps en contact plutôt qu'à leurs volumes.

2. Système tribologique

Un système tribologique se définit comme étant un composé mécanique, formé de trois éléments principaux : deux matériaux antagonistes en contact, les premiers corps (A et B), et le milieu inter-facial, appelé le troisième corps (I), comme le montre la Figure 3.1. Les deux solides, qui sont animés de mouvements relatifs, évoluent dans un milieu ambiant. Le troisième corps, sous forme d'un film intercalaire, sépare, partiellement ou totalement, les surfaces des deux solides. Il possède des propriétés différentes de celles des premiers corps. Il est introduit dans le contact ou bien par entraînement cinématique (lubrifiant solide ou liquide) ou par formation in situ (détachement de particules des premiers corps lors de la friction). Sur le plan tribologique, ce troisième corps est un opérateur qui transmet la charge d'un premier corps sur l'autre. Il s'accommode en s'écoulant, d'une façon dissipative, avec le frottement, l'essentiel de la différence de vitesse entre les deux corps. L'interface d'un tel système devient alors le siège de phénomènes dissipatifs d'énergie en frottement. A ces 3 composants s'ajoute l'environnement (E) du contact qui constitue l'ambiance de fonctionnement du contact [98-100].

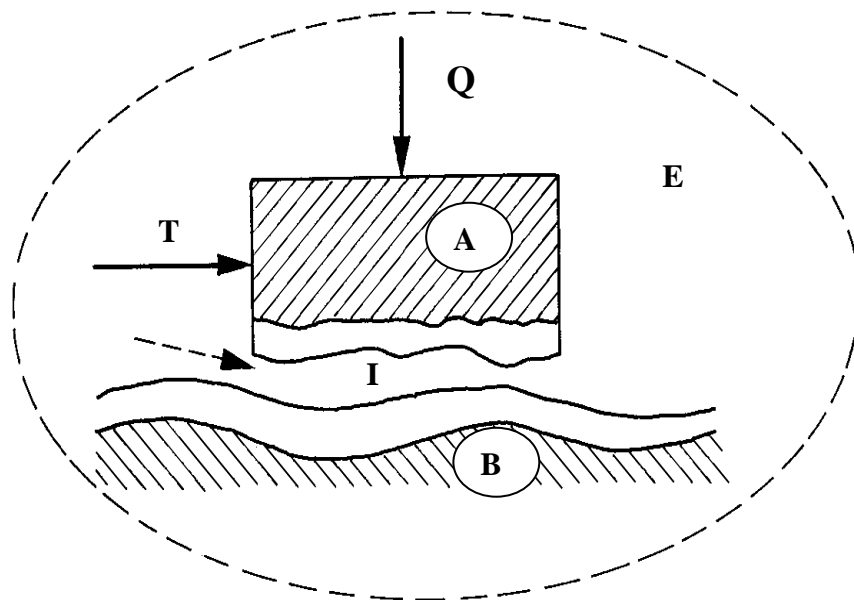


Figure 3. 1: Représentation schématique d'un système tribologique [101].

3. Le concept du 3eme corps

Le mouvement peut détruire les surfaces de contact en mouvement relatif. Cette destruction se produit par abrasion des particules écrouies arrachées par frottement sur ses surfaces. Si les débris sont piégés dans le contact, le contact à deux corps devient un contact à trois corps. Les différents composants d'un système tribologique sont :

a. *Les premiers corps :*

Ce sont les matériaux qui enveloppent le contact. Leurs déformations forment les zones élémentaires de contact. Ils interviennent par leur géométrie, leurs propriétés thermo élastiques, qui, pour les sollicitations transmises par la charge et le déplacement, conduisent à leurs déformations qui forment les zones élémentaires de contact. Cette intervention des matériaux est indirecte car elle s'effectue via la géométrie des 1^{ers} corps. En revanche, leur action est directe sur les zones élémentaires de contact, où cette fois les matériaux répondent aux sollicitations tribologiques locales. Ces sollicitations sont qualifiées de tribologiques car c'est le seul cas de figure où existe ce type de chargement (force normale et déplacement imposés). Sur une profondeur allant de quelques nanomètres à une cinquantaine de micromètres, les 1^{ers} corps réagissent à ces sollicitations par deux comportements :

1. Un changement de phases, et de structures qui conduisent par fragmentation au détachement de particules d'une taille élémentaire comprise entre le nanomètre et quelques micromètres. Pour attirer l'attention sur le fait que ces changements de phases sont plus induits par la pression et les déformations que par la température, ils sont appelés Transformations Tribologiques Superficielles (TTS) ;

2. La fissuration.

L'adhésion, l'abrasion, l'écaillage...etc. sont aussi des réponses, mais elles ne figurent pas en premier lieu, car une bonne conception permet en général de s'en affranchir alors que la fissuration et surtout les TTS constituent le problème majeur.

Un revêtement ou traitement de surface fait partie intégrante des 1^{ers} corps alors que les couches d'oxydes, de pollution présentent initialement sur les 1^{ers} corps font partie du 3^{ème} corps.

b. Le troisième corps :

La Figure 3.2 présente le principe de la théorie du troisième corps. Les particules et débris d'usure constituent un troisième corps qui va séparer les deux solides initialement en contact. L'étude du contact revient à étudier l'écoulement de ce troisième corps et plus particulièrement les différents débits. Le débit de production (source) provient de l'usure des solides en contact et en mouvement. Les particules vont ensuite s'écouler sous l'effet du cisaillement résultant du glissement des deux premiers corps. Certaines particules vont être éjectées du contact d'autres vont être recyclées (entrer à nouveau dans le contact).

Le 3ème corps est dit naturel lorsqu'il est issu de l'un ou des deux 1^{ers} corps ou lorsqu'il se forme sur l'un ou les deux 1^{ers} corps. Il est artificiel lorsqu'il est apporté dans le contact comme pour la lubrification solide ou fluide.

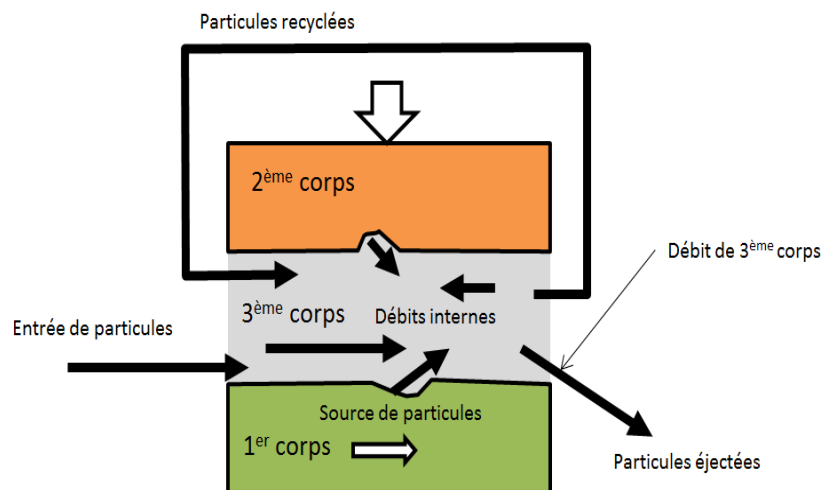


Figure 3. 2: La théorie du 3ème corps en tribologie [102].

II. Mécanismes de tribologie

La tribologie traite, généralement, les problèmes de frottements, d'usure et de lubrification. Les frottements et la lubrification ne seront pas détaillés dans ce travail. On s'intéressera beaucoup plus aux modes de dégradation des surfaces et aux paramètres influant sur l'usure ainsi qu'au comportement tribologique des aciers.

1. Frottement

Le frottement est engendré par le déplacement relatif tangentiel de deux surfaces en contact. La résistance au frottement, ou force de frottement, est caractérisée par la force F_t qui s'oppose au mouvement (Figure 3.3). Cette force freine le déplacement des deux corps. Selon la loi de *Coulomb*, on peut définir le coefficient de frottement (μ) comme un rapport entre la force de frottement F_t et la force normale F_n appliquée aux deux corps en contact [103, 104].

$$\mu = \frac{F_t}{F_n} \dots \dots \dots (3.1)$$

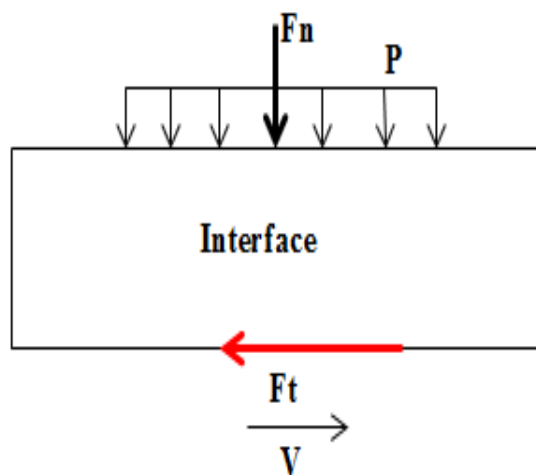


Figure 3. 3. Sollicitations mécaniques du contact en tribologie [100].

Le coefficient de frottement varie entre 0 et 10. Des valeurs supérieures à 1 ne sont en général rencontrées que dans des conditions très particulières comme sous vide. Le coefficient de frottement dépend fortement des conditions de contact (sous vide ou pas, avec ou sans lubrifiant). Le Tableau 3.1 présente quelques valeurs de coefficients de frottement attribuées à plusieurs matériaux [105].

Tableau.3. 1: Les coefficients de frottement de quelques couples de matériaux [105].

Couple de matériaux	Coefficient de frottement μ
Polyéthylène / acier	0,65
Acier inoxydable ferritique / acier	0,53
Carbure de tungstène / carbure de tungstène	0,35
Laiton / laiton	0,24
PTFE / acier	0,18

2. Usure

L'usure peut être définie comme un phénomène de détérioration continue et progressive des surfaces qui sont en contact avec un mouvement relatif. Ce contact entraîne, inévitablement, une émission de débris avec des dommages à l'une ou à l'ensemble des surfaces impliquant une perte progressive de matière, de côtes, de forme, et s'accompagne de transformations physiques et chimiques des surfaces. Le processus d'usure ne varie pas nécessairement de manière progressive en fonction des paramètres tels que : la vitesse, la température ou le temps. L'usure est préjudiciable dans de nombreuses applications d'ingénierie, ce qui entraîne la défaillance et l'augmentation des distances entre les divers composants. D'autre part elle est parfois souhaitable et présente des aspects bénéfiques dans le cas où elle est bien contrôlée par exemple lors de rodages de machines, le meulage d'un outil, certains procédés de finition des surfaces, tels que le polissage [106] et le broyage, l'écriture par la craie sur un tableau ou par un crayon sur un papier...etc. Il n'existe pas d'unité standard ou conventionnelle de l'usure, en particulier pour le taux d'usure généralement exprimé par la masse perdue rapportée à la distance parcourue et/ou à la surface du frottement. L'usure d'un mécanisme est due, le plus souvent, à des processus multiples qui agissent simultanément, mais rarement à un seul processus bien défini et identifiable [97,107]. L'effet des actions simultanées est souvent plus important que l'ensemble des effets que l'on produirait en faisant agir séparément les différents processus. Aux premiers instants du frottement, ce sont les écrans ou zones superficiels qui subissent l'ensemble des mécanismes inhérents au frottement (effets thermiques, mécaniques ou chimiques). Ensuite, ces mécanismes se relaient ou s'interpénètrent en fonction des conditions présentes. Les surfaces métalliques, soumises à un frottement solide ou fluide, en présence ou non de lubrifiants, sont

affectées par des formes d'usure qui peuvent aller de l'usure douce régulière et contrôlable (usure normale) à la détérioration brutale entraînant la mise hors service du mécanisme. En général, pour de nombreux types d'usure, l'usure d'une pièce se développe en 3 phases représentées sur la Figure 3.4.

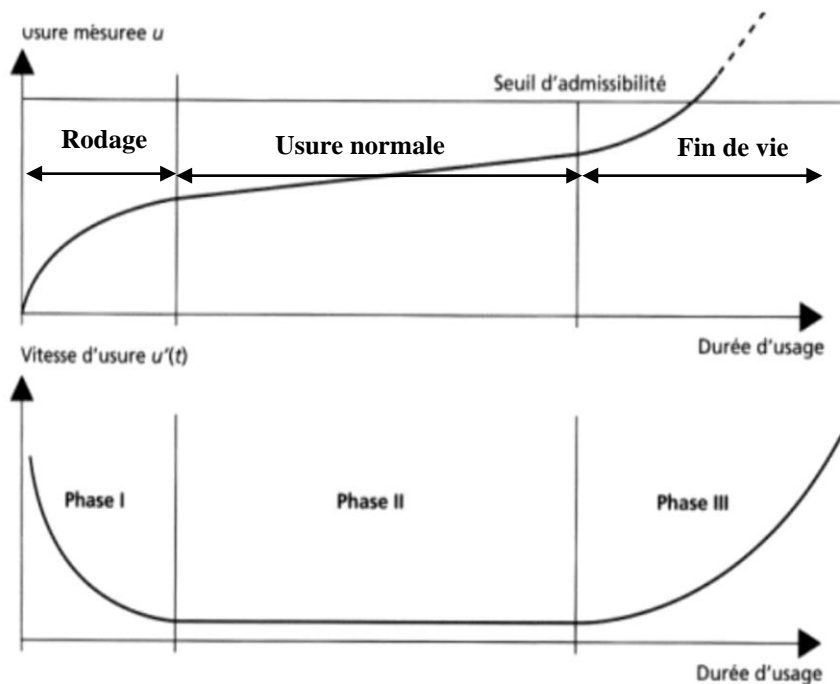


Figure 3. 4: Phases de dégradation par usure [108].

En général, la pièce subit tout au long de sa vie 3 étapes d'usure qui sont:

- **Phase I (Le rodage des surfaces)** : cette étape représente la phase de fonctionnement où les pièces apprennent à vivre ensemble et provoquent des usures rapides qui se révéleront «protectrices» lors des phases suivantes. Elle est considérée comme une phase de stabilisation du frottement ;
- **Phase II (L'usure normale ou marche normale)**: C'est la phase intermédiaire de l'usure. elle correspond à la durée de vie normale d'une pièce ou d'un système où peuvent se manifester des *défaillances dites aléatoires*. Durant cette étape, l'usure devient faible, stable et constante, en fonction du temps ;

- **Phase III (Le vieillissement rapide ou mort de la pièce):** Les débris de l'usure provoquent un labourage de la surface la plus tendre. Les surfaces se détériorent de plus en plus vite et deviennent fragiles et rugueuses. C'est la phase où se manifestent les *défaillances d'usure*. Durant cette phase, les vitesses d'usures sont en croissance.

2.1. Modes d'usure

Il existe plusieurs mécanismes d'usure, qui provoquent des dommages aux surfaces en contact. Une étude des propriétés tribologiques de différents matériaux indiquent que certaines formes d'usure, par abrasion ou par adhésion, entraînent un enlèvement plus rapide des matériaux et peuvent conduire à des défaillances catastrophiques dans des délais assez courts. D'autres formes d'usure, dites par diffusion ou tribo-chimique, bien que considérées comme moins dangereuses, se produisent en fait à des taux plus faibles. D'autre part, d'autres mécanismes, cavitation, corrosion ou érosion, se produisent généralement avec des taux plus faibles. Les mécanismes d'usure sont classés selon plusieurs modes dont les principaux sont décrits ci-dessous. Ces phénomènes d'usure peuvent, en théorie, se produire simultanément. Certains étant prépondérants par rapport à d'autres en fonction du tribo-système étudié.

2.1.1. Usure par abrasion

Le phénomène d'abrasion est considéré comme un phénomène purement mécanique. Il apparaît lorsqu'un corps se glisse contre un autre corps plus mou. Au cours de ce mécanisme, la perte de matière s'effectue par cisaillement et formation des micro-coupeaux ou par déformation plastique [103]. Ce mécanisme d'usure qui fait intervenir dans les premiers instants uniquement les corps antagonistes (usure à deux corps), devient rapidement une usure à trois corps, comme le montre les Figure 3.5.a et 3.5.b. Cette forme d'usure se manifeste par des polissages, des griffures, des micro-labourages ou des arrachements de particules. En général, des sillons formés parallèlement à la direction de déplacement par les aspérités du corps le plus dur ou des empreintes (déformation plastique) sont bien visibles à l'issue de ce type d'usure, comme l'illustre la Figure 3.5.c.

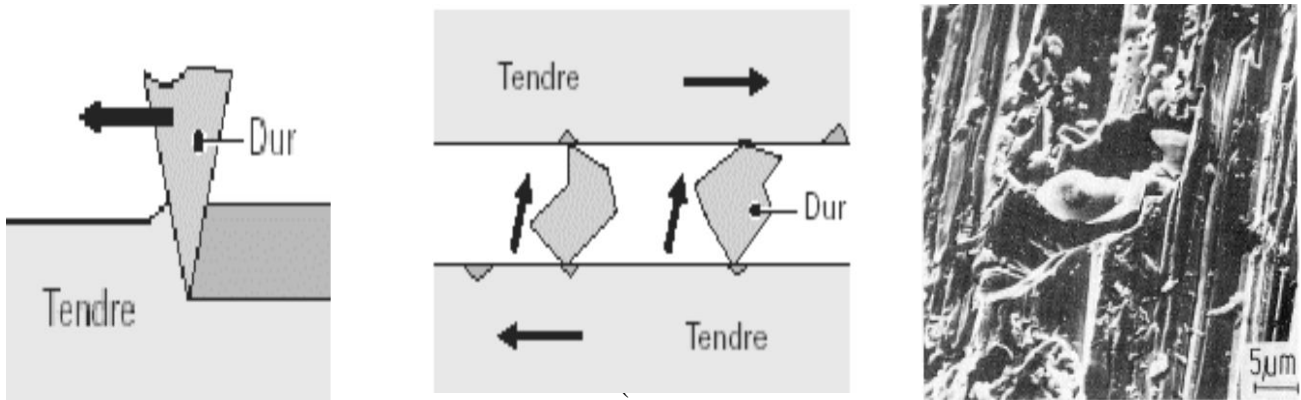


Figure 3. 5: Représentation du mécanisme d'usure par abrasion à : (a) deux corps (b) trois corps et (c) l'état de surface après cette usure [109].

2.1.2. Usure par adhésion

Le concept de l'usure adhésive est basé sur l'idée que l'adhérence se produit entre deux surfaces antagonistes lorsqu'elles se touchent (Figure 3.6.a). Ce mécanisme se caractérise par un transfert de débris d'une des deux surfaces antagonistes vers l'autre soit par un mécanisme d'origine purement mécanique, soit suite à une réaction physico-chimique. Au cours de l'usure par transfert mécanique, les micro-aspérités présentes dans le contact peuvent conduire à la diminution des zones en contact et générer aux jonctions des énergies très élevées qui peuvent favoriser les réactions physicochimiques (micro-soudage des aspérités en contact) et entraîner ainsi, des taux d'usure très élevés [110]. Lors du frottement, il existe entre les matériaux antagonistes une multitude de microcontacts qui supportent l'ensemble de la charge normale. Ces micro-jonction sont soumises à des contraintes locales élevées et subissent des déformations élastiques et plastiques qui provoquent un rapprochement des atomes et la formation des joints de contact entre les deux surfaces. En effet, dans ces régions, une constriction des lignes de forces engendre des concentrations de contraintes et l'augmentation de la température (températures flashes). L'évolution de ces aspérités dépend des conditions de sollicitations et de l'environnement. Un équilibre est atteint dès que l'adhérence des films de transfert est supérieure à la force de frottement. Sinon, les contraintes de cisaillement générées provoquent la rupture ou la disparition des films superficiels suite aux mécanismes diffusionnels. Ces derniers peuvent être progressivement évacués du contact

en laissant une surface très réactive siège d'un nouveau processus de dégradation. Si les débris restent piégés dans le contact, les aires réelles de contact s'accroissent et assurent un rôle de portance (effet de séparation des antagonistes). Les débris supportent les pressions. L'usure et le coefficient de frottement sont moindres. L'état de surface après ce mécanisme d'usure est représenté sur la Figure 3.6.b.

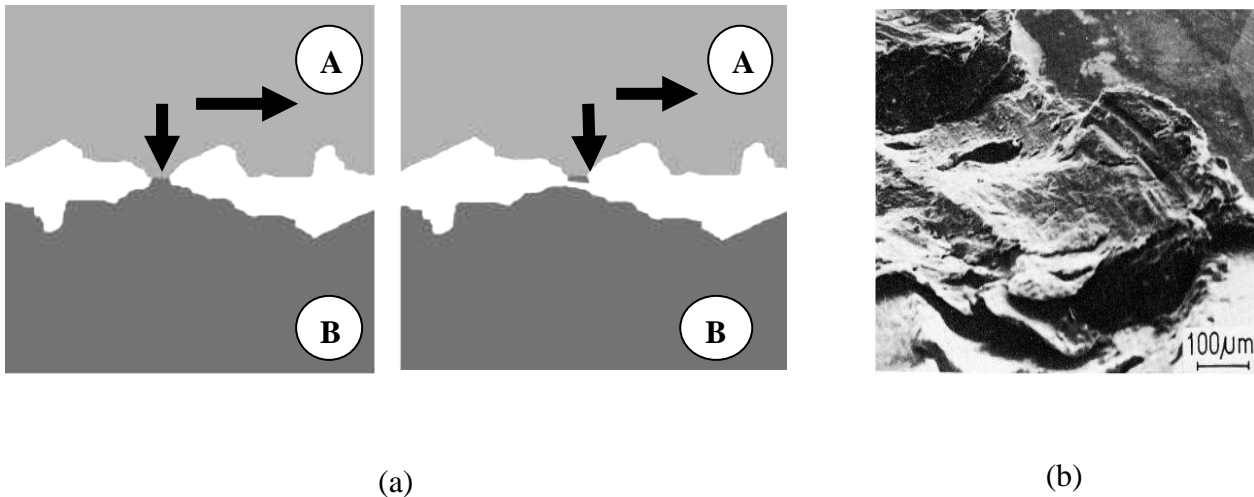


Figure 3. 6: Représentation de : (a) mécanisme d'usure par adhésion et (b) l'état de surface après cette usure [109].

2.1.3. Usure par fatigue

Elle est liée à l'action d'un mouvement cyclique et à la capacité des matériaux à absorber les énergies de déformation et les contraintes thermiques générées par frottement. La conséquence générale de la fatigue est la formation des fissures qui entraînent par la suite l'usure des matériaux et la perte de la fonctionnalité des surfaces, comme le montre la Figure 3.7.a. Les comportements face à ce mécanisme d'usure dépendent de la nature du matériau. Dans le cas de matériaux ductiles (matériaux métalliques ou polymères), la fissuration (ou mécanisme de délaminage) a lieu en sous-couche et se propagent parallèlement à la surface de frottement, dans les zones où les contraintes de cisaillement sont maximales, jusqu'à la rupture. Par contre, dans le cas des matériaux fragiles comme les céramiques, les fissures se créent dans les zones où les contraintes en tension sont les plus importantes. Elles sont associées à un dépassement local du seuil de rupture du matériau. Elles se situent à l'arrière du contact et se propagent perpendiculairement à la surface. Il s'agit donc d'une usure par fracturation.

Ce mécanisme, usure par fatigue, résulte d'une séquence de déformation élastique et plastique, d'écrouissage et/ou ramollissement et de propagation des fissures. L'analyse des transferts thermiques sur la microstructure (déplacement des lacunes, des dislocations, des plans de glissement, l'effet des joints de grains...etc.) explique la formation des fissures, associées à un écrouissage ou à un adoucissement de la surface, qui peuvent aboutir à des piquûres ou écaillages jusqu'à la rupture. Ce phénomène peut se décomposer en plusieurs phases. Dans un premier temps, les dislocations se développent et leur densité augmente en surface provoquant un écrouissage superficiel. Dans un deuxième temps, l'énergie de frottement transmise à la surface de ce matériau a pour effet de redistribuer cette densité de dislocations en un réseau plus stable par glissement ou sauts des dislocations. Il existe alors un déséquilibre entre les contraintes internes. En surface, suite à une densité plus élevée de dislocations, des contraintes de compression sont générées alors qu'en sous couches, la densité de dislocations étant moindre, des cavités se forment, favorisant la fissuration. L'état de surface après une dégradation par fatigue est représenté sur la Figure 3.7.b

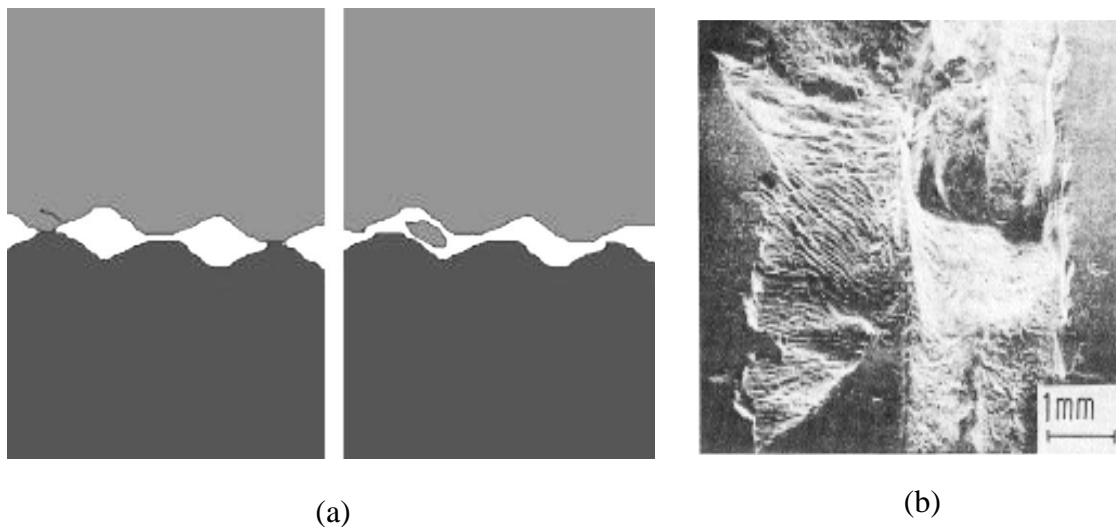


Figure 3. 7: Représentation de : (a) mécanisme d'usure par fatigue et (b) l'état de surface après cette usure [109].

2.1.4. Usure par corrosion

Le système tribologique dans ce mode est composé de trois composantes, où interviennent la réactivité chimique entre les surfaces, la réactivité chimique avec le milieu environnant et la réactivité physico-chimique avec les débris. Lorsque le frottement se produit

entre un environnement réactif (atmosphère, lubrifiant) et les surfaces solides, l'énergie dissipée dans l'interface peut entraîner une ou des réactions chimiques particulières entre l'environnement qui présente l'agent corrosif, et les surfaces frottantes en présence des contraintes mécaniques. Ces réactions tribo-chimiques conduisent à la formation d'une couche superficielle solide, non soluble dans l'environnement, de faible épaisseur, adhérente aux surfaces frottantes, et qui protège contre l'usure adhésive. Suite au frottement entre les surfaces, la rupture des aspérités qui s'oxydent, forme des débris en général très stables et très durs. Ces derniers jouent alors un rôle abrasif et viennent dégrader les surfaces antagonistes et donc entretenir l'usure. Par contre, il est possible de rencontrer une configuration moins agressive par la formation de films d'oxydes adhérents à la surface d'un des antagonistes et suffisamment résistants au cisaillement pour jouer un rôle protecteur. Les différentes étapes des mécanismes de dégradation des surfaces par usure corrosive ainsi que l'état de surface observé après l'usure sont représentés sur la Figure 3.8.

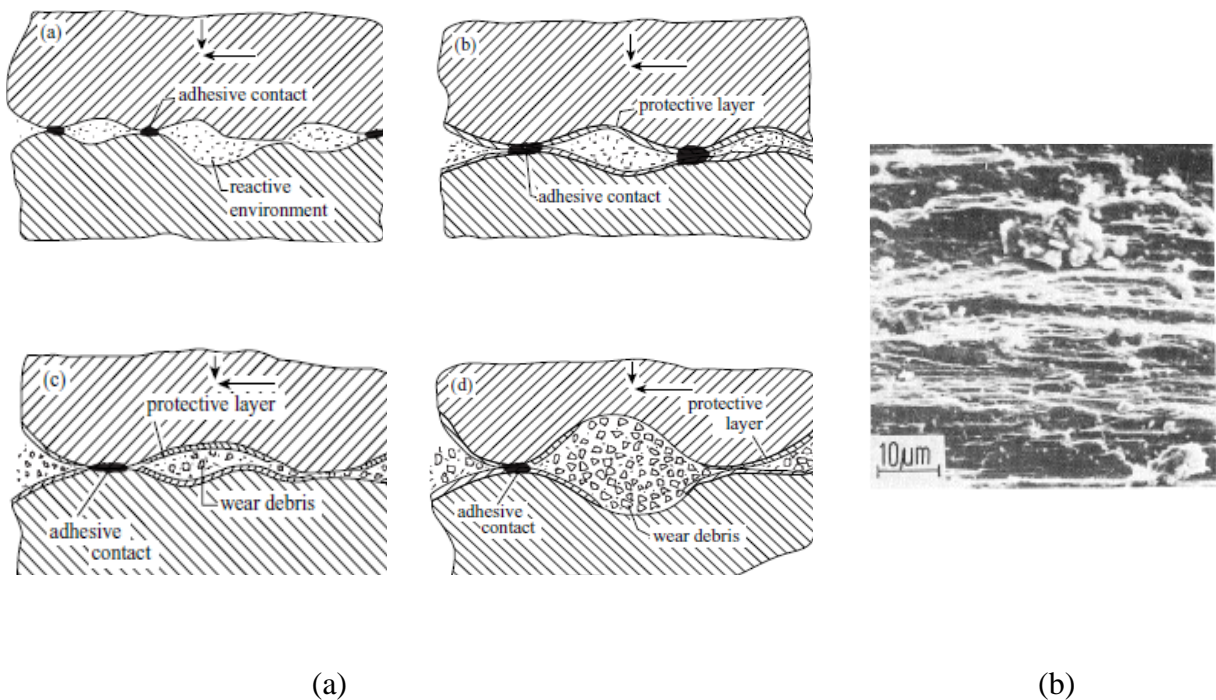


Figure 3. 8: Représentation de : (a) mécanisme d'usure par corrosion [106] et (b) l'état de surface après cette usure [109].

Par ailleurs, il existe d'autres formes d'usure telles que l'usure par érosion, l'usure par décohésion et l'usure due au fretting. Cette dernière est généralement rencontrée lorsque des micro-glissements entraînent un enlèvement de matière au niveau des surfaces en contact.

2.2. Lois d'usure

L'usure est un phénomène qui n'a pas d'unité légale et ne représente pas une grandeur physique mesurable. Ce phénomène a été défini comme un dommage causé à une surface. La forme la plus courante de ce dommage est la perte ou le déplacement de matière. Le volume de matière enlevé ou déplacé peut être utilisé généralement pour quantifier l'usure. Dans de nombreuses études, notamment sur les matériaux, la mesure de la perte de masse est souvent la méthode la plus utilisée pour mesurer l'usure au lieu du volume. Cela n'est dû au fait qu'à la facilité à effectuer une mesure de perte de masse. [111, 112]. Une étude, datant du XVIIème siècle, sur l'usure des pièces de monnaies écossaises établit une équivalence directe entre perte de masse et perte de fonction [113].

Au milieu des années 1950, ARCHARD (1918-1989) proposa une loi d'usure, portant son nom. Plusieurs formes de la loi d'Achard peuvent être évoquées. La première, originale, issue de l'expérimentation, indique que le volume de matière usée ou perdue par usure V_u est proportionnel au produit de la distance de glissement parcourue L et de la force normale F_n appliquée au contact [114].

$$V_u = K \cdot F_n \cdot L \dots \dots \dots (3.2)$$

Où :

K : coefficient d'usure dépendant principalement de la nature des matériaux en contact et des conditions de lubrification.

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

$$V_u = k \cdot F_n \cdot L \cdot \sigma_y \dots \dots \dots (3.3)$$

Où:

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

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

$$dh/dt=C.P.v..... \quad (3.4)$$

Où:

C : coefficient de calage.

La loi d'Archard représente une loi plus générale et essentiellement théorique qui s'applique difficilement à la réalité des contacts dans leur diversité, vu la non linéarité de la fonction du volume. Cette loi sera par la suite adaptée de plusieurs manières par différents expérimentateurs qui ont établi plusieurs autres expressions.

3. La lubrification

La lubrification a pour objectif principal de minimiser les résistances passives et les frottements qui se manifestent dans les surfaces qui sont en mouvement relatif, de façon à limiter les pertes d'énergie et les élévations de température en service. A ce rôle essentiel, s'ajoutent ceux d'évacuer la chaleur produite dans le contact et de réduire l'usure en limitant l'action des différents mécanismes d'usure décrits précédemment. Pour atteindre ces objectifs, on sépare les surfaces en mouvement par un matériau intermédiaire dont la propriété principale est d'avoir une résistance au cisaillement faible, c'est-à-dire que l'on substitue au frottement direct entre les corps solides, le frottement interne dans ce corps intermédiaire : le *lubrifiant*. Ce dernier peut être liquide, solide, pâteux ou gazeux. Il doit posséder une excellente stabilité thermique et une très faible tension de vaporisation [115, 103].

Plusieurs mécanismes de lubrification sont exploités lors du service pour réduire les forces de frottement. Les plus importants sont :

3.1. La lubrification hydrodynamique

Dans ce cas, un film continu de lubrifiant peut être maintenu entre les deux surfaces, le coefficient de frottement est fortement réduit et l'usure est presque éliminée. Elle est efficace lorsqu'il y a une grande vitesse relative entre les deux surfaces.

3.2. La lubrification limite

La lubrification limite repose sur l'application d'un film mince de lubrifiant, d'uniquement quelques molécules d'épaisseur. Le lubrifiant est appliqué de sorte que les deux surfaces ne sont en contact qu'au niveau des aspérités. Les lubrifiants de ce type sont plus efficaces à basses températures.

3.3. La lubrification à film mixte

La lubrification à film mixte est la combinaison entre les lubrifications hydrodynamique et limite. Elle est utile pour réduire les frottements entre les surfaces irrégulières.

3.4. La lubrification par film solide

Cette méthode repose sur l'utilisation des solides à faible résistance au cisaillement pour séparer les surfaces en contact. Contrairement aux lubrifiants hydrodynamique et limite, les films solides sont efficaces lorsque la vitesse relative entre les surfaces en mouvement est faible et à des températures élevées. Les lubrifiants solides sont, particulièrement utiles, pour la lubrification lors du forgeage et de l'extrusion à chaud [116].

III. Comportement tribologique des aciers

En général, la perte de masse ou la masse usée, qui est une fonction de temps ou de distance de glissement, est influencée par les différentes conditions expérimentales de fonctionnement (la vitesse de glissement, la charge appliquée, la température et l'environnement) et les paramètres liés aux matériaux qui sont essentiellement l'état de surface, la dureté, la ténacité, la microstructure et la géométrie.

Dans ce qui suit, on décrira les principaux paramètres qui influencent la perte de masse et contrôlent le comportement tribologique des aciers.

1. Effet de la dureté et de la microstructure

Il est à noter que la résistance à l'usure des aciers est proportionnelle à leur dureté. Pour chaque type d'aciers trempés, la relation résistance à l'usure-dureté, est linéaire mais possède une pente plus faible que celle des métaux recuit. La Figure 3.9 montre clairement la relation entre la dureté et la résistance à l'usure [113].

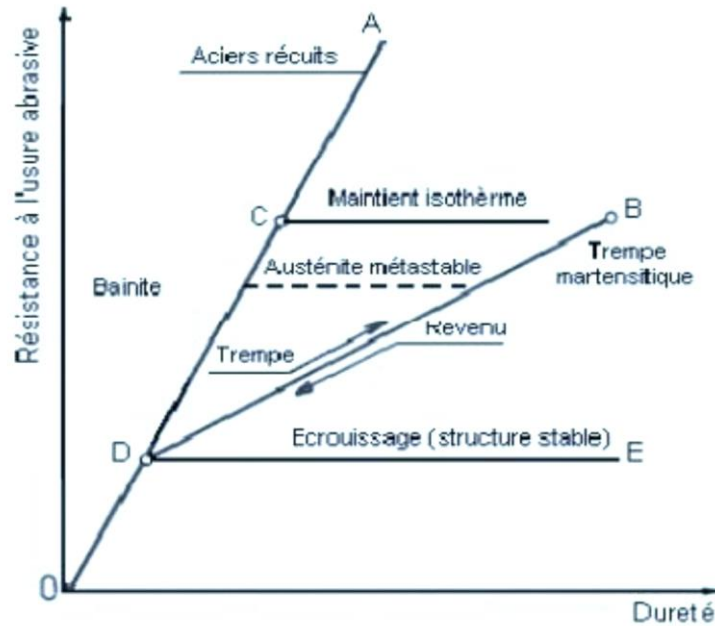


Figure 3. 9: Résistance à l'usure abrasive en fonction de la dureté [113]

La résistance à l'abrasion des aciers au carbone et des aciers faiblement alliés augmente avec la teneur en carbone et indépendamment de celle des autres éléments d'alliage. La résistance à l'usure croît proportionnellement avec la teneur en cémentite pour un acier contenant seulement la ferrite et la cémentite. La structure de l'acier est aussi importante ; une structure perlitique lamellaire a une résistance à l'usure supérieure à celle d'une structure sphéroïdale.

Dans les aciers hypoeutectoïdes, la résistance à l'usure augmente, avec la quantité de perlite, c'est-à-dire en carbone et aussi lorsque la distance inter lamellaire moyenne de la perlite diminue. En ce qui concerne les aciers hypereutectoïdes, la résistance à l'usure continue son augmentation jusqu'à ce que le réseau de cémentite proeutectoïde inter

granulaire ne devienne pas continu et fragile [113]. L'effet des traitements thermiques sur le comportement des aciers au carbone est représenté sur la Fig.3.9 précédente, où il apparaît que la trempe augmente la résistance à l'usure alors que le revenu la diminue. Les traitements thermiques isothermes, tels que la trempe martensitique et la trempe bainitique améliorent la ténacité des aciers. Le durcissement par écrouissage préalable des aciers ne conduit à aucune amélioration de leur résistance à l'usure bien que des travaux aient montré que l'écrouissage d'une surface métallique par des grains abrasifs améliorant sa résistance à l'usure. Pour les aciers faiblement alliés, la résistance à l'abrasion s'améliore pour les éléments donnant lieu à des carbures dispersés dans la ferrite. L'addition d'une faible teneur en manganèse améliore la résistance à l'usure d'une structure perlitique mais abaisse celle d'une structure martensitique.

2. Effet de la vitesse de glissement

De nombreuses études [116- 120] qui ont été faites sur le comportement tribologique des aciers à différentes vitesses de glissement, montrent que le mode d'usure dominant pour les aciers à outils est adhésif. Le taux d'usure des aciers à outils est très sensible à l'augmentation de la vitesse de glissement dans des conditions où la vitesse est lente, mais relativement sensible à la vitesse de glissement dans le cas où la vitesse est plus élevée. La Figure 3.10 montre, clairement, l'influence de la vitesse de glissement sur le coefficient de frottement et la surface usée des deux premiers corps du système tribologique après des essais qui ont été fait sur un couple d'acier / acier à outil [116].

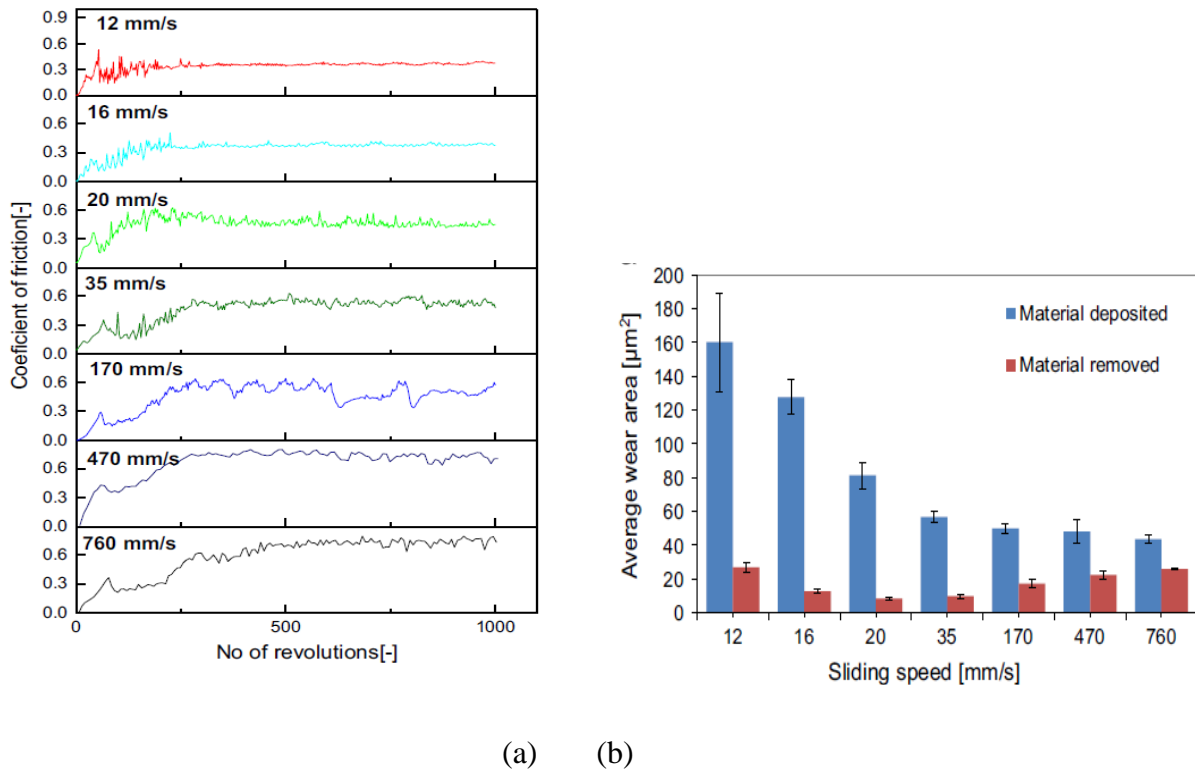


Figure 3. 10: Effet de la vitesse de glissement sur : (a) le coefficient de frottement et (b) la surface usée des deux 1^{er} corps [116].

3. Effet de la température

Dans le domaine du formage des outils de coupes et matrices, l'usure des aciers à outils continue d'être une grande préoccupation pour l'industrie en raison de l'augmentation des coûts de maintenance des matrices et du taux de rebuts. Les aciers à outils, et notamment l'acier T15, sont utilisés dans l'industrie pour leur résistance à l'usure qui présente un niveau élevé. Ces aciers sont soumis à de fortes contraintes tribologiques en raison de la pression de contact élevée lors du glissement. Il en résulte une forte génération de chaleur de friction. Cette chaleur est répartie entre les deux solides ce qui augmente leur température. L'augmentation de la température locale, à l'interface, influe sur les matériaux du couple tribologique et leurs propriétés y compris le taux d'usure, le coefficient d'usure et la durée de vie.

L'effet de la température sur l'usure des aciers à outils et les mécanismes d'usure dominants a été étudié dans plusieurs travaux [121-125]. Il a été montré que l'augmentation

de la température à l'interface des contacts glissants a entraîné une diminution du coefficient de frottement et une augmentation du taux d'usure. Cette diminution en coefficient de frottement est probablement due à la formation de composés intermétalliques et/ou des oxydes à l'interface [126]. La surface de la matière enlevée augmente avec l'augmentation de la température comme le montre la Figure 3.11.

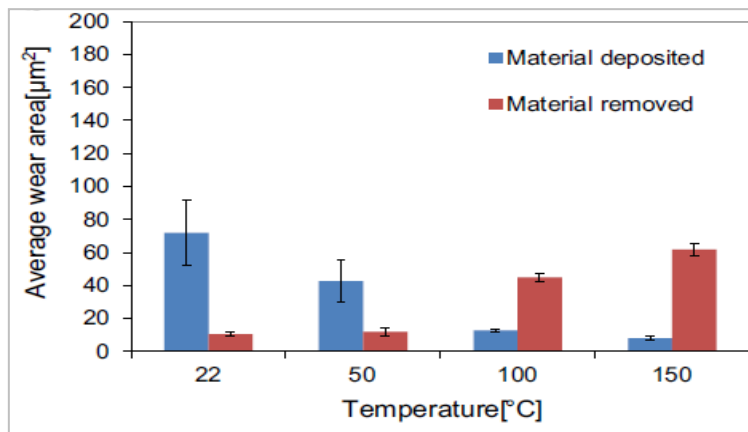


Figure 3. 11: Effet de la température sur la surface de la matière enlevée [116].

4. Effet de la charge appliquée

La Figure 3.12 montre l'influence de la charge appliquée sur le taux d'usure des aciers. Le taux d'usure augmente avec l'augmentation de la charge appliquée. Une charge appliquée élevée peut entraîner un détachement d'une quantité importante de matière des premiers corps, ce qui fait l'augmentation du taux d'usure [127 - 130].

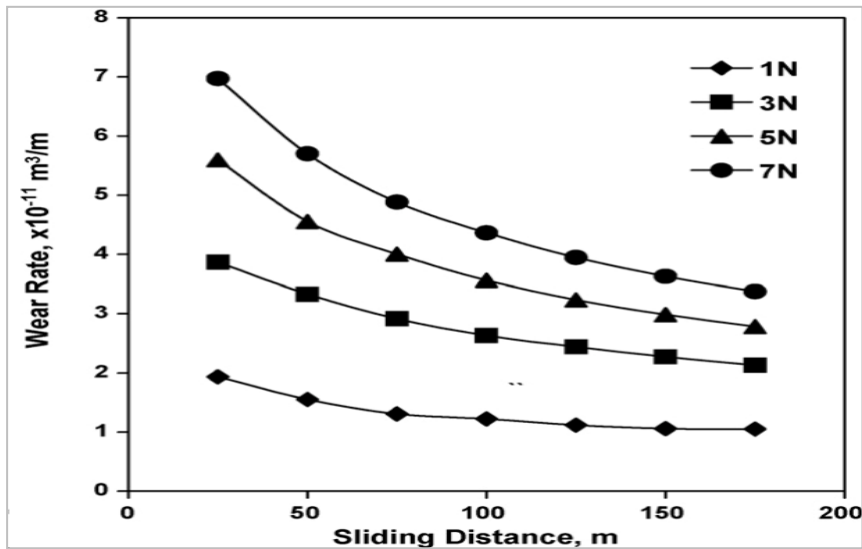


Figure 3. 12: Effet de la charge appliquée sur le taux d'usure d'un acier à outil de type T1 [128].

5. Effet de l'humidité

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

L'influence du taux d'humidité sur le comportement tribologique des matériaux métalliques dépend des conditions de l'utilisation (pression de contact, vitesse de glissement et température) et de la composition chimique des matériaux [130, 131].

Conclusion

Dans ce chapitre, les différents paramètres qui déterminent le comportement tribologique des aciers à outils, ont été discutés. On peut conclure que la durée de vie des outils de coupes utilisés lors des travaux à grandes vitesses dépendent fortement, d'une part, des conditions de travail et d'autre part, des propriétés des outils de coupes. Ces propriétés sont liées, principalement, aux états microstructuraux qui déterminent les propriétés

mécaniques des outils de coupes. Ce qui fait, qu'on cherche toujours des matériaux avec microstructures, optimales, à grains fins et porosité presque nulle. Dans ce qui suit, on entamera la procédure expérimentale suivie pour obtenir des aciers à outils de type T15 par le procédé CAP.

Chapitre 4 :

Matériaux et techniques

de caractérisation

Introduction

Ce projet a pour but l'étude de la cinétique de densification d'une poudre d'acier à outil de type T15 dopée par un dispersoïde de type Y_2O_3 . La densification est réalisée à travers la technique de consolidation par pression atmosphérique (CAP) qui est une forme de densification par pression isostatique à chaud mais à une basse pression de 0,1 MPa qui est la pression atmosphérique. Le projet comporte plusieurs étapes ; débutant par la désoxydation et la caractérisation de la poudre d'acier à outil T15 utilisée et se poursuivant par l'étude de la cinétique de frittage de cette poudre lors de la consolidation par pression atmosphérique ainsi que les propriétés mécaniques qui en résultent. Il est aussi question de l'étude du phénomène de la pénétration du verre observé lors de la consolidation, l'étude du comportement de la poudre de cet acier en présence d'un dopant (Y_2O_3) et se terminant par l'évolution des propriétés mécaniques des échantillons frittés. A chacune de ces étapes, des essais ont été réalisés, ainsi que l'évaluation des propriétés appropriées.

Pour aboutir aux buts souhaités, un protocole expérimental doit être adopté. Dans ce chapitre, nous présenterons le procédé CAP utilisé pour la consolidation de la poudre ainsi que les techniques expérimentales employées à savoir la technique de décapage de la poudre étudiée, l'encapsulation de cette poudre, la méthode de dopage par imprégnation chimique ainsi que les techniques de caractérisations utilisées tout au long de ce travail. Nous exposerons en détail les différentes techniques citées au-dessus.

I. Matériaux utilisés

Au cours de cette étude, nous avons utilisé 3 différentes poudres ; une poudre d'acier à outil de type T15 de forme sphérique des particules, une poudre d'acier à outil de type T15 de forme irrégulière et une poudre d'oxyde d'yttrium (Y_2O_3). Dans ce qui suit, nous présenterons les différentes propriétés ainsi que les différentes techniques utilisées pour déterminer ces propriétés. Les caractéristiques les plus importantes sont : la composition chimique, la taille moyenne et la distribution en taille moyenne et la forme des particules de poudres.

1. La composition chimique

La composition chimique des poudres sphériques et irrégulières de l'acier à outil de type T15, utilisées dans cette étude, a été déterminées par spectrométrie de masse.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau.4.1. On remarque cet acier possède une grande teneur en W, V, Cr et Co ce qui confirme la nuance T15 du matériau selon la norme ASTM. Les éléments chimiques responsables de la formation des carbures dans cet acier sont : W, V, Cr et C.

Tableau.4. 1: La composition chimique de la poudre utilisée dans ce travail.

Eléments.[%m]	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	W	V	Co
Poudre atomisée à gaz	1.23	0.28	0.37	5.00	0.23	0.68	13.7	5.66	5.03
Poudre atomisée à eau	1.55	0.31	0.31	6.50	0.078	3.9	10.6	4.80	6.40

2. La granulométrie des poudres

La taille moyenne et la distribution en taille moyenne des particules de poudres d'acier T15 sont déterminées par la technique de *tamissage*. Une masse m de poudre a été placée au-dessus d'une série de tamis dont la taille des ouvertures décroît de haut en bas. Les tamis choisis, de haut en bas, ont des tailles d'ouvertures respectivement égales à : 200 μ m, 140 μ m, 112 μ m, 75 μ m, 56 μ m, 40 μ m et 25 μ m. Ce dernier tamis est placée sur une assiette qui sert à retenir les particules très fines inférieures à 25 μ m. L'ensemble (poudre et tamis) est ensuite placé sur une tamiseuse à vibration sonore qui est ensuite mise en marche pendant 30 min. Pendant que le temps s'écoule, la masse de la poudre se sépare en plusieurs fractions appelées *refus*. A la fin du temps préalablement réglé, la tamiseuse s'arrête automatiquement après quoi on procède à la pesée des différents refus qui servent à tracer la courbe de distribution des tailles et à calculer la taille moyenne des particules de la poudre tamisée.

Les résultats obtenus sont présentés sur le tableau.4.2. Le diamètre moyen des particules est calculé en utilisant l'équation 4.1 ci-dessous. Les courbes de distribution en taille moyenne des particules sont présentées sur les figures 4.1 et 4.2 pour les poudres de forme sphérique et irrégulière respectivement.

$$D_m = O_1 X_1 + \frac{1}{2} (O_1 + O_2) \cdot X_2 + \frac{1}{2} (O_2 + O_3) \cdot X_3 + \dots + \frac{1}{2} (O_n + O_{n+1}) \cdot X_{n+1} \dots \dots \dots (4.1)$$

Où :

- D_m : Le diamètre moyen de la poudre ;
- O_1, O_2, \dots, O_n : les ouvertures des tamis ;
- X_1, X_2, \dots, X_n : fractions massiques des refus retenus par les tamis.

Tableau.4. 2: Résultats de tamisage des poudres d'acier à outil T15.

Poudre à particules sphériques			Poudre à particules irrégulières		
Ouverture de tamis (µm)	Masse de refus (g)	Fraction massique (%)	Ouverture de tamis (µm)	Masse de refus (g)	Fraction massique (%)
200	14.15	7.075	140	1.04	1.16
140	26.72	13.36	112	5.03	5.95
112	17.89	8.945	75	23.62	26.25
75	46.02	23.01	56	29.24	32.48
56	46.52	23.26	40	22.54	25.05
40	28.93	14.465	25	6.65	7.38
Assiette	16.37	8.185	Assiette	0.01	0.13
Masse = 200g			Masse = 90g		

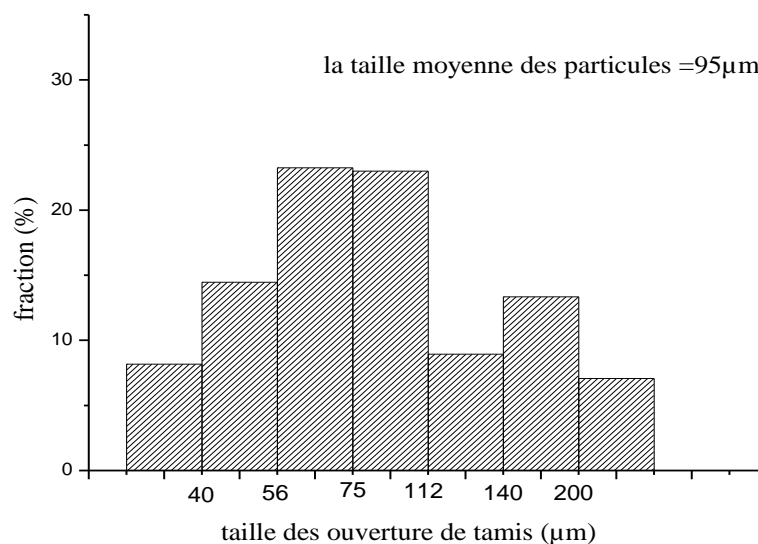


Figure 4. 1: La distribution en taille moyenne des particules de la poudre sphérique.

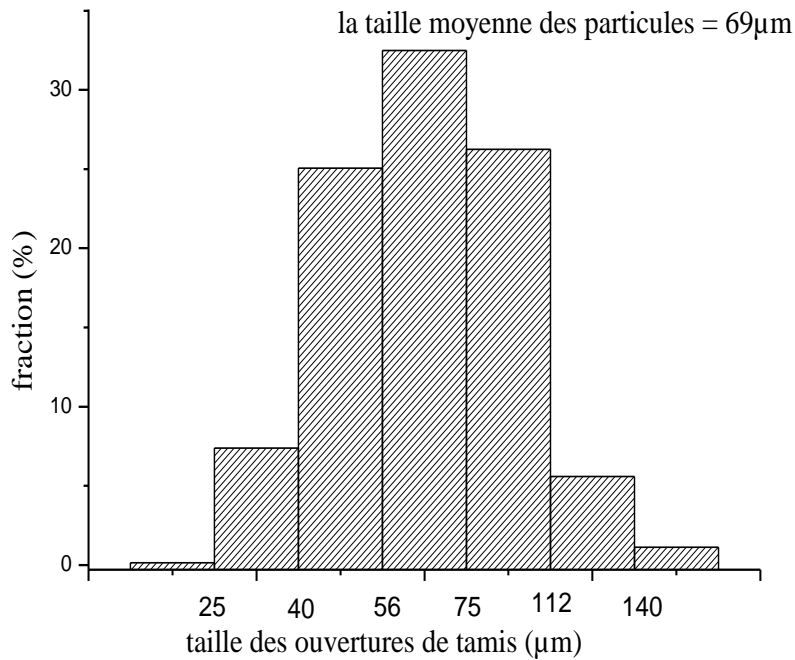


Figure 4. 2: la distribution en taille moyenne des particules de la poudre irrégulière.

Cette technique de tamisage, est encore utilisée pour la séparation granulométrique des particules de la poudre sphérique pour étudier l'effet de la taille moyenne des particules sur la cinétique de frittage ainsi que sur la pénétration du verre. Pour ce faire, une masse de poudre a été placée sur la même série de tamis utilisée précédemment. Cette dernière est mise en vibration pendant environ une demi-heure. Nous avons choisis les trois fractions retenues par les tamis dont les tailles des ouvertures sont respectivement 140µm, 75µm et 25µm. Les particules de chaque lot ont été enrobées à froid pour permettre l'observation optique. La figure 4.3 montre la distribution des particules de chaque fraction. La taille moyenne de particules de chaque fraction a été déterminée quantitativement, les résultats obtenus sont :

- la taille des particules de la 1^{ère} fraction est 43µm ;
- la taille des particules de la 2^{ème} fraction est 87µm ;
- la taille des particules de la 3^{ème} fraction est 152µm.

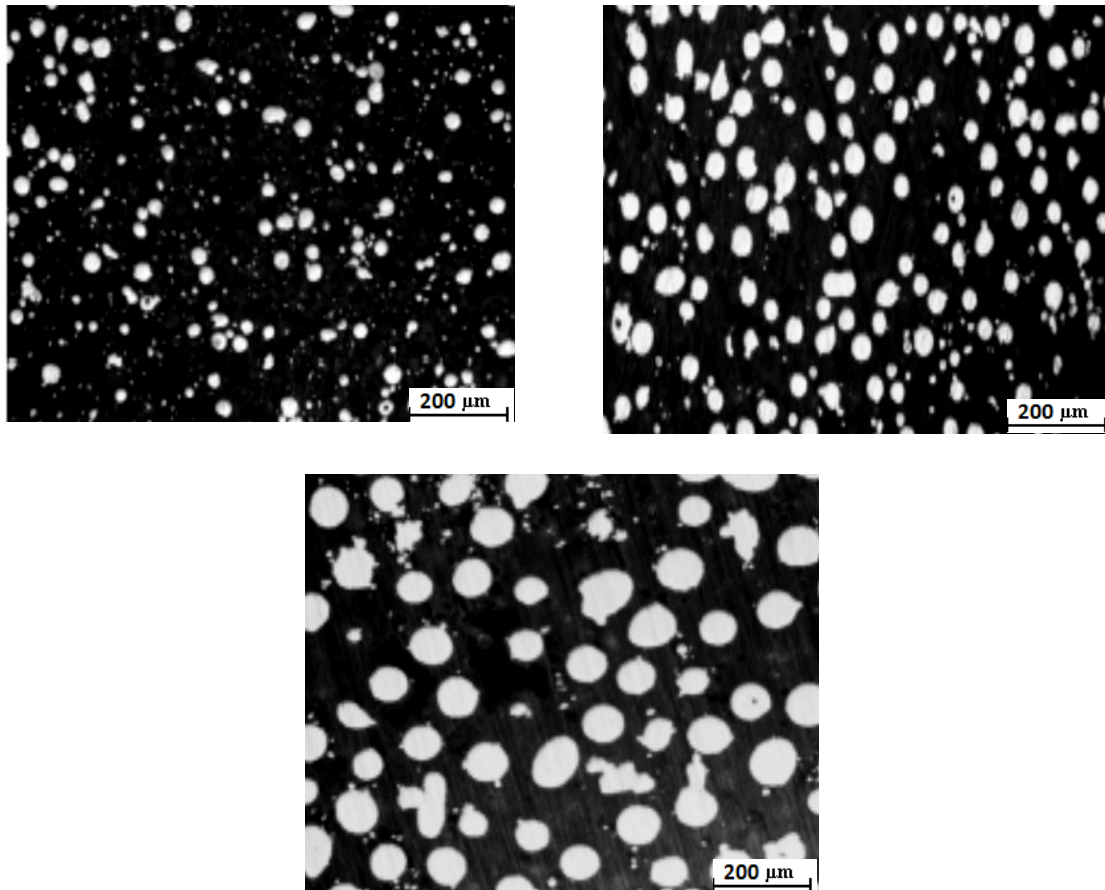


Figure 4. 3: La distribution des particules de taille moyenne : (a) comprise entre 25 et 75 μm , (b) entre 75 et 140 μm et (c) supérieure à 140 μm .

3. La morphologie des particules de poudres utilisées

La forme des particules de poudres utilisées, l'acier à outil T15 et l' Y_2O_3 , a été déterminée par microscopie électronique à balayage. Les particules de la poudre obtenue par atomisation à gaz se présentent sous forme sphérique. Alors que la poudre obtenue par atomisation à l'eau a des particules de forme irrégulière. La figure 4.4 présente les morphologies des particules de ces poudres.

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

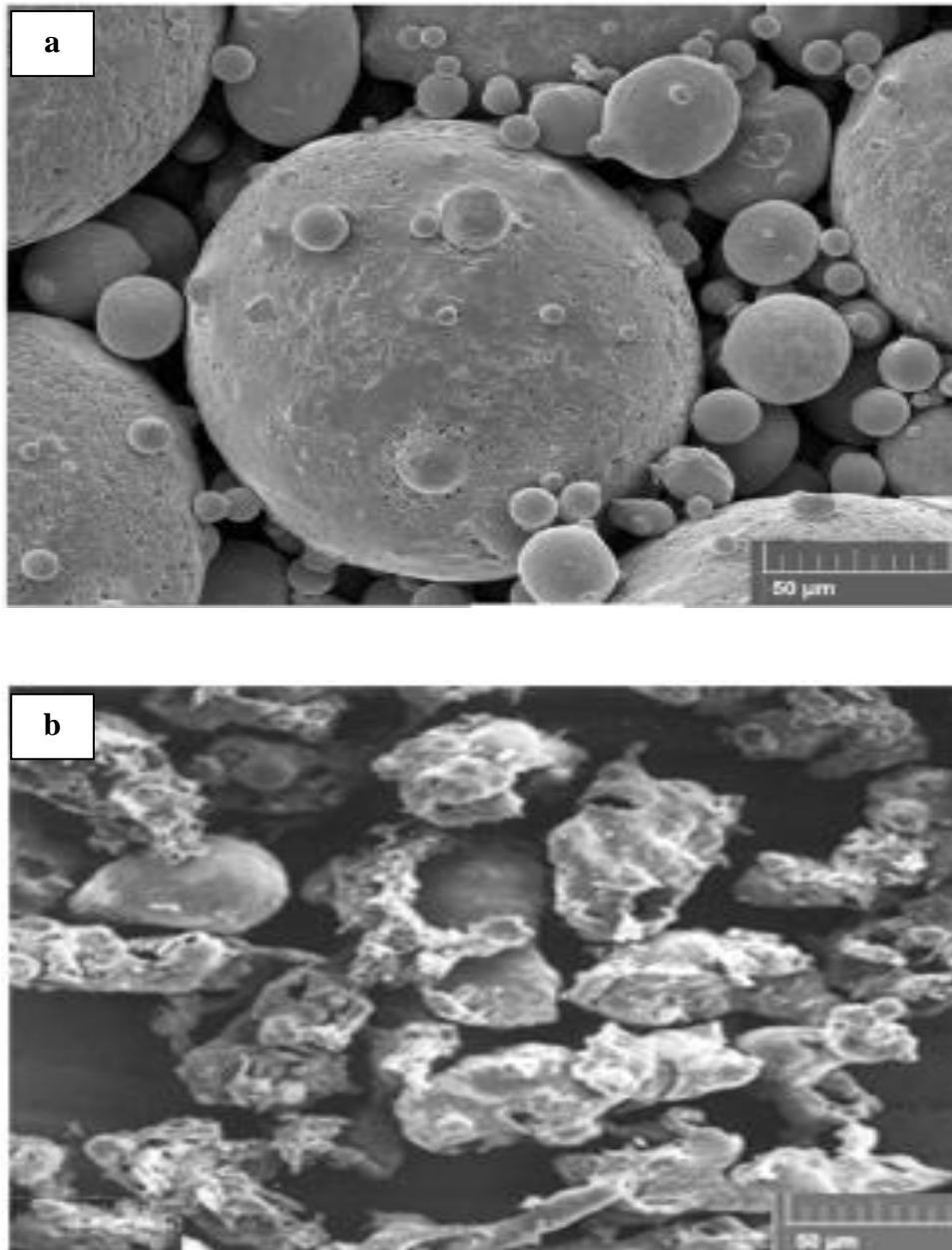


Figure 4. 4: Micrographies par MEB des particules de la poudre de l'acier T15 : (a) atomisée à gaz et (b) atomisée à l'eau.

La poudre d' Y_2O_3 utilisée pour le dopage est une poudre blanche très fine. La forme de cette poudre est irrégulière qui a une forte tendance à former des agglomérats, comme le montre la figure 4.5.

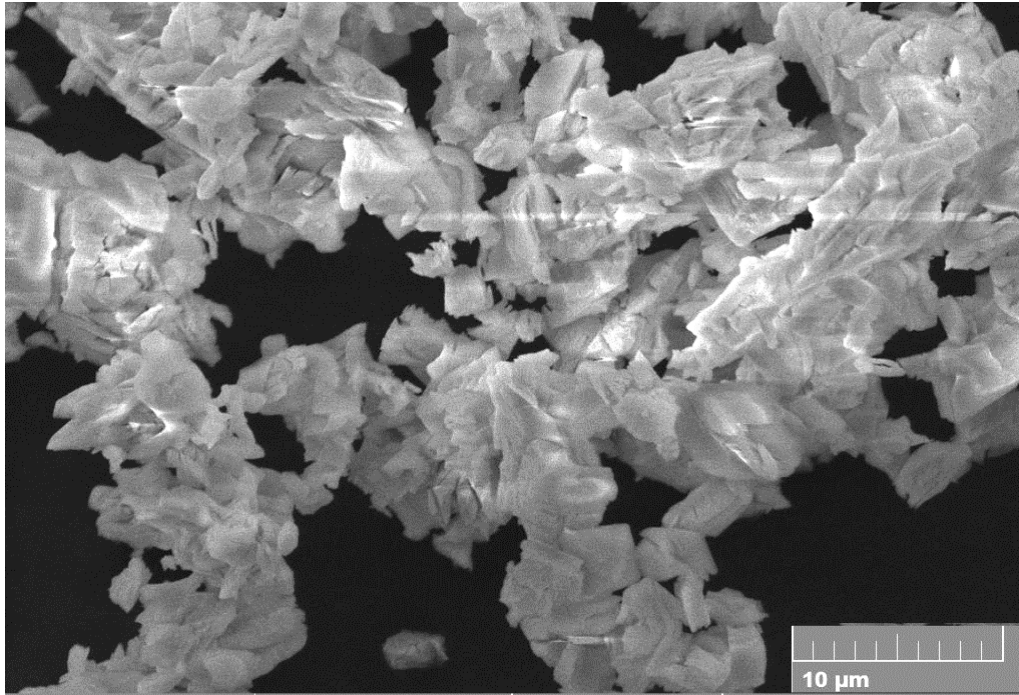


Figure 4. 5: micrographie obtenue par MEB de la poudre d'Y₂O₃.

II. Procédure expérimentale

La consolidation par pression atmosphérique des poudres d'acier à outil de type T15 se fait en plusieurs étapes. D'abord, un décapage des poudres d'acier a été fait, pour se débarrasser du film d'oxyde qui se trouve en surface des particules et qui forme un obstacle devant le transport de matière entre les particules ce qui retarde la densification. Puis, les capsules en verre de Pyrex remplies de poudres ont été réalisées après une succession d'étapes qui seront détaillées par la suite. Ensuite, le frittage des échantillons encapsulés obtenus est entamé. Enfin, les échantillons obtenus après frittage ont été préparés pour la caractérisation métallographique et mécanique.

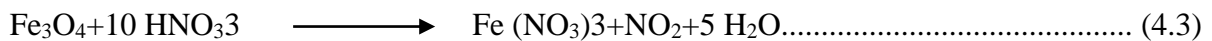
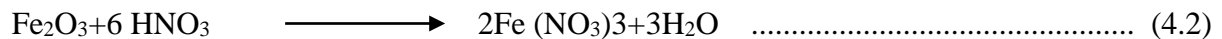
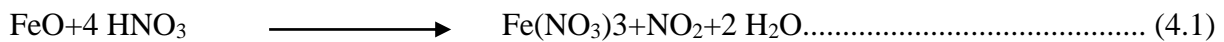
1. La désoxydation de la poudre

La poudre d'acier étudiée se trouve dans un état légèrement oxydé. Cette oxydation est survenue soit durant l'étape d'élaboration de la poudre, ou après, suite à son exposition

prolongée à l'ambiante. Pour se débarrasser de cette couche d'oxyde, il existe plusieurs méthodes dont : le décapage chimique en solution décapante, ou par réduction à l'hydrogène.

Dans cette étude, nous avons pensé à désoxyder la poudre d'acier utilisée par la méthode de décapage chimique qui est une opération de désoxydation par une solution chimique qui permet l'élimination du film d'oxyde qui se trouve sur la surface des particules. L'opération de décapage représente une condition nécessaire pour avoir de bons résultats lors du frittage, parce que cette couche d'oxyde représente une barrière qui empêche la diffusion inter-particules ; ce qui diminue la vitesse de la fermeture des pores. Elle consiste à mettre un mélange (poudre + Nital) dans un récipient et agiter pendant 20min puis rincer avec l'éthanol et sécher à une température de l'ordre de 50°C.

Les réactions possibles de désoxydation sont les suivantes :



Les Figure 4.6 et 4.7 montrent l'état de surface des particules de la poudre d'acier à outil T15 avant et après décapage ainsi que les résultats donnés par l'EDS des surfaces de particules de poudre respectivement. D'après les figures, on remarque que la surface des particules de poudre avant le décapage possède un aspect rugueux alors qu'après le décapage la surface est plutôt d'aspect lisse. Les résultats obtenus de l'EDS confirment notre hypothèse et montrent qu'avant le décapage, un certain taux d'oxygène est présent dans la composition ce qui permet la formation des films d'oxydes de fer autour des particules de poudre.

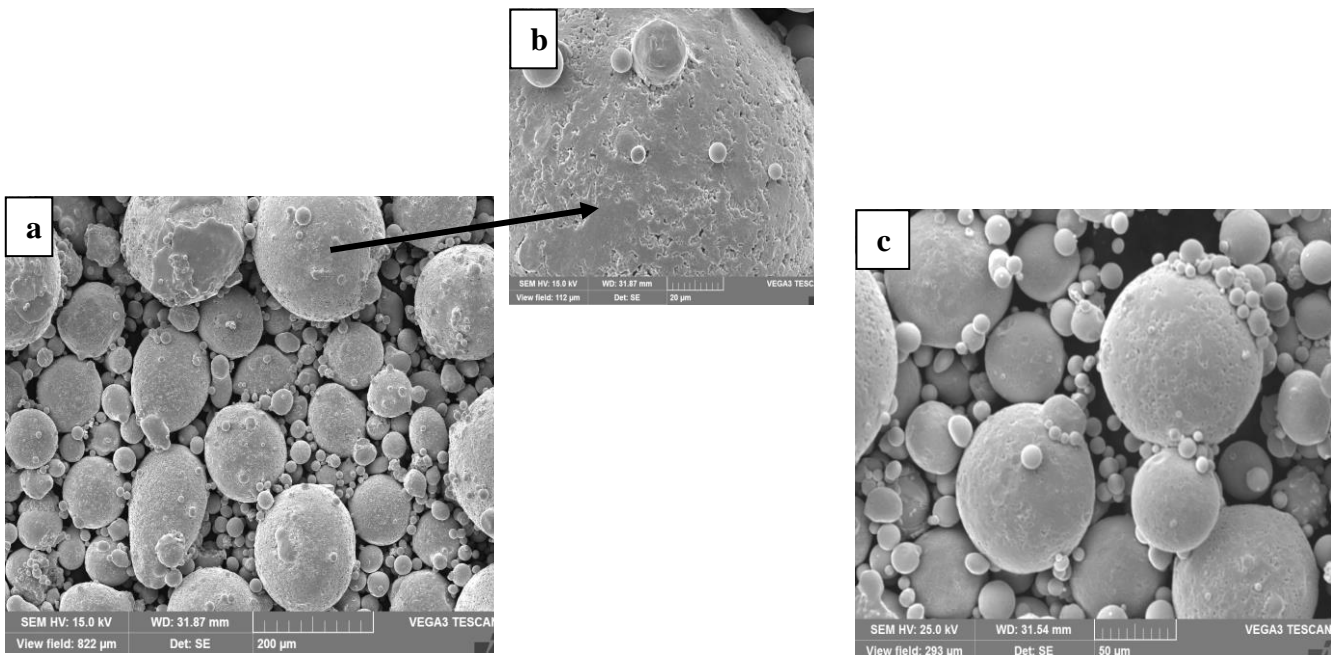


Figure 4. 6: Micrographies de la poudre d'acier à outil T15 : (a), (b) avant le décapage et (c) après le décapage.

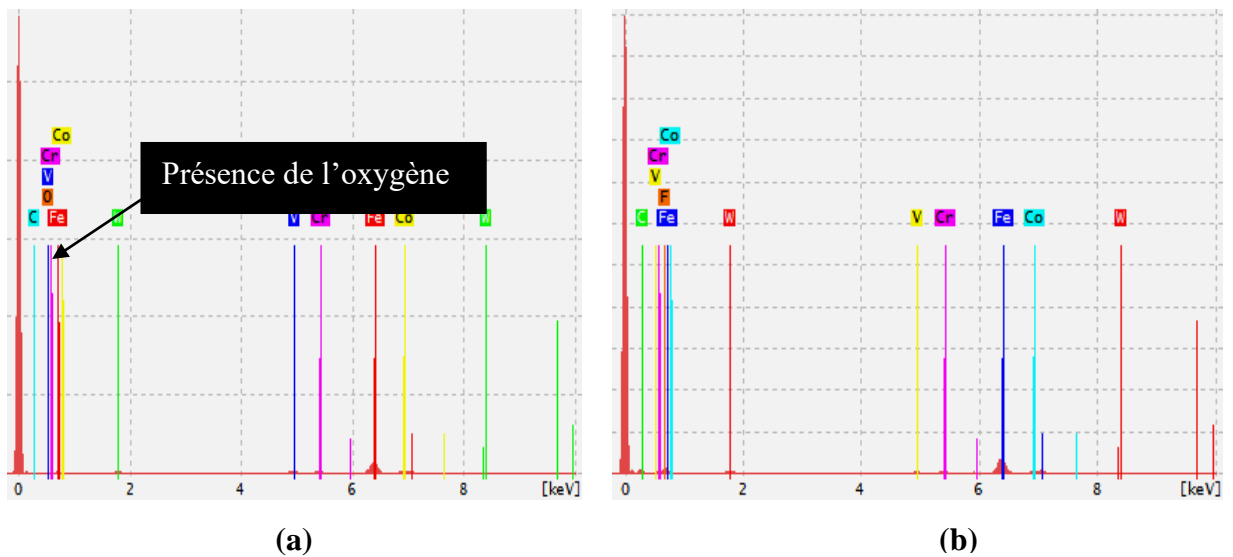


Figure 4. 7: Analyse de la surface des particules de poudre, (a) avant le décapage et (b) après le décapage, par l'EDS.

2. Présentation du procédé CAP

Les échantillons ont été préparés par la méthode 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 la poudre d'acier T15 par le procédé CAP.

2.1. Le choix du verre et la préparation des bouteilles en verre

Deux types de verres ont été fournis par l'entreprise nationale ENAVA [132]. Le verre le plus approprié pour notre étude est le verre qui à une température de ramollissement la moins élevée possible, ce qui permet sa fusion et la transmission de la pression atmosphérique à la poudre lors du frittage à haute température. Ce type de verre est connu commercialement sous le nom : DURAN. Sa composition chimique a été déterminée par l'EDS. La figure 4.8 représente les résultats de l'analyse par EDS et montre que ce type de verre est un borosilicaté (c.à.d riche en bore) et qui se ramollit à une température d'environ 827 °C.

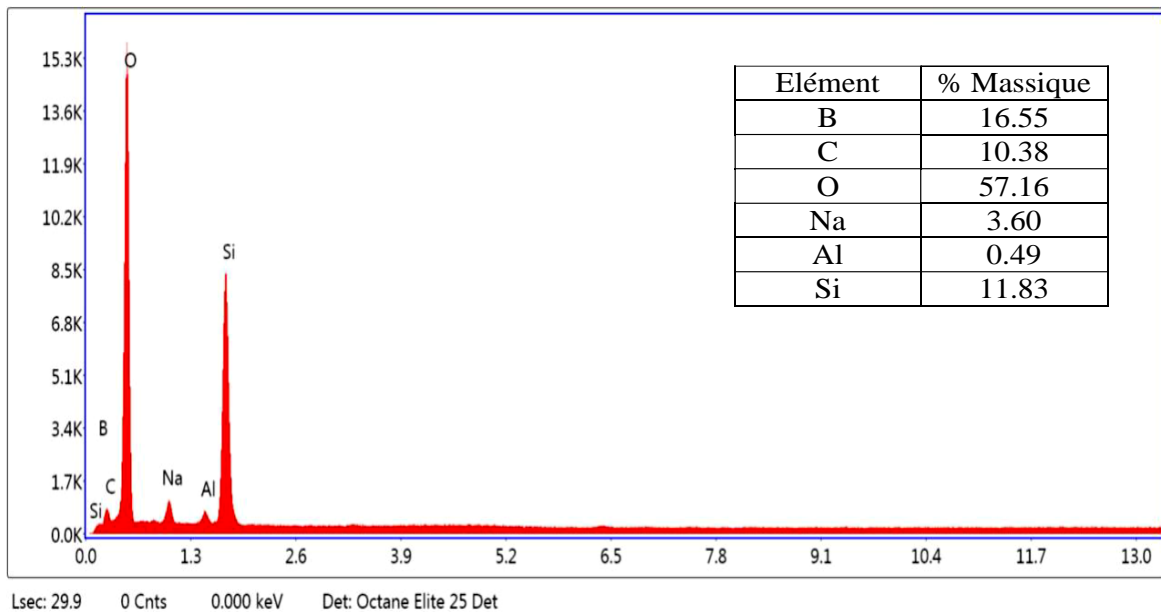


Figure 4. 8: La composition chimique du verre obtenue par EDS.

La température de ramollissement de ce verre est de l'ordre de 827°C. Cette dernière a été déterminée, en faisant placer un tube en verre DURAN dans une brique réfractaire et en suivant ses changements de forme avec l'augmentation de la température. On remarque qu'à partir de 827°C le verre commence à se déformer (Figure 4.9). On peut donc conclure qu'à la température de frittage, le verre sera très fluide et les parois des bouteilles seront suffisamment ramollies ce qui assure la transmission de la pression atmosphérique à la poudre.



Figure 4. 9: Le ramollissement du verre à 827°C.

Les capsules utilisées durant le protocole expérimental ont la forme de petites bouteilles qui se terminent par une longue tige tubulaire comme le montre les figure 4.10 et 4.11. L'extrémité tubulaire proche de la capsule, est coudée à un angle de 90° afin de faciliter son remplissage en poudre et son montage adéquat sur l'installation de pompage et d'évacuation. Ces bouteilles ont été fabriquées par l'ENAVA [132].



Figure 4. 10: photo réelle de la bouteille utilisée pour l'encapsulation

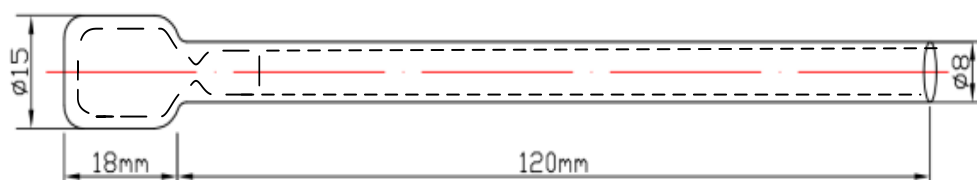


Figure 4. 11: schéma de la bouteille utilisée pour l'encapsulation.

2.2. Les étapes de préparation des capsules

La procédure expérimentale de préparation des capsules commence par l'encapsulation de la poudre dans de petites bouteilles. Les étapes de l'encapsulation sont illustrées dans les figures 4.12 ; 4.13 ; 4.14 ; 4.15 et 4.16. Une fois la poudre introduite dans la bouteille, le long tube est coudé puis fixé au dispositif d'évacuation pour faire le vide. Le dispositif d'évacuation spécialement fabriqué pour cette étude possède un module cubique à quatre possibilités de branchement : un branchement pour la pompe à vide ; un branchement pour la bouteille d'azote ; un branchement pour le manomètre d'indication de la pression et un dernier branchement pour la capsule porte échantillon.

Une fois remplies en poudre, les bouteilles en verre sont ensuite évacuées par pompage continu à l'aide d'une pompe à vide, tout en étant chauffées par un bec benzène, à environ 100°C pour évaporer l'humidité adsorbée par les particules de poudres. Durant l'opération d'évacuation de l'air, de l'azote gazeux est périodiquement injecté dans la poudre puis évacué (l'opération est répétée environ 5 fois), afin d'éliminer les dernières molécules d'oxygène restantes dans la poudre. A l'issue de la cinquième opération d'injection d'azote et une fois la capsule refroidie et un bon niveau de vide atteint, celle-ci est alors scellée sous vide au niveau du cou, en chauffant intensivement à l'aide d'une flamme bleue de chalumeaux. Sous l'effet combiné du vide et de la chaleur, les parois du verre s'effondrent et se soudent.

Les capsules obtenues sont ensuite placées dans un creuset en alumine puis entourées avec du sable siliceux. Le sable n'était utilisé que pour conserver la forme cylindrique de la capsule en verre, qui devient totalement fluide à la température de frittage. C'est grâce à la fusion du verre aux températures de frittage que la pression atmosphérique est transmise à l'échantillon de poudre, provoquant ainsi un frittage activé par une pression extérieure atmosphérique de 0,1 MPa. Il faut souligner ici que l'utilisation du sable siliceux (SiO_2) est motivé par sa haute température de fusion ($> 1800\text{ }^\circ\text{C}$). Ainsi, en s'alliant avec le sable solide siliceux, la bouteille de verre liquide garde sa forme cylindrique et permet de ce fait d'obtenir à la fin du frittage un échantillon fritté également de forme cylindrique. Le sable solide empêche le verre hautement fluide de s'écouler verticalement provoquant ainsi une protection parfaite de la poudre d'acier contre l'oxydation.

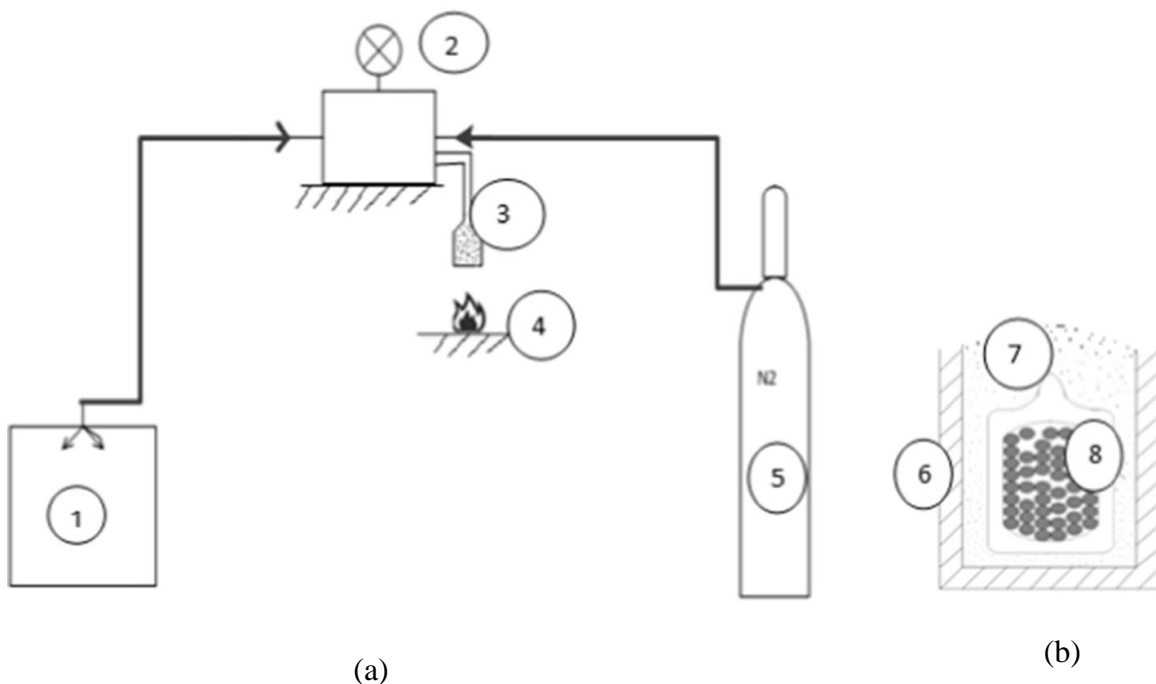


Figure 4. 12:Schéma illustratif du dispositif utilisé pour l'encapsulation.

- 1 : pompe à vide; 2 : manomètre; 3 : la bouteille en verre coudée; 4 : bec benzène;
5 : la bouteille d'azote; 6 : creuset en alumine; 7 : sable siliceux; 8 : capsule en verre

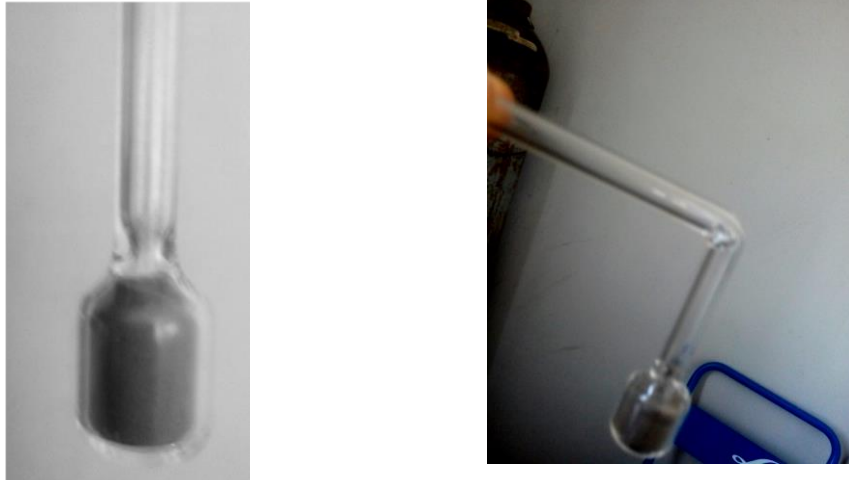


Figure 4. 13:Photo de la bouteille en verre remplie en poudre et coudée (première étape de l'encapsulation).



Figure 4. 14: photo de l'opération de dégazage (deuxième étape de l'encapsulation).

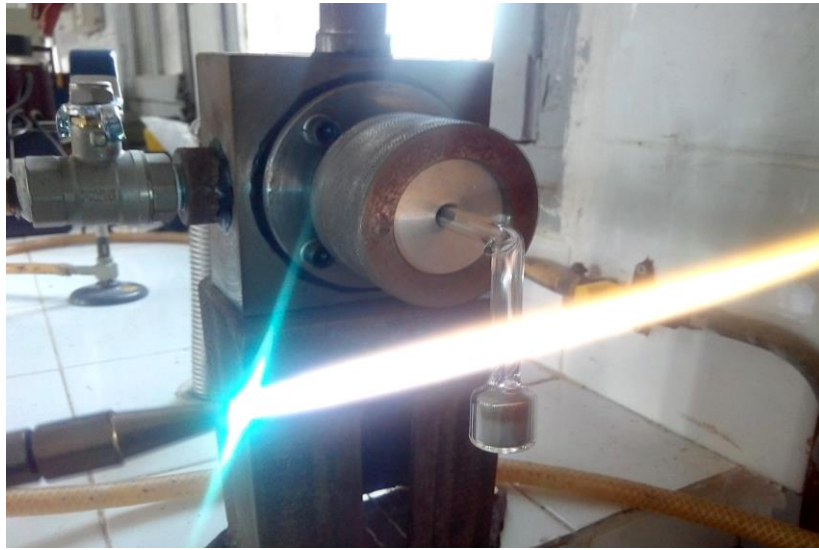


Figure 4. 15: photo de l'opération de séparation de la capsule en verre par chauffage au chalumeau (troisième étape de l'encapsulation)



Figure 4. 16: photo de la capsule obtenue puis placée dans le creuset en alumine

3. Etalonnage du four de frittage

La connaissance exacte de la température dans toutes les étapes du processus technologique est un élément fondamental à sa bonne réalisation. Elle détermine non

seulement la qualité du produit, mais permet également d'évaluer le processus énergétique. Pour la compréhension du comportement des matériaux pendant le frittage, la mesure et donc le contrôle de la température est un élément important. Dans cette étude, la température à l'intérieur du four a été mesurée dans le but de déterminer la fiabilité du four utilisé, car au cours du frittage la différence de température modifie complètement la cinétique de densification. Il existe de nombreux instruments pour déterminer ce paramètre. Il s'agit notamment de thermocouples, pyromètres optiques, caméras infrarouges...etc. La méthode la plus répandue est l'utilisation de thermocouples, vue la simplicité d'utilisation et le prix bas des thermocouples. Dans ce travail, nous avons utilisé un thermocouple de type S (Platine-Rhodium) dont la plage de température d'utilisation est de 0°C à plus de 1600°C. Ce thermocouple a été placé à l'intérieur du four puis branché à un multimètre, dans le but de déterminer la fiabilité du four utilisé lors de frittage. Le but de cette opération est de vérifier la fidélité du four. C'est-à-dire de montrer que la température réglée et affichée par le four est égale à la température mesurée par le thermocouple.

Le principe de fonctionnement du thermocouple schématisé sur la figure 4.17 repose sur l'effet Seebeck. Ce phénomène est lié à la création d'une différence de potentiel électrique à l'interface entre des métaux ou des semi-conducteurs. Dans un circuit électrique composé de deux matériaux différents, la différence de température crée des forces électromotrices V directement proportionnelles à la différence de température $T2 - T1$.

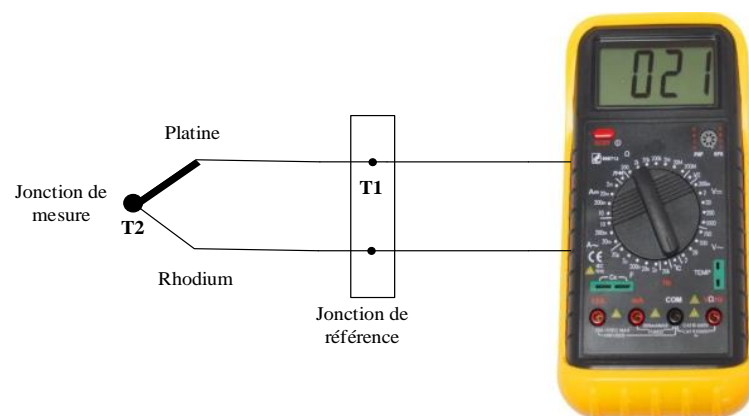


Figure 4. 17: Principe de fonctionnement du thermocouple.

A l'aide de la table de conversion température-tension de ce type de thermocouple, la température à l'intérieur du four a été déterminée. En comparant la température donnée par le

thermocouple et la température réglée du four, on peut déterminer la fiabilité du four. Après un nombre important de mesure, la courbe de la figure 4.18 a été tracée. L'allure de cette courbe est une droite qui passe par l'origine et qui a une pente égale à environ 1. Alors on peut conclure que le four utilisé lors du frittage est fiable et que la température réglée représente la température réelle à l'intérieur du four.

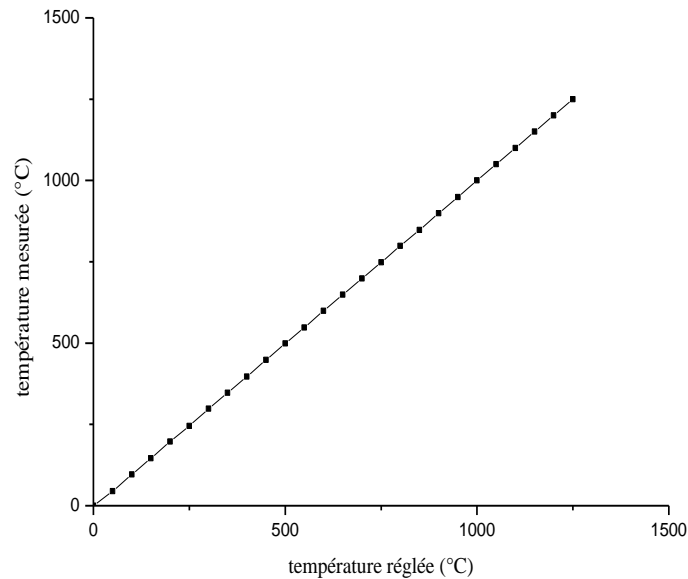


Figure 4. 18: représentation graphique de la température mesurée par le thermocouple en fonction de la température réglée.

4. Le frittage

Le frittage des capsules obtenues a été réalisé dans un four à moufle, sous atmosphère libre. L'étude de la cinétique de frittage au cours de la consolidation par le procédé CAP consiste à étudier l'influence des différentes variables de frittage sur la densification. Les variables de frittage utilisées dans ce travail sont principalement la température et le temps de frittage, le niveau de vide, la taille et la forme de particules de poudres et le dopage. Les différents paramètres de frittage au cours de cette étude sont regroupés dans le tableau 4.3 ci-dessous.

Tableau.4. 3: Les différentes conditions de frittage au cours de ce travail.

- Vide primaire	Température de frittage	Temps de frittage
	1150°C	De 0.5h à 8h
	1200°C	De 0.5h à 8h
- T= 1250°C - Vide primaire	Température de frittage	Temps de frittage
	1250°C	De 0.5h à 8h
	Taille moyenne de particules	Temps de frittage
- Vide primaire	43µm	De 0.5h à 8h
	87µm	De 0.5h à 8h
	152µm	De 0.5h à 8h
- Niveau de vide variable - T= 1250°C	Niveau de vide	Temps de frittage
	Vide primaire	De 0.5h à 8h
	Vide secondaire	De 0.5h à 24h
- T= 1250°C - Vide primaire	Forme de particules	Temps de frittage
	Forme sphérique	De 0.5h à 8h
	Forme irrégulière	De 0.5h à 8h
- T= 1250°C, t=6h - Vide primaire	% d'Y ₂ O ₃	
	De 0.01% à 0.1%	

Après le frittage, l'ensemble, creuset et échantillon, est retiré du four et laissé refroidir à la température ambiante. Pendant le refroidissement, en raison de la différence entre les coefficients de dilatation du verre et de l'acier, le verre se sépare du produit fritté en laissant une surface lisse sur le compact. Cependant, la surface extérieure de l'échantillon fritté se présente sous forme d'un composite à matrice de verre renforcé par des particules métalliques. L'épaisseur de ce composite n'excède pas quelques millimètres et varie selon les conditions de frittage. Ce phénomène de pénétration du verre sera expliqué en détail dans la partie résultats et discussion. La figure 4.19 représente un échantillon obtenu après frittage.



Figure 4. 19: photo de l'échantillon obtenu après frittage.

5. Le dopage

Lors de la consolidation de la poudre d'acier à outil de type T15, de petites quantités d' Y_2O_3 ont été ajoutées pour améliorer ou modifier la cinétique de densification au cours du frittage. Cette modification peut conduire à des matériaux présentant des microstructures très différentes et donc des propriétés mécaniques différentes aussi.

Dans cette étude, le dopant Y_2O_3 qui est une poudre blanche ultra fine, est introduit par précipitation chimique. Les étapes qui ont été suivies lors du dopage sont illustrées dans le schéma représenté sur la figure 4.20.

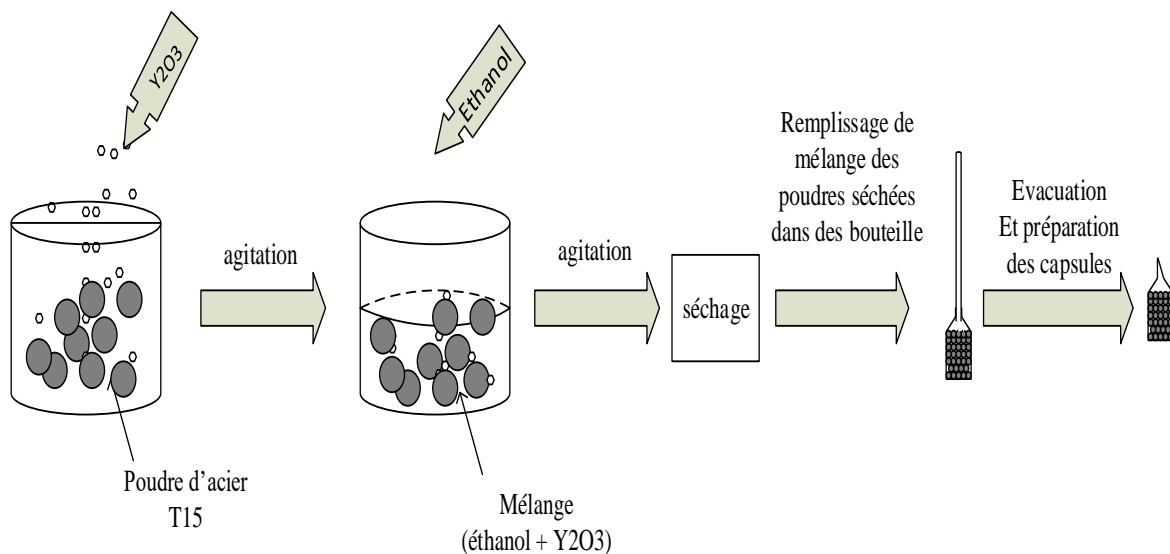


Figure 4. 20: schéma de la procédure suivie au cours de dopage.

Comme le montre la figure 4.20 la procédure de dopage a été faite en plusieurs étapes qui sont :

- La pesée d'une masse (m) de poudre d'acier T15 à laquelle une masse (m') d' Y_2O_3 est ajoutée. La masse (m') varie dans un pourcentage massique compris entre (0.01 à 0.1%), de telle sorte que la masse totale $M = m + m' = 10$ grammes. De cette façon, plusieurs échantillons de fraction volumique en Y_2O_3 différentes ont été élaborés. Ces échantillons ont été utilisés afin d'analyser l'influence du dopage sur la cinétique du frittage et les propriétés mécaniques qui en résultent ;
- L'ajout d'un volume d'éthanol au mélange de poudre ;
- L'agitation du mélange obtenu délicatement pendant 20min jusqu'à la dissolution de l'oxyde Y_2O_3 et l'obtention d'une solution homogène contenant la poudre d'acier ;
- Le séchage du mélange (poudres + éthanol) à une température d'environ 50 °C pour provoquer l'évaporation de l'alcool éthanol ;
- Remplissage des bouteilles en verre par la poudre dopée obtenue.
- Suivre les différentes étapes de consolidation par procédé CAP mentionnées précédemment.

Dans cette étude, l'éthanol a été choisi comme solvant de l'oxyde Y_2O_3 lors de la réalisation de dopage pour des raisons liées à son évaporation rapide et à la non-agglomération des particules de mélange de poudres, après dopage.

6. Récapitulatif du plan de cette thèse

Pour aboutir aux résultats souhaités, après une opération de décapage de la poudre, nous avons suivi le plan schématisé sur la figure 4.21.

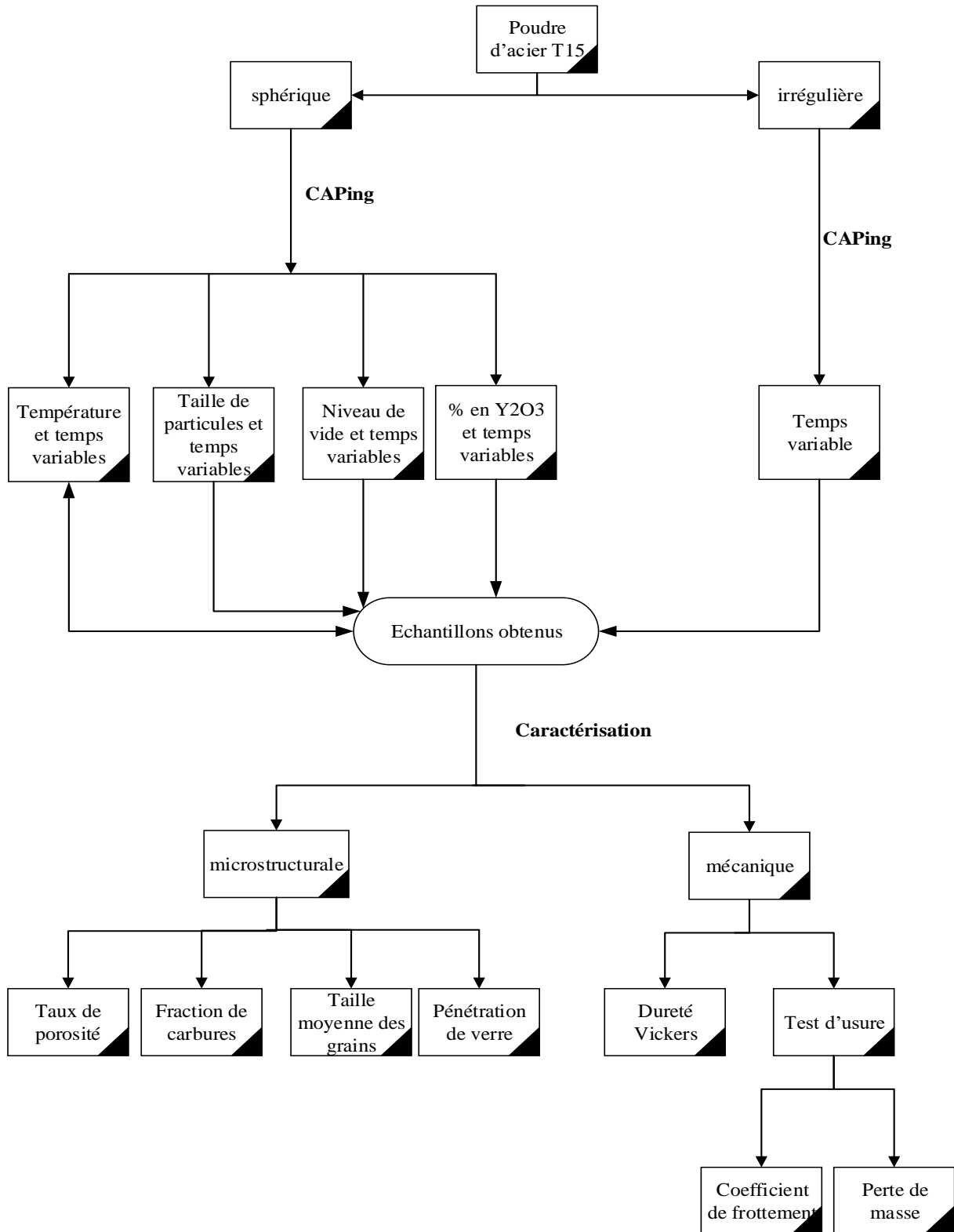


Figure 4. 21: Protocole expérimental suivi lors de ce travail.

III. Techniques de caractérisation

La caractérisation est scindée en deux parties, la première est microstructurale où l'on met en évidence les différentes phases qui apparaissent lors de la consolidation. Tandis que la seconde est une caractérisation mécanique.

1. Caractérisation microstructurale

La caractérisation microstructurale des échantillons est une technique basée sur l'observation de microstructures des échantillons en utilisant un microscope optique ou électronique. Avant les observations microscopiques, les surfaces des échantillons doivent être préparées.

1.1. Préparation de surfaces

La préparation des surfaces se fait en deux parties : le polissage et l'attaque chimique.

1.1.1. Polissage

Le polissage est une étape très importante pour la caractérisation microstructurale. Il a pour buts, l'obtention d'une surface plane, de rugosité minimale et également l'élimination de la couche d'oxyde de fer. Il est effectué en deux étapes. Après un découpage longitudinal de l'échantillon fritté cylindrique à la tronçonneuse, celui-ci reçoit d'abord un polissage grossier par meulage suivi d'un polissage fin en utilisant une série de papier émeri de granulométrie variant de 120 à 1200 particules abrasives.mm⁻². Le polissage de finition pour l'obtention d'une surface miroir est réalisé sur un plateau en feutre imbibé d'une pâte diamantée de granulométrie 9 et 6 µm sous une lubrification appropriée.

1.1.2. Attaque chimique

Après le polissage, les surfaces préparées subissent une attaque chimique pour déterminer les différentes phases présentes dans les échantillons obtenus et également révéler les joints de grains. La solution utilisée, dans ce travail, est le nital à 4% de HNO₃ pendant une durée d'environ 30 secondes. Les microstructures obtenues ont été observées par microscope optique et/ou électronique à balayage selon le besoin.

1.2. Microscopie optique

Le microscope optique est un appareil d'investigation à l'échelle microscopique le plus ancien. Son principe repose sur la base de l'optique géométrique. Il est donc connu depuis très longtemps. C'est l'équipement le plus adéquat pour les besoins de caractérisation par métallographie quantitative.

Pour nos différentes observations microstructurales, un microscope optique de marque Nikon (au niveau de CRTI) a été utilisé. Ce microscope permet l'observation des échantillons avec un grossissement allant de 10X à 1500X. Il est équipé d'un appareil photo et d'un ordinateur permettant l'acquisition des photos. La figure 4.22 représente le microscope optique utilisé.



Figure 4. 22: photo du microscope optique utilisé.

L'avantage de la technique de microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur les aspects structuraux de la surface observée. Dans cette étude, le microscope optique est utilisé pour déterminer le taux de porosité, la pénétration du verre, la fraction des phases en présence et la taille moyenne des grains dans le matériau fritté.

1.3. Microscopie électronique

Compte tenu de la faible résolution de la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage est parfois nécessaire et mieux adaptée pour une observation plus claire d'éléments structuraux fins et de petite taille surtout ceux inférieurs à 10 μm .

Pour cela on a eu accès au MEB de type Vega3 TESCAN, disponible au niveau du département de génie mécanique à l'université Amar Telidji de Laghouat. Le MEB est utilisé notamment pour l'identification des phases en les analysant chimiquement par EDX. La Figure 4.23 représente le MEB utilisé.



Figure 4. 23: photo du microscope électronique à balayage utilisé.

1.4. Caractérisation de la porosité

Le taux de porosité a été déterminé après traitement d'image par image J. Ce traitement d'image est effectué de la même manière sur toutes les images obtenues du microscope optique des échantillons à l'état poli et avant l'attaque chimique. La fraction de porosité est déterminée directement par imageJ ou par la méthode de comptage ponctuel. Pour minimiser l'erreur et augmenter la précision, le taux de porosité final est calculé comme étant la moyenne de plusieurs mesures déterminées depuis plusieurs images traitées du même échantillon. La porosité se présente dans une structure de taches noires qui ont des formes irrégulières aux premiers stades de frittage et de plus en plus arrondies au dernier stade.

1.5. Caractérisation de la taille moyenne des grains

La taille moyenne des grains, constitue une propriété importante qui influe sur les propriétés mécaniques et physiques du produit fritté. Sa détermination peut se faire en se basant sur la mesure de l'un des paramètres [133] :

- ✓ le diamètre moyen des grains ;
- ✓ la surface moyenne des grains ;
- ✓ le nombre de grains par unité de surface ;
- ✓ l'interception linéaire moyenne ;

- ✓ le nombre de grains par unité de volume ;
- ✓ le diamètre moyen basé sur le volume moyen des grains.

Dans cette étude, c'est la méthode d'interception linéaire moyenne qui a été utilisée pour la détermination de la taille moyenne des grains ou même des particules. Cette méthode est la plus utilisée en métallographie quantitative. Elle est basée sur les concepts de la probabilité géométrique. Cette méthode consiste à compter le nombre de grains interceptés par un ou plusieurs segments-test, superposés sur la micrographie agrandie.

La longueur du segment-test et le grossissement utilisés, doivent être combinés de sorte à avoir au minimum une cinquantaine (50) d'interceptions par plage.

Les interceptions sont comptées de la manière suivante :

- Le chiffre (un) pour une interception directe de la ligne avec un joint de grains liant deux grains de même phase; "dite interception simple". De même pour une interception tangente avec un joint de grain; "dite interception tangente" ;

- Le chiffre (un demi) pour une interception des extrémités de la ligne avec un joint de grain; "dite interception extrémité", de même, (un demi) pour une interception de la ligne avec un joint de grains liant deux grains de phases différentes "dite aussi interception simple" ;

- Le chiffre (trois quart) pour une interception de la ligne avec un joint triple; "dite interception triple" ;

Si une seconde phase de fraction volumique (X) se trouve distribuée aléatoirement dans la matrice, la taille moyenne des grains de la phase d'intérêt peut être déterminée simplement par l'équation (4.1) suivante :

$$D = \frac{L \cdot 1000}{N \cdot G} \cdot Xv \dots\dots\dots(4.1).$$

Où :

- D : le diamètre moyen du grain de la phase choisie (en μm) ;

- N : le nombre de joints de grains de la phase d'intérêt, interceptés par le segment-test ;
- L : la longueur du segment-test (en mm) ;
- X_v : la fraction décimale de la phase choisie ;
- G : le grossissement utilisé pendant le comptage si la structure est projetée sur un écran contenant un segment-test fixe.

En revanche, si la longueur du segment-test change proportionnellement avec le grossissement, dans ce cas, le grossissement (G) n'intervient pas dans la formule.

A la fin des mesures, la taille moyenne des grains est estimée à partir de la moyenne arithmétique de plusieurs mesures effectuées sur différentes plages [134, 135]. La méthode est décrite en détails par la norme ASTM-E112 [135].

Dans cette étude, la taille moyenne des grains a été déterminée par la méthode d'interception linéaire moyenne. Pour augmenter la précision de la méthode, plus que 400 grains ont été prise en compte. Par conséquent, la taille moyenne de grains a été déterminée en calculant la moyenne des résultats obtenus depuis plusieurs micrographies prises sur le même échantillon.

La microstructure de l'acier à outil de type T15 contient plusieurs phases. Donc, pour déterminer la taille moyenne des grains, les fractions de différentes phases, carbures et pores, doivent être déterminées préalablement par imageJ et/ou par la méthode de comptage.

Dans ce cas, la formule (4.1) devient :

$$D = \frac{L \cdot 1000}{N \cdot G} \cdot (1 - X_c - X_p) \dots \dots \dots (4.2)$$

Avec :

- X_c : la fraction de carbures ;
- X_p : le taux de porosité.

1.6. Détermination de l'énergie de surface

L'énergie de surface est l'une des forces motrices principales qui pousse le matériau en poudre à se densifier lors du frittage. Elle est calculée par la formule suivante :

$$W = \gamma \cdot St \dots \dots \dots (4.3)$$

Où :

- γ : la tension superficielle, pour les aciers à outils $\gamma = 1.5 \text{ J/m}^2$;
- St : la surface spécifique de la poudre.

La surface spécifique de la poudre a été déterminée selon la formule :

$$St = Np \cdot Sp \dots \dots \dots (4.4)$$

Où :

- Np : le nombre de particules de poudre ;
- Sp : la surface de la particule de poudre.

Si la poudre a une forme de particules sphériques, alors Np et Sp seront déterminés selon les formules suivantes :

$$Sp = \pi \cdot D^2 \dots \dots \dots (4.5)$$

Avec :

- D : le diamètre moyen de la particule de poudre.

$$Np = \frac{m \text{ de poudre}}{m \text{ de particule}} = \frac{m \text{ de poudre}}{\rho \cdot Vp} \dots \dots \dots (4.6)$$

Où :

- m de poudre : la masse de la poudre choisie : 10.61 g ;
- ρ : Densité théorique du poudre $\rho = 8.193 \text{ g/cm}^3$;
- V_p : Volume d'une particule.

$$V_p = \frac{4\pi R^2 \cdot R}{3} \dots\dots\dots(4.7)$$

2. Caractérisation des propriétés mécaniques

Vu que le but de ce travail est d'élaborer un acier à outils rapide de type T15 par métallurgie des poudres et destiné généralement pour les besoins d'usinage, donc les propriétés mécaniques à déterminer seront principalement : la dureté et la résistance à l'usure. Cette dernière propriété est exprimée par le coefficient de frottement et la quantité de matière enlevée par usure.

2.1. La dureté

La dureté est l'une des propriétés principales des aciers à outils. Elle dépend également des conditions de frittage. Dans cette étude, la dureté Vickers (Hv) est mesurée par un microduromètre montré sur la figure 4.24. Cet appareil est utilisé également pour déterminer la taille moyenne des grains en utilisant l'interception linéaire moyenne grâce au micromètre (palmer) monté sur l'appareil qui sert à calculer la longueur du segment test évoqué dans l'équation 4.2 ci-dessus.



Figure 4. 24: photo du microduromètre utilisé.

2.2.Les essais tribologiques

Les essais d'usure ont été effectués sur des échantillons polis en utilisant un tribomètre (pion - plan) de marque CSM, disponible à l'école nationale des mines de l'université Badji Mokhtar de Annaba. (Figure 4.25).



Figure 4. 25:Photo du tribomètre pion-plan CSM 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 de précision 10^{-4} g avant et après l'essai ont été réalisés pour chaque échantillon. La différence entre les deux pesées détermine la perte de masse Δm .

Le principe du déroulement de ce test consiste à appliquer une charge sur une bille immobile dans le plan horizontal, en contact avec la face plane de l'échantillon installé sur un disque en rotation suivant l'axe vertical (Figure 4.26).

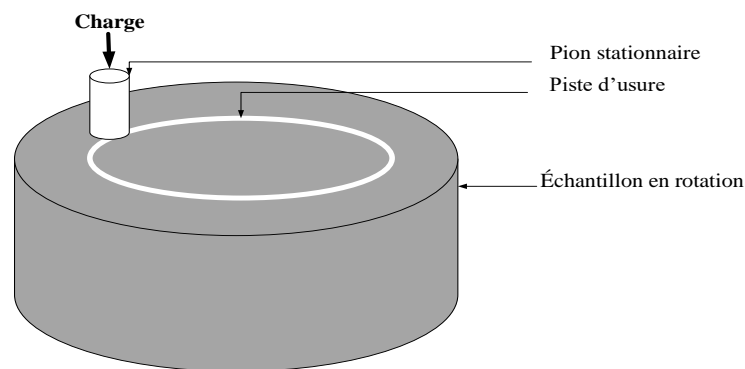


Figure 4. 26:Schéma de principe du tribomètre de type (pion – plan).

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 en alumine est motivé par le fait que ce matériau possède une usure négligeable et une dureté importante comparées à celles des aciers à outils qui font l'objet de cette étude. Les principales caractéristiques de la bille d'alumine sont la pureté : 99,9% et la dureté : 1900 Kg.mm^{-2} .

2.2.1. Les paramètres des essais tribologiques

Tous les essais tribologiques ont été réalisés, sans lubrification et dans des conditions de température ambiante et de pression atmosphérique. L'échantillon est placé sur un disque animé d'un mouvement rotatif, en contact avec une bille en alumine fixe. L'ensemble est monté sur un bras élastique. L'expérience de tribologie dure approximativement 45 min, ce qui correspond à une distance parcourue d'environ 100 m. Par conséquent, le coefficient de frottement (μ) peut être déterminé. Les paramètres opératoires des essais tribologiques effectués sur les échantillons sont regroupés dans le tableau.4.4.

Tableau.4. 4: les paramètres opératoires de l'essai tribologique.

Pion	Bille en alumine (diamètre 6mm)
Charge appliquée (N)	10
Vitesse de glissement (cm.s ⁻¹)	5
Distance parcourue (m)	100
Température de l'essai	ambiante
Atmosphère	Air atmosphérique
Fluide de lubrification	Aucun (frottement sec)

Chapitre 5 :

Résultats et discussions

Introduction

Dans ce chapitre seront présentés les résultats obtenus lors de la consolidation par pression atmosphérique d'une poudre d'acier à outil T15. Le protocole expérimental suivi est présenté dans le chapitre précédent. Ce chapitre se divise en quatre grandes parties. La première est destinée à l'étude de la cinétique de frittage des différents échantillons de poudre par le procédé CAP. Les variables et paramètres de frittage sont : le temps, la température, la forme et la taille moyenne des particules de poudre ainsi que le niveau de vide utilisé lors de l'évacuation. Le but recherché dans ce protocole est de déterminer les conditions optimales de frittage pour atteindre une densité à 100%. La seconde partie est consacrée à l'étude de la profondeur de la pénétration du verre et estimer la taille moyenne critique des particules de la poudre qui nous permet de minimiser au maximum ou même d'éliminer complètement cette couche superficielle du verre. La troisième partie est réservée à l'étude du comportement de la poudre d'acier T15 en présence d'un dispersoide d' Y_2O_3 . Alors que la quatrième partie est consacrée aux changements microstructuraux et propriétés mécaniques des échantillons frittés. L'étude de la cinétique de frittage est basée sur l'étude de l'évolution du taux de porosité et de la taille moyenne des grains sous l'effet des différents paramètres de frittage.

Première partie : la cinétique de frittage

I. Effet de la température et du temps de frittage sur la densification

La consolidation de la poudre d'acier à outil T15 a été réalisée à trois différentes températures 1150, 1200 et 1250°C pendant des temps compris entre 0,5 et 8h. Il est connu que la température et le temps de frittage sont les paramètres qui jouent un rôle primordial dans la détermination de la cinétique de frittage et que la microstructure et les propriétés mécaniques des aciers à outils sont très sensibles à ces paramètres. Les Figures 5.1 et 5.2 présentent respectivement le taux de porosité et la taille moyenne des grains en fonction du temps de frittage aux différentes températures. A ces trois températures, les courbes ont la même tendance. Le taux de porosité diminue avec l'augmentation de la température et du temps de frittage. Par conséquent, la poudre a le même comportement de densification lors des différentes températures et différents temps. Tandis que la taille moyenne des grains augmente avec l'augmentation de la température et du temps de frittage. La densification la plus rapide est observée à la température de 1250°C. A cette température, la densité totale est obtenue après 6h de frittage si le vide utilisé pendant l'évacuation est le vide primaire. Au début, la densification et la consolidation sont accélérées. Ceci est justifié par la grande énergie de surface de la poudre qui est la principale force motrice de la fermeture des pores à ce stade. La diffusion qui se produit conduit à la formation et à la croissance des ponts entre les particules par les différents mécanismes de transport de matière. Au fur et à mesure que les ponts se développent, les rayons de courbure entre les particules augmentent. Ceci correspond au premier stade du frittage, où la plupart des particules perdent leur identité. Après un certain temps, la croissance du cou des particules est suffisante pour que les pores soient déconnectés. Ensuite, nous avons observé une diminution lente du taux de porosité lorsque le temps de frittage s'écoule. Ceci peut s'expliquer par la diminution de l'énergie de surface du système en raison de la croissance des cous et de la diminution de la surface libre par la fermeture des pores. Par conséquent, au cours du frittage, avec l'augmentation de la température, les particules de poudres sont assujetties à des flux de transport de matière entraînant un rapprochement des centres de particules et petit à petit une fermeture des pores.

L'évolution de la taille moyenne des grains en fonction de la température et du temps de frittage est présentée sur la Figure 5.2. Il est très clair qu'il y a une relation entre les Figures 5.1 et 5.2. Lorsque le taux de porosité diminue en Figure 5.1, la taille moyenne des grains augmente (voir la Figure 5.2). En fait, lors du frittage des poudres à hautes températures, la

Résultats et discussions

porosité est le principal obstacle à la croissance des grains, surtout si les pores sont situés sur les joints de grain. Dès lors, que ces obstacles sont réduits ou totalement supprimés, la taille des grains, augmente très rapidement surtout à 1250°C où la cinétique de frittage est très rapide et le taux de porosité est minimal.

A 1250°C, le taux de porosité diminue rapidement entre 1h et 4h et reste presque stable à partir de 4h (comportement quasi-stationnaire). A l'inverse, la taille moyenne des grains augmente légèrement entre 1h et 4h, alors qu'elle s'accroît bien plus significativement à partir de 4h. Ce résultat confirme bien que durant le frittage, le phénomène de croissance des grains est dépendant du phénomène de densification. Tant que le taux de porosité est suffisamment élevé, la taille moyenne des grains évolue faiblement. Mais dès que le taux de porosité atteint une valeur presque nulle, l'évolution de la taille moyenne de grains est beaucoup plus marquée. On peut donc conclure que la vitesse de croissance des grains est inversement proportionnelle à la vitesse de fermeture des pores.

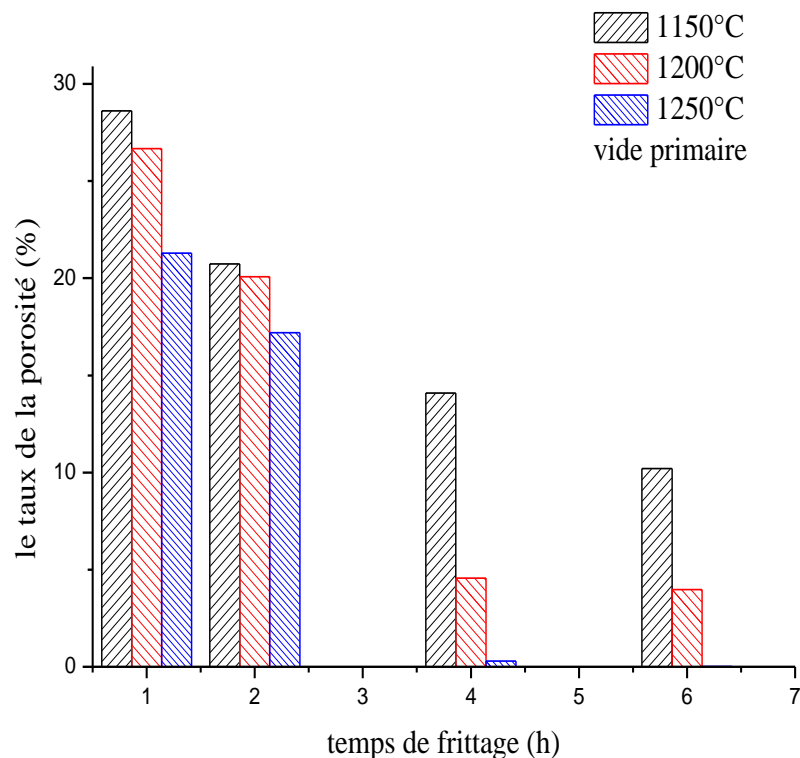


Figure 5. 1: Effet de la température et du temps de frittage sur le taux de porosité.

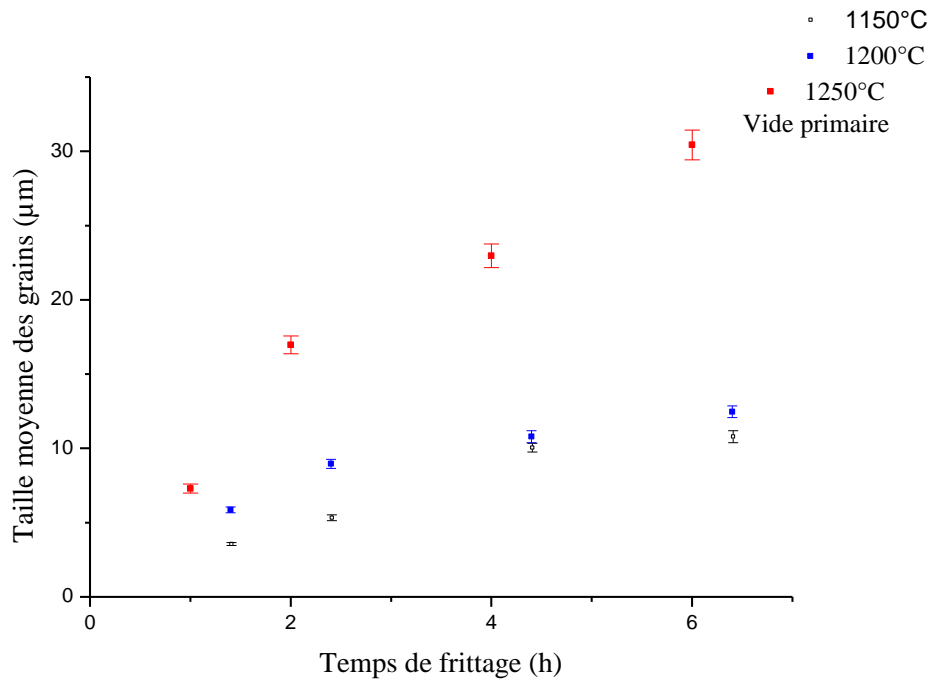
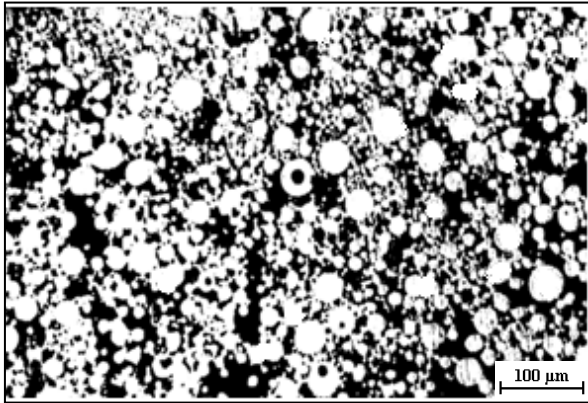
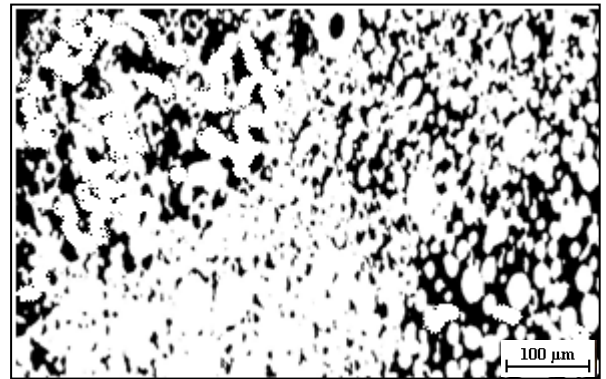


Figure 5. 2: Effet de la température et du temps de frittage sur la taille moyenne des grains.

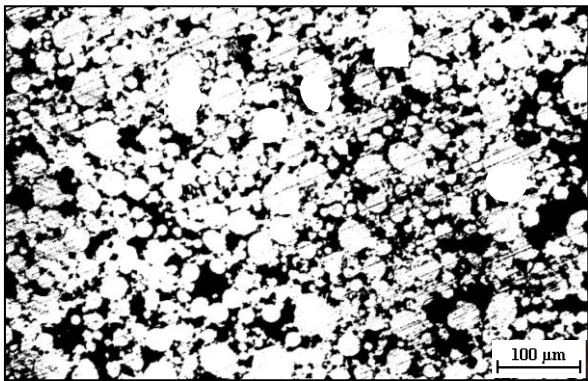
L'évolution microstructurale est, notamment, influencée par la température et le temps de frittage. Les Figures 5.3 et 5.4 montrent l'effet de la température et du temps de frittage sur les développements microstructuraux lors du frittage par procédé CAP de l'acier à outil de type T15. Les images de la Figure 5.3 sont obtenues après un traitement d'image via ImageJ. Le taux de porosité est déterminé soit par la méthode de comptage ou par ImageJ. Pour limiter les erreurs statistiques, les taux de porosité ont été mesurés à partir de plusieurs images du même échantillon.



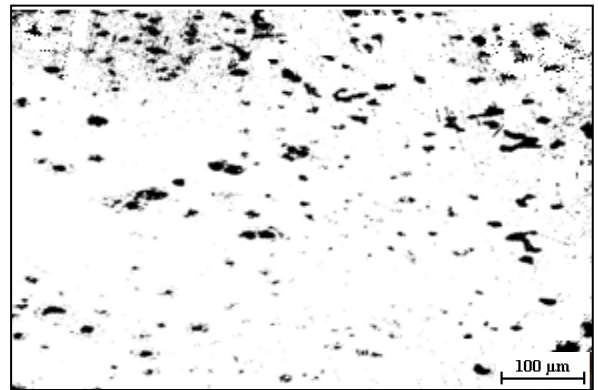
(T=1150°C, t = 1h)



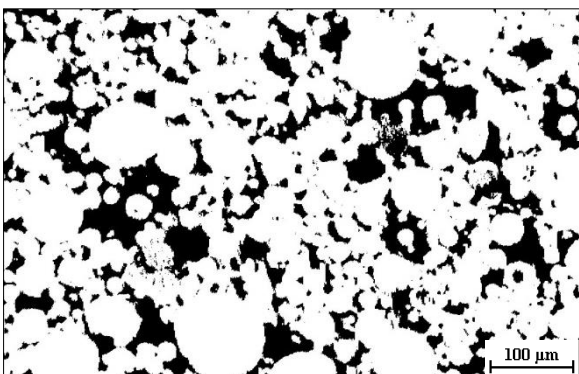
(T=1150°C, t = 6h)



(T=1200°C, t = 1h)



(T=1200°C, t = 6h)



(T=1250°C, t = 1h)



(T=1250°C, t = 6h)

Figure 5. 3: microstructures, traitées par imageJ, des échantillons frittés à différentes température pendant différents temps eu utilisant un vide primaire. (Sans attaque chimique).

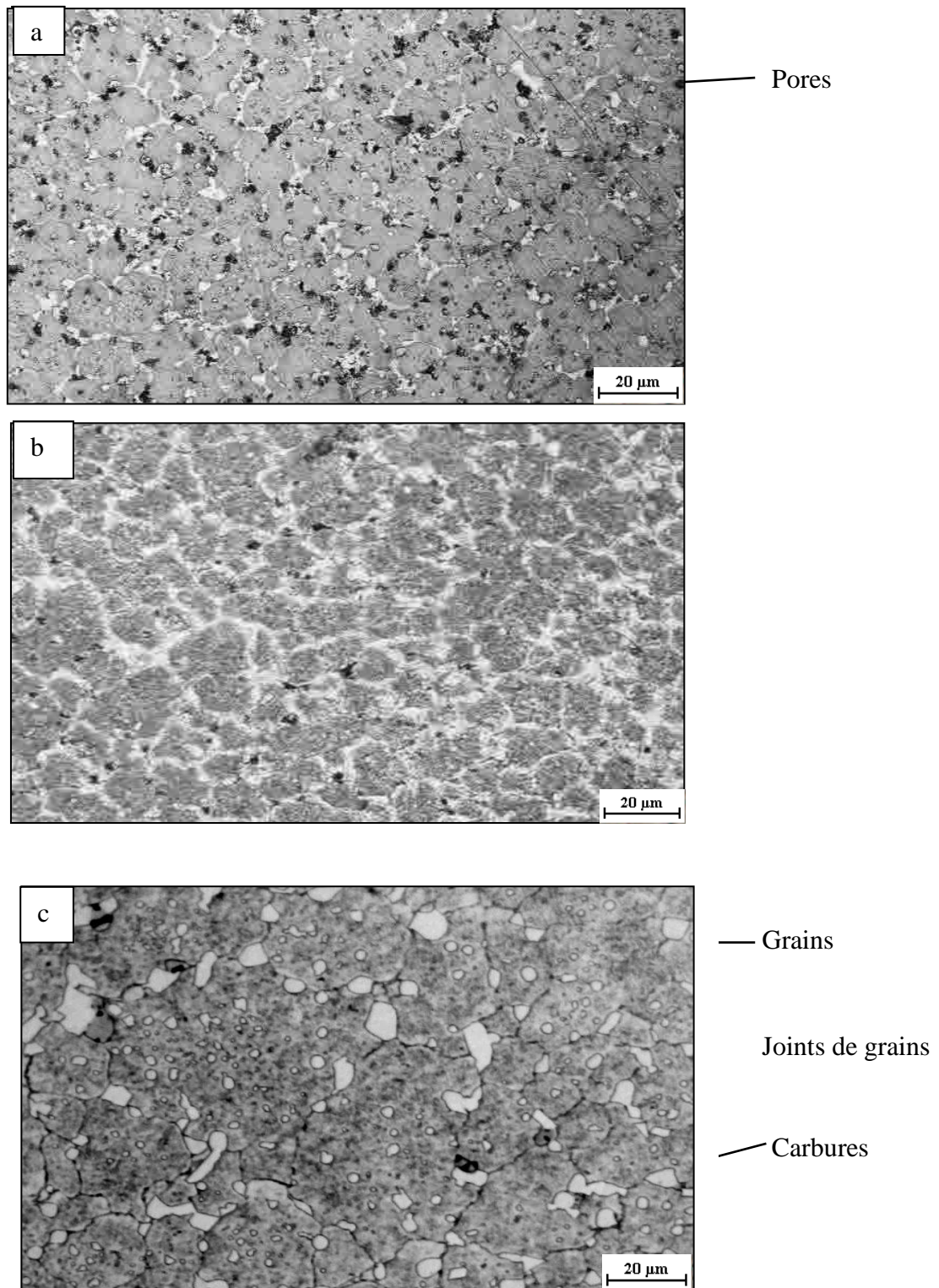


Figure 5. 4: microstructures des échantillons frittés à : (a) 1150°C, (b) 1200°C et (c) 1250°C pendant 6h en utilisant un vide primaire (avec attaque chimique au nital 4%)

II. Effet de la taille moyenne des particules et le temps de frittage sur la densification

La Figure 5.5 montre le taux de porosité en fonction de la taille moyenne des particules et du temps de frittage. Les trois poudres, à taille de particules différentes, ont le même comportement de densification. Le taux de porosité diminue avec l'augmentation du temps de frittage. En revanche, la même figure indique que le taux de porosité diminue lorsque la taille moyenne des particules diminue. Pour la poudre à particules fines, la densification, et la vitesse de fermeture de pores, est plus rapide que la poudre à particules grossières. A cette condition, la densité complète est achevée après 4 heures de frittage à 1250°C.

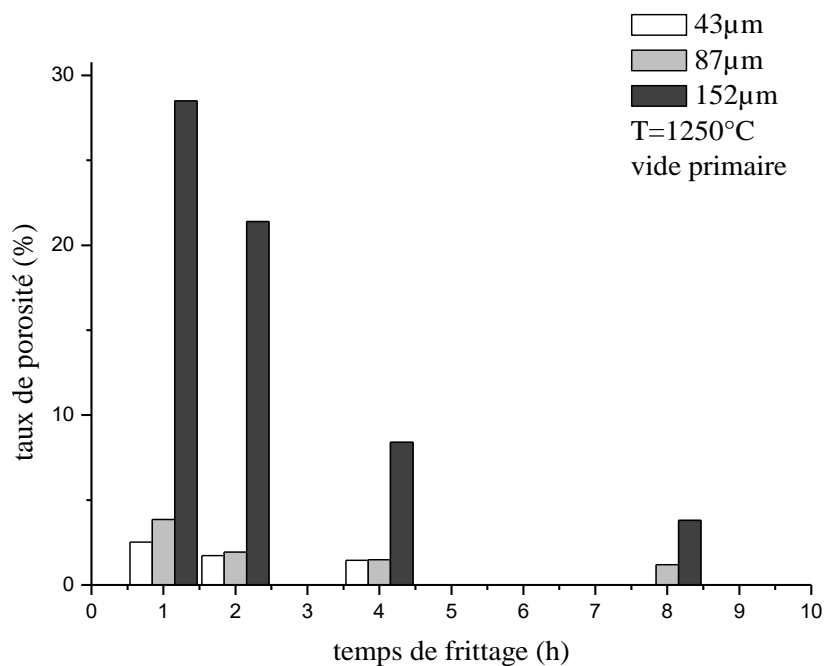


Figure 5. 5: Effet du temps et de la taille moyenne des particules de poudre sur le taux de porosité.

En fait, la taille moyenne des particules influe directement sur la surface spécifique de la poudre qui détermine l'énergie de surface du système. Cette énergie, d'après la littérature, représente la force motrice du frittage. Lorsque la taille des particules est grande, la surface spécifique est petite et l'énergie de surface associée est beaucoup plus faible d'où une densification très lente.

Si on considère toutes les particules de poudre de chaque lot (fraction choisie) ont la même taille moyenne et que la distribution est homogène, l'énergie de surface sera

représenter par la Figure 5.6. En fait, les différentes étapes, à suivre, pour aboutir à ce diagramme, ont été expliquées brièvement dans le chapitre précédent (III.6.1). D'après la Figure 5.6, l'énergie de surface diminue avec l'augmentation de la taille des particules de poudre.

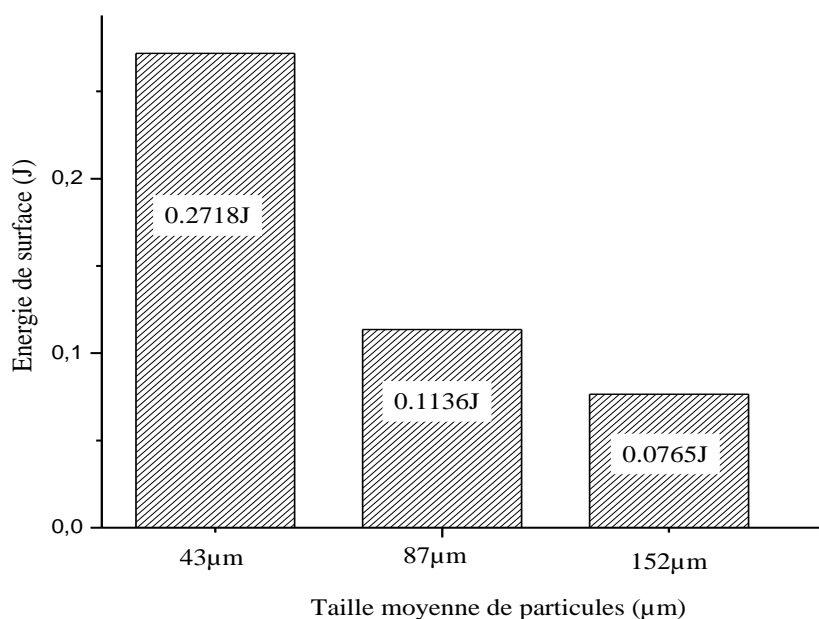


Figure 5. 6: Energie de surface en fonction de la taille moyenne des particules de poudre.

La Figure 5.7 montre l'évolution de la taille moyenne des grains en fonction du temps de frittage et de la taille moyenne des particules de poudre. On observe clairement que, la taille moyenne des grains augmente avec l'augmentation du temps de frittage et de taille moyenne des particules de poudre. Pour la poudre à particules de taille moyenne 152 μm , la taille moyenne de grains augmente avec le temps de frittage et tend vers une valeur limite d'environ 35 μm . La taille moyenne des grains augmente de moins de 20 μm vers 35 μm pour des temps de frittage respectif de 0.5h et 8h. Un comportement analogue est observé avec les autres poudres, de tailles respectivement égales à 43 et 87 μm .

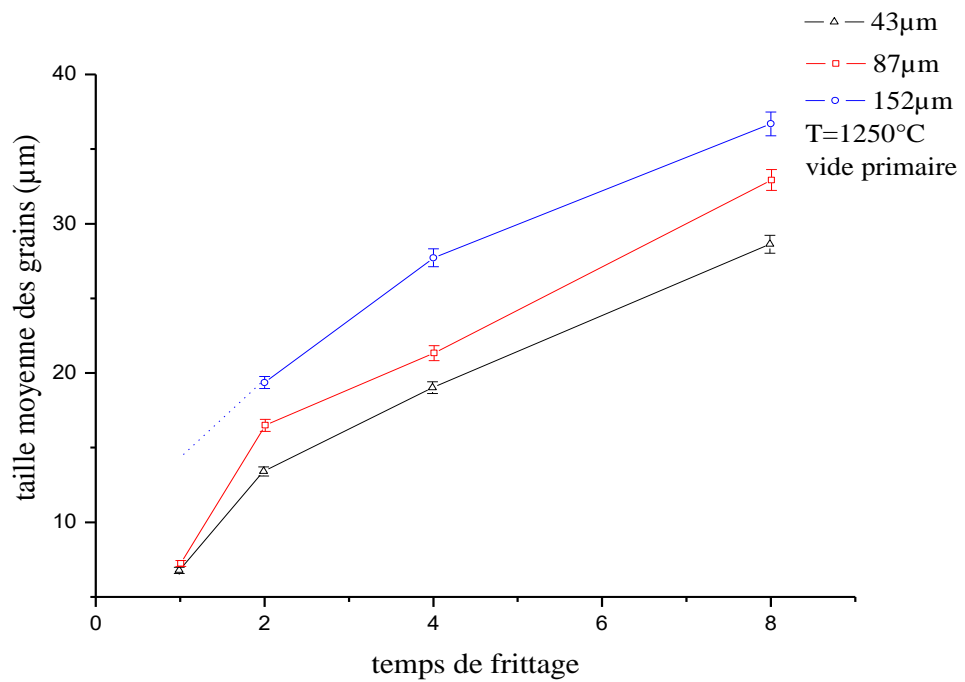
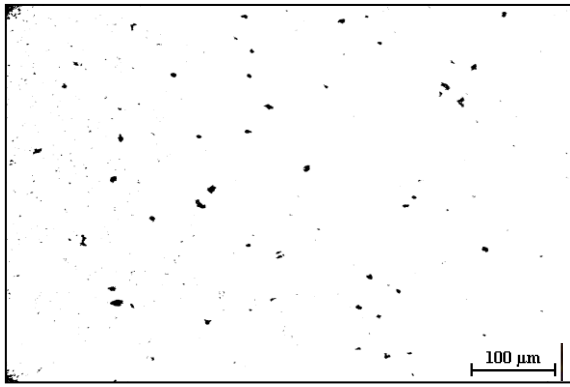


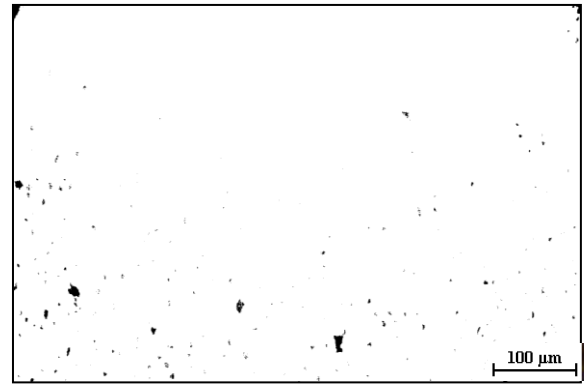
Figure 5. 7: Effet de la taille moyenne des particules de poudre sur la taille moyenne des grains.

Les Figures 5.8 et 5.9 représentent les développements microstructuraux des échantillons obtenus à partir de poudres à particules de tailles moyennes différentes.

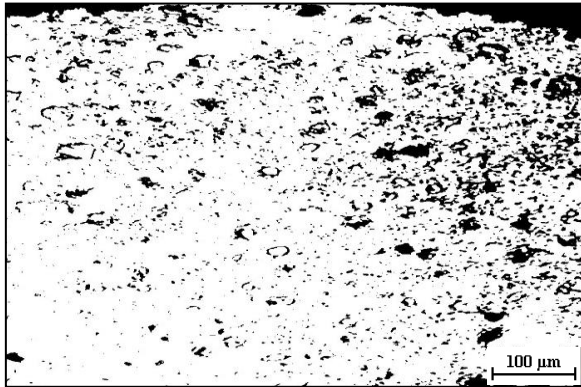
Résultats et discussions



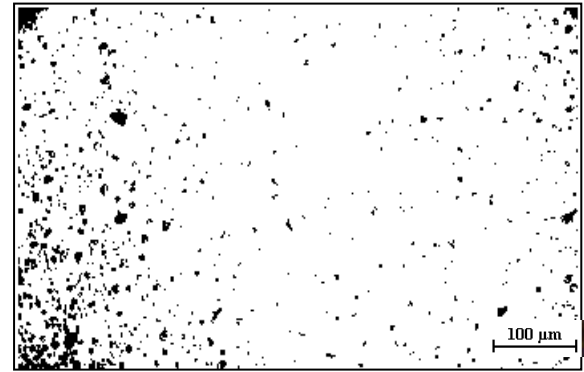
(D = 43μm, t = 1h)



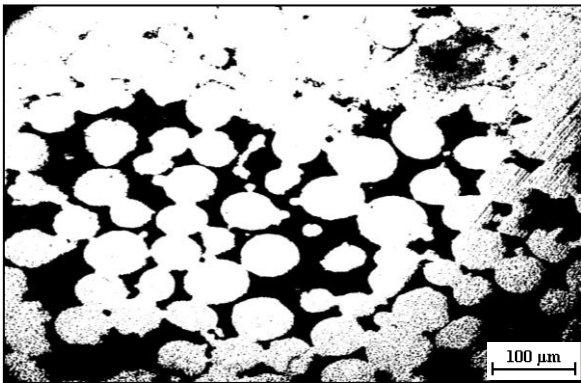
(D = 43μm, t = 8h)



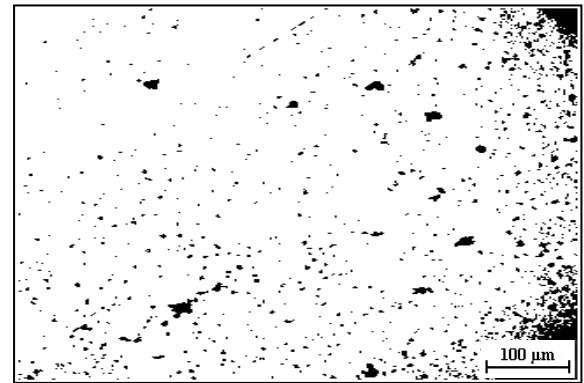
(D = 87μm, t = 1h)



(D = 87μm, t = 8h)



(D = 152μm, t = 1h)



(D = 152μm, t = 8h)

Figure 5. 8: Microstructures, traitées par imageJ, d'échantillons frittés à 1250°C pendant différents temps en utilisant un vide primaire et poudres à granulométrie différente.

(sans attaque chimique).

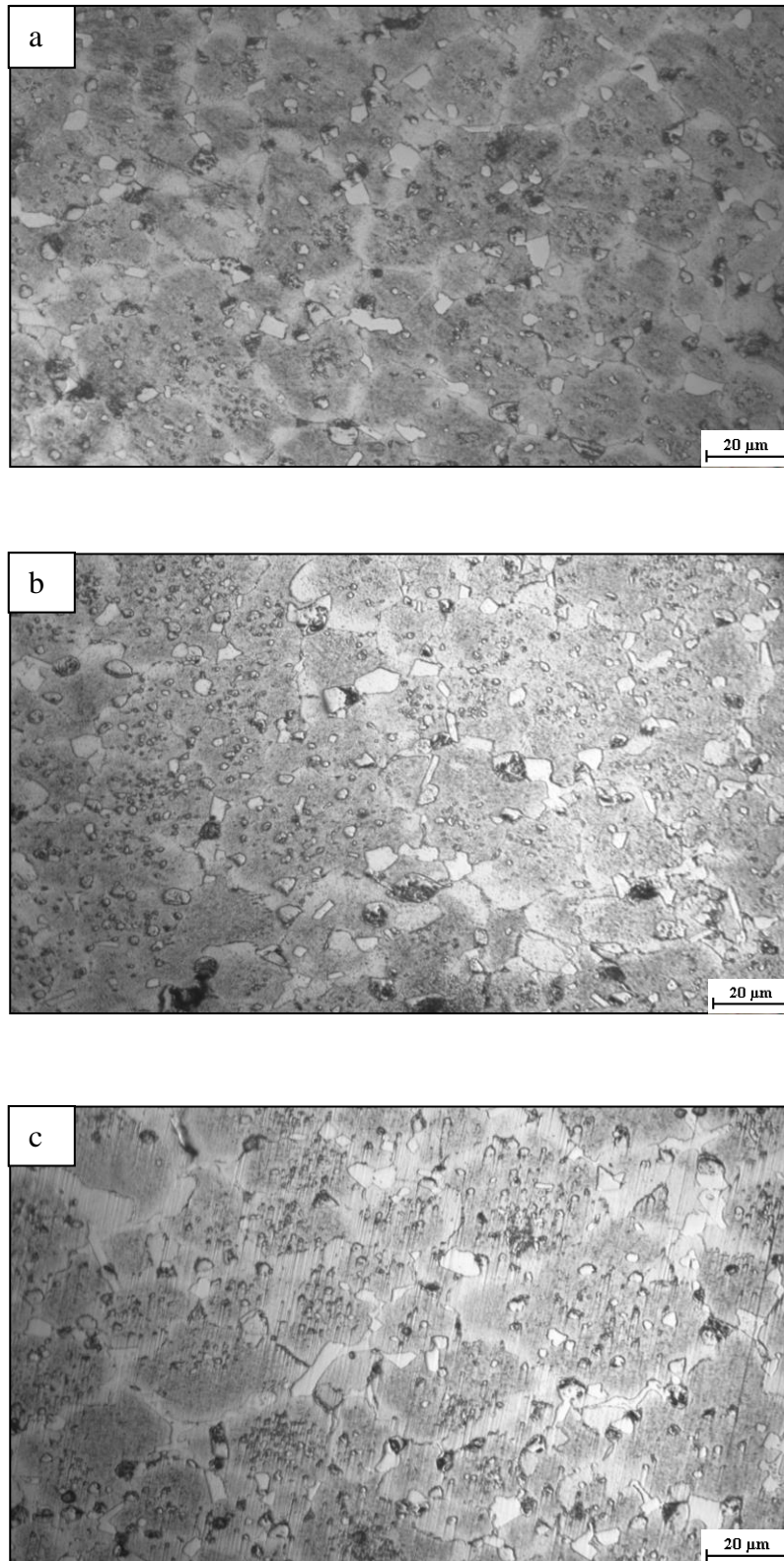


Figure 5. 9: Microstructures d'échantillons frittés à 1250°C pendant 4h en utilisant un vide primaire et poudre à particules de taille : (a) 43μm, (b) 87μm et (c) 152μm.

III. Effet du niveau de vide et du temps de frittage sur la densification

La Figure 5.10 montre l'effet du temps de frittage sur le taux de porosité pendant le frittage à 1250°C en utilisant deux niveaux de vide différents : primaire et secondaire. Dans le cas du vide primaire (10^{-2} torr), le taux de porosité diminue lentement avec l'augmentation du temps de frittage et la densité totale n'est atteinte qu'après 6h de frittage. Cependant, en utilisant un vide secondaire (10^{-5} torr), le taux de porosité diminue rapidement jusqu'à zéro et presque le même comportement. La seule différence réside dans la pente de ses courbes décroissantes. Dans le cas du vide secondaire, la densification est très rapide car la pression atmosphérique est entièrement transmise aux poudres ce qui conduit à la formation d'un système de forces ou contraintes (d'origine pression atmosphérique) au niveau des cous inter-particules. Ces contraintes vont s'ajouter à la contrainte naturelle de Laplace, qui se produit automatiquement entre deux particules en contact, entraînant la formation d'une forte densité de dislocations aux cous. Ces dislocations sont la source d'un flux important de lacunes (de concentration C_1) qui est émis à partir des cous entre les particules. En sachant que la concentration des lacunes à l'intérieur des particules (dite concentration d'équilibre C_0) est inférieure à celle des cous ($C_0 < C_1$) d'où, pour rétablir l'équilibre, il y aura un flux de lacunes depuis ces cous vers l'intérieur de ces particules qui sera suivi par un flux opposé d'atomes (donc de matière) depuis ces particules vers le cou (pore). Ce flux antagonique continue jusqu'à ce que la porosité soit totalement fermée par la matière entrante depuis les particules vers les pores. Cependant, en utilisant uniquement le vide primaire, nous pensons que la pression atmosphérique ne soit pas entièrement transmise aux particules de la poudre, car dans ce cas, il reste encore une fraction importante d'azote gazeux dans la bouteille en verre non totalement évacuée. Par conséquent, la pression de ce gaz, piégé, augmentera à la température de frittage à l'intérieur de la bouteille en verre, et va donc s'opposer à la pression atmosphérique et l'empêchera d'être complètement transmise à la poudre. Par conséquent, tout le système des forces impliqué, comme expliqué ci-dessus, et les mécanismes de transport de matière associés sont réduits.

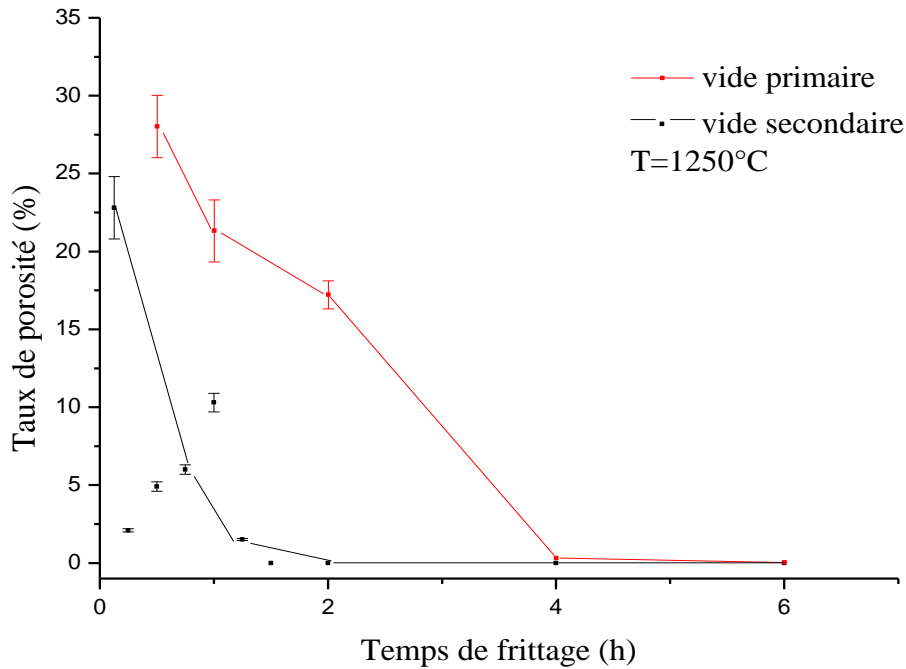


Figure 5. 10: Effet de niveau de vide sur le taux de porosité des échantillons frittés à 1250°C.

La Figure 5.11 montre l'évolution de la taille moyenne des grains en fonction du niveau de vide et temps de frittage pour les échantillons frittés à 1250°C. D'après cette figure, la taille moyenne des grains augmente avec l'augmentation du temps de frittage. Comme il a été expliqué précédemment, le temps de frittage permet la croissance des grains. Dans le cas d'un frittage sous vide secondaire, pour des temps supérieur à 1.5h (temps de densification totale), la croissance des grains devient de plus en plus rapide à cause de l'absence d'obstacles au mouvement des joints de grains que sont les porosités.

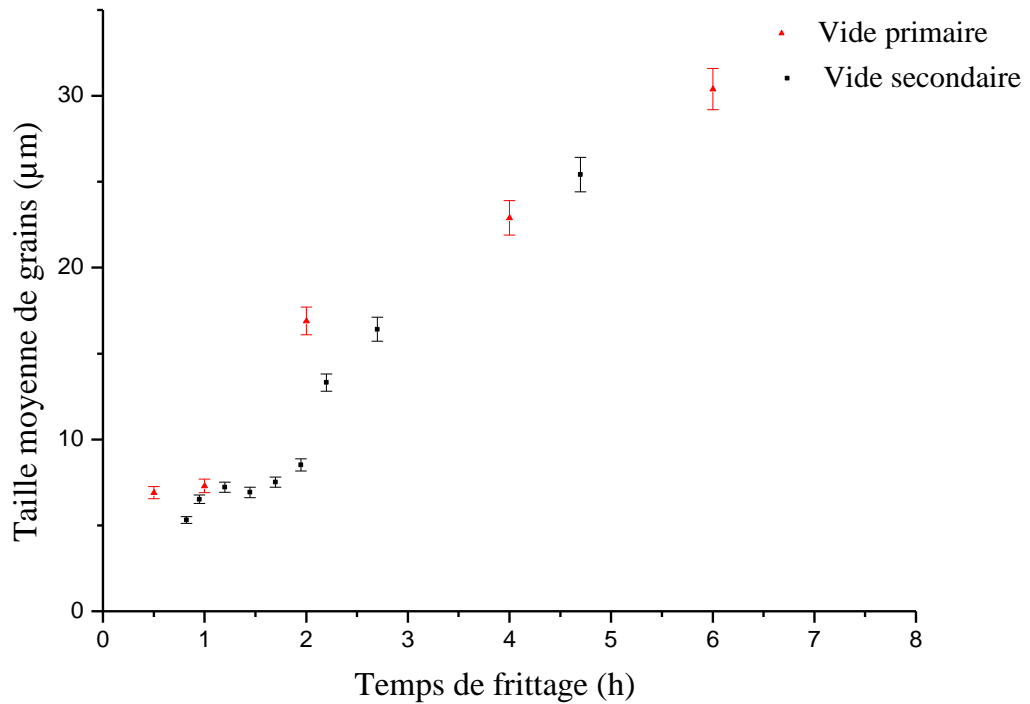
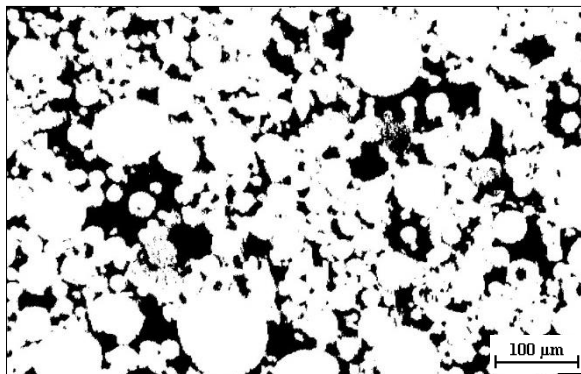
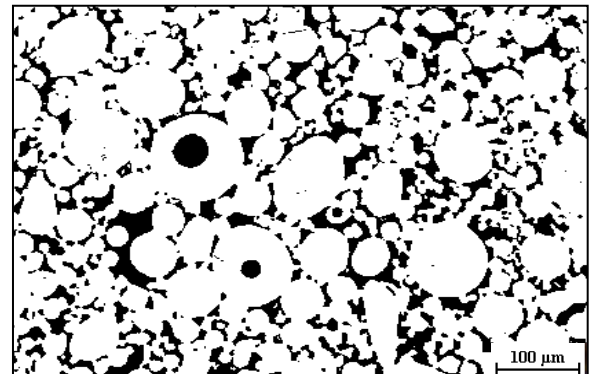


Figure 5. 11: Effet du niveau de vide et temps de frittage sur la taille moyenne des grains.

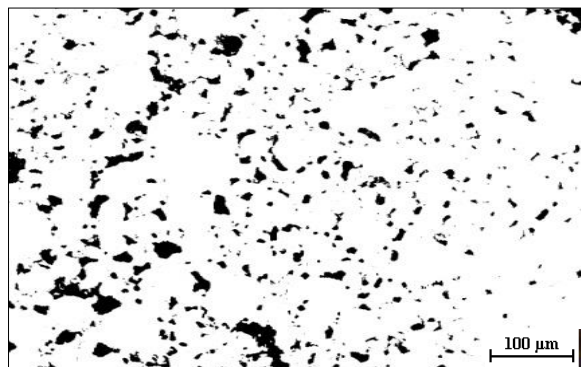
Une observation approfondie des micrographies de la Figure 5.12 indique que le taux de porosité obtenue dans le cas du vide primaire après 1h de frittage est presque 2 fois celui obtenue dans le cas du vide secondaire à mi-temps (0,5h) et que le taux de porosité obtenue après frittage avec vide primaire pendant 2h est presque égale à celui obtenu après 1h de frittage par vide secondaire. Cependant, 6 longues heures sont nécessaires pour obtenir la densité complète en utilisant un vide primaire, alors que seulement le $\frac{1}{4}$ de ce temps (1,5h) est nécessaire pour atteindre la densité complète lors de l'utilisation du vide secondaire. Les taches noires ne représentent que des inclusions métalliques.



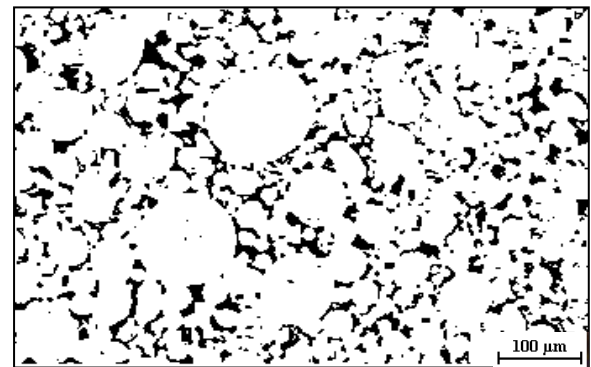
(vide primaire, t = 1h)



(Vide secondaire, t = 0.5h)



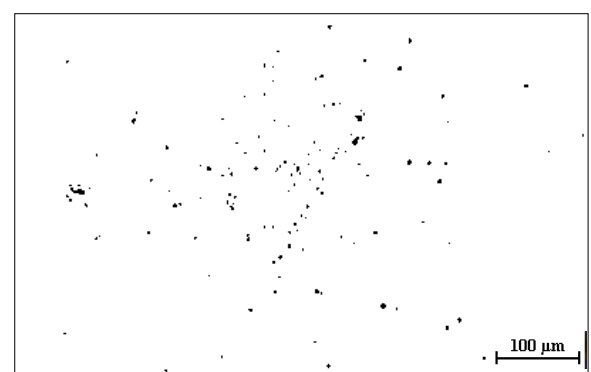
(Vide primaire, t = 2h)



(Vide secondaire, t = 1h)



(Vide primaire, t = 6h)



(Vide secondaire, t = 1.5h)

Figure 5. 12: Micrographies d'échantillons frittés à 1250°C pendant des temps et niveaux de vide différents. (Sans attaque chimique).

Résultats et discussions

D'après le Figure 5.12, on peut également dire que lors de frittage par vide primaire, en raison de temps et basse pression utilisés, le mécanisme principal de transport de matière est la diffusion. Par conséquent, les diamètres des cous entre les particules sont plus grands à n'importe quel moment en raison de la quantité de matière qui remplit les pores qui dépend du temps. Alors, presque toutes les particules ont perdu leur identité sphérique. Cependant, dans le frittage par vide secondaire, en raison de pressions impliquées plus élevées, nous pensons que le principal mécanisme de densification au début du procédé est le réarrangement des particules à faible temps (0,5h). Les densités relativement plus élevées ne résultent pas principalement de la diffusion, mais de la réduction des distances entre les particules, le rapprochement des centres des particules et aux glissements. Par conséquent, les diamètres des cous entre les particules sont plus petits, surtout à un temps plus bas (0,5h) permettant aux particules de garder leur identité sphérique.

La figure 5.13 ci-dessous illustre le type de microstructure obtenu après 6 heures de frittage lors d'un vide primaire et secondaire. Les deux microstructures sont presque identiques en termes de taille des grains et fraction de carbure. En regardant de près ces deux structures, on constate qu'il y'a une différence apparente dans la taille des carbures. Les plus gros d'entre eux sont situés dans les points triples (rencontre de trois joints de grains). Les carbures de taille moyenne sont situés dans les joints de grains, tandis que les plus fins sont situés à l'intérieure des grains. Cette différence dans la taille des carbures peut s'expliquer par le nombre des chemins de transport de matière lors de la précipitation. Ainsi les germes qui naissent dans les points triples grossissent rapidement, car ils sont alimentés par trois tuyaux d'amenée de matière. C'est la diffusion inter granulaire triangulaire. Ceux qui sont situés dans le joint de grain ont des tailles moyennes, car alimentés par deux joints de grains uniquement. En revanche, ceux qui sont situés à l'intérieure des grains sont très fins, car alimentés uniquement à travers les mailles cristallines. Concernant la forme de ces carbures, on peut constater que les carbures situés dans les points triples ont des formes polygonales, ceux situés dans les joints de grains ont des formes elliptiques alors que les carbures fins intra granulaires possèdent des formes plutôt sphériques. On peut dire aussi que le niveau de vide n'influe ni sur la taille des grains, ni sur la taille et la forme des carbures.

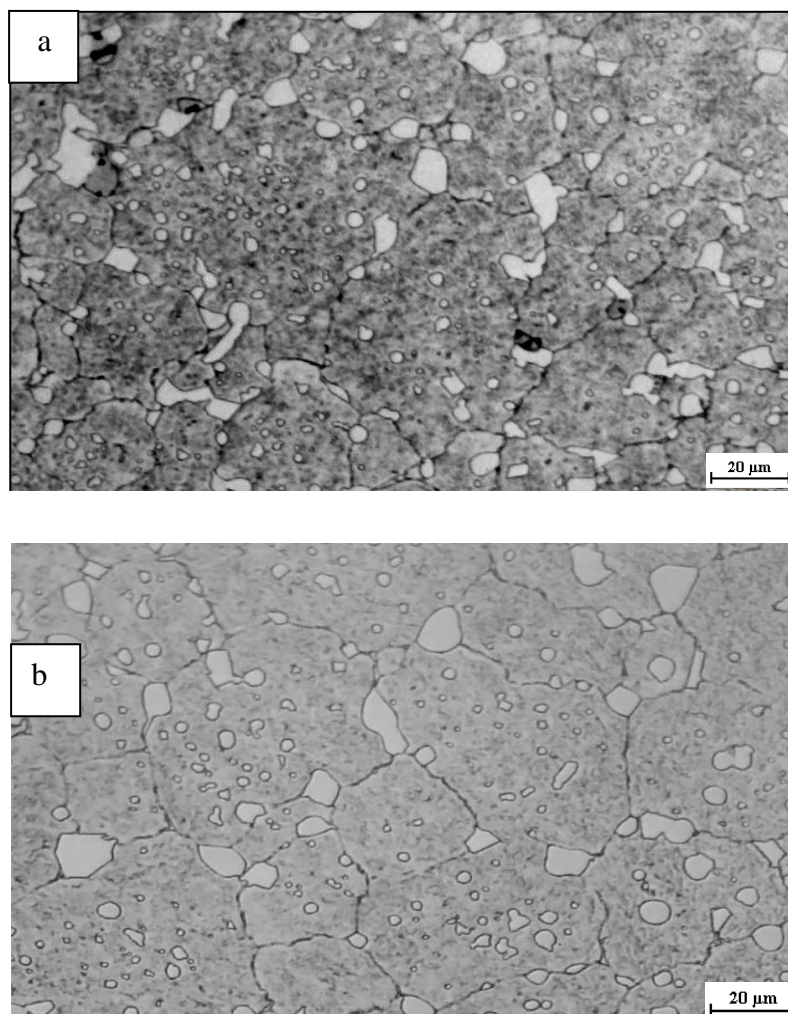


Figure 5. 13: Microstructures d'échantillons frittés à 1250°C pendant 6h en utilisant (a) vide primaire et (b) vide secondaire.

IV. Effet de la forme des particules et temps de frittage sur la densification

La Figure 5.14 montre l'effet du temps de frittage et de la forme des particules, irrégulière et sphérique, sur le taux de porosité. Il est clair que les deux poudres ont le même comportement, ou presque. Le taux de porosité diminue avec l'augmentation du temps de frittage. Au début du frittage, le taux de porosité pendant la consolidation par pression atmosphérique de la poudre sphérique est plus élevé que le taux de porosité obtenu à partir de la poudre de forme irrégulière et la densification est rapide. En utilisant une poudre sphérique, le taux de porosité diminue rapidement jusqu'à zéro alors que la consolidation par procédé

Résultats et discussions

CAP d'une poudre irrégulière est difficile et lent. La différence entre le comportement de ces poudres est probablement due à la géométrie des pores entre les particules. Dans le cas des poudres sphériques, les pores inter-particules ont des formes simples dites hypocycloïdales (triangulaires), et leurs alimentation par diffusion atomique est aussi simple à cause des formes simples des surfaces latérales des pores. Par contre, dans le cas des poudres irrégulières, la géométrie complexe des pores rend leurs connexions plus difficiles et leur alimentation en matière plus lente, à cause des chemins de transport de matière également complexes.

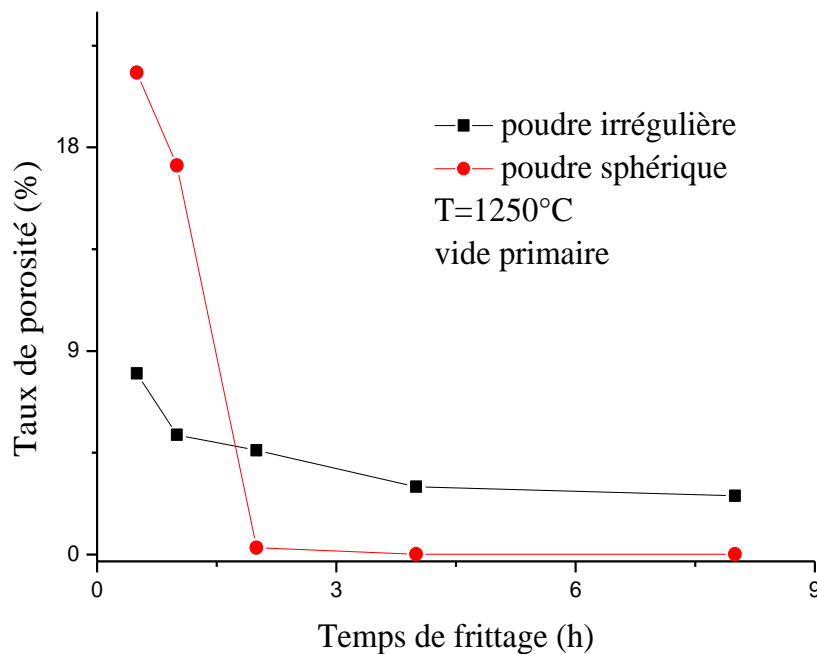


Figure 5. 14: Effet de la forme de particules de poudre et le temps de frittage sur le taux de porosité.

La Fig.5.15 montre la taille moyenne des grains en fonction du temps de frittage et de la forme des particules de poudre. La taille moyenne des grains augmente avec l'augmentation du temps de frittage. Les échantillons issus de poudres sphériques ont une taille de grain plus élevée à cause de la fermeture rapide des pores, cependant dans le cas d'échantillons à particules irrégulières, la persistance d'une fraction fine de porosité uniformément distribuée dans la matrice, empêche la croissance des grains d'où la finesse de ces derniers.

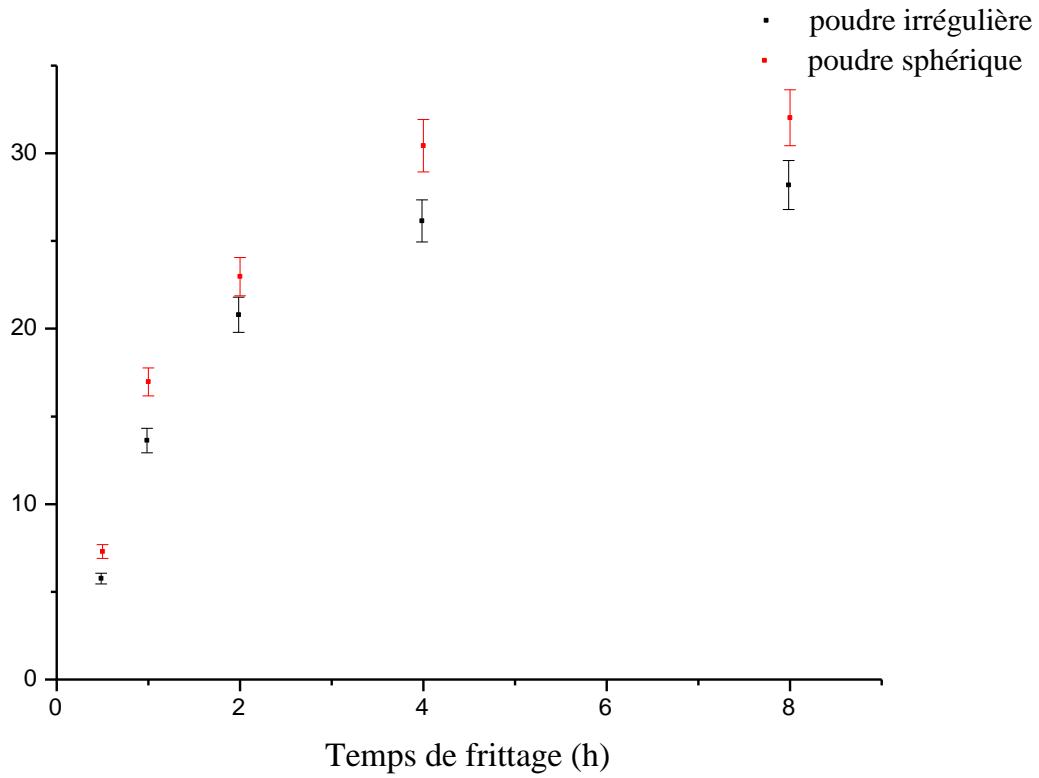
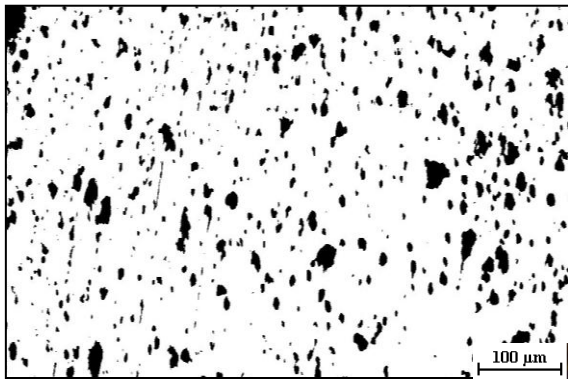
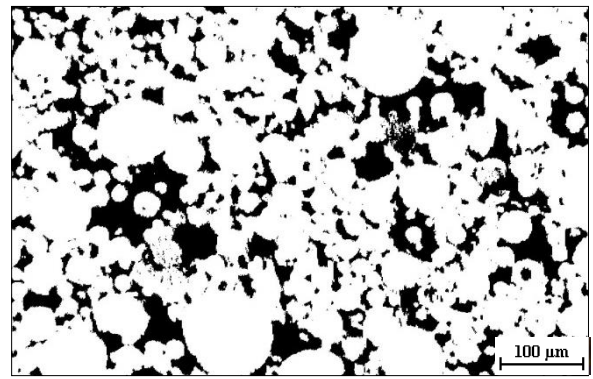


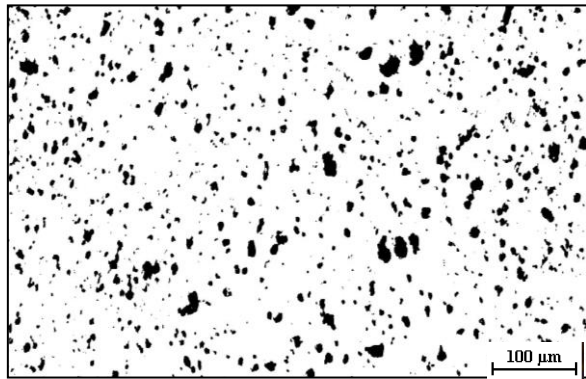
Figure 5. 15: Effet de la forme des particules de poudre et du temps de frittage sur la taille moyenne des grains.



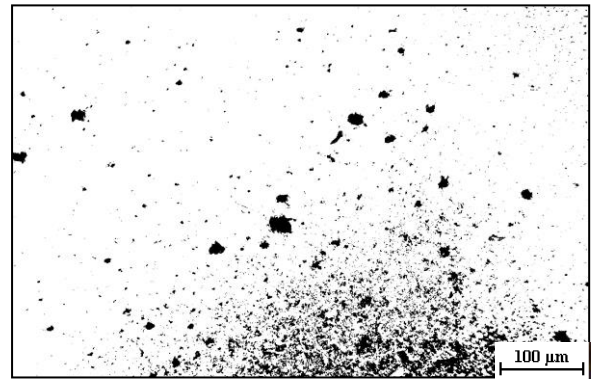
(Poudre irrégulière, t = 1h)



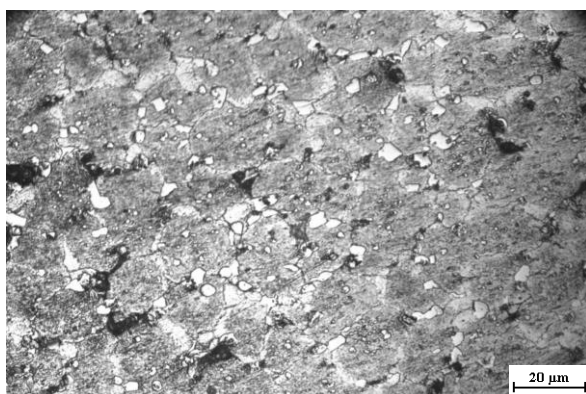
(Poudre sphérique, t = 1h)



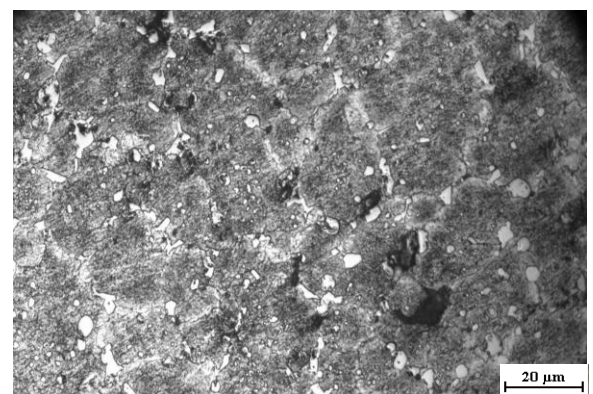
(Poudre irrégulière, t = 4h)



(Poudre sphérique, t = 4h)



(Poudre irrégulière, t = 4h)



(Poudre sphérique, t = 4h)

Figure 5. 16: Microstructures des échantillons frittés à 1250°C pendant différents temps en utilisant un vide primaire et poudres à formes différentes.

V. Cinétique de densification

Lors du frittage par procédé CAP de la poudre d'acier à outil T15, il a été observé que la densification et les développements microstructuraux sont interactifs, interdépendants et simultanés. La taille moyenne des grains augmente tandis que le taux de porosité diminue. Pendant les premiers stades de chauffage, comme le montre les Figures 5.2, 5.7, 5.11, 5.15 et 5.17, les tailles des grains augmentent très lentement. La raison est que durant cette étape, les cous inter-particulaires sont encore en formation et le taux de porosité est plus élevé. Cependant, lorsque le matériau en poudre atteint sa pleine densité et les obstacles de porosité sont supprimés, la croissance des grains commence immédiatement. La taille moyenne des grains commence à augmenter rapidement à environ 1,5 h de frittage et ce temps correspond exactement au temps nécessaire pour atteindre la densité totale ou porosité nulle comme le montre clairement la Figure 5.17. La Figure 5.18 montre les microstructures d'échantillons après frittage par procédé CAP à pleine densité.

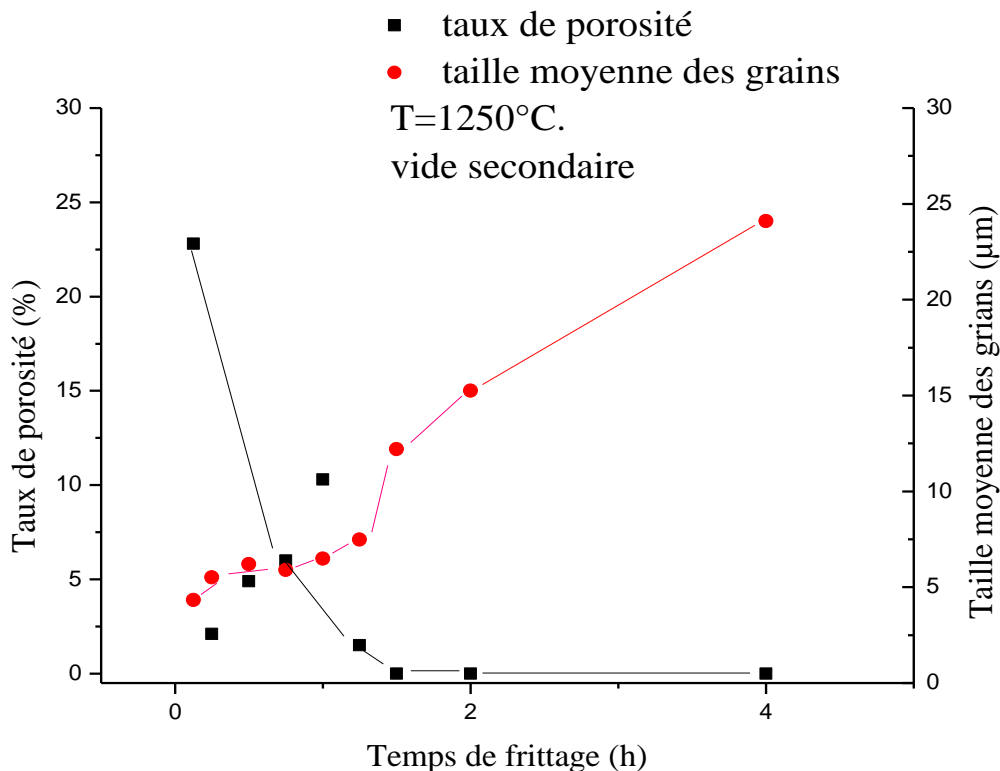
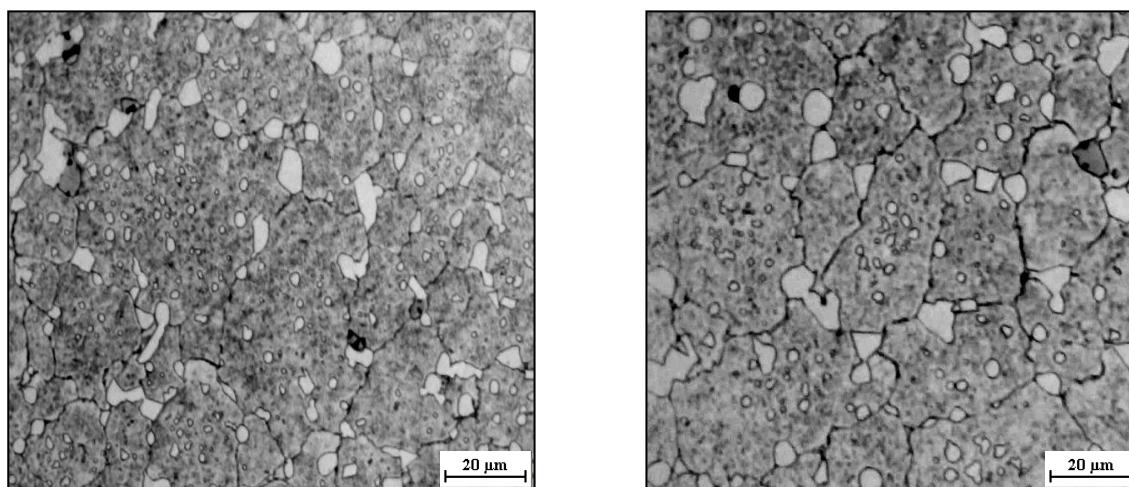


Figure 5. 17: Evolution interactive du taux de porosité et de la taille des grains en fonction du temps de la poudre d'acier à outil T15 fritté par procédé CAP.



Vide primaire, 6h

vide secondaire, 16h

Figure 5. 18: Micrographies optiques d'échantillons frittés à 1250°C.

Attaqués au Nital à 4%.

Conclusion

Les effets de la température, du temps de frittage, de la taille moyenne et la forme des particules de poudre ainsi que le niveau du vide sur la cinétique de frittage ont été mise en évidence. Il a été montré qu'à la température de 1250°C, la densité complète est atteinte après un frittage de 6h en utilisant un vide primaire et 1,5h en présence d'un vide secondaire. De plus, l'utilisation de poudres à particules fines permet l'augmentation de la vitesse de densification et conduit à une consolidation précoce. L'utilisation d'une poudre à forme irrégulière réduit la cinétique de frittage, mais permet l'obtention de grains fins. Le niveau de vide n'a presque pas d'incidence sur la structure finale avant la fermeture totale de la porosité.

Deuxième partie : Etude de la pénétration du verre

Introduction

Une des particularités du procédé CAP est la pénétration du verre entre les particules de la poudre. Les moules en verre utilisés sont fabriqués avec un verre borosilicaté, dit Pyrex ou Duran, dont la température de ramollissement est autour de 830°C. A la température de frittage, ce type de verre devient très fluide. En raison du vide à l'intérieur des bouteilles et de la faible densité de la poudre à l'état libre, le verre très fluide, est aspiré facilement par la poudre sous l'action des forces capillaires et de la pression appliquée. La Figure 5.19 montre une représentation schématique de la pénétration du verre. Il est intéressant de noter que la pénétration du verre dépend des paramètres de frittage, tels que la température, le temps de frittage, le niveau de vide et la taille moyenne ainsi que la forme des particules de la poudre. Ces paramètres déterminent la taille moyenne des pores qui sont remplis par le verre fondu. Dans ce qui suit, l'influence de ces variables de frittage sur la profondeur de pénétration du verre sera discutée.

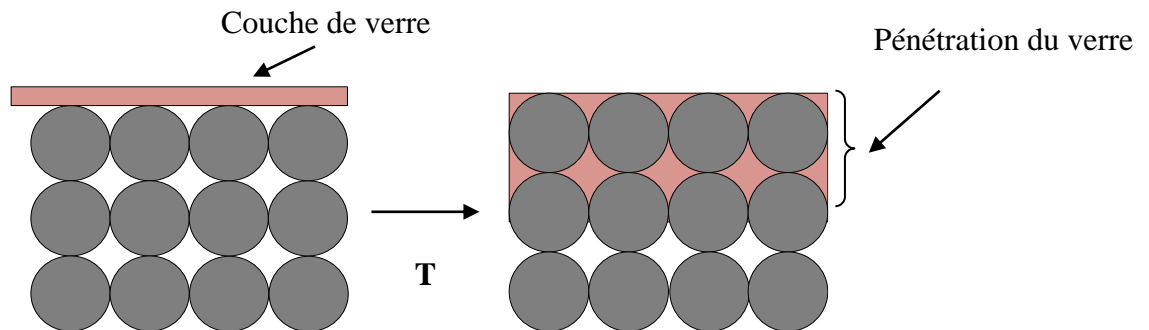


Figure 5. 19: illustration schématique de la pénétration du verre

I. Influence de la température du temps de frittage et du niveau de vide sur la pénétration du verre

L'effet du temps, de la température de frittage et le niveau du vide sur la pénétration du verre, est illustré dans les courbes des Figures 5.20 et 5.21. A partir de ces courbes et des

Résultats et discussions

courbes précédentes (Figures 5.8, 5.12 et 5.16), on peut facilement conclure que pendant le procédé CAP, il existe une compétition entre la vitesse de pénétration du verre et celle de la fermeture des pores particulièrement dans le cas du vide secondaire.

La Figure 5.20 montre la variation de la pénétration du verre en fonction de la température et de temps de frittage dans le cas d'un vide primaire. Une augmentation, quasi constante, de la pénétration du verre avec le temps et la température de frittage, a été observée. Plus la température est élevée, plus le verre est fluide et plus l'épaisseur de la couche du verre pénétré augmente. Pour une température constante, la pénétration du verre augmente également avec le temps de frittage. En fait, la pénétration du verre dépend fortement des conditions de frittage mais aussi des propriétés, notamment la viscosité, du verre choisi pour l'encapsulation.

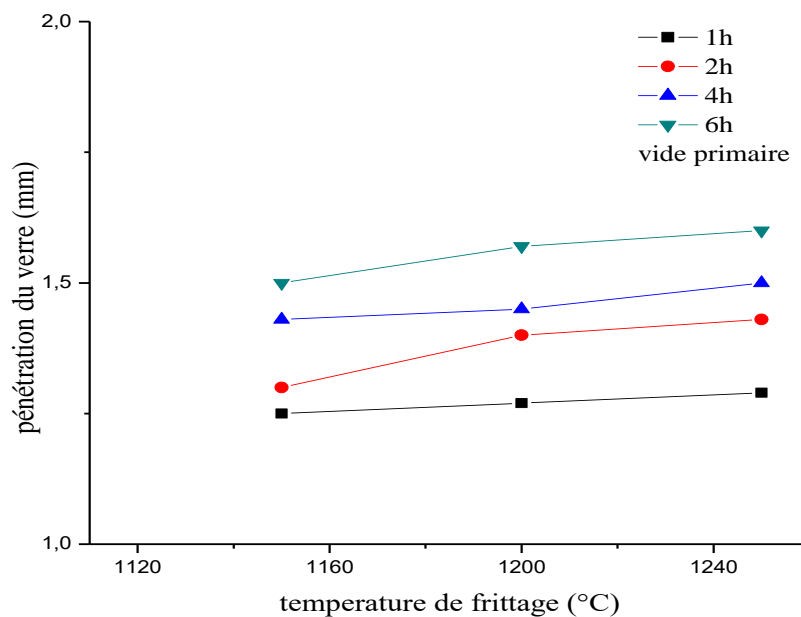


Figure 5. 20: Influence de la température et temps de frittage sur la pénétration du verre dans le cas d'un vide primaire.

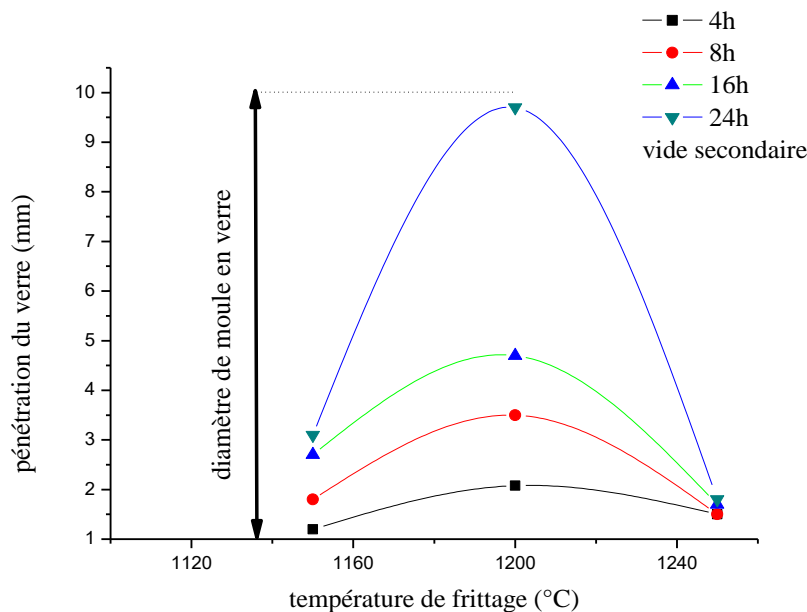


Figure 5. 21: Influence de la température et temps de frittage sur le pénétration du verre dans le cas d'un vide secondaire.

Dans cette étude, le verre choisi est du type pyrex ou duran qui est un verre borosilicaté dont la viscosité est obtenue à partir de travaux de recherches précédents [136 ; 137]. La Figure 5.22 montre la variation de la viscosité en fonction de la température. A partir de cette courbe, on peut conclure que pendant le frittage à différentes températures (1150°C, 1200°C et 1250°C), le verre devient de plus en plus fluide et il pénètre facilement à travers la structure poreuse sous l'effet des forces capillaires et de la pression atmosphérique appliquée.

Dans ces conditions de différentes températures et temps de frittage, avec un niveau de vide primaire, la vitesse de frittage est relativement lente en raison de la basse pression appliquée au produit à fritter comme expliqué précédemment. De ce fait, les pores sont toujours connectés et le réseau de porosité reste toujours connecté et continu. Par conséquent, le verre relativement fluide traverse, facilement, le matériau en poudre sans atteindre le centre de la capsule à cause de sa faible vitesse de progression.

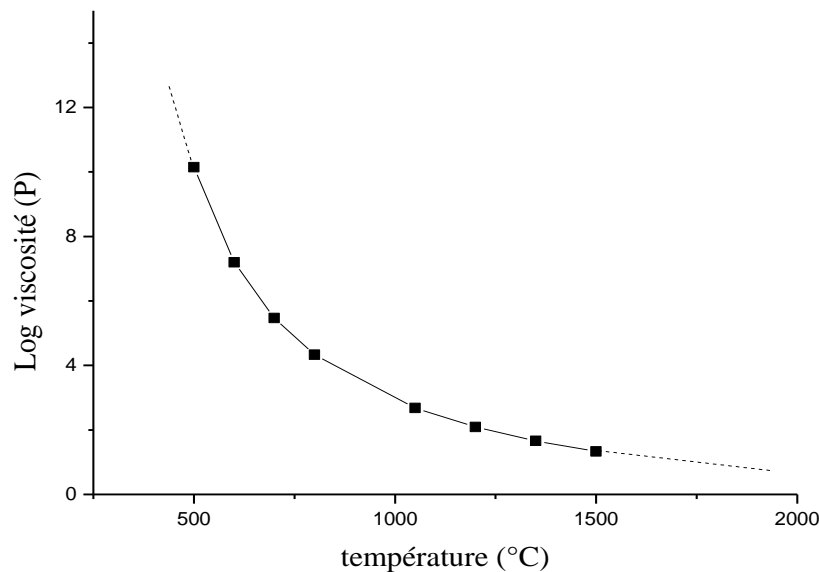


Figure 5. 22: Log(viscosité) en fonction de la température [136, 137].

Néanmoins, lors du frittage sous vide secondaire, comme le montre la Figure 5.21, la pénétration du verre se comporte de manière totalement différente. A 1150°C, la vitesse de densification est très lente, et la viscosité du verre est relativement élevée. Ce qui fait que, le taux de pénétration du verre est faible. L'épaisseur maximale de la couche de verre pénétré à cette température, est d'environ 3mm après un frittage pendant 24 heures. Quand on augmente la température à 1200°C, le taux de densification est encore trop lent et le réseau de porosité est ouvert et continu, mais la viscosité du verre est beaucoup plus basse. Par conséquent, en raison d'une pression négative très élevée à l'intérieur de la capsule, le verre très fluide est littéralement aspiré par le produit fritté et atteint facilement le centre de la capsule après 24h de frittage. A cette température, chaque particule est entourée par un film de verre. Ce phénomène doit être évité car pas utile pour le frittage de la poudre par le procédé CAP.

Les meilleures propriétés sont atteintes après un frittage, par procédé CAP, à 1250°C. A cette température, la vitesse densification est beaucoup plus rapide comparé aux conditions précédentes, bien que la viscosité du verre soit également très faible. Mais dans ce cas, la vitesse de fermeture des pores est beaucoup plus grande que la vitesse de la pénétration du verre. A ces conditions de température élevée et de basse pression négative à l'intérieur de la capsule, les pores sont rapidement refermés (surtout en surface proche du film de verre

hautement fluide) et leur réseau devient discontinu, ce qui empêche le verre fluide à pénétrer profondément dans le produit fritté. L'épaisseur maximale de pénétration du verre, dans ces conditions, est inférieure à 2mm, quel que soit le temps de frittage, comme le montre la Fig.5.21. Alors, à 1250°C, la vitesse de fermeture des pores est beaucoup plus grande que la vitesse de pénétration du verre, ce qui conduit à la formation d'un front de densification autour de l'échantillon, qui agit comme une enveloppe qui empêche le verre de se déplacer plus loin, pendant que le reste de la poudre atteint rapidement la densité complète.

II. Effet de la taille moyenne et forme des particules de poudre sur la pénétration du verre

La pénétration du verre est également fonction de la taille moyenne et forme des particules de poudre. Les Figures 5.23 et 5.24 montrent l'influence de ces paramètres sur la pénétration du verre. D'après la Figure 5.23, les trois courbes ont la même tendance et les poudres de forme sphérique ont le même comportement. La pénétration du verre augmente avec le temps de frittage. A un temps de frittage constant, l'épaisseur de la couche de verre pénétré augmente avec l'augmentation de la taille des particules qui déterminent également la taille des pores. Des tailles fines produisent des pores fins. D'où on peut dire que le débit de l'écoulement du verre à travers la colonne de poudre est fortement régit par la taille des pores qui elle dépend de la taille des particules. Etant donné que le verre possède une certaine viscosité et quel que soit sa température, donc on peut conclure qu'il y'a une taille critique du pore à travers lequel le verre ne peut pas s'écouler.

La Figure 5.24 montre l'évolution de la pénétration du verre en fonction de la forme des particules de poudre. Les deux poudres se comportent d'une manière similaire. La pénétration du verre augmente avec le temps de frittage.

Avec l'augmentation de temps de frittage, deux phénomènes physiques ont été mise en évidence, la pénétration du verre et la densification. En fait, ces deux phénomènes antagonistes dépendent de réseau de porosité. La pénétration du verre consiste en un remplissage des pores par le verre fluide, tandis que la densification se manifeste par une fermeture des pores.

Résultats et discussions

En présence d'une poudre à particules irrégulières, la pénétration du verre sera plus faible qu'en présence d'une poudre à particules sphériques. Cela est dû forcément au réseau de porosité et plus particulièrement à son état de surface. Ce dernier se présente sous une géométrie complexe dans le cas de la poudre à particules irrégulières. Les particules jouent le rôle d'obstacles devant l'écoulement du verre fluide.

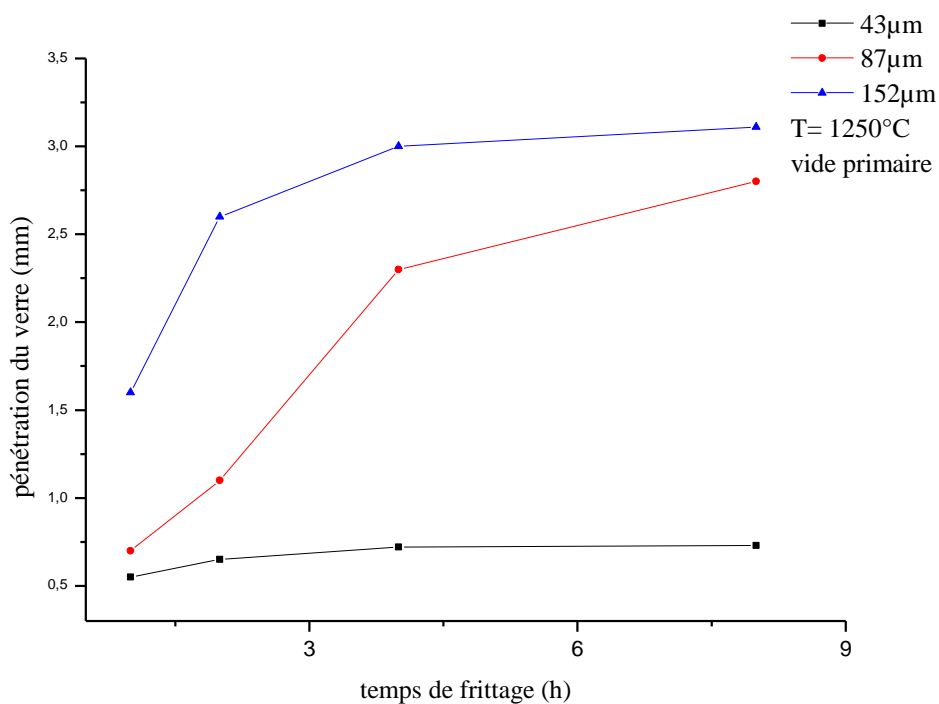


Figure 5. 23: Effet de la taille moyenne de particules de poudre et temps de frittage sur la pénétration du verre dans une poudre de forme sphérique

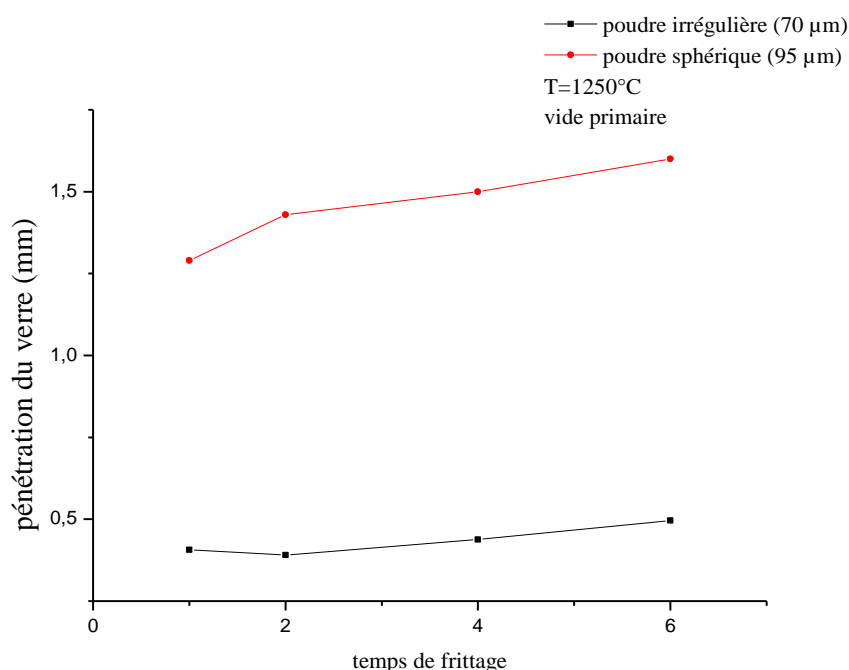


Figure 5. 24: Effet de la forme de particules de poudre et temps de frittage.

sur la pénétration du verre.

III. Estimation de la taille moyenne critique de particules de poudres pour éliminer la pénétration du verre

Vu que la pénétration du verre est un inconvénient majeur du procédé CAP, il faut alors chercher à trouver les conditions structurales optimales pour minimiser au maximum ou éliminer complètement la pénétration du verre. Comme il a été discuté précédemment, la pénétration du verre est contrôlée par plusieurs paramètres du procédé CAP, mais surtout par la taille des pores qu'ils traversent. Cette taille est fortement dépendante des conditions de frittage et notamment des caractéristiques de la poudre et plus spécialement de la taille moyenne de ses particules. Dans ce contexte, nous pensons qu'il existe un paramètre qu'on peut désigner par taille moyenne critique de porosité à travers lequel le verre fluide et visqueux ne passe pas. Sachant que la taille des pores dépend également de la taille des particules, on peut donc estimer la taille critique de porosité en traçant la dépendance de la pénétration du verre comme fonction de la taille moyenne des particules comme le montre la Figure 5.25. La courbe de cette figure est obtenue à 1250 °C pour 8 heures de frittage. La dépendance n'étant pas une droite parfaite, un travail d'ajustement pour obtenir une droite, a été fait. L'équation de cette droite est :

Résultats et discussions

$$Y = 36.89 X + 12.33$$

Avec :

- Y : la taille moyenne des particules de poudre et X : la pénétration du verre

D'après cette formule, on peut conclure que pour une pénétration du verre nulle, la taille moyenne critique des particules de poudre est de 12.33 μm . On peut constater également que la droite d'équation ci-dessus s'extrapole à 12.33 μm .

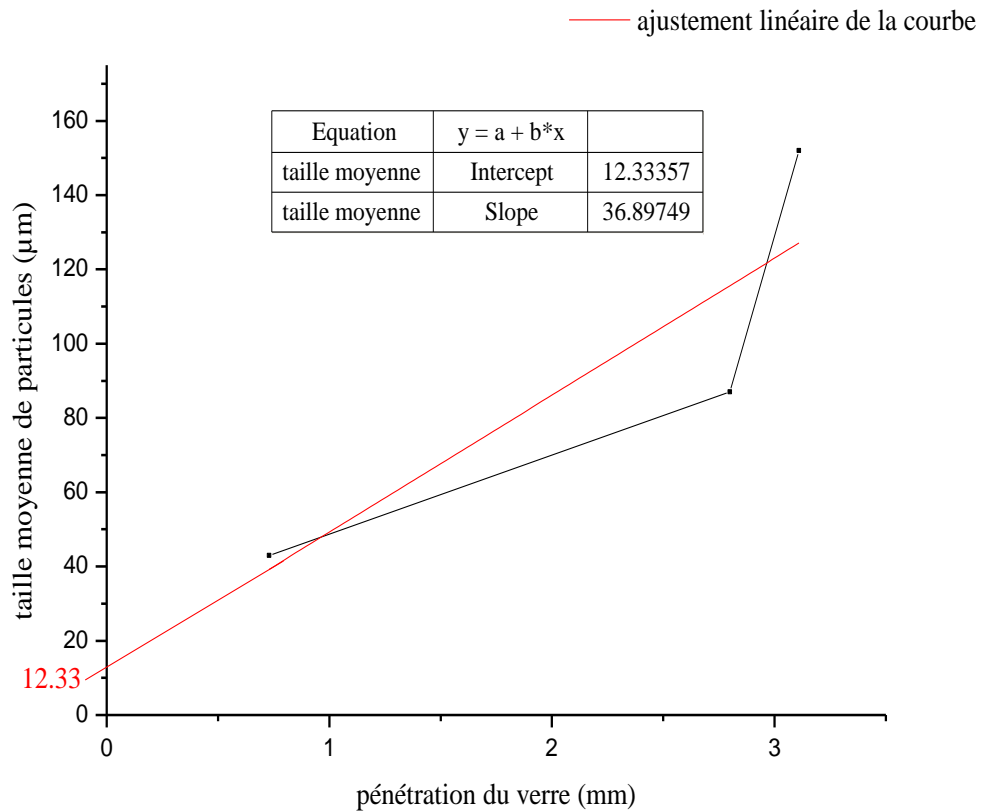


Figure 5. 25: Ajustement linéaire et extrapolation de la courbe taille moyenne de particules-pénétration du verre d'échantillons frittés à 1250°C pendant 8h.

IV. Evolution microstructurale de la pénétration du verre

La Figure 5.26 montre l'épaisseur de la couche de verre (couleur noire) pénétrant le produit fritté pendant le procédé CAP. Le verre liquide pénètre entre les particules de la

Résultats et discussions

poudre selon la direction de *la flèche blanche*. A l'intérieur de la couche de pénétration du verre, les particules de la poudre sont isolées par le verre fondu ce qui les empêchent de se densifier et leur permet de conserver leur forme sphérique qu'elles avaient avant le frittage. Cette couche de verre pourrait poser un problème dans certaines applications et, dans ce cas, elle devrait être éliminée par usinage ou meulage. Cependant, cette pénétration pourrait être un avantage aussi dans d'autres applications, en particulier si le produit fritté est destiné à être extrudé. Dans ce cas, sous l'action de la pression d'extrusion, le verre très fluide à la température de travail sera évacué des pores lors du pressage vertical de l'ébauche par le vérin de la presse d'extrusion. Par conséquent, le verre fondu séparant l'ébauche et les murs latéraux de la presse, agira comme un lubrifiant parfait qui permettra de réduire le coefficient de frottement, qui est le problème principal lors des opérations d'extrusion de matériau en acier à outils.

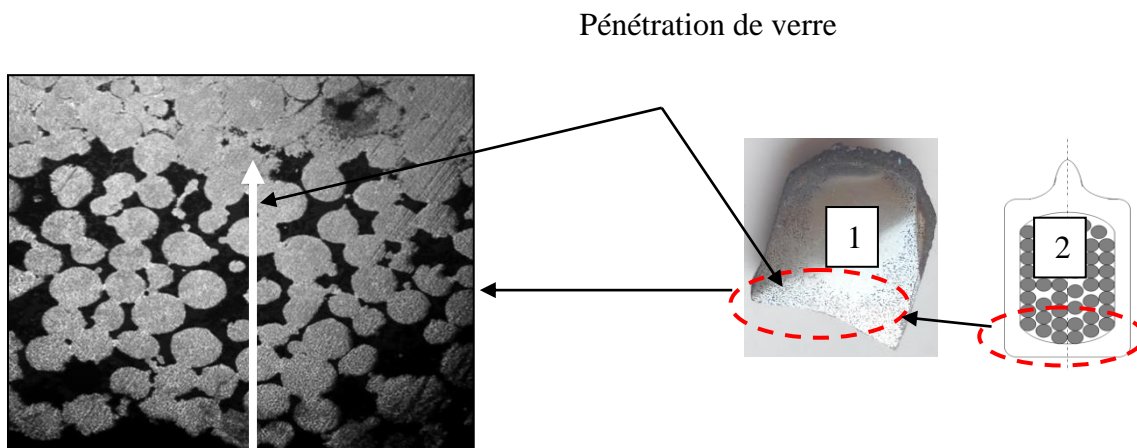


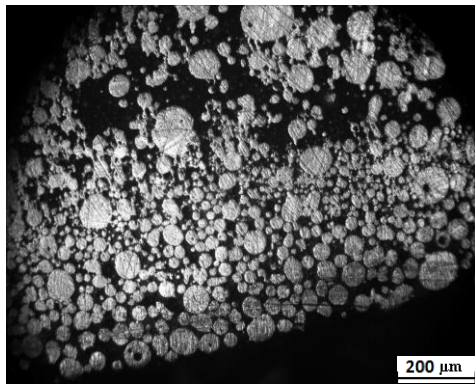
Figure 5. 26: Pénétration du verre dans la poudre de taille moyenne 152µm fritté par le procédé CAP.

1 : photo réelle de la pénétration du verre

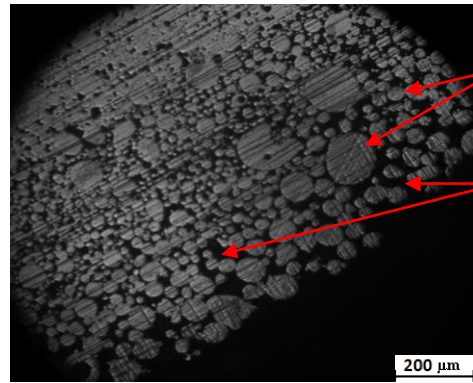
2 : illustration schématique de la pénétration du verre.

La pénétration du verre est une fonction de la température, du temps de frittage, de la taille moyenne des particules, de leur forme et du niveau de vide. Les microstructures représentées sur les Figure 5.27, montrent l'évolution de la pénétration du verre en fonction des conditions de frittage.

Résultats et discussions



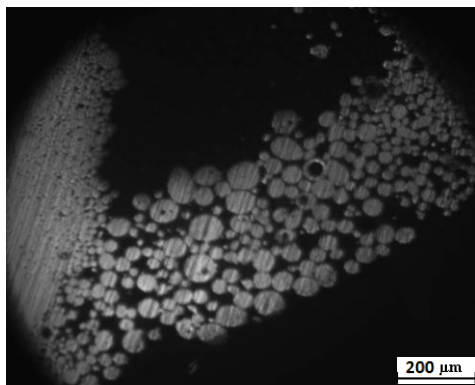
(T=1150°C, t=1h)



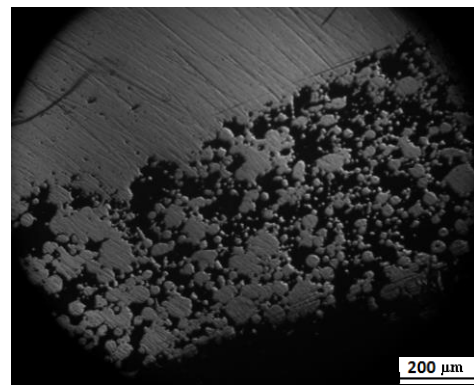
Particules de
poudre

Verre

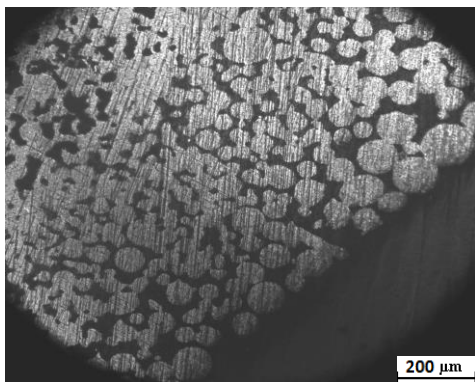
(T=1150°C, t=6h)



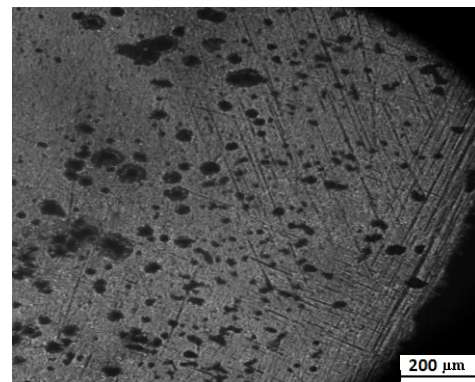
(T=1200°C, t=1h)



(T=1200°C, t=6h)

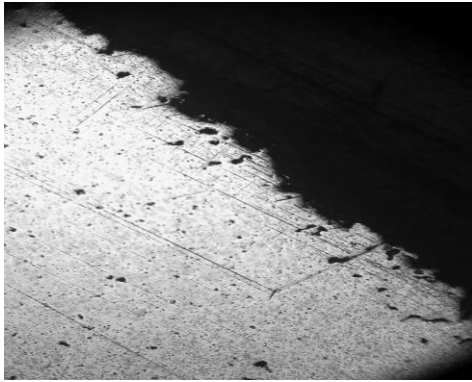


(T=1250°C, t=1h)

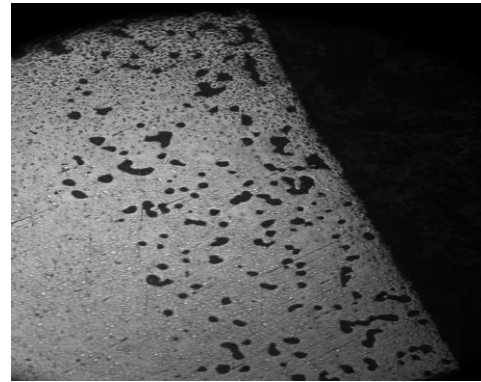


(T=1250°C, t=6h)

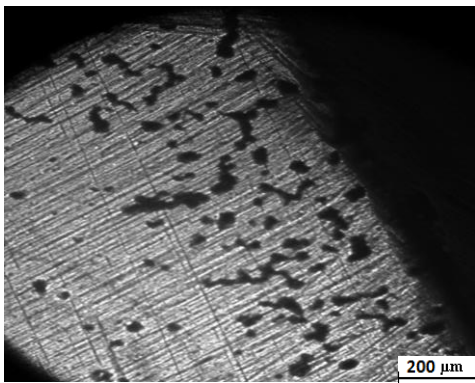
Figure 5. 27: Influence de la température et temps de frittage sur la pénétration du verre d'échantillons frittés sous vide primaire.



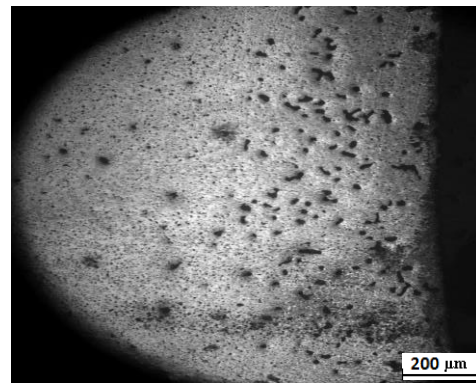
(D= 43μm, t=1h)



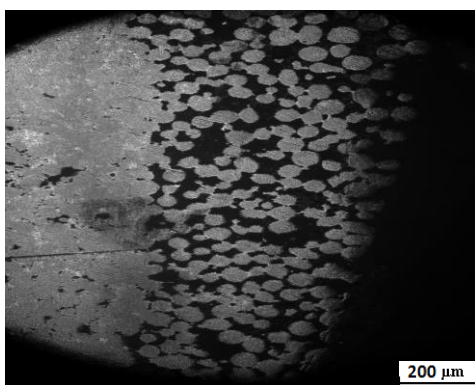
(D= 43μm, t=8h)



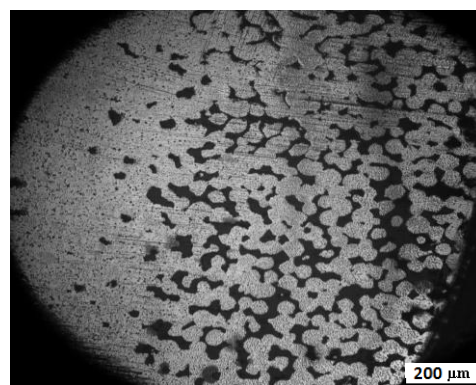
(D= 87μm, t=1h)



(D= 87μm, t=8h)

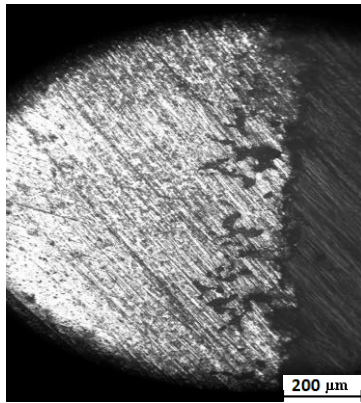


(D= 152μm, t=1h)

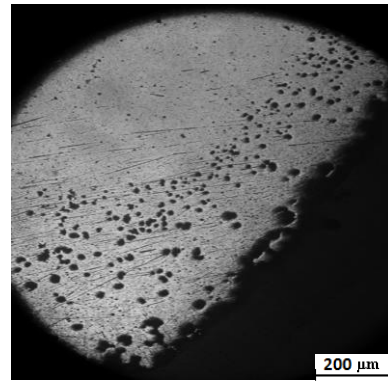


(D= 152μm, t=8h)

Figure 5. 28: Influence de la taille moyenne des particules de poudre sur la pénétration du verre d'échantillons frittés à 1250°C sous vide primaire.



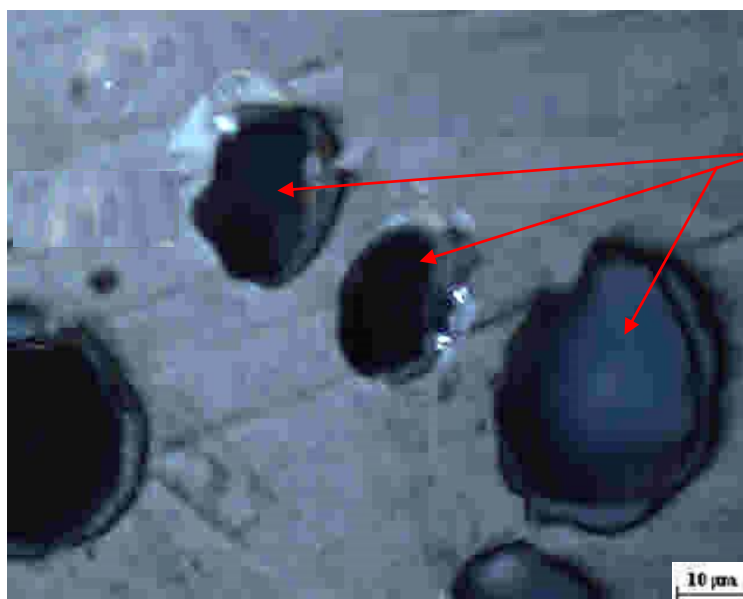
Poudre irrégulière



poudre sphérique

Figure 5. 29: Influence de la forme des particules de poudre sur la pénétration du verre d'échantillons frittés à 1250°C pendant 4h sous vide primaire.

Une amplification appropriée de la structure dans la couche de pénétration a permis d'observer les pores remplis de verre comme le montre la micrographie de la figure 5.30 ci-dessous.



Pore rempli en verre

Figure 5. 30: Microstructure de la couche de pénétration du verre, montrant les pores remplis en verre.

Conclusion

On peut conclure cette section en disant que la migration du verre dans la poudre est fortement contrôlée par les variables exogènes du procédé de frittage telles que : la température qui contrôle la viscosité, le temps qui contrôle l'épaisseur de la couche et la pression qui contrôle le taux de pénétration d'une part. D'autre part, la diffusion du verre dans la poudre dépend également des variables endogènes à la poudre : comme la nature de la poudre qui contrôle les conditions de mouillage, la taille de la poudre qui contrôle la taille des pores et la forme des particules qui peut avoir une influence importante sur l'angle de contact entre les phases de verre et de métal. De plus, le phénomène de la pénétration du verre est similaire à la cinétique d'infiltration et nécessite une étude séparée et approfondie.

Troisième partie : le dopage de la poudre par Y_2O_3

Introduction

On appelle dopage, l'introduction volontaire d'atomes étrangers dans un matériau. Cet ajout de dopants modifie de façon significative l'évolution microstructurale et la densification de la poudre au cours du frittage. Il est généralement utilisé dans le but d'améliorer les densités finales des matériaux frittés, tout en contrôlant la taille des grains. Il a pour but également l'amélioration des propriétés des matériaux en vue de leur adaptation aux applications bien spécifiques.

Il existe plusieurs possibilités pour l'introduction des dopants, parmi eux on cite :

- ❖ Un mélange par voie humide qui consiste à introduire le dopant (sous forme de sels ou oxyde) dans une suspension stable ;
- ❖ Un mélange par voie sèche. Dans ce cas, la poudre à doper est mélangée à une poudre du dopant sous forme d'oxyde ;
- ❖ Une méthode d'imprégnation. Le dopant est mis en solution puis ajouté très lentement au support. Le volume de solution utilisé correspond en général au volume de pores du support.

Localisation de dopants

Les dopants peuvent former une solution solide dans le grain ou aux joints de grains ou former un précipité.

➤ *Dopants en solution solide dans le grain en volume.*

Les atomes étrangers à la matrice s'introduisent dans le réseau cristallin pendant le frittage. Ils peuvent occuper deux types de sites : des sites normaux en substitution et des sites interstitiels. Ces défauts ponctuels dans le volume du grain vont influencer les coefficients de diffusion en volume.

➤ *Dopants ségrégués aux joints de grains lorsque la solubilité en volume est atteinte*

Résultats et discussions

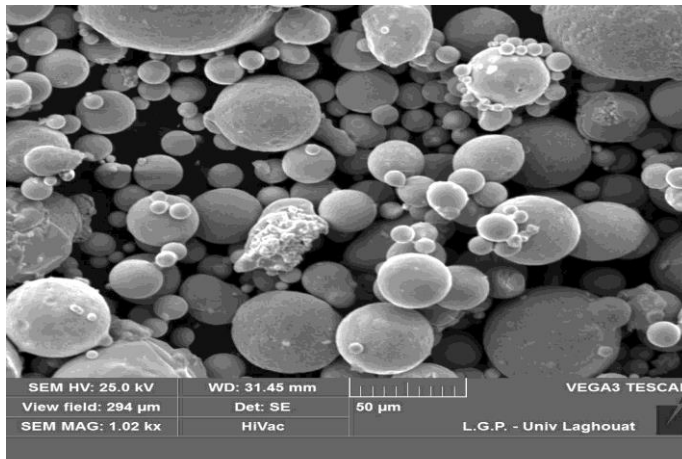
Le dopant ségrégué aux joints de grains est en solution solide. Des défauts sont créés et engendrent des modifications des coefficients de diffusion aux joints de grains.

➤ *Dopants sous forme de précipité*

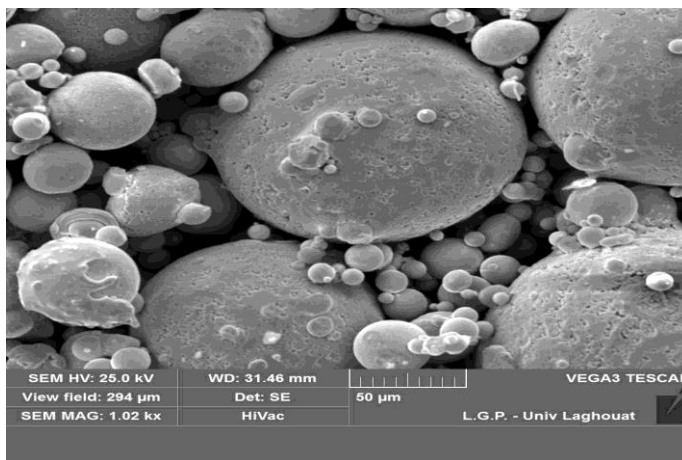
Lorsque le grain et les joints de grains ne peuvent plus accepter d'atomes étrangers, une seconde phase peut se former aux joints de grains ou aux points triples de grains de la structure. La présence de ces précipités modifie alors le mécanisme de frittage. La seconde phase peut provoquer une inhibition de la migration des joints de grains et limiter la croissance des grains. Les précipités peuvent également former une phase liquide. Dans ce cas, la vitesse de diffusion est augmentée et des courts circuits sont créés entre les chemins de diffusion.

Lors de la préparation des poudres, avant l'encapsulation, des éléments étrangers peuvent être ajoutés. Les éléments les plus utilisés sont les oxydes des terres rares. Un ajout de quelques centaines de ppm de ceux-ci peut suffire à modifier la densification et conduire à des matériaux présentant des microstructures très différentes, très fines, et donc des propriétés différentes notamment les propriétés mécaniques.

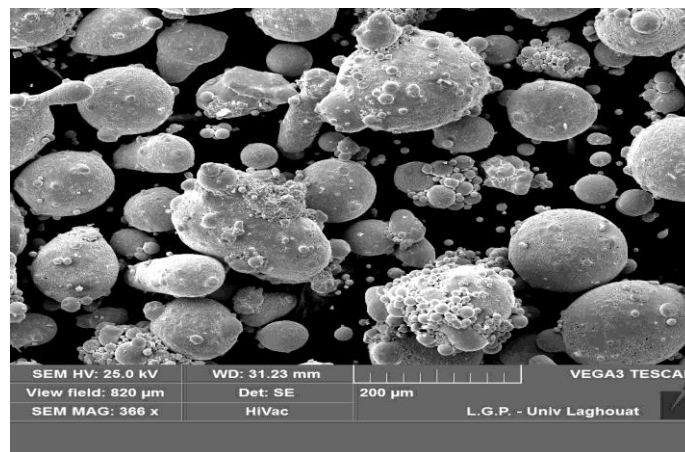
Dans cette étude, le protocole expérimental suivi lors du dopage de la poudre est bien expliqué dans le chapitre précédent. Les échantillons ont été élaborés à partir des mélanges de poudre sphérique d'acier à outil T15 avec de différentes fractions de l'oxyde d'Yttrium Y_2O_3 . La Figure 5.31 montre la distribution, avant le frittage, des particules du dopant dans la poudre d'acier à outil T15. Un schéma illustratif de la disposition des particules d'oxyde d'yttrium est représenté sur la Figure 5.32. Après la préparation des mélanges, un frittage sous vide primaire à 1250°C pendant 6h a été effectué. Puis les différents paramètres, taux de porosité, taille moyenne de grains et les microstructures obtenues, seront discutés.



Teneur en $Y_2O_3 = 0.01\%$



Teneur en $Y_2O_3 = 0.05\%$



Teneur en $Y_2O_3 = 0.1\%$

Figure 5. 31: Micrographies obtenues par MEB des poudres dopées par différentes

teneurs en Y_2O_3 .

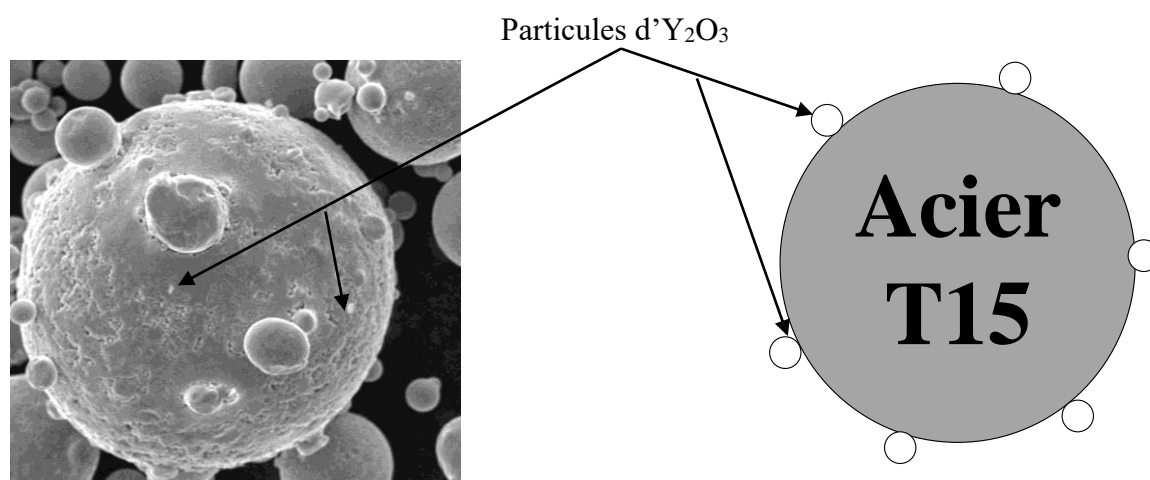


Figure 5. 32: Représentation schématique de la dispersion d' Y_2O_3 dans la poudre d'acier T15.

I. Effet du dopage sur la cinétique de densification

La dispersion des oxydes réduit la vitesse de la croissance des grains lors du frittage en épinglant les limites des grains. L'influence des différents éléments dispersoïdes a été étudiée, depuis des décennies, sur la cinétique de frittage et également sur le comportement mécanique des alliages. Dans cette étude, l'effet de l'ajout de quelques petites quantités d' Y_2O_3 sur le comportement mécaniques des aciers à outils de type T15 élaborés par procédé CAP a été étudié, pour déterminer l'effet de l'ajout d' Y_2O_3 sur la cinétique de densification. Neufs mélanges ont été préparés dont la composition est donnée dans le tableau.5.1. Ces différents mélanges ont été préparés dans le but de déterminer l'influence du dopage sur le taux de porosité et la taille moyenne des grains. Les Figures 5.33 et 5.34 montrent l'influence de la teneur en Y_2O_3 sur le taux de porosité et la taille moyenne des grains respectivement. D'après la Figure 5.33, le taux de porosité diminue de 0.02 à 0.01% quand la fraction d' Y_2O_3 augmente de 0 à 0.05%, mais à partir de 0.05% d' Y_2O_3 , le taux de porosité augmente jusqu'à 1.18% pour une teneur de 0.1% en Y_2O_3 .

Résultats et discussions

L'augmentation du taux de porosité peut être expliquée par le fait que l'excès en Y_2O_3 empêche la diffusion entre les particules de poudre ce qui conduit au ralentissement de la densification. Comme tout oxyde, la température de fusion et de diffusion de l' Y_2O_3 est très haute, ce qui l'empêche de se dissoudre dans la matrice austénitique de l'acier à outil T15 à haute température. Les particules de cet oxyde restent donc accrochées sur le dos des particules d'acier T15 empêchant la diffusion surfacique inter-particules ainsi que les mouvements des joints de grains surtout au-delà de 0.05%. On constate donc qu'au-delà de 0.05% l'oxyde d'yttrium est néfaste pour la diffusion mais bénéfique pour l'affinement des grains.

La Figure 5.34 montre l'évolution de la taille moyenne des grains en fonction de la teneur en Y_2O_3 . La taille moyenne des grains diminue avec l'augmentation de la fraction d' Y_2O_3 . Cela est dû au fait que la formation de la phase secondaire, intermétallique, riche en Y_2O_3 peut être générée. Ces composés intermétalliques vont se disperser dans la matrice du produit fritté et se localiser dans les joints de grains. Par conséquent, ces phases secondaires jouent un rôle important dans l'affinement des grains. Il est à noter que la température de fusion de l'oxyde Y_2O_3 qui est de l'ordre de $2400^\circ C$, elle est plus élevée que celle de l'acier à outil T15 qui est d'environ $1300^\circ C$. Il a également une densité plus faible que celle de l'acier T15. Donc, lors de la densification, les particules d'oxyde peuvent s'isoler et se disperser dans la matrice en limitant la croissance des grains. Ce qui produit un acier fritté à structure fine. Si le taux du dopant augmente au-delà de la fraction critique de 0.05%, le nombre d'obstacles au mouvement des joints de grains va augmenter, donc le grossissement des grains sera de plus en plus faible.

Pour une teneur en Y_2O_3 supérieur à 0.05%, la fraction de la seconde phase peut être suffisante pour inhiber la croissance des grains et empêcher la fermeture des pores. Ce qui fait, que le taux de porosité devient de plus en plus important.

tableau.5. 1: La composition des échantillons dopés.

N°d'échantillon	1	2	3	4	5	6	7	8	9
% d' Y_2O_3	0	0.01	0.02	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.1

Les microstructures des échantillons obtenus après dopage sont représentées sur les Figures 5.35, 5.36 et 5.37.

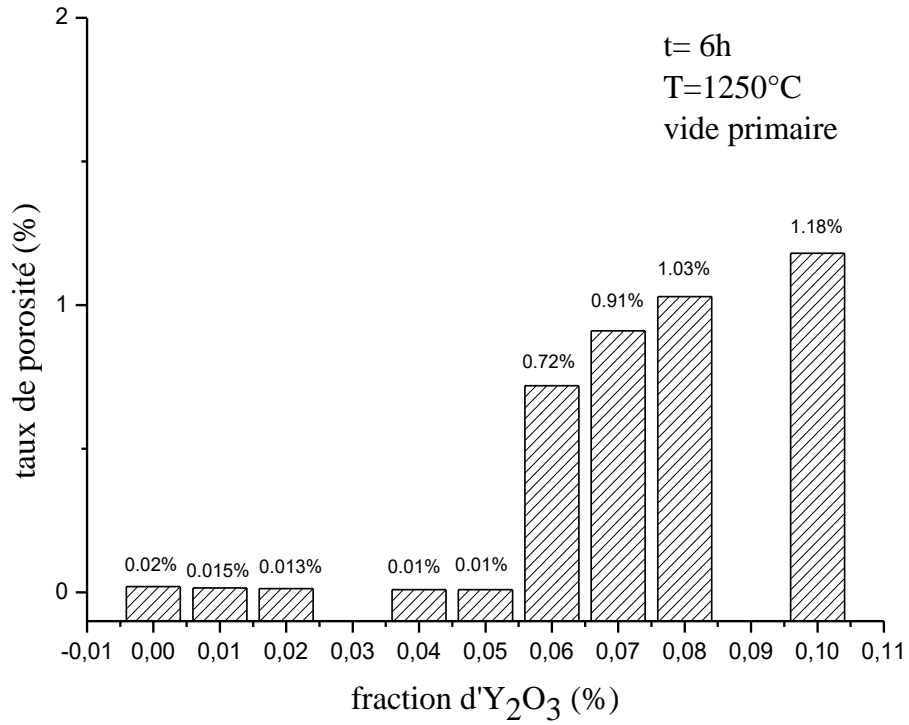


Figure 5. 33: Effet du dopage par Y_2O_3 sur le taux de porosité d'échantillons frittés, sous vide primaire, à $1250^\circ C$ pendant 6h.

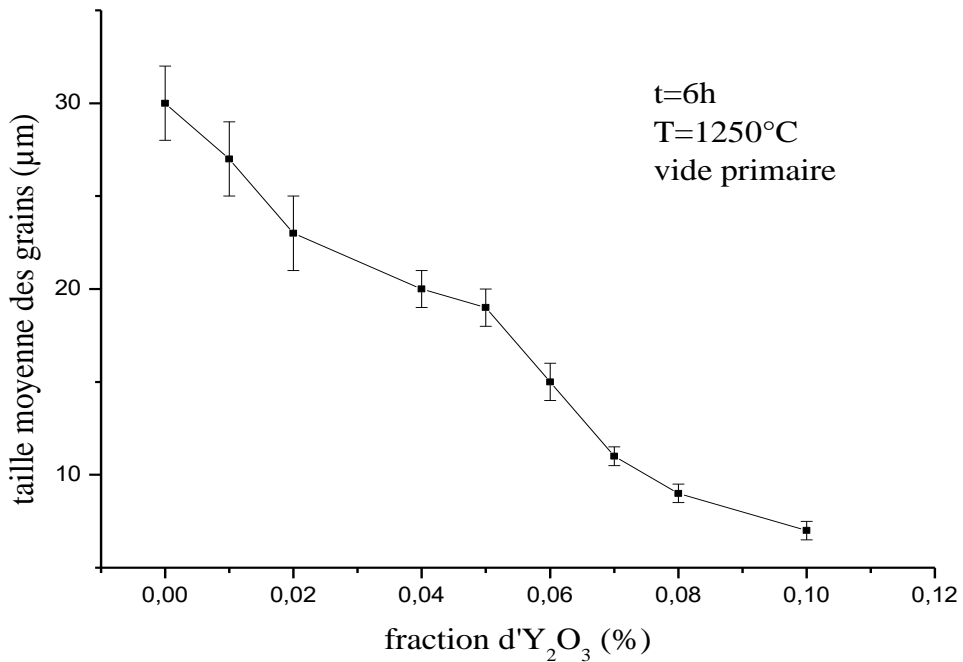


Figure 5. 34: Effet du dopage par Y_2O_3 sur l'affinement des grains d'échantillons frittés, sous vide primaire, à $1250^\circ C$ pendant 6h.



T= 1250°C

Vide primaire

t= 6h

0.01% d'Y₂O₃

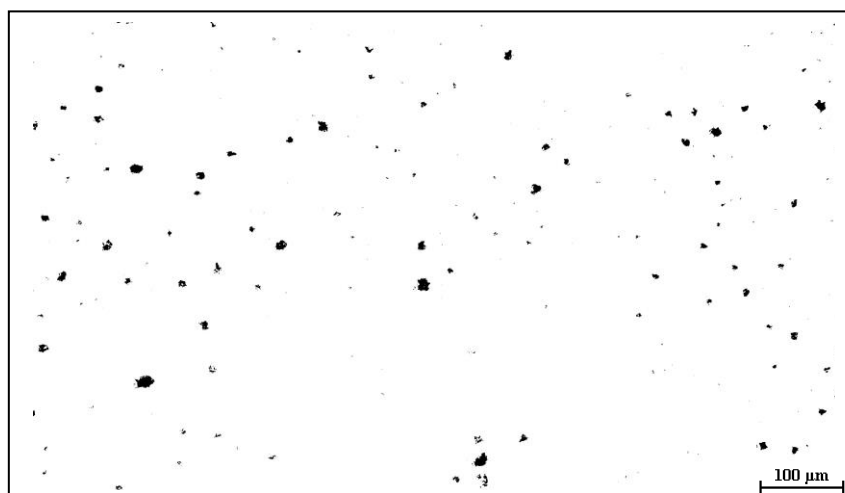


T= 1250°C

Vide primaire

t= 6h

0.05% d'Y₂O₃



T= 1250°C

Vide primaire

t= 6h

0.1% d'Y₂O₃

Figure 5. 35: Microstructures traitées par imageJ du taux de porosité en fonction de la teneur en Y₂O₃ d'échantillons frittés à 1250°C sous vide primaire pendant 6h.

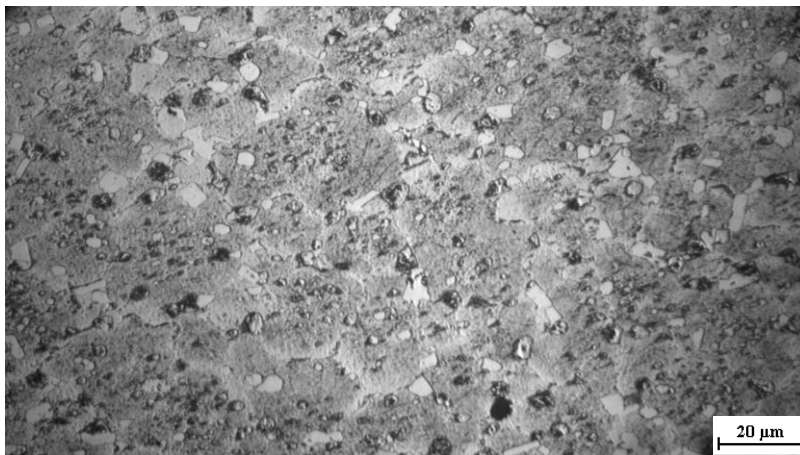


T= 1250°C

Vide primaire

t= 6h

0.01% d'Y₂O₃

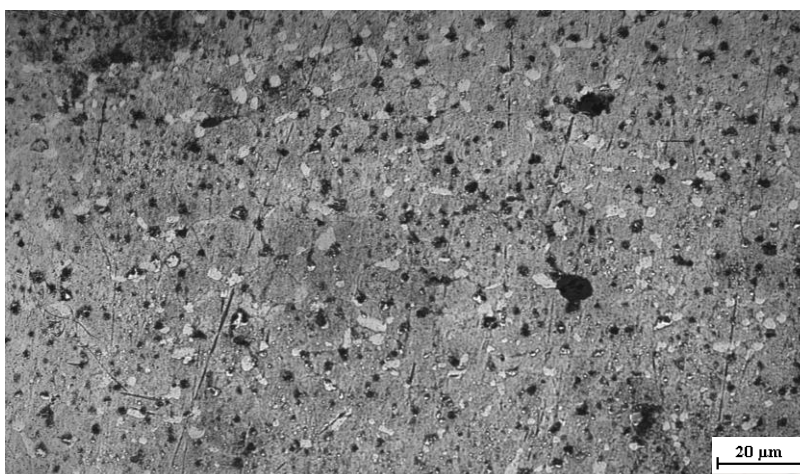


T= 1250°C

Vide primaire

t= 6h

0.05% d'Y₂O₃



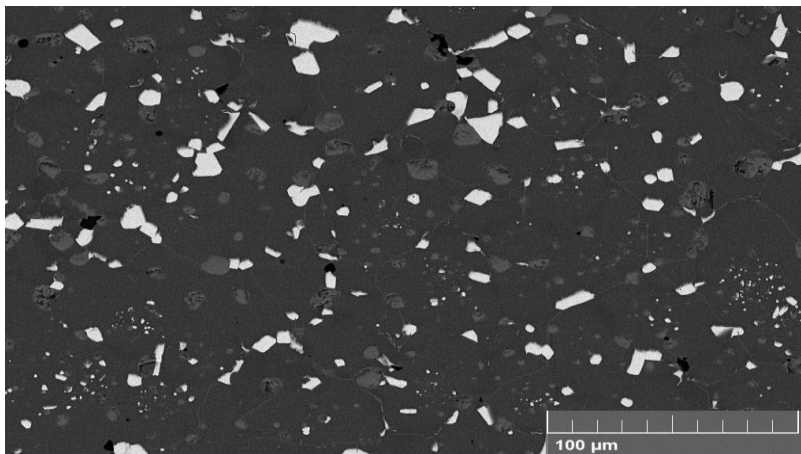
T= 1250°C

Vide primaire

t= 6h

0.1% d'Y₂O₃

Figure 5. 36: Micrographies optique d'échantillons dopés par différentes teneur en Y₂O₃, frittés à 1250°C sous vide primaire pendant 6h.

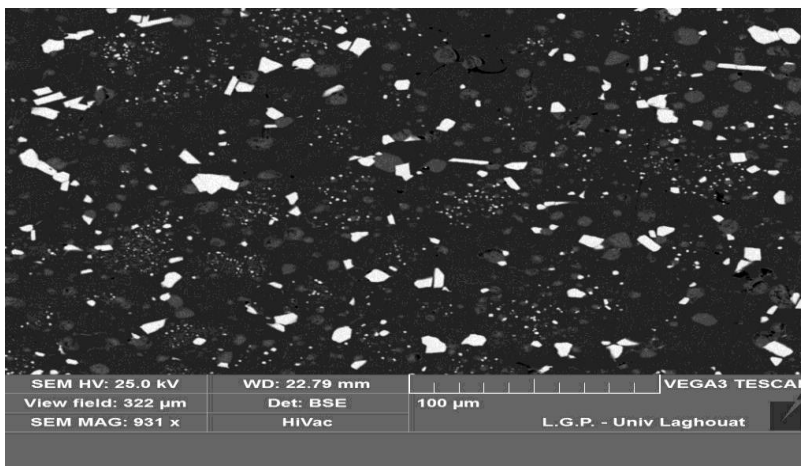


T= 1250°C

Vide primaire

t= 6h

0% d'Y₂O₃

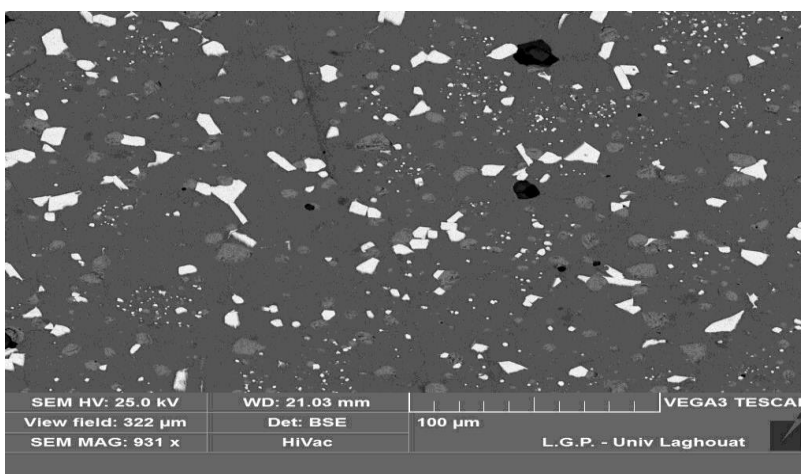


T= 1250°C

Vide primaire

t= 6h

0.05% d'Y₂O₃



T= 1250°C

Vide primaire

t= 6h

0.1% d'Y₂O₃

Figure 5. 37: Micrographies obtenues par MEB d'échantillons dopés par différentes teneur en Y₂O₃, frittés à 1250°C sous vide primaire pendant 6h.

Conclusion

Le choix des dopants dans un produit joue un rôle déterminant sur la microstructure des pièces frittées et donc sur leurs propriétés notamment mécaniques. Il est à noter que plusieurs recherches scientifiques ont été faites notamment sur le dopage des céramiques par des oxydes de terres rares. Il a été conclu que le dopage généralement accélère la densification de ces céramiques et diminue la température de frittage, ce qui n'est pas le cas d'après les résultats obtenus dans cette étude (le cas des aciers rapides).

Au cours de ce travail, l'oxyde Y_2O_3 est utilisé pour le dopage dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques des aciers à outils. Les résultats obtenus ont montré que l'ajout d' Y_2O_3 est néfaste pour la consolidation par procédé CAP des aciers à outils car il empêche la densification au-delà de 0.05%. Aussi, les propriétés mécaniques ne sont pas fortement améliorées bien que la structure des grains est fortement affinée.

Quatrième partie : propriétés mécaniques

Introduction

Le comportement mécanique des matériaux obtenus depuis les poudres dépend fortement des états microstructuraux qui sont liés aux conditions de frittage et à la composition chimique du matériau. Il est à noter que les aciers à outil contiennent des éléments qui favorisent la formation de carbures. Ces carbures sont les constituants responsables de propriétés mécaniques élevées.

Les propriétés mécaniques discutées dans cette étude sont la dureté et le comportement tribologique des aciers à outils de type T15 élaborés par procédé CAP.

I. Les carbures présents dans les échantillons obtenus

Les microstructures illustrées dans les Figures 5.38 et 5.39 montrent la dispersion des différents carbures dans une matrice martensitique. Elle est caractérisée par la croissance des grains accompagnée par la croissance de certains carbures en particulier aux points triples des joints de grains avec un temps et une température de frittage croissants. Les différentes phases présentes dans la structure ont été identifiées par DRX et EDS. Deux types de carbures sont distingués conformément à leur morphologie et leur taille. Nous distinguons, des petits carbures arrondis de couleur noire et des gros carbures irréguliers de couleur blanche. Les particules noires et blanches ont été identifiées comme étant des carbures riches en tungstène (M_6C) et riches en vanadium (MC) respectivement comme le montre l'analyse par EDS.

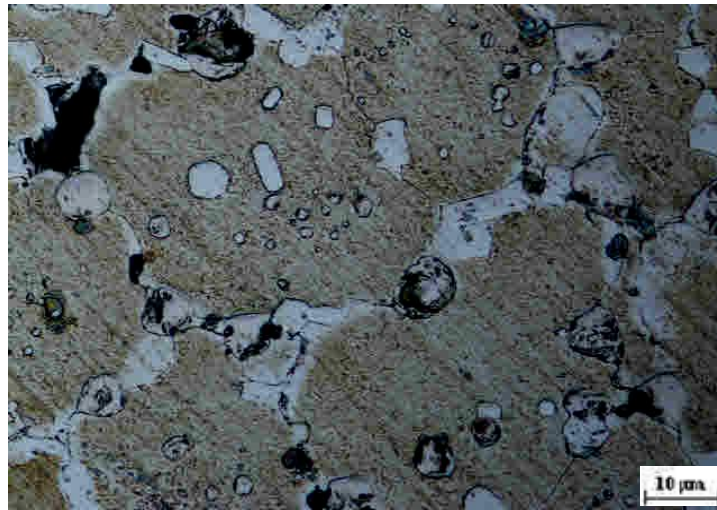


Figure 5. 38: Micrographie optique de l'échantillon fritté à 1250°C pendant 6h par vide primaire, X1500.

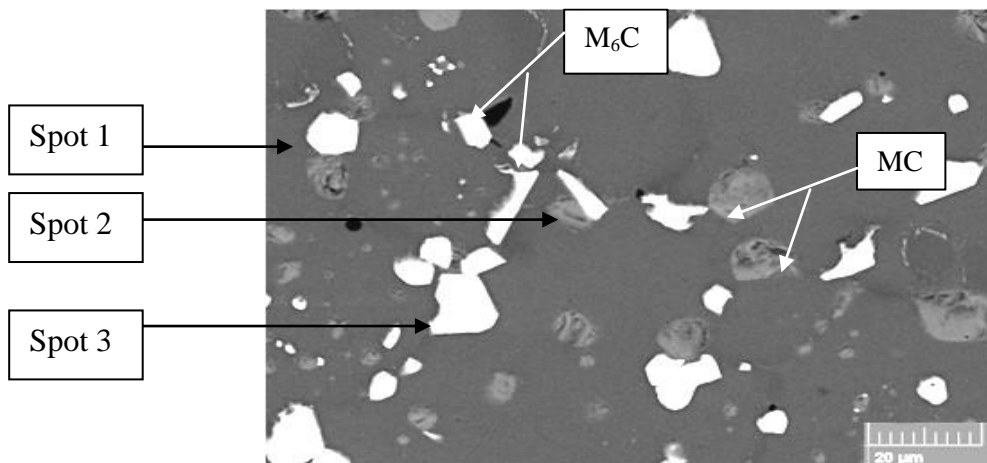


Figure 5. 39: Micrographie par MEB de l'échantillon fritté à 1250°C pendant 6h par vide primaire.

Les résultats obtenus de l'analyse par EDS sont représentés par les spectres donnés sur la Figure 5.40. Les compositions chimiques des différentes phases sont regroupées dans le tableau.5.2.

Résultats et discussions

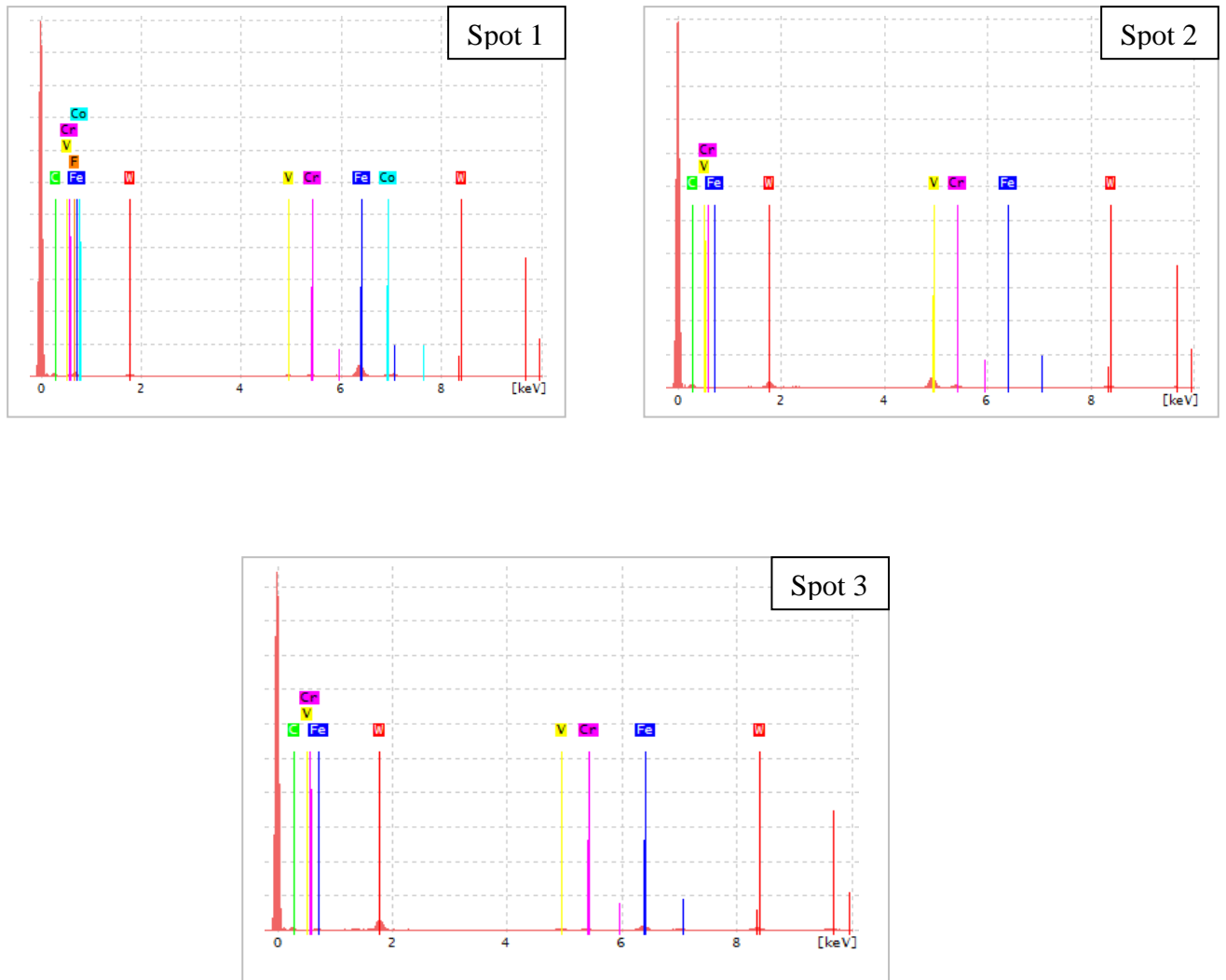


Figure 5. 40: Résultats de l'EDS des différentes phases d'un échantillon fritté à 1250°C sous vide primaire, pendant 6h.

Tableau.5. 2: la composition chimique obtenue par EDS des différents carbures.

Phases	W (m[%])	C (m [%])	Fe (m[%])	V (m [%])	Cr (m [%])
M ₆ C	42.0	38.5	13.9A	3.2	2.5
MC	18.0	42.1	1.3	35.5	3.1

Il est à noter que ces résultats sont similaires aux résultats obtenus par d'anciens travaux [138-141]. Par conséquent, ces carbures sont les principales phases qui se précipitent dans les aciers à outils de type T15 et qui déterminent les propriétés mécaniques de ce type d'acier.

II. La dureté

La dureté des échantillons élaborés, dans cette étude, est influencée par les différentes conditions de consolidation. Dans ce qui suit, l'effet des différentes variables de frittage sur les niveaux de dureté des échantillons sera discuté.

1. Effet du temps de frittage et niveau de vide

La dureté des échantillons frittés à 1250°C sous vide primaire et secondaire pendant différents temps est représentée sur la Figure 5.41. D'après cette figure, on peut conclure que la dureté dépend fortement des conditions de frittage et suit la même allure que la densité. Par conséquent, la dureté élevée est observée sur les échantillons les plus denses. Cela est dû au fait que l'augmentation du temps de frittage entraîne la formation de plus en plus de ponts entre les particules conduisant finalement à la fermeture des pores et le renforcement du matériau. À la mesure que la densité augmente, le réseau de joints des grains augmente et la probabilité de précipitation des carbures durant le refroidissement et leur fraction augmentent aussi. Il a été observé que les joints de grain et les points triples sont les sites préférentiels de la précipitation des carbures. Ces carbures et leur distribution uniforme dans la matrice austénitique combinée à des grains fins augmentent la dureté des aciers à outils. La baisse de dureté observée dans les différentes courbes de la Figure 5.41 est due à la croissance des grains et de certains carbures particulièrement aux points triples des joints de grain. Les valeurs de dureté les plus élevées (environ 800Hv) sont atteintes dans les échantillons consolidés en utilisant le vide primaire. Ceci est dû aux faibles vitesses de fermeture des pores d'une part et à la petite taille des grains et à la fraction des carbures fins à l'intérieur des grains d'autre part.

Au cours du frittage par procédé CAP, le développement microstructural montre que la fraction des carbures fins dans les grains augmente avec l'augmentation du temps de frittage. En conséquence, la matrice devient très dure et la dureté atteint les plus hautes valeurs. La fraction volumique des carbures est plus élevée dans les échantillons consolidés en utilisant un vide primaire comparés à ceux consolidé sous vide secondaire, d'où la différence de valeurs de dureté entre les deux conditions de frittage. Au cours du frittage sous vide primaire, la consolidation est lente mais les tailles des grains et des carbures sont petites à cause de la présence des pores qui empêchent la croissance des grains et des carbures conduisant à des valeurs plus élevée de dureté observé sur la Figure 5.41. Tandis que dans le

Résultats et discussions

cas du frittage sous vide secondaire, la densification est rapide ce qui permet la croissance et la coalescence des grains et des carbures d'où les faibles valeurs de dureté observées. Il est important de noter que les valeurs les plus élevées sont obtenues avant que la densité totale soit atteinte. Une fois que la densité totale est atteinte, les tailles des grains et des carbures commencent immédiatement à croître et la dureté commence à baisser. Par conséquent, il est important de conclure que pendant le frittage par procédé CAP, le matériau fritté ne doit pas être laissé plus de temps au-delà du temps nécessaire pour atteindre la densité totale.

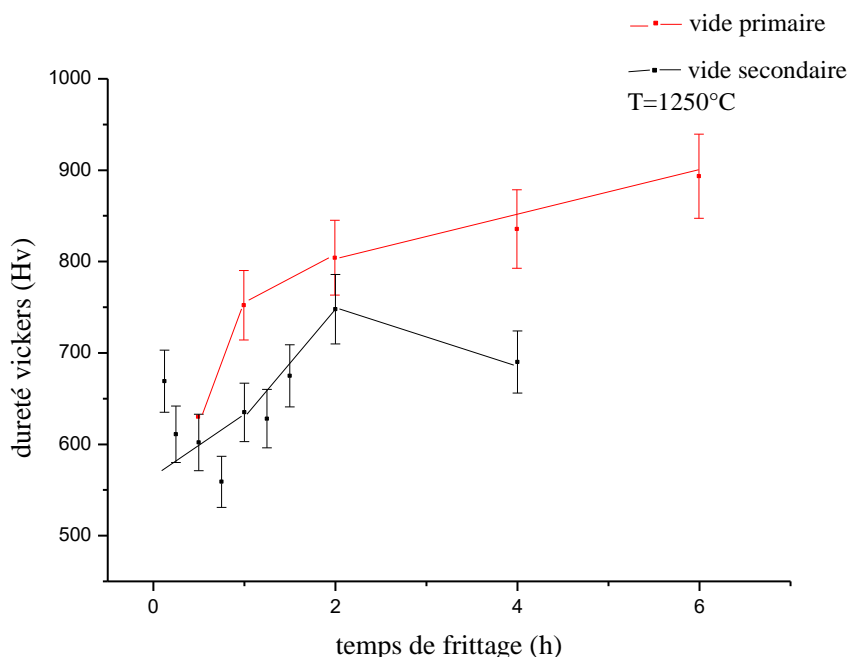


Figure 5. 41: Variation de la dureté Hv1 en fonction du temps de frittage et le niveau de vide des échantillons frittés à 1250°C.

La fraction et la taille des carbures varient d'un acier à un autre et également la taille moyenne des grains. La Figure 5.42 montre l'évolution de la fraction de carbures en fonction de la taille moyenne des grains des échantillons frittés à 1250°C sous vide secondaire. D'après cette figure, on peut conclure que la croissance des grains est également fonction de la fraction volumique de carbures. Le volume le plus élevé est observé aux joints de grains et aux points triples dans les échantillons ayant une microstructure fine. Par conséquent, la

fraction élevée de carbures se présente dans les échantillons les plus denses et de microstructures fines, c'est-à-dire juste au moment de la fermeture des derniers pores. Passé ce moment, une croissance rapide des grains prend place ainsi qu'une chute drastique de la fraction des carbures qui précipitent sur les joints de grains, ce qui provoque une baisse importante du niveau de dureté. C'est ce qui explique les valeurs de dureté dans la Figure 5.41. On observe également, dans la Figure 5.42, que la fraction des carbures est faible dans des microstructures grossières. Donc, on peut également conclure que la diffusion aux joints de grains favorise le grossissement des carbures qui agissent comme un obstacle à la croissance des grains.

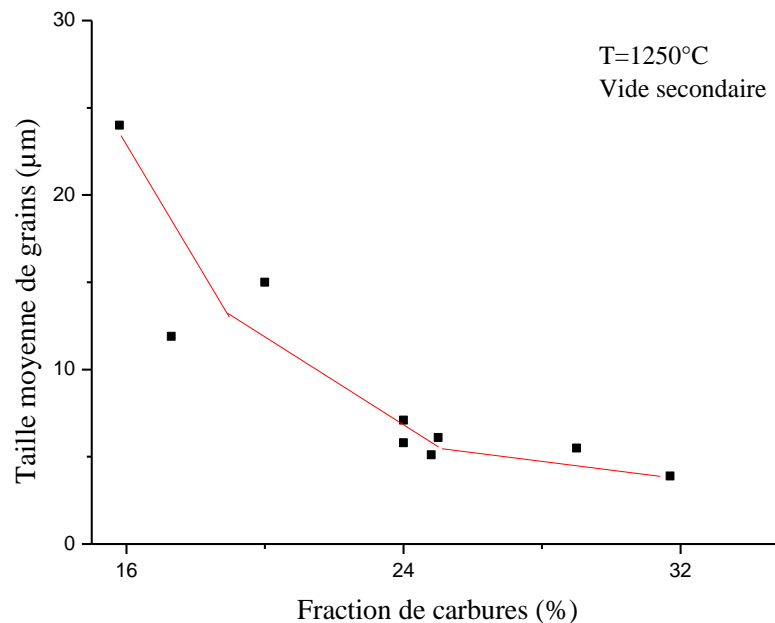


Figure 5. 42: Evolution de la fraction de carbures en fonction de la taille moyenne des grains.

2. Effet de la taille moyenne des particules

La dureté est également fonction de la taille moyenne des particules de poudre. La Figure 5.43 montre l'effet de la granulométrie des poudres sur les niveaux de dureté. Il est important à noter que les courbes de dureté évoluent de la même manière que la densification. Plus la taille des particules est élevée plus la dureté est faible et inversement. La petite taille

Résultats et discussions

moyenne de particules de poudre conduit à une structure fine des produits frittés conduisant à des niveaux de dureté plus élevés. Mais comme expliqué précédemment, tout frittage au-delà du temps nécessaire pour obtenir la densité totale rend la dureté de plus en plus faible comme le montre clairement la Figure 5.43. La taille, la forme et la distribution des carbures varient considérablement avec la granulométrie de poudre et le temps de frittage.

Les plus hauts niveaux de dureté sont toujours observés dans les échantillons les plus denses. A un temps de frittage constant, les échantillons élaborés depuis une poudre de taille fine de $43\mu\text{m}$ présentent des duretés élevées comparativement aux autres poudres de tailles 87 et $152\mu\text{m}$. par conséquent, la dureté augmente avec la diminution de la taille moyenne des particules de poudre. On peut donc conclure que les poudres fines conduisent à des microstructures fines. Sachant que les sites préférentiels de précipitation des carbures sont les joints de grains, on comprend donc qu'une densité importante de joints de grains conduit à une importante fraction de carbure. La combinaison d'une microstructure fine avec une grande fraction de carbure conduit automatiquement aux valeurs de duretés les plus élevées.

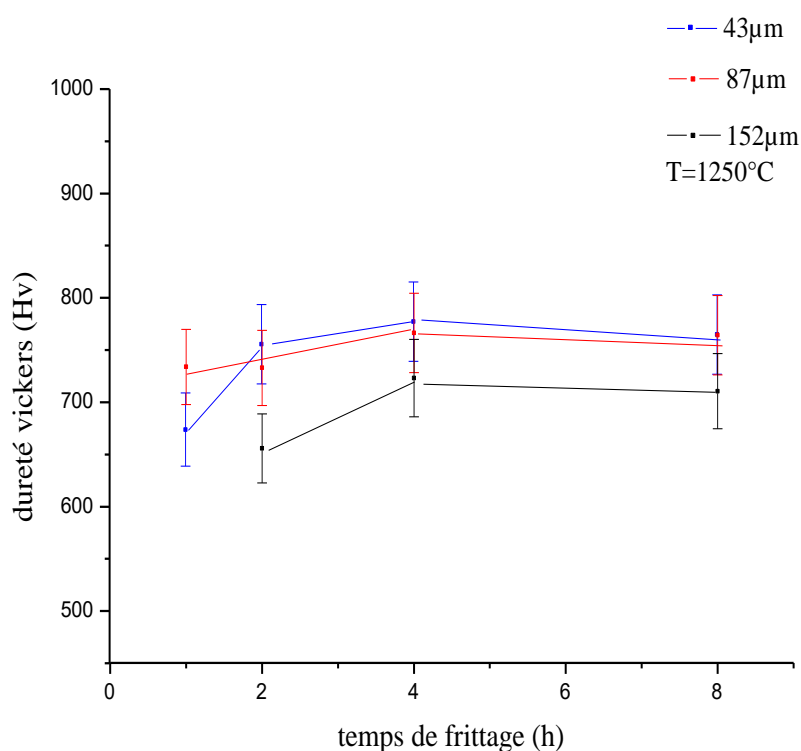


Figure 5. 43: Variation de la dureté Hv1 en fonction du temps de frittage et la taille moyenne des particules d'échantillons frittés à 1250°C sous vide primaire.

3. Effet du dopage

L'oxyde Y_2O_3 influe aussi sur la dureté Vickers. La Figure 5.44 montre la variation de dureté en fonction de la fraction d' Y_2O_3 . D'après la figure, la dureté augmente avec l'augmentation d' Y_2O_3 de 0 à 0.05%. Au-delà de 0.05%, la dureté diminue. La valeur de dureté la plus élevée (~1300 Hv) est atteinte dans l'échantillon avec 0.05% d' Y_2O_3 . Comme on a expliqué précédemment, la dureté dépend de la taille des grains et du taux de porosité. De plus, l'introduction d' Y_2O_3 influe sur ces paramètres. On peut aboutir à une densification totale avec une microstructure fine après le dopage par des fractions d' Y_2O_3 qui varient entre 0 et 0.05%. Dans ces conditions, la dureté augmente et atteint sa valeur maximale pour une fraction de 0.05% en Y_2O_3 . Cette augmentation est due à la densification totale et la microstructure fine d'une part et à la dispersion des carbures fins dans la matrice et à la formation des composés intermétalliques fins et homogènes d'autre part, comme le montre la Figure 5.37. Par conséquent, on peut considérer la fraction de 0.05% comme une fraction critique pour que le dopage de cet acier soit efficace.

Comme mentionné précédemment, l'ajout d' Y_2O_3 en quantité importante (>0.05%) peut empêcher la diffusion et la densification et augmenter le taux de porosité. Donc, cela explique la diminution de la dureté de 1300 à 950Hv pour des teneurs en Y_2O_3 allant de 0.05 à 0.1% respectivement. Ces niveaux de dureté relativement élevés, ne peuvent être expliqués que par l'affinement des grains et à la seconde phase qui fait durcir la matrice.

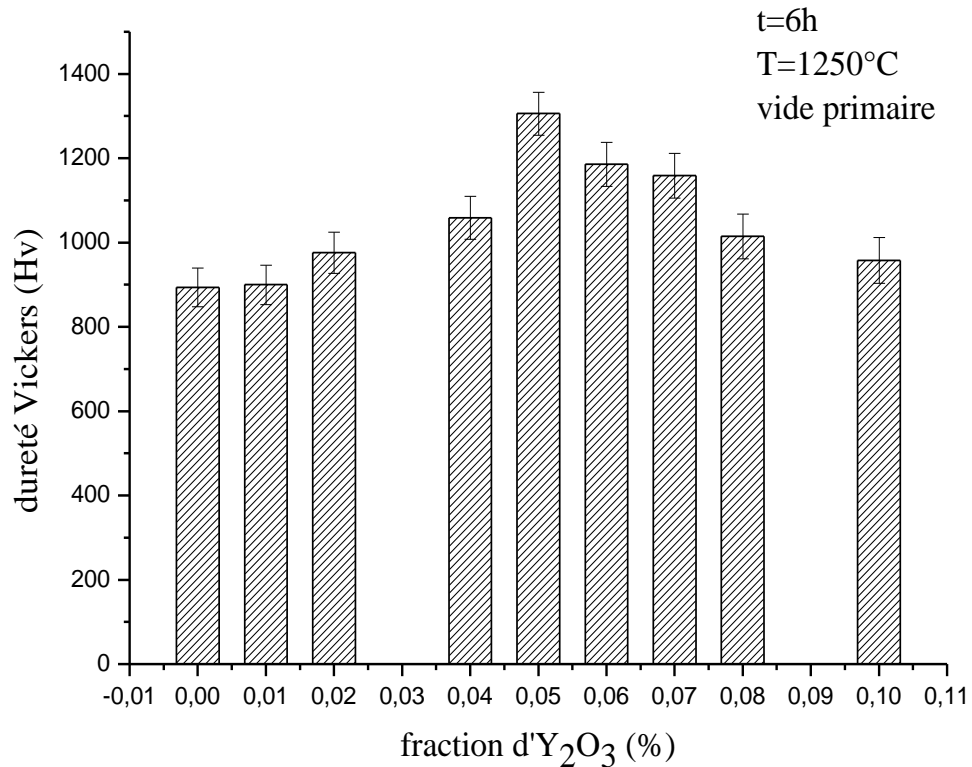


Figure 5. 44: Variation de la dureté Vickers Hv1 en fonction de la fraction d'Y₂O₃.

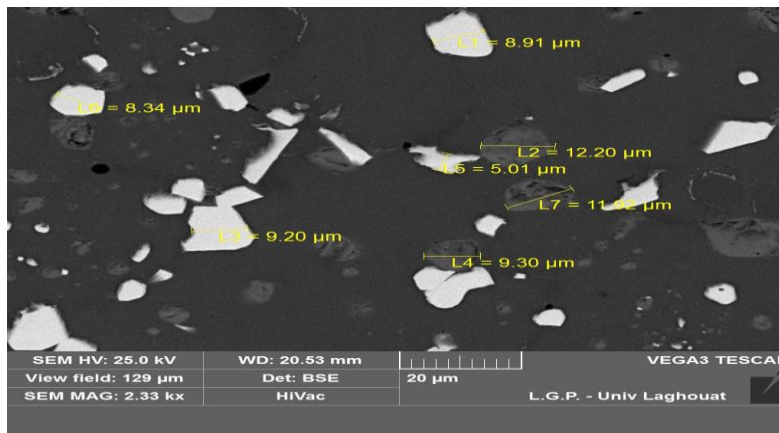
Comme mentionné précédemment, les carbures sont le facteur le plus important qui détermine la dureté des aciers à outils. La forme, la taille et la fraction de ces carbures varient d'un échantillon à un autre. Cette variation est due aux conditions d'élaboration et aux propriétés de la poudre. La Figure 5.45 montre l'effet de la teneur en élément dopant sur la taille, la forme et la distribution des carbures. D'après cette figure, il est clair que la forme, la taille et la distribution de carbures diffèrent d'un échantillon à un autre. L'échantillon (1) de la fig.5.44 ci-dessus, sans dopage, possède une microstructure grossière avec génération de carbures de taille relativement élevée. Tandis que la microstructure de l'échantillon (5) dopé à 0.05% est un peu plus fine avec dispersion de carbures fins ce qui rend la dureté de plus en plus élevée. La taille des carbures M₆C dans l'échantillon (9) avec 0.1% d'Y₂O₃, comparé à l'échantillon (1), est plus petite. Par conséquent la dureté de l'échantillon (9) est plus élevée que celle de l'échantillon (1). Il est à noter, également, que la fraction de carbures fins est plus élevée dans l'échantillon (5). Ces carbures fins ont une taille quasi-stable. Ce qui explique le

Résultats et discussions

niveau de dureté le plus élevé de cet échantillon. En comparant les microstructures des échantillons (1) et (9), on peut conclure que l'ajout de dopant n'empêche pas seulement la croissance des grains. Il empêche également le grossissement des carbures.

D'après des recherches scientifiques[142-146] qui ont été faites sur l'étude du dopage, l'apparition et l'évolution de la phase secondaire avec l'augmentation du taux de dopant au niveau des joints de grains, (zone de localisation et croissance des carbures), peut inhiber l'évolution des carbures notamment aux points triplets des joints de grains. Ce qui fait que, la taille des carbure M_6C , localisés aux points triples des joints de grains, diminue avec l'augmentation de la teneur en Y_2O_3 et ce jusqu'à un dopage à 0.05%. Mais, au-delà de 0.05% d' Y_2O_3 , on assiste à une diminution de la diffusion et de la densification ce qui se traduit par une augmentation de la porosité et de la taille de certains carbures conduisant à une chute importante de la dureté Voir les Figures 5.36 et 5.45

Résultats et discussions

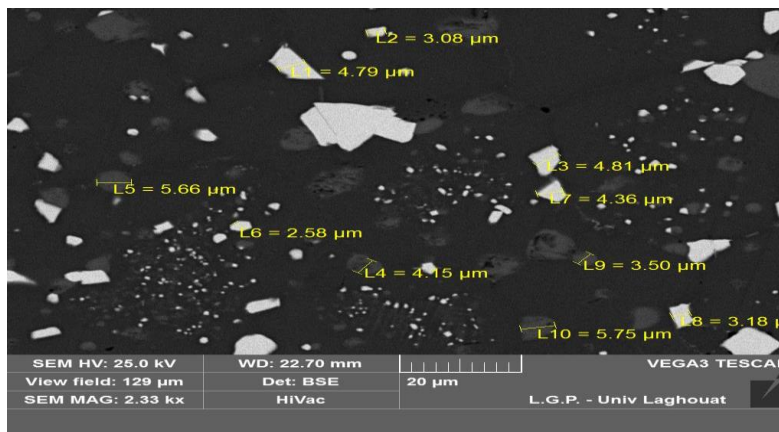


T= 1250°C

Vide primaire

t= 6h

0% d'Y₂O₃

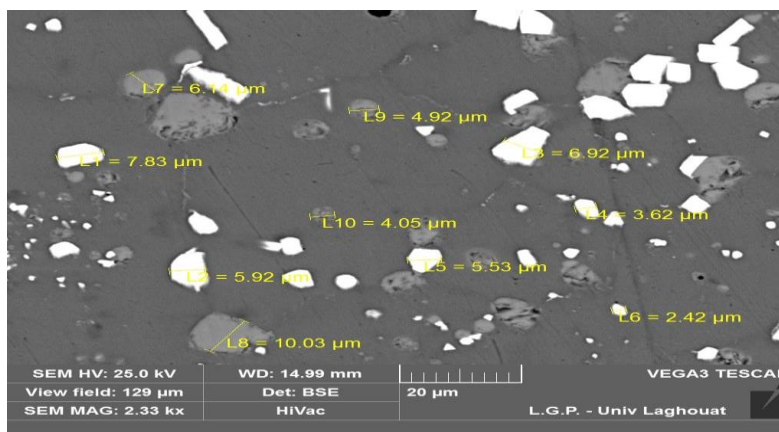


T= 1250°C

Vide primaire

t= 6h

0.05%
d'Y₂O₃



T= 1250°C

Vide primaire

t= 6h

0.1% d'Y₂O₃

Figure 5. 45: Effet de la teneur en Y₂O₃ sur la distribution et taille des carbures.

III. Tests tribologiques

Les tests tribologiques ont été réalisés, à sec, sur un tribomètre pion-plan, avec le couple bille/échantillon spécialement conçu et réalisé à cet effet. Puisque la dureté des échantillons élaborés est très élevée, la bille utilisée est en alumine. Une charge de 10N a été appliquée avec une vitesse de glissement de 0.05m/s sur un parcours de 100 m pour tous les échantillons. Les tests tribologiques ont été réalisés sur tous les échantillons, élaborés à différentes conditions et sur les échantillons dopés. Dans ce qui suit, on présente la variation du coefficient de frottement et de la perte de masse en fonction des différentes conditions.

1. Le coefficient de frottement

Comme mentionné précédemment, le coefficient de frottement varie en fonction des paramètres de frittage et conditions opératoires du test d'usure.

1.1. Effet des conditions de frittage sur le coefficient de frottement

Les Figures 5.46, 5.47 et 5.48 représentent les évolutions du coefficient de frottement en fonction du temps glissement pour les trois durées (1, 2 et 6h) de frittage, la taille moyenne et de la forme des particules respectivement.

La Figure 5.46 montre l'effet du temps de frittage sur le coefficient de frottement des échantillons frittés sous vide primaire à 1250°C. D'après les courbes représentées sur la Fig.5.46, deux principales phases distinctes sont enregistrées, pendant le déroulement de l'essai tribologique du couple alumine/acier à outil T15, des coefficients de frottement en fonction du temps pour les différents temps de frittage. Une phase primaire, dite phase transitoire, qui représente le premier contact des aspérités des surfaces qui dure moins de *100secondes* pour l'échantillon fritté pendant *1h*, environ *150secondes* pour l'échantillon fritté pendant *2h* et *200secondes* pour l'échantillon fritté pendant *6h* et au cours de laquelle le coefficient de frottement varie entre 0.1 et 0.4. Le coefficient de frottement augmente rapidement tout au long de cette phase. Cette augmentation est traduite par l'augmentation de la surface de contact entre la bille et l'échantillon. Une phase secondaire qui représente le régime stationnaire qui est la plus longue phase. Elle dure jusqu'à la fin du test, c'est-à-dire jusqu'à ce que l'équilibre sera établi par la stabilité des conditions de fonctionnement de

l'interface. Au cours de cette phase, la variation des courbes devient moins importante et le coefficient de frottement se stabilise.

Comme mentionné précédemment, la différence entre les 3 échantillons est la durée de frittage dans lesquels le taux de porosité et la taille moyenne des grains sont différents. La structure de l'échantillon fritté pendant 1h présente un taux de porosité un peu plus élevé par rapport à l'échantillon fritté pendant 2h. Par conséquent, la durée de mise en contact entre la bille en alumine et l'échantillon dépend de la densité de l'échantillon. D'après les courbes de la Figure 5.46, on peut conclure que la durée de contact diminue avec l'augmentation du taux de porosité ou inversement.

Le coefficient de frottement dépend fortement du temps de frittage. Il diminue avec l'augmentation du temps de frittage. Les valeurs de ce coefficient sont : 0.65, 0.58 et 0.52 pour les temps de frittage 1h, 2h et 6h respectivement. Cela est peut être expliqué par la densité des échantillons. Un échantillon dense présente un coefficient de frottement relativement faible. En effet, plus un matériau est dense, plus il est dur et plus le coefficient de frottement est bas, car la surface de contact avec la bille devient de plus en plus petite à mesure que la dureté augmente.

La Figure 5.47 représente l'évolution du coefficient de frottement en fonction de la taille moyenne des particules de poudre pour les échantillons frittés sous vide primaire à 1250°C pendant 6h. Les courbes de cette figure ont une même tendance, le coefficient de frottement augmente avec le temps de glissement. Le coefficient de frottement, dans ce cas, évolue également en deux phases, une phase primaire et une phase secondaire. La taille moyenne des particules de poudre influe sur la durée de la première phase transitoire. Cette durée diminue avec l'augmentation de la taille moyenne des particules de poudre.

Par projection de ces résultats obtenus sur les propriétés structurales des échantillons, on peut conclure que le taux de porosité est le facteur principal qui détermine la durée de mise en contact entre la bille en alumine et l'échantillon en acier à outil au cours du test d'usure.

Les valeurs des coefficients de frottement sont : 0.55, 0.57 et 0.58 pour les tailles moyennes de particules de 43, 87 et 152 μm respectivement. Par conséquent, le coefficient de frottement diminue avec la diminution de la taille moyenne des particules de poudre. Ce résultat peut être expliqué par le fait qu'une faible taille des particules conduit vers une densification plus rapide donc une dureté plus grande, ce qui entraîne un coefficient de frottement plus petit.

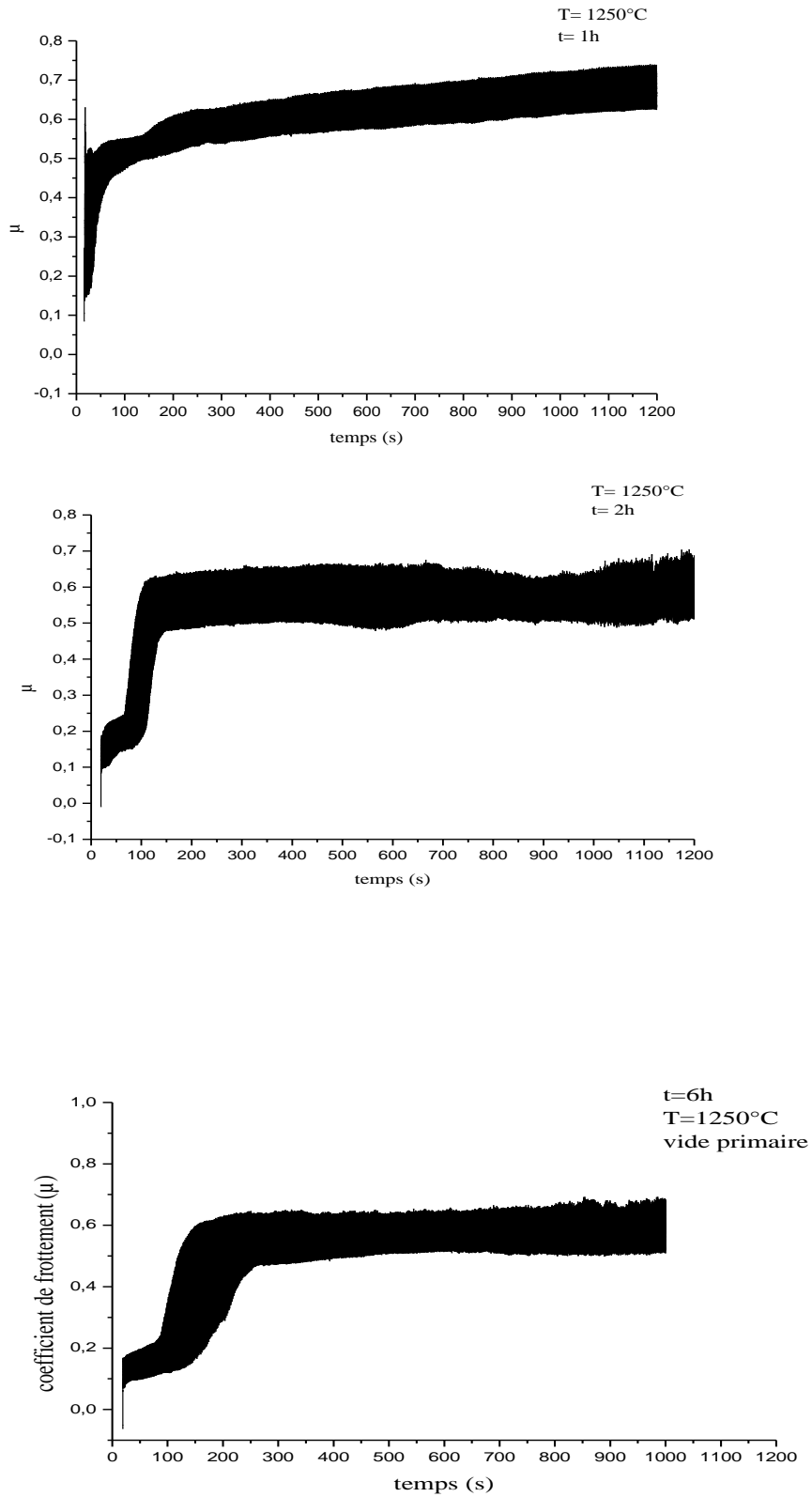


Figure 5. 46: Evolution du coefficient de frottement en fonction du temps de glissement pour 3 temps de frittage.

Résultats et discussions

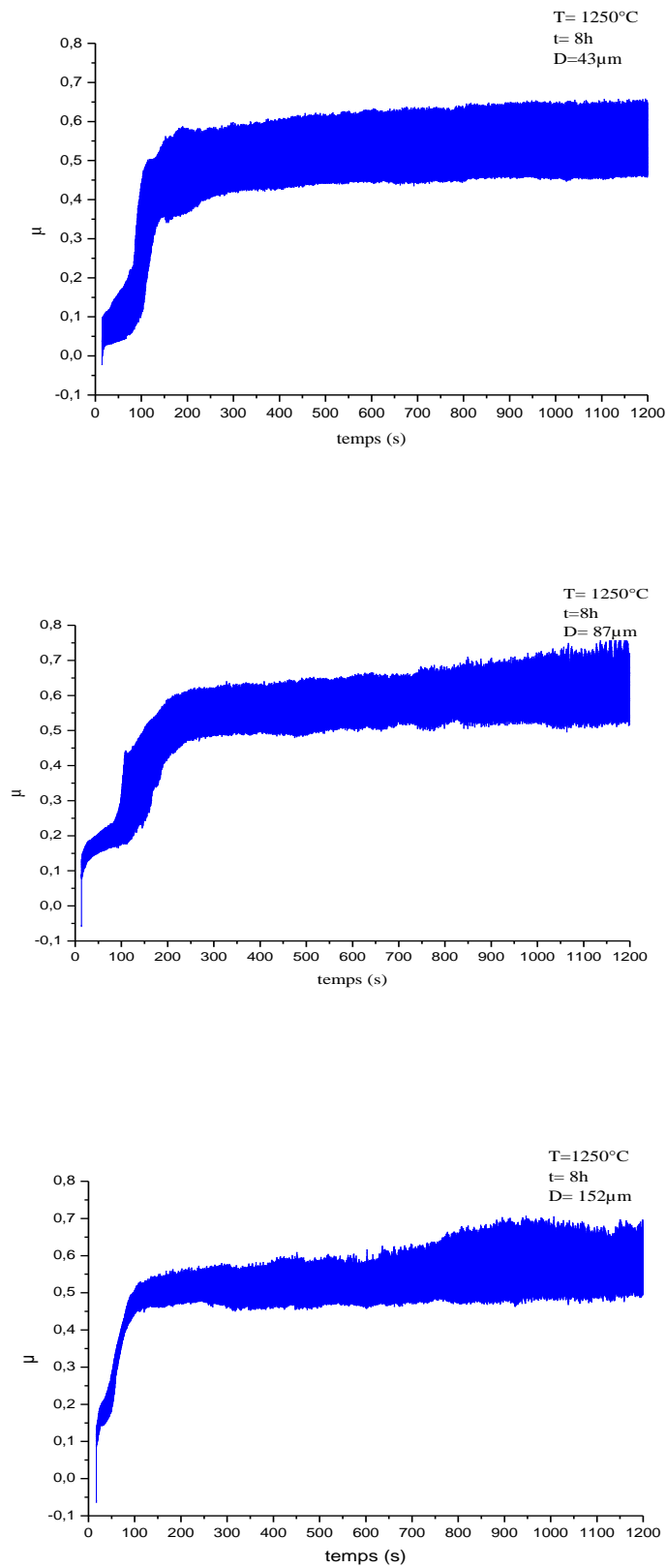


Figure 5. 47: Evolution du coefficient de frottement en fonction du temps de glissement pour 3 tailles moyennes des particules de poudre.

1.1.Effet du dopage sur le coefficient de frottement

Les échantillons obtenus après dopage, selon les conditions discutées précédemment (3^{ème} partie du chapitre 5), ont subi un test d'usure dont les paramètres opératoires sont identiques pour tous les échantillons. La Figure 5.49 représente l'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps de glissement pour les échantillons dopés par différentes teneur en Y_2O_3 , frittés sous vide primaire à 1250°C pendant 6h. Le coefficient de frottement augmente avec l'augmentation du temps de glissement jusqu'à l'équilibre. Deux principales phases sont observées sur les courbes des coefficients de frottement en fonction du temps pour les différentes fractions d' Y_2O_3 . La durée de la première phase varie d'un échantillon à un autre. Pour l'échantillon sans dopage, la durée de la phase transitoire est d'environ 200 secondes. Alors que pour les échantillons dopés à 0.05% et 0.1% d' Y_2O_3 , la durée est d'environ 100 secondes et moins de 200 secondes respectivement. Le coefficient de frottement durant cette phase augmente et varie de 0.1 à 0.4. Cette augmentation est justifiée par l'augmentation de la surface de contact du couple tribologique. La deuxième phase est la phase où le coefficient de frottement se stabilise. Au cours de cette phase, la variation des courbes devient moins importante et le coefficient de frottement se stabilise.

Les courbes de la Figure 5.49 montrent que le coefficient de frottement augmente avec l'augmentation de la teneur en Y_2O_3 jusqu'à une teneur de 0.05 en Y_2O_3 . Puis, il diminue pour des teneurs supérieures à 0.05%.

Les fluctuations présentes dans les différentes courbes de la Figure 5.49 peuvent être dues à la rugosité de la surface des échantillons. Il est à noter que l'acier à outil de type T15 contient des carbures, des inclusions et des pores. Par conséquent, la rugosité de la surface augmente avec l'augmentation du taux de porosité, la taille et fraction des carbures et la fraction d'inclusions ou inversement. De plus, la rugosité peut être due à la formation de la tribocouche entre les interfaces (bille – échantillon) avec l'augmentation du temps de glissement jusqu'à la stabilité du coefficient de frottement.

Il présente une valeur de 0.52 pour les échantillons non dopés et 0.58 pour les échantillons dopés à 0.05%. D'après les résultats précédents, les états microstructuraux dépendent fortement des conditions de frittage et des propriétés de la poudre. Un échantillon de meilleure qualité présente une microstructure fine et un réseau de carbures homogène et fin, donc une dureté élevée. Généralement, un matériau de dureté élevée présente un coefficient de frottement faible. Dans cette étude, les échantillons les plus durs et qui présentent des microstructures denses, fines et homogènes, sont les échantillons obtenus après un dopage à 0.05% d' Y_2O_3 . Cela confirme les résultats représentés sur la Figure 5.48.

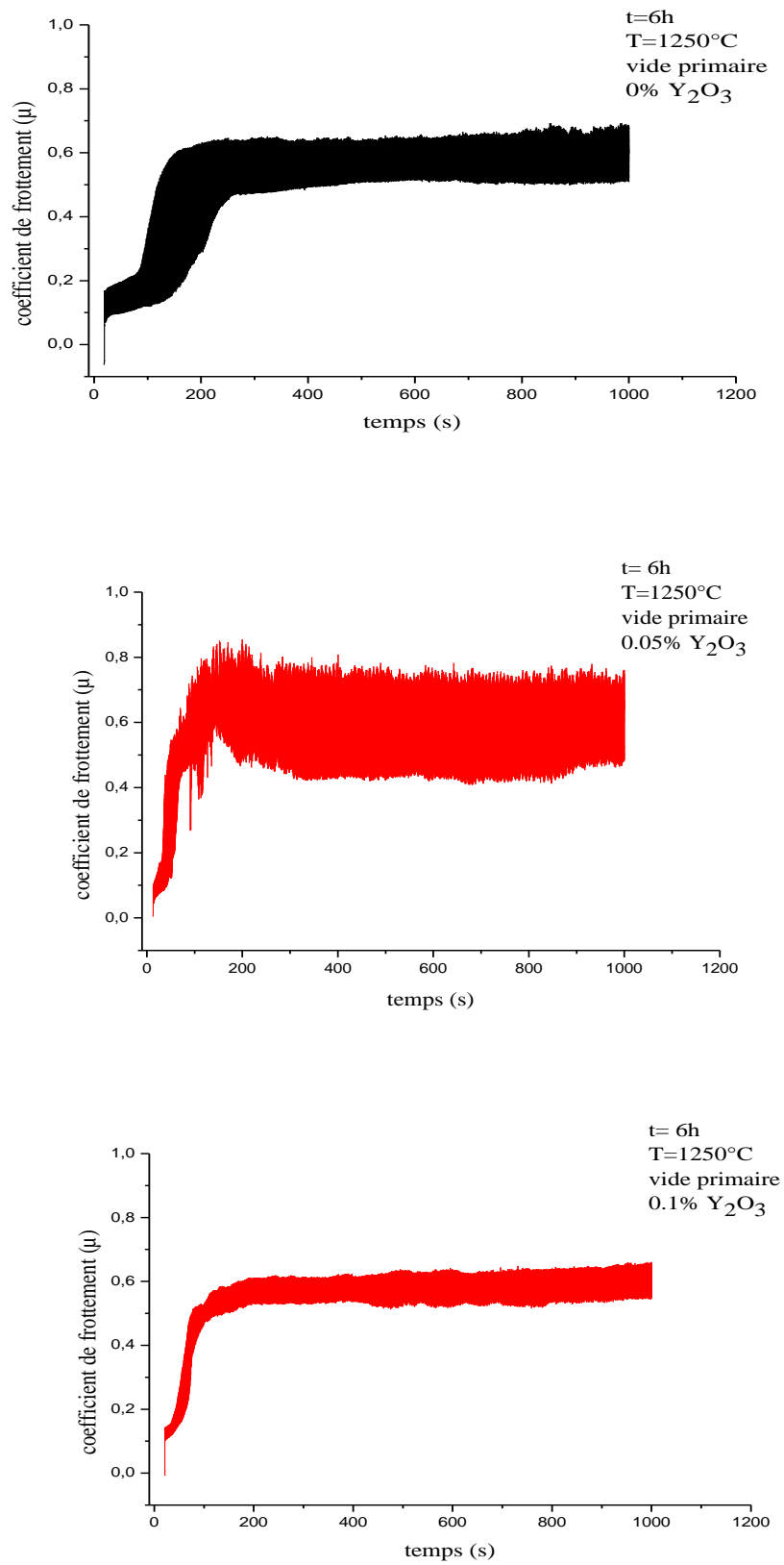


Figure 5. 48: Variation du coefficient de frottement en fonction du temps de glissement pour les différentes fractions d' Y_2O_3 .

2. Perte de masse

Le glissement de la bille en alumine sur l'échantillon entraîne une perte de masse. Ce paramètre permet d'évaluer l'usure par abrasion. La Fig.5.49 représente la variation de la perte de masse en fonction de la fraction d' Y_2O_3 . Selon la courbe, la perte de masse diminue lorsque la fraction d' Y_2O_3 varie entre 0 et 0.05% et augmente au-delà de 0.05% d' Y_2O_3 . Elle suit la même allure que le coefficient de frottement. Elle est inversement proportionnelle à la dureté. La plus faible perte de masse est observée pour les échantillons ayant une grande dureté et inversement dans les échantillons de dureté relativement faible.

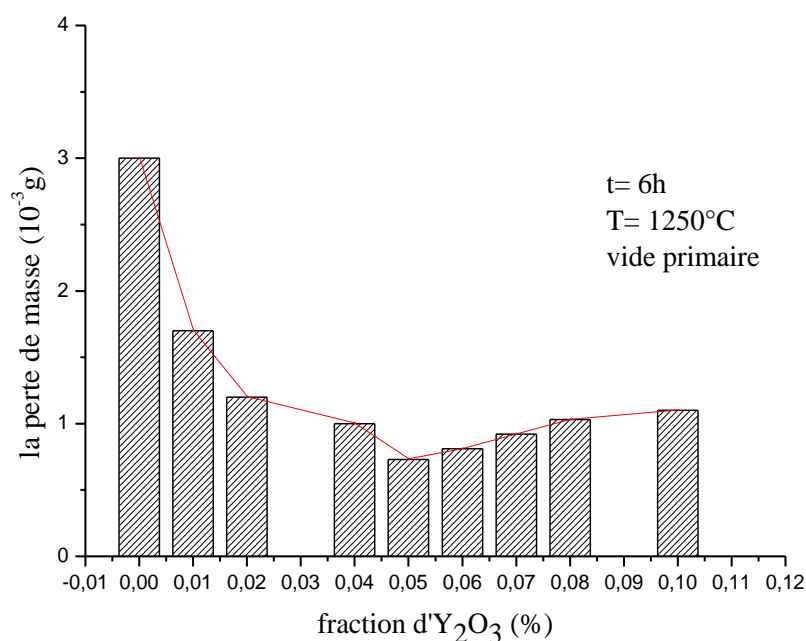


Figure 5. 49: Variation de la perte de masse en fonction de la fraction d' Y_2O_3 .

3. Etats de surfaces des échantillons après le test d'usure

Les Figures 5.50, 5.51 et 5.52 donnent les observations micrographiques des traces d'usure des différents échantillons obtenus après frittage à différentes conditions.

En premier temps, ces observations montrent les traces de glissement de la bille en alumine sur l'échantillon fritté. D'après ces micrographies, des stries ont été observées sur la surface d'usure qui indiquent la présence de débris d'usure due très certainement à

Résultats et discussions

l'élimination des aspérités par cisaillement ou par déformation plastique. L'observation des surfaces d'usure montre la présence de quelques zones oxydées et des débris d'usure.

Au cours du test d'usure, le glissement de la bille en alumine qui a une dureté très élevée par rapport à l'acier T15, entraîne un déplacement de la matière conduisant à la formation de débris. Comme montré sur les Figures 5.50, 5.51 et 5.52, la fraction de débris diffère d'un échantillon à un autre. Par conséquent, elle dépend des propriétés du matériau et de la qualité de surface. Le type d'usure est par abrasion car le mouvement relatif entre la bille et l'échantillon provoque une déformation élastique et plastique des aspérités dans le sens du mouvement comme montré sur les photomicrographies. Ces observations indiquent que le type d'usure est par abrasion

La quantité des débris d'usure dépend fortement des propriétés du matériau, donc de ces conditions d'élaboration. Le matériau étudié dans ce travail, est un acier à outil élaboré par frittage à différentes conditions. Par conséquent, la fraction de débris dépend des conditions de frittage.

Les échantillons obtenus à partir d'une poudre de tailles moyenne de particules la plus petite présente des propriétés de surface et une dureté élevées, ce qui fait que le rodage jusqu'à la stabilisation du coefficient de frottement et la fin du test, prend du temps. De ce fait, la vitesse de la bille augmente avec l'augmentation du temps de glissement. L'augmentation de la vitesse de glissement de la bille provoque la création de stries sur la surface de contact. La profondeur de cette surface augmente avec l'augmentation de la force de glissement. La profondeur de la surface d'usure est accompagnée par le labourage de la matière par glissement ce qui explique la fraction élevée de débris dans l'échantillon obtenus de la poudre à particules de taille moyenne 43 μ m.

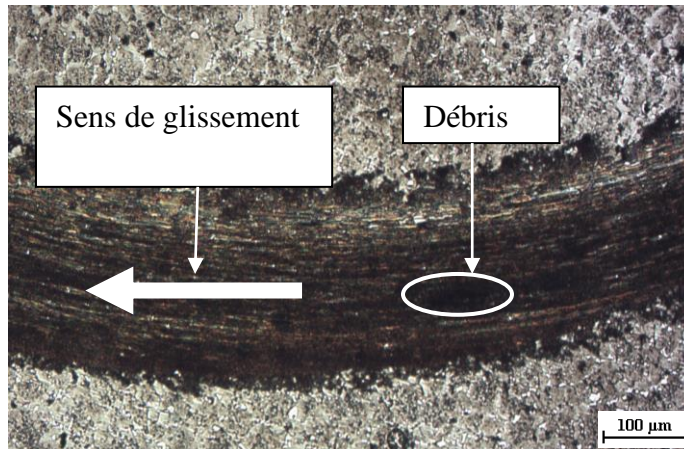
Les Figures 5.51 et 5.52 montrent l'évolution de la surface d'usure en fonction de la teneur en Y_2O_3 . D'après ces figures, les changements microstructuraux indiquent que le type d'usure est par abrasion. Ce type d'usure est caractérisé par la formation de débris d'usure et la présence d'une surface d'usure profonde.

D'après les figures, la profondeur de la surface d'usure dépend également de la teneur en Y_2O_3 . L'échantillon qui présente une profondeur importante est l'échantillon obtenu après dopage à 0.05% d' Y_2O_3 .

Résultats et discussions

La fraction de débris augmente avec l'augmentation de la teneur en Y_2O_3 jusqu'à 0.05% et diminue après cette valeur. Donc, on peut conclure que la quantité de débris d'usure est proportionnelle à la dureté du matériau.

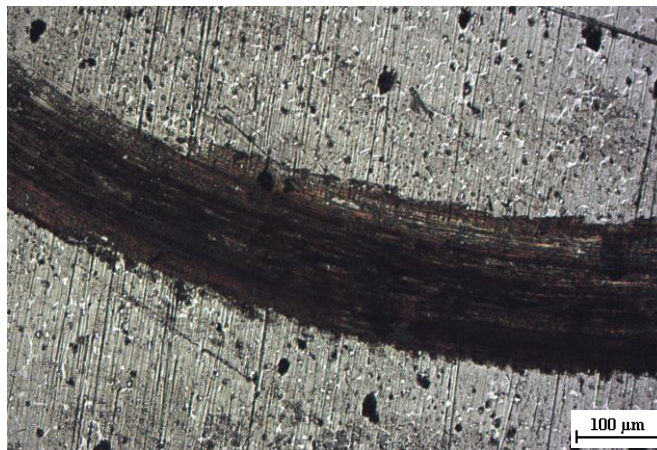
Il est important à noter que l'état de surface après le test d'usure dépend également de la rugosité du matériau. Dans cette étude, la rugosité du matériau varie d'un échantillon à un autre selon les conditions d'élaboration. Par conséquent, la quantité de débris et la profondeur de la surface dépend également de la rugosité. Des surfaces moins rugueuses présentent une fraction de débris élevée et une surface d'usure plus profonde et inversement.



D= 43µm

T=1250°C

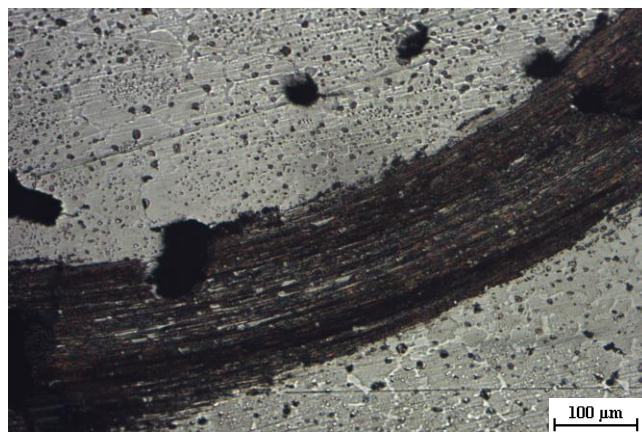
t=6h



D= 87µm

T=1250°C

t=6h

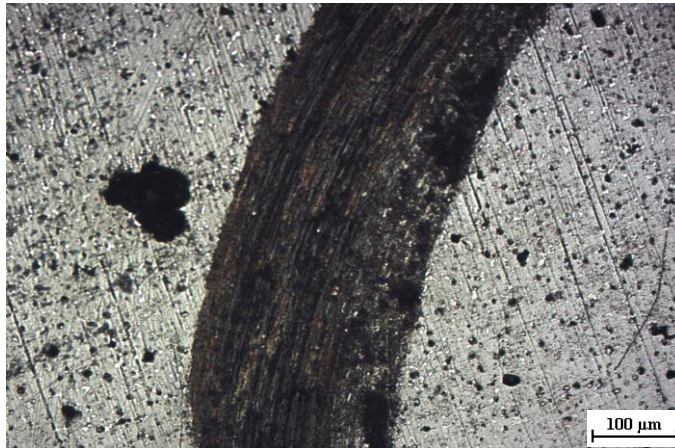


D= 152µm

T=1250°C

t=6h

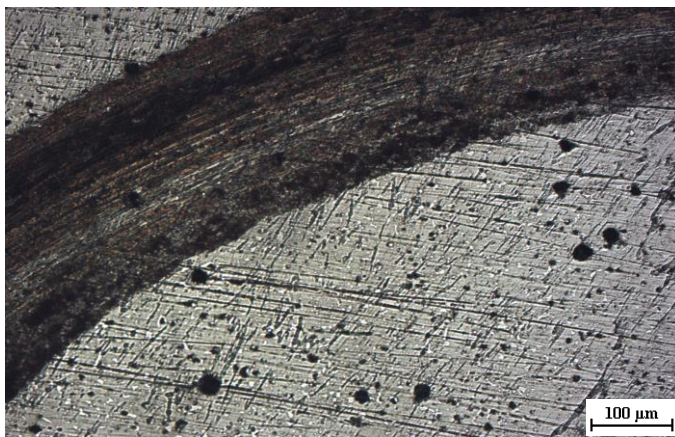
Figure 5. 50: Micrographies optiques montrant l'effet de la taille moyenne des particules de poudre sur la piste d'usure, X100.



T= 1250°C

t=6h

0% Y₂O₃



T= 1250°C

t=6h

0.05% Y₂O₃



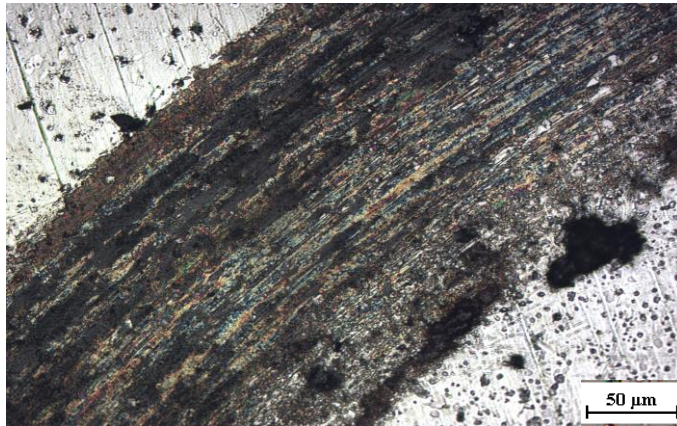
T= 1250°C

t=6h

0.1% Y₂O₃

Figure 5. 51: Micrographies optiques montrant l'effet du dopage sur la piste d'usure.

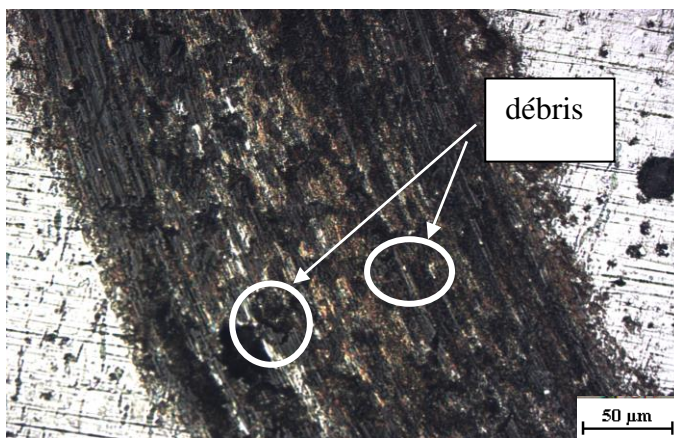
Résultats et discussions



T= 1250°C

t=6h

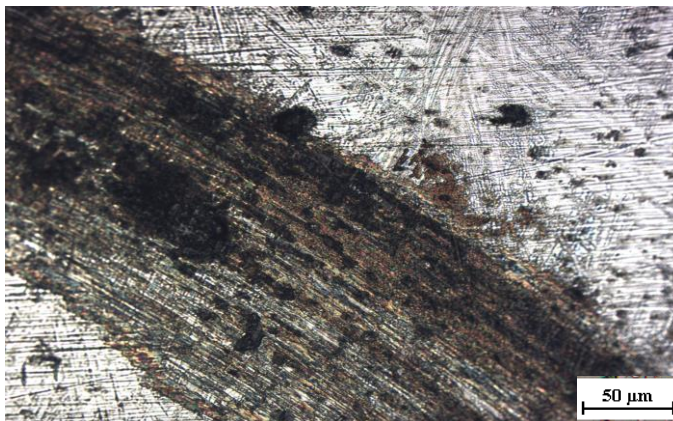
0% Y₂O₃



T= 1250°C

t=6h

0.05% Y₂O₃



T= 1250°C

t=6h

0.1% Y₂O₃

Figure 5. 52: Micrographies optiques montrant l'effet du dopage sur la piste d'usure.

Résultats et discussions

Un grossissement de la surface d'usure de l'échantillon dopé à 0.05% d' Y_2O_3 a permis l'obtention de la micrographie montrée sur la Figure 5.53. Cette figure montre clairement la direction de glissement, les débris et les stries d'usure.



Figure 5. 53: Surface d'usure d'un échantillon dopé à 0.05% d' Y_2O_3 .

Conclusion

L'amélioration des propriétés mécaniques des pièces finales, nécessite une augmentation de la densité du produit fritté. Il est à noter que d'après les résultats obtenus de cette étude, les moyens usuels pour améliorer la densité d'un tel produit fritté sont l'augmentation de la température de frittage pendant un temps qui ne dépasse pas le temps optimal pour obtenir une densité totale. Les autres moyens sont ; la réduction de la taille moyenne des particules de poudre dont le but d'augmenter la surface spécifique qui représente la force motrice de frittage ainsi que l'utilisation de dopants pour accélérer le frittage sans croissance rapide des grains. L'augmentation du temps et température de frittage entraînent une augmentation de la densité. La densification est généralement accompagnée par la fermeture des pores, la croissance des grains et la génération de carbures de haute dureté notamment les carbures de vanadium. De ce fait, le produit fritté présente des niveaux élevés de dureté et de résistance à l'usure. Cette dernière est exprimée, dans ce travail, par la perte de

Résultats et discussions

matière et la variation du coefficient de frottement. Il a été montré, également, qu'un échantillon de dureté élevée a une résistance à l'usure élevée et présente une perte de masse faible et un coefficient de frottement élevé. Le facteur déterminant de la dureté est la fraction de carbures générée au cours du frittage. La taille des grains et la rugosité de surface peuvent modifier les propriétés mécaniques de matériau et spécialement le comportement tribologique.

*Conclusions générales et
perspectives*

Conclusions générales

L'objectif principal de ce travail était l'étude de la cinétique de frittage au cours de la consolidation par pression atmosphérique d'une poudre d'acier à outils de type T15 dopée par un dispersoïde Y_2O_3 .

Ce travail a été scindé en quatre grandes parties, dont la première consiste à chercher les conditions optimales pour avoir une densité complète avec une microstructure fine. La 2^{ème} partie a pour but l'étude de la pénétration du verre pour estimer la taille moyenne critique des particules de poudre d'acier T15 afin d'éliminer partiellement ou complètement cette pénétration. Cette couche de pénétration se trouve sous forme d'une couche superficielle de profondeur qui diffère selon les conditions de frittage. Par conséquent, cette pénétration du verre est considérée comme un inconvénient lors de la consolidation des aciers à outil par procédé CAP. La 3^{ème} partie du travail consiste à étudier l'effet de l'ajout de petites quantités d' Y_2O_3 sur la cinétique de frittage. Tandis que la quatrième partie a pour but l'évaluation des propriétés mécaniques des produits frittés sous différentes conditions.

Pour élaborer ce travail, la technique utilisée est la consolidation par pression atmosphérique qui permet la consolidation des poudres dans des bouteilles en verres. Des essais préliminaires ont été faits sur la consolidation d'une poudre d'acier à outil de type T15 à une température de 1250°C. Les résultats obtenus montrent que le taux de porosité diminue avec l'augmentation du temps de frittage mais la densification n'était pas complète quel que soit le temps de frittage. Par conséquent, ces essais ont permis de conclure que la poudre utilisée est oxydée en surface et nécessite donc une opération de décapage chimique. Avant l'opération de désoxydation, des analyses par EDS de surfaces des particules ont été faites et la couche d'oxyde a été observée.

Une fois que la poudre est décapée, le travail expérimental de cette thèse commence. Plusieurs séries d'échantillons ont été élaborées aux différentes conditions de frittage. La première série consiste à élaborer des échantillons à différentes températures et différents temps de frittage. Tandis que la seconde série permet d'élaborer des échantillons à partir de poudres à taille moyenne et forme de particules différentes et la troisième série consiste à doper la poudre à différentes teneurs en Y_2O_3 .

Conclusions générales et perspectives

Une fois que les échantillons sont obtenus, l'étape de la caractérisation a été entamée. La caractérisation a été effectuée par des observations métallographiques, essais de dureté et essais d'usure.

A la lumière des résultats obtenus, on peut conclure que :

- La consolidation de la poudre d'acier à outil T15 par le procédé CAP est une opération très réussie. La densité théorique est atteinte après un frittage à 1250°C pendant seulement 1,5h en utilisant le vide secondaire et après 6h sous un vide primaire. Le frittage au-dessus de cette température a provoqué la fusion du matériau. Cependant, le frittage en-dessous de cette température (1200 °C) a provoqué la pénétration du verre dans la masse de poudre, en arrêtant la densification supplémentaire ;
- Le frittage pendant une durée supérieure à la durée nécessaire pour l'obtention d'une densité complète peut provoquer la croissance des grains ce qui diminue la dureté ;
- La taille des particules influent directement sur la cinétique de frittage et le taux de pénétration du verre. Une taille fine accélère la densification et limite la profondeur de la pénétration du verre ;
- L'utilisation de poudre à particules fines conduit effectivement à des vitesses de réaction et de densification importantes ;
- Ce procédé peut également permettre de contrôler le taux de porosité dans le matériau fritté. Il peut aussi nous offrir des microstructures avec réseau de porosité continu ou fermé. Dans le cas d'un réseau continu, les pores peuvent être utilisés pour la rétention des lubrifiants dans le cas où le matériau est utilisé pour des applications de fabrication des roulements par exemple ;
- Le dopage de la poudre d'acier à outil T15 par une petite quantité d' Y_2O_3 (< 0.05%), n'empêche pas la diffusion lors de la densification et n'affecte pas la cinétique de consolidation et peut affiner la microstructure et améliorer les propriétés mécaniques

Conclusions générales et perspectives

comme la dureté et la résistance à l'usure. Le résultat obtenu montre que cette quantité est limitée à 0.05% de la masse totale de la poudre. Au-delà de cette quantité, le dopage n'est plus efficace et provoque la diminution de la dureté et l'augmentation du coefficient de frottement. Donc, il est important de garder en mémoire que l'ajout du dopant Y_2O_3 aux poudres d'acier à outils T15 est bénéfique pour le frittage de cette poudre car il permet l'amélioration des propriétés mécaniques notamment la dureté qui atteint un pic de 1500 Hv pour un ajout de 0.05% d' Y_2O_3 . Au-delà de cette fraction, le dopage devient néfaste ;

- Le coefficient de frottement et la perte de masse, durant les tests d'usure, dépendent de la dureté des échantillons. Une dureté élevée implique une perte de masse et un coefficient de frottement relativement petits.

Enfin, on peut conclure que la technique de la consolidation par pression atmosphérique est très réussie, vu la qualité des produits obtenus et le coût bas des équipements utilisés.

Perspectives

En guise de perspectives à ce travail, nous proposons d'approfondir les recherches dans les axes suivants :

1. Les limitations de l'application du procédé CAP sont, essentiellement, liées à la pénétration du verre. Donc il est intéressant d'étudier profondément le phénomène de pénétration du verre et même de proposer un modèle empirique (mise en équation du phénomène) qui détermine la pénétration du verre en fonction des différents paramètres ; paramètre de frittage, caractéristiques des poudres et propriétés du verre utilisé pour la fabrication des bouteilles d'encapsulation.
2. A l'échelle cristallographique, l'introduction de dopants dans un matériau affecte la concentration en défauts ponctuels qui conditionnent la diffusion et, par conséquent, contrôlent la densification. Donc, il est intéressant d'étudier les phénomènes physico-chimiques qui accompagnent le frittage de la poudre d'acier à outil T15 en présence du dopant Y_2O_3 .
3. La dispersion de petites quantités d' Y_2O_3 dans la poudre d'acier à outil T15 qui se localisent aux niveaux des joints de grains et forment avec les éléments chimiques de l'acier des composés intermétalliques, mérite d'être profondément étudiée afin d'établir le lien entre la nouvelle structure contenant le dopant et les propriétés mécaniques. Ces derniers permettent d'inhiber la croissance des grains. Par conséquent, il est indispensable de faire un travail approfondi de caractérisation de ces phases intermétalliques et déterminer leurs influences sur la densification et les propriétés mécaniques.
4. Les échantillons élaborés dans ce travail sont en acier à outils T15 destinés aux travaux d'usinage à grandes vitesses. En fait, ils doivent présenter des niveaux élevés de dureté à chaud à cause de leur chauffage par frottement. Par conséquent, il est à suggérer de faire des mesures de dureté à chaud des échantillons élaborés semblables aux conditions d'usinage dans lesquelles travaillent ces aciers.

Conclusions générales et perspectives

5. Dans ce travail, l'usure a été étudiée à sec et dans des conditions limitées. En fait, il est intéressant d'approfondir l'étude de l'usure en utilisant des conditions semblables aux conditions de service telles que la lubrification, vitesses de glissement et température différentes et la nature de l'environnement (humide, sec).

6. Par ailleurs, sachant que les outils de coupe auxquels est destiné cet acier, travaillent aussi dans certains cas aux chocs, il est donc recommandé de faire un travail d'investigation du comportement à la résilience de l'acier fritté dopé pour voir comment influe le dopant sur la résilience.

*Références
bibliographiques*

Références bibliographiques

- [1] Mills, K, "Metals Handbook, Vol. 7. Powder Metallurgy", American Society for Metals, 1984, (1984): 897.
- [2] L.Arab, "Elaboration par différentes méthodes et étude optique des poudres nanocristallines de ZnO pur et dopée par différents oxydes", Thèse de doctorat, 2012, université de Constantine.
- [3] A.Chebli, "Elaboration et étude des poudres nanostructures à base de fer (Fe_xSe_{x-1}) obtenue par broyage à haute énergie", thèse de doctorat, 2016, université de Annaba.
- [4] S.Cottrino, "Origine et évolution des défauts initiés par les granules d'atomisation dans les compacts céramiques. Incidence de la formulation des dispersions", Thèse de doctorat, 2010, INSA Lyon.
- [5] Li Xing-gang, and Udo Fritsching, "Process modeling pressure-swirl-gas-atomization for metal powder production", Journal of Materials Processing Technology 239 (2017): 1-17.
- [6] M.Pasupathy, J.M. Martín, A. Rivas, I. Iturriza and F.Castro, "Effect of the solidification time on the median particle size of powders produced by water atomisation", Powder Metallurgy 59.2 (2016): 128-141.
- [7] A.Šalák, M.Selecká, and H.Danninger, "Machinability of powder metallurgy steels", Cambridge Int Science Publishing, 2005.
- [8] F. Thummler, "an introduction to powder metallurgy", The institute of materials. 1993. Cambridge UK.
- [9] D. Bouvard, "Métallurgie des poudres", Édition Hermes Science .2002. Paris
- [10] J.M.Capus, "Metals Powder: A Global Survey Of Production, Applications And Markets To 2010", 4th Edition. Elsevier advanced technology. 2006.
- [11] Chang, Isaac, and Yuyuan Zhao, eds, "Advances in powder metallurgy: Properties, processing and applications", Elsevier, 2013.
- [12] M.Eudier, "Métallurgie des poudres", Techniques de l'Ingénieur, M 860.
- [13] M.N. Rahaman, Mohamed N, "Ceramic processing and sintering". CRC press, 2017.

- [14] Higashitani, Ko, Hiroaki Masuda, and Hideto Yoshida. "Powder Technology: Fundamentals of Particles, Powder Beds, and Particle Generation." CRC press, 2006.
- [15] Angelo, P. C., and Ramayyar Subramanian, "Powder metallurgy: science, technology and applications", PHI Learning Pvt. Ltd, 2008.
- [16] A.Redjehta, "Etude microstructurale et mécanique des alliages Cu-Zn frittés sous pression et par électrodéposition", Thèse de doctorat, 2018, université de Setif.
- [17] J.Beddoes and M. Bibby, "Principles of metal manufacturing processes", Butterworth-Heinemann, 1999.
- [18] H.Danninger, R.D.O Calderon and C Gierl-Mayer, "Powder metallurgy and sintered materials." Additive Manufacturing 19 (2017): 4.
- [19] J. Curé, "Métallurgie appliquée" ,1970.
- [20] Dobrzański, Leszek A., and Grzegorz Matula. "Powder metallurgy fundamentals and sintered materials." Powder metallurgy 8 (2012): 14.
- [21] German, R.M., "Sintering theory and practice. Wiley-interscience publication", ed. John Wiley & sons.1996, New York
- [22] AZAR, Mirella. "Mise en forme et frittage des poudres de céramique nanostructurées: cas d'une alumine de transition", thèse de doctorat. 2009, Lyon, INSA.
- [23] Fantozzi, Gilbert, Jean-Claude Niepce, and Guillaume Bonnefont. "Les céramiques industrielles: Propriétés, mise en forme et applications", Dunod, 2013.
- [24] Rahaman, Mohamed N. "Sintering of ceramics". CRC press, 2007.
- [25] Bernache-Assollant, "Les mécanismes de densification en phase solide, in Chimie physique du frittage", 1993, Hermès: Paris. p. 165-222.
- [26] Philibert, J. "Diffusion et transport de matière dans les solides, les Éditions de Physique." Les Ulis. 1985.
- [27] Chaix, J.M., "Le frittage en phase liquide, in Chimie-physique du frittage". 1993, Hermès: Paris. p. 251-283.

- [28] German, R.M., G.L. Messing, and R.G. Cornwall I, "Sintering technology". 1996, New York: Marcel Dekker, INC.
- [29] Shaw, N.J., "Densification and coarsening during solid state sintering of ceramics: a review of the models. II. grain growth", Powder Metall. Int., 1989. 21(5): p. 31-3.
- [30] Shaw, N.J., "Densification and coarsening during solid state sintering of ceramics: a review of the models. I. densification", Powder Metall. Int., 1989. 21(3): p. 16-21.
- [31] N.J. Shaw, "Densification and coarsening during solid state sintering of ceramics: a review of the models. III. Coarsening", Powder Metall. Int., 1989. 21(6): p. 25-9.
- [32] Shaw, N.J. and R.J. Brook, "Structure of grain coarsening during the sintering of alumina", J. Am. Ceram. Soc., 1986. 69(2): p. 107-10.
- [33] Ch. Bouchy, F. Gobin, "Métallurgie, 1- Métallurgie Structurale." Armand Colin 109
- [34] J.-P. Bonnet et D. Bernache-Assolant, " Frittage : aspects physico-chimiques partie 1 : frittage en phase solide", Techniques de l'ingénieur Fondamentaux en chimie, 2013.
- [35] H.A. Al-Qureshi, A. Galiotto, and A. N. Klein. "On the mechanics of cold die compaction for powder metallurgy." Journal of Materials Processing Technology 166.1 (2005): 135-143.
- [36] Kang, L.Suk-Joong, "Sintering: densification, grain growth and microstructure". Elsevier, 2004.
- [37] Guyon, Julien. "Evolution des microstructures et mécanismes de densification d'un alliage TiAl lors du frittage par Spark Plasma Sintering ". Thèse de doctorat. Université de Lorraine, 2015.
- [38] D. Bernache, "Chimie physique du frittage ", Hermes Science Publications .1993.
- [39] Martin Sylvain. "Contribution à la modélisation du frittage en phase solide", thèse de doctorat, 2014, Compiègne.
- [40] R.M. German, "Sintering theory and practice", Library of congress cataloging in publication data .1996.

- [41] M. Winning. " Grain Boundary Mechanics, Interactions between mechanical stresses and grain boundaries. " Belin edition, 2005.
- [42] M. Ajdour. "Développement d'un code de calcul pour la simulation du frittage en phase solide ", Thèse de doctorat - science et génie des matériaux, Décembre 2006, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.
- [43] Suk-Joong.Kang, "Sintering: Densification, Grain Growth& Microstructure", Elsevier Butterworth-Heinemann.UK. 2005.
- [44] P.C.Angelo, "Powder Metallurgy Science, Technology and applications". PHI Learning Private limited. New Delhi. 2009.
- [45] W. Zhang, P. Sachenko and I. Gladwell. "Thermal grain boundary grooving with anisotropic surface free energies", ActaMaterialia, 52(1) :107 – 116, 2004.
- [46] P. Sachenko, J.H. Schneibel, J.G. Swadener and W. Zhang. "Experimental and simulated grain boundary groove profiles in tungsten", Philosophical Magazine Letters, 80(9) :627–631, 2000.
- [47] P.P Sachenko, J.H Schneibel and W Zhang. "Observations of secondary oscillations in thermal grain boundary grooves. " ScriptaMaterialia, 50(9) :1253 – 1257, 2004.
- [48] R. Goodall, J.-F.Despois and A. Mortensen. "Sintering of NaCl powder : Mechanisms and first stage kinetics". Journal of the European Ceramic Society, 26 (16) :3487 – 3497, 2006.
- [49] R. Bjørk, V. Tikare, H. L. Frandsen and N. Pryds. "The effect of particle size distributions on the microstructural evolution during sintering". Journal of the American Ceramic Society,96(1):103–110, January 2013.
- [50] W.Niu and J. Pan, "Sintering of advanced materials: fundamentals and processes."(2010)
- [51]Michel Eudier, "Fabrication des produits frites. "Techniques de l'ingénieur. M864.
- [52] G.S. Upadhyaya, " Powder Metallurgy Technology, Cambridge international science publishing". UK.2002.
- [53] L. Suk-Joong Kang, "Sintering: densification, grain growth and microstructure" Elsevier, 2004.

- [54] A.Malinge, "Étude du frittage de poudres de carbure de silicium de taille nanométrique: application à l'élaboration de fibres". Thèse de doctorat, Bordeaux 1, 2011
- [55] H.L Black et al. German Patent N° 2913623 (Nov 1980).
- [56] V.N.Digiambattista, "Process for compacting metal powders", U.S.Patent, N° 3,704,508 (Dec 1972).
- [57] Z.Oksiuta, E. Boehm-Courjault, and N. Baluc, "Relation between microstructure and charpy impact properties of an elemental and pre-alloyed 14Cr-ODSferritic steel powder after hot isostatic pressing", J. Mater. Sci. 45 (2010) 3921–3930.
- [58] H. ElRakayby and K. Kim, "Effect of glass container encapsulation of deformation and densificationbehaviour of metal powders during hot isostatic pressing", Int. J. Mater. Form. (2017) 517–525.
- [59] George J.McMonus, "Cyclops 'CAP' Process Moves P/M to a New Level", Iron Age, 1982, 13–16.
- [60] J.Li, H. Liao and L. Hermansson, "Sintering of partially-stabilized zirconia and partially-stabilized zirconia hydroxyapatite composites by hot isostatic pressing and pressureless sintering", Biomaterials 17 (1996) 1787–1790.
- [61] C. Alouane, A.Boucetta and A.Kasser, "The sintering kinetics of water atomized T15 tool steel powder during consolidation by atmospheric pressure", Diffusion Foundations 18 (2018) 86–93.
- [62] M.A.Steinberg, "Net Shape Technology in Aerospace Structures" Volume 1, National Research Council Washington DC Committee On Net Shape Technology In Aerospace Structures, 1986.
- [63] H.Sueyoshi, K.Kume, R.Kurose, K.Hashinokuchi, S.Uchida and T. Inoue, "Preparation and wear properties of discontinuous ceramic fibre reinforced iron alloy by low isostatic press sintering", Mater. Sci. Technol. 27 (8) (2011) 1347–1352
- [64] Ünal, Rahmi, "Powder Forming", Modern Manufacturing Processes (2019): 65-87
- [65] J.D.Verhoeven, "Steel metallurgy for the non-metallurgist", ASM International, 2007
- [66] H.E.Boyer and L.G.Timothy, "Metals handbook - desk edition", 1985.

- [67] Barrau Olivier, "Etude du frottement et de l'usure d'acier à outils de travail à chaud", Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, 2004.
- [68] Totten George E, "Steel heat treatment: metallurgy and technologies", CRC press, 2006
- [69] Bryson William E, "Heat treatment, selection, and application of tool steels", Hanser Gardner Publications, 2005
- [70] V.Trabadelo, S. Gimenez, and I. Iturriza, "Development of powder metallurgy T42 high speed steel for structural applications", Journal of Materials Processing Technology 202.1-3 (2008): 521-527.
- [71] George Roberts, George Krauss and Richard Kennedy, "Tool Steels 5th Edition", 1998
- [72] S.H.Chang, K.Y.Lee, K.T.Huang and T.H.Yang, "Evaluation of the microstructure and properties of Cr₃C₂ powders added to Vanadis 4 alloy steel via vacuum sintering and heat treatments", Kovove Materialy-metallic Materials volume 57 n°5 (2019): 317-327.
- [73] Berns Hans and Werner Theisen, "Ferrous materials: steel and cast iron", Springer Science & Business Media, 2008.
- [74] R.A.Mesquita, "Tool Steels: Properties and Performance", CRC Press, 2016.
- [75] S.Weber and W. Theisen, "Optimised sintering route for cold work tool steels", Powder metallurgy 49.4 (2006): 355-362.
- [76] Vander George F, "Metallographic techniques for tool steels", Materials Park, OH: ASM International, 2004, 644-669.
- [77] Roberts George Adam, Richard Kennedy and George Krauss, "Tool steels", ASM international, 1998.
- [78] A.Fedrizzi, M. Pellizzari and M. Zadra, "Influence of particle size ratio on densification behaviour of AISI H13/AISI M3: 2 powder mixture", Powder technology 228 (2012): 435-442.
- [79] M.Boccalini and H. Goldenstein, "Solidification of high speed steels", International Materials Reviews 46.2 (2001): 92-115.

- [80]Rohan Pavel, Tomáš Kramár and Jaroslav Petr, "HSS deposition by PTA—feasibility and properties", *Advances in Science and Technology Research Journal* 10.29 (2016): 57-61.
- [81] D.Zhang, Z.Li, L.Xie, Y. Xiao and F. Yin, "Powder metallurgy of high speed-steel produced by solid state sintering and heat treatment". *International Journal of Materials Research* 106.8 (2015): 870-876.
- [82] R.A.Nogueira, O.Ribeiro, M.D.M.Das Neves, L.Salgado and F.Ambrozio Filho, "Effect of heat treatment on microstructure of commercial and vacuum sintered high speed steels AISI M2 and T15." *Materials science forum*. Vol. 498. Trans Tech Publications Ltd, 2005
- [83] V.Martinez, R. Palma and J.J.Urcola, "The relation of hardness to toughness and retained austenite content in N 2-H 2-CH 4 sintered T6, T15 and T42 high-speed steels", *Journal of Materials Science* 25.7 (1990): 3359-3367.
- [84] M.Alan Bayer, B.Becherer and Teledyne Vasco, "High-speed tool steels", *ASM Handbook*. 16 (1989): 51-59
- [85]F.W. Hosford, "Iron and steel", Cambridge University Press, 2012
- [86]R.M'Saoubi, T.Czotscher, O.Andersson and D.Meyer, "Machinability of powder metallurgy steels using PcBN inserts." *Procedia CIRP* 14 (2014): 83-88.
- [87]Mesquita Rafael Agnelli and Celso Antonio Barbosa,"Spray forming high speed steel—properties and processing", *Materials Science and Engineering: A* 383.1 (2004): 87-95.
- [88]Pellizzari Massimo and FarazDeirmina, "Powder metallurgy opens new ways for tool steels", *International Journal of Microstructure and Materials Properties* 12.3-4 (2017): 250-258.
- [89] Z.Y.Liu, N.H.Loh, K.A.Khor and S.B.Tor, "Microstructure evolution during sintering of injection molded M2 high speed steel." *Materials Science and Engineering: A* 293.1-2 (2000): 46-55.
- [90] R.Besler, M.Bauer, K.P.Furlan, A.N.Klein and R. Janssen, "Effect of Processing Route on the Microstructure and Mechanical Properties of Hot Work Tool Steel". *Materials Research*, 20-6 (2017) , 1518–1524.
- [91] Christian H.jerslev. " Tool Steels "Ris. National Laboratory, Roskilde January. 2001

- [92] Pease III et al, "Metallography of Powder Metallurgy Materials., ASM Handbook Volume 07 : Powder Metal Technology and applications, " Lampman, S.R edition. 1998.
- [93] Kumar, K. S., A. Lawley, and M. J. Koczak. "Powder metallurgy T15 tool steel: Part I. Characterization of powder and hot isostatically pressed material." Metallurgical Transactions A 22.11 (1991): 2733-2745.
- [94] B.Šuštaršič, L.Kosec, M.Kosec, B.Podgornik and S.Dolinšek, "The influence of MoS₂ additions on the densification of water-atomized HSS powders".Journal of Materials Processing Technology 173.3 (2006): 291-300.
- [95] German, Randall M. "Powder metallurgy of iron and steel." John! Wiley & Sons, Inc, 605 Third Ave, New York, NY 10016, USA, 1998. 496 (1998).
- [96] Khonsari, Michael M., and E. Richard Booser. "Applied tribology: bearing design and lubrication". John Wiley & Sons, 2017.
- [97] Hutchings, Ian, and Philip Shipway. "Tribology: friction and wear of engineering materials". Butterworth-Heinemann, 2017.
- [98] Delqué, Mélissa. "Influence de la microstructure sur le comportement tribologique de dépôts composites projetés plasma". Thèse de doctorat. École Nationale Supérieure des Mines de Paris. 2007.
- [99] Gouider, Mohamed. "Tribologie des composites Carbone/Carbone: échelles et contributions relatives de la mécanique et de la physico-chimie". Thèse de doctorat. Lyon, INSA, 2004.
- [100] DJAFRI, Mohammed. "Etude numérique et expérimentale du comportement tribologique des contacts glissant-Application aux freins à disques". Thèse de doctorat. University of sciences and technology in Oran, 2015.
- [101] Mathieu, Hans Jorg, E. Bergmann, and René Gras. "Traité des matériaux: Analyse et technologie des surfaces." Presses Polytechniques et Universitaires Romandes 4 (2003).
- [102] Stachowiak, Gwidon W., ed. "Wear: materials, mechanisms and practice". John Wiley & Sons, 2006

- [103] Stachowiak, Gwidon, and Andrew W. Batchelor. "Engineering tribology". Butterworth-Heinemann, 2013.
- [104] Ludema, Kenneth C., and Layo Ajayi. "Friction, wear, lubrication: a textbook in tribology". CRC press, 2018.
- [105] Jellad, Asma. "Etude des propriétés mécaniques et tribologiques de couches minces nanostructurées: cas du carbure de chrome". Thèse de doctorat. Evry-Val d'Essonne, 2006.
- [106] Basu, Bikramjit, and Mitjan Kalin. "Tribology of ceramics and composites: a materials science perspective". John Wiley & Sons, 2011.
- [107] Wen, Shizhu, and Ping Huang. "Principles of tribology". Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, 2012.
- [108] Lemaitre, Jean, Jean-Louis Chaboche, and Paul Germain. "Mécanique des matériaux solides". Vol. 2. Paris: Dunod, 1985
- [109] Zum Gahr, K-H. "Microstructure and wear of materials". Vol. 10. Elsevier, 1987
- [110] Davim, J. Paulo, ed. "Tribology for engineers: A practical guide". Elsevier, 2011.
- [111] Bayer, Raymond J. "Mechanical Wear Fundamentals and Testing, revised and expanded". CRC Press, 2004.
- [112] Gnecco, Enrico, and Ernst Meyer, eds. "Fundamentals of Friction and Wear on the Nanoscale". Springer, 2015.
- [113] Anderson, Arnold E. "Friction and wear of automotive brakes". ASM International, 1992.
- [114] N.Khanafi-Benghalem, E.Felder, K.Loucif and P. Montmitonnet, "Plastic deformation of 25CrMo4 steel during wear: effect of the temperature, the normal force, the sliding velocity and the structural state." Wear 268.1-2 (2010): 23-40.
- [115] Bhushan, Bharat. "Introduction to tribology". John Wiley & Sons, 2013.
- [116] Mehta, N. C., Viral V. Shiyani, and Jemish R. Nasit. "Metal forming analysis." International Journal of Emerging Technology and Advanced Engineering 3.5 (2013): 190-196.

- [117] P.C.Okonkwo, G.Kelly, B.F.Rolfe and M.P. Pereira, "The effect of sliding speed on the wear of steel–tool steel pairs". *Tribology International* 97 (2016): 218-227.
- [118]Gök, Mustafa Sabri, et al. "Dry sliding wear behavior of borided hot-work tool steel at elevated temperatures." *Surface and Coatings Technology* 328 (2017): 54-62.
- [119] Hardell, Jens, Elisabet Kassfeldt, and Braham Prakash. "Friction and wear behaviour of high strength boron steel at elevated temperatures of up to 800 C." *Wear* 264.9-10 (2008): 788-799.
- [120] M.Tabur, M.A.H.M.U.T.Izciler, F.Gul and I.Karacan, "Abrasive wear behavior of boronized AISI 8620 steel." *Wear* 266.11-12 (2009): 1106-1112.
- [121] P.C.Okonkwo, G.Kelly, B.F.Rolfe and M.P. Pereira, "The effect of temperature on sliding wear of steel-tool steel pairs." *Wear* 282 (2012): 22-30.
- [122] M.F.Ashby and S. C. Lim, "Wear-mechanism maps." *Scripta Metallurgica et Materialia* 24.5 (1990): 805-810.
- [123] Hardell, Jens, and Braham Prakash. "High-temperature friction and wear behaviour of different tool steels during sliding against Al–Si-coated high-strength steel".*Tribology International* 41.7 (2008): 663-671.
- [124]Hardell, B. Prakash, "Tribological performance of surface engineered tool steel at elevated temperatures", *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 28 (2010) 106–114.
- [125] F.H. Stott, "High-temperature sliding wear of metals", *Tribology International* 35 (2002) 489–495.
- [126] A.Gåård, N.Hallbäck, P.Krakhmalev and J.Bergström, "Temperature effects on adhesive wear in dry sliding contacts." *Wear* 268.7-8 (2010): 968-975.
- [127] D.Gultekin, M.Uysal, S.Aslan, M.Alaf, M.O.Guler and H. Akbulut, "The effects of applied load on the coefficient of friction in Cu-MMC brake pad/Al-SiCp MMC brake disc system." *Wear* 270.1-2 (2010): 73-82.
- [128] O.P.Modi, P.Pandit, D.P.Mondal, B.K.Prasad, A.H.Yegneswaran and A.Chrysanthou, "High-stress abrasive wear response of 0.2% carbon dual phase steel: Effects of

microstructural features and experimental conditions". *Materials Science and Engineering: A* 458.1-2 (2007): 303-311.

[129] Kaushik, N. Ch, and R. N. Rao. "Effect of applied load and grit size on wear coefficients of Al 6082–SiC–Gr hybrid composites under two body abrasion". *Tribology International* 103 (2016): 298-308.

[130] Natarajan, N., S. Vijayarangan, and I. Rajendran. "Wear behaviour of A356/25SiCp aluminium matrix composites sliding against automobile friction material." *Wear* 261.7-8 (2006): 812-822.

[131] Babakhani, Abolfazl, Ali Haerian, and M. Ghambri. "Effect of heat treatment, lubricant and sintering temperature on dry sliding wear behavior of medium alloyed chromium PM steels". *Journal of materials processing technology* 204.1-3 (2008): 192-198.

[132] *Entreprise Nationale des Verres et Abrasifs, Route nationale N°5 ; Thénia, Boumerdes ; Algérie.*

[133] G.F. Vander Voort, "Metallography- Principles and practice", McGraw-Hill, 1984.

[134] ASTM E 562, "Standard practice for determining volume fraction by systematic manual point count", 1983.

[135] ASTM E112-84, "Standard Methods for Determining Average Grain Size", 1983.

[136] Doris Ehrt and Ralf Keding, "electrical conductivity and viscosity of borosilicate glasses and melts, physics and chemistry of glasses"; *European journal of glass science and technology part B* Vol.50 N°3 (2009) 165-171,

[137] E.Bassini, L.Iannucci, M.Lombardi, S.Biamino, D.Ugues, G.Vallillo and B.Picqué, "Net shape HIPping of a Ni-superalloy: A study of the influence of an as-leached surface on mechanical properties." *Journal of Materials Processing Technology* 271 (2019): 476-487.

[138] S.Jauregi, F.Fernández, R.H.Palma, V.Martínez, and J.J.Urcola, "Influence of atmosphere on sintering of T15 and M2 steel powders", *Metall. Trans. A* 23A (1992) 389–400.

[139] J.V. Wood, J.V.Bee, P.R.Brewin and P.D.Nurthen, "Sintering mechanisms in vacuum sintered M2 and T15 high speed steel powders", *MPR* (1988) 177–188.

- [140] N.S. Myers and D.F Heaney, "Metal injection molding (MIM) of high speed tool steels", *Adv. Powder Products* (2012) 516–525.
- [141] A.Varez, JB.Levenfeld, J.M. Torralba, G.Matula and L.A. Dobrzanski, "Sintering in different atmospheres of T15 and M2 high speed steels produced by a modified metal injection moulding process", *Mater. Sci. Eng. A366* (2004) 318–324.
- [142] Z.Dong, N.Liu, W.Hu, X.Kong, Z.Ma and Y.Liu, "The effect of Y₂O₃ on the grain growth and densification of W matrix during low temperature sintering: Experiments and modelling". *Materials & Design*, 181, (2019). 108080.
- [143] Y.Pan, L.Ding, H.Li, and D.Xiang, "Effects of Y₂O₃ on the microstructure and mechanical properties of spark plasma sintered fine-grained W-Ni-Mn alloy". *Journal of Rare Earths*, 35(11), (2017). 1149-1155.
- [144] L.Cheng, Z.Xie, J.Liu, H.Wu, Q.Jiang and S.Wu, "Effects of Y₂O₃ on the densification and fracture toughness of SPS-sintered TiC". *Materials research innovations*, 22(1), (2018). 7-12.
- [145] Y.F.Zhou, Z.Y.Zhao, X.Y.Tan, L.M.Luo, Y.Xu, X.Zan and Y.C.Wu, "Densification and microstructure evolution of W-TiC-Y₂O₃ during spark plasma sintering". *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 79, (2019). 95-101.
- [146] S.Guo, R.Bao, J.Yang, H.Chen and J.Yi, "Effect of Mo and Y₂O₃ additions on the microstructure and properties of fine WC-Co cemented carbides fabricated by spark plasma sintering". *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 69, (2017). 1-10.