

N° d'ordre : /2014/DM

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

UNIVERSITÉ DE BATNA
FACULTÉ DE TECHNOLOGIE
DÉPARTEMENT DE MÉCANIQUE

MEMOIRE PRESENTE POUR L'OBTENTION DU DIPLOME DE

MAGISTÈRE

En

Génie Mécanique

Option : science des matériaux

Par

Mebarki lahcene

Contribution à l'étude de précipitation du carbure
dans les aciers fortement alliés (frittée)

Soutenu le : 03 /02 /2014

Devant le jury composé de

Pr BENBOUTA RACHID	Professeur, Université de Batna	Président
Pr BRIOUA MOURAD	Professeur, Université de Batna	Rapporteur
Pr MADANI SALAH	Professeur, Université de Batna	Examineur
Pr BENZAADA SAID	Professeur, Université de Biskra	Examineur

Année Universitaire 2013 / 2014

Remerciement

Je commence par remercier **ALLAH** notre Seigneur pour m'avoir donné la santé, la volonté et la patience durant toutes mes études, afin d'accomplir ce modeste travail.

Je tiens à adresser mes très sincères remerciements :

Au Professeur **M, BRIOUA**, du département mécanique, de **l'Université de Batna** pour l'encadrement, l'aide, et ses précieux conseils, mais également pour sa confiance, et ses encouragements jusqu'au terme de la réalisation de ce présent mémoire.

J'adresse aussi ma profonde reconnaissance à :

Ma **femme**, pour son perpétuel soutien jusqu'à la dernière minute de la réalisation de mon mémoire, ma petite fille **Katar nada**, mes **parents** pour leur patience et leur soutien moral, mes **frères**, mes **sœurs**.et toute la **famille**.

Mes remerciements vont aussi à mes collègues et amis pour leurs encouragements, aux Enseignants, et doctorants de département de la mécanique, pour leur soutien et leur accueil chaleureux.

Lahcene mebarki



Sommaire

Introduction générale.....	01
Chapitre I : Etude bibliographique	
I-Introduction.....	03
I-1 : la métallurgie des poudres.....	05
I-2 : Elaboration des poudres	06
I-3 : Caractérisation mécaniques des poudres.....	10
I-3-1 : Comportement élastique	11
I-3-2 : Comportement plastique	13
I-4 : Compression des poudres	15
I-5 : Méthodes de mise en forme	16
I-5-1 : Formage par compression.....	16
I-5-2 : Formage sans compression.....	16
I-6 : Avantages de métallurgie des poudres.....	16
I-7 : Frittage.....	17
I-7-1: Fabrication du produit fritté.....	17
I-7-2 : Origines de frittage.....	17
I-7-3 : Paramètres du frittage	18
I-7-3-1 : atmosphère de frittage	18
I-7-3-2 : température et durée de frittage.....	18
I-7-3-3 : la durée de frittage.....	18
I-7-4 : Préparation des poudres pour le pressage.....	19
I-7-5 : Avantages de l'acier frité.....	19
I-7-6 : Avantages de frittage	20
Chapitre II : Caractérisation de la précipitation ou cours du traitement thermique	
II-Introduction	21
II-1 : Les aciers a outils.....	21
II-2 : Le teneur de carbone	21
II-3 : Le traitement thermique des aciers a outils.....	22
II-3-1 : Trempe.....	24
II-3-2 : Revenu.....	25
II-3-3 : recuit	26

II-4 : Observation des microstructures	27
II-4-1 : Microscope optique	27
II-4-2 Microscopie électronique à balayage (MEB)...	28
II-4-3 Microscopie électronique en transmission (MET)...	29
II-5 Diagramme Fr-C.....	30
II-5-1 : Diagramme des phases.....	31
II-5-2 : Définitions des constituants micrographiques.....	32
II-6 Transformation thermiques	34
II-6-1 : Transformation perlitique.....	34
II-6-2 : Transformation bainitique.....	35
II-6-3 : Transformation martensitique.....	36
II-7 Les différents types de précipitation.....	39
II-7-1Précipitation continu	39
II-7-2 Précipitation discontinu.....	40
II-7-3La précipitation interphase.....	41
II-7-4 Domaine de précipitation.....	42
II-8 la précipitation d'aciers fortement alliée.....	42
II-8-1 : Au cours de recuit.....	42
II-8-2 : Au cours de trempe.....	43
II-8-3 : Au cours de revenu.....	44
II-9 : Influence des éléments d'alliages sur la précipitation.....	46
II-9-1 Les éléments carburigènes.....	46
II-9-2 Les éléments non carburigènes.....	47
II-10 : Influence des de nickel.....	48
II-10-1 Etat de trempe.....	48
II-10-2 Etat de revenu.....	48
II-10-3 Evolution de la dureté au cours de revenu.....	49
II-11 : Influence de molybdène.....	49
II-11-1 Etat de trempe.....	49
II-11-2 Etat de revenu	49
II-11-3 Evolution de la dureté au cours de revenu.....	50
II-12 : Influence du couplage nickel molybdène vanadium.....	50
II-12-1 Etat de trempe	50
II-12-2 Etat de revenu.....	50

II-12-3 Evolution de la dureté au cours de revenu.....	51
Conclusion Influence des éléments d'alliages	51

Chapitre III : Etude expérimentale

III-Introduction.....	53
III-1 Les caractérisation de l'acier référence.....	53
III-1-1 Composition chimique.....	53
III-1-2 Les caractéristiques mécanique	53
III-1-3-Traitement thermiques	54
III-1-3-1 Recuit normalisation.....	54
III-1-3-2 Trempe	54
III-1-3-3 Revenu.....	54
III-2 Elaboration et caractérisation d'acier frittée de types (Fe+w+ni).....	55
III-2-1: composition chimiques d'alliage	55
III-2-2 calcule des masses des différentes éléments	55
III-3 : Préparation de mélange.....	56
III-3-1 Calcul des masses des différents éléments	55
III-4 Traitement thermique.....	63
III-5: Essai de dureté HRC.....	63
III-6 : Examen métallographique	63
III-6-1 Polissage et l'attaque chimique	63
III-7 : Essai de résilience.....	63

Chapitre IV : discussion du résultat

V-Introduction.....	65
IV-1 : Matériel utiliser.....	65
IV-1-1 : durometre	65
IV-1-2 : Microscope optique	65
VI-1-2-1 Polissage.....	66
VI-1-2-2Attaque chimique	66
VI-1-3 : machine de résilience	66
VI-2 : Traitement thermique	68
VI-2-1Trempe a800 c°.....	68
VI-2-2Trempe a1000 c°	69
VI-2-3 Trempe a1300 c.....	70
IV-3 : Essai de résilience.....	71

IV-4 : Précipitation ou cours de traitement thermiques	72
Conclusion	72
Conclusion générale.....	73
Bibliographie	

Introduction
générale

Introduction générale

Dans la gamme de production de pièces en grande série via des procédés simples et économiques, les procédés de mise en forme des matériaux (métalliques, céramiques ou composites) à partir de poudres présentent un intérêt de plus en plus croissant pour les industriels.

Les matériaux granulaires utilisés vont des poudres métalliques (acier, cuivre) aux mélanges de poudres (carbure de tungstène-cuivre, aluminium-céramiques . . .) en passant par les céramiques (alumine, ferrites).

Le procédé de mise en forme à partir de poudres est utilisé dans nombreux secteurs parmi lesquels l'aéronautique et l'automobile pour fabriquer différentes sortes de pièces telles que, si on se réfère à l'industrie automobile, des engrenages, des moyeux, des cames ou encore des bielles. Le matériau granulaire est tout d'abord soumis à de fortes pressions ensuite à des températures élevées dans le but d'atteindre les spécifications de tenue mécanique requises de la pièce escomptée. La compression a pour objectif principal d'imprimer à la poudre la forme de la pièce et entraîne la densification du comprimé pour atteindre une densité maximale suite à un réarrangement des grains accompagné de leur déformation. À l'issue de la compression, la pièce dite "comprimé à vert" est encore mécaniquement très fragile, d'où la nécessité de procéder au frittage. Celui-ci consiste à chauffer le comprimé à vert à haute température permettant ainsi de mieux "souder" les grains pour avoir de bonnes caractéristiques de tenue mécanique.

La combinaison de la compression et du frittage est couramment employée dans le secteur mécanique pour des productions de grandes séries permettant des prix de revient faibles, d'allier forte cadence de production, minimum de perte de matières premières et ne nécessite pas de reprise d'usinage majeure [1].

Bien que la technologie liée à la métallurgie des aciers à outils soit établie depuis plus d'un siècle, la production de poudres d'aciers à outils est relativement récente. La métallurgie des poudres (MP) a même permis l'atomisation de poudres d'aciers à outils qui sont difficiles à produire par le procédé traditionnel de coulé en lingots (ex. : aciers à outils à haute teneur en C et en Cr). En plus des avantages inhérents à la métallurgie des poudres (réduction des opérations d'usinage, pièces près des cotes, moins énergivore, etc.), la microstructure de pièces d'aciers à outils élaborées par MP est relativement fine et homogène. Les poudres d'aciers à outils, initialement mises en oeuvre par pressage isostatique à chaud ou par frittage en phase liquide supersolidus, sont maintenant largement mises en oeuvre par le procédé traditionnel de pressage et frittage (ex. sièges de soupapes).

Les poudres d'aciers à coupe rapide sont utilisées pour la mise en oeuvre de sièges de soupapes pour leur dureté à chaud élevée et leur bonne résistance à l'usure. Les aciers à coupe rapide (ex. M2) sont coûteux à cause de leur teneur élevée en éléments d'alliage (Mo, W, Cr, Co et V). La fluctuation importante du prix des matières premières au cours de la dernière décennie a occasionné une augmentation importante du coût de ces poudres d'acier à coupe rapide, ce qui a suscité un intérêt important de la part des fabricants de sièges de soupapes pour l'utilisation de matériaux moins coûteux afin de remplacer les aciers à coupe rapide. [2]

Notre travail se répartie en quatre chapitres.

Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique sur la métallurgie des poudres. Le deuxième chapitre présente des généralités sur les aciers ainsi que la caractérisation de la précipitation des carbures ou cours du traitement thermique.

Le troisième chapitre consiste une étude expérimentale d'un acier élaboré par la métallurgie des poudres en le comparant avec un acier à outil de même composition obtenu par la coulée.

Le dernier chapitre ; réservé pour les résultats obtenus et leurs interprétations.

Chapitre I

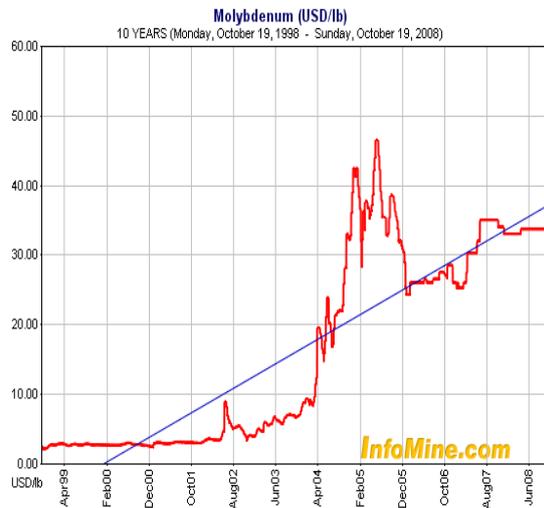
Études bibliographique

I-Introduction

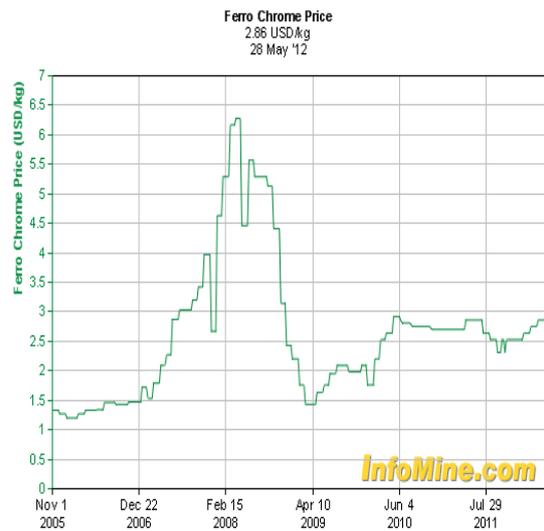
La métallurgie des poudres (MP) est un domaine en plein essor. Ce procédé de mise en œuvre des matériaux permet la production de pièces relativement complexes à un coût compétitif. C'est un procédé plus écologique, en comparaison aux procédés traditionnels de mise en œuvre des matériaux et qui présente plusieurs avantages. Parmi les avantages du procédé de MP comparativement aux procédés traditionnels, il permet de réduire les opérations secondaires d'usinage, il permet d'obtenir des pièces près des cotes finales, il est moins énergivore et il nécessite moins de matières premières. Les opérations secondaires (usinage, perçage, alésage, etc.) constituent généralement une part importante des coûts de production des pièces. Les poudres de fer et d'acier sont les poudres métalliques qui occupent la plus grande part de marché pour ce type de procédé. Le secteur de l'automobile est un des marchés les plus importants qui utilise des pièces d'acier fabriquées par métallurgie des poudres. En Amérique du Nord, après une année difficile en 2009 où la production de pièces produite par MP a atteint son niveau le plus bas des dix dernières années, de l'ordre de 210,000 tonnes de pièces produites, la production est remontée en flèche en 2010 – 2011 avec une production annuelle de l'ordre de 320,000 tonnes de pièces produites. Déjà en 2002, près de 70 % de ces pièces étaient destinées au marché de l'automobile. Les véhicules automobiles actuels comptent en moyenne près de 50 pièces, ce qui représente plus de 8 kg de pièces, incluant entre autres, bielles, engrenages, et sièges de soupapes.

L'objectif principal de la fabrication d'un nouveau matériau pour des applications dans l'industrie se subdivise en plusieurs objectifs :

- Fabrication d'une nouvelle poudre d'acier à outils relativement peu coûteuse;
- Fabrication d'un procédé de production de la nouvelle poudre d'acier à outils;
- Fabrication de mélanges pour l'obtention de pièces frittées pouvant remplacer les alliages actuellement utilisés à base d'acier à coupe rapide pour des plusieurs utilisation
- La caractérisation détaillée de la microstructure de ce nouveau matériau à toutes les étapes du procédé, en partant des poudres atomisées aux pièces frittées et traités thermiquement;
 - L'étude de plusieurs caractéristiques des poudres et leur impact sur les propriétés des poudres, des mélanges et des pièces frittées;
- Transfert industriel du procédé développé en laboratoire;



Ferromolybdenum (\$US/lb de M)



Ferrochrome (\$US/kg de Cr),



Ferrotungsten (\$US/kg de W)



Ferrovandium (\$US/kg de V)

Figure I-1 : Coût des métaux au cours des dernières années (Infomine.com, 2008; 2012). [2]

Avec l'avènement de pays comme la Chine dans l'ère de l'industrialisation, notamment dans la production d'acier, le coût de certains éléments d'alliage, comme le molybdène, le nickel et le cobalt a augmenté considérablement. Cette augmentation élevée du coût des matières premières résulte en une perte de profit non négligeable pour les producteurs européens et nord-américains de poudres alliées, ainsi que pour les producteurs de pièces. **La figure I-1** illustre le coût de certains éléments d'alliage utilisés dans les aciers à coupe rapide au cours des dernières années.

I-1 La métallurgie des poudres (MP) :

La métallurgie des poudres (MP) se réfère à un ensemble de procédés de fabrication et de mise en forme qui sont utilisés pour produire différentes formes de pièces mécaniques à partir de mélanges de poudres de métaux purs ou d'alliages. Cette filière permet la réalisation de pièces de précision difficile à obtenir par d'autres procédés communs et ce sans encourir de perte de matériaux. Les principaux processus de la MP pour la production de pièces et de composants sont la compression et le frittage. La compression a pour objectif de déformer la poudre à l'aide d'une pression externe et d'imprimer à la poudre la forme de la pièce. [2]

Le frittage consiste à chauffer le comprimé obtenu pour un objectif final de tenue mécanique.

La MP offre de nombreux avantages par rapport aux autres technologies de mise en forme des matériaux métalliques, parmi lesquels on peut citer

- La capacité intrinsèque à produire une large gamme d'alliages, notamment les composites, avec des propriétés uniques ;
- Le contrôle de la taille, la forme et l'emplacement de la porosité dans la pièce ;
- L'adaptation des microstructures pour proposer une gamme de propriétés physiques et mécaniques ;
- La production des pièces de volume modéré à volume élevé ;
- La fabrication d'une gamme étendue de formes ;
- La capacité d'optimiser le processus complet, allant de la sélection des matériaux en passant par la fabrication jusqu'aux propriétés du produit fini.
- Le coût-efficacité plus compétitif vis-à-vis des procédés tels que le moulage, le forgeage et l'usinage

I-2- Élaboration des poudres

Il existe trois méthodes de fabrication des poudres : mécanique, physique et chimique. Chacune de ces méthodes ont une influence sur la taille des grains solides, leur répartition, leur forme, leur microstructure, la chimie et le coût des poudres obtenues. Du point de vue mécanique, les techniques couramment utilisées sont celles du broyage et du mécano synthèse.

Les méthodes physiques se réfèrent essentiellement aux techniques d'atomisations dont le principe est de faire couler le métal en fusion et de le soumettre aux jets d'un fluide (eau, gaz, huile) dont le but est d'isoler les gouttelettes qui constituent ainsi les grains solides conformément à la figure 1. Il existe d'autres techniques physiques telles que l'ultrason, l'orifice vibrant

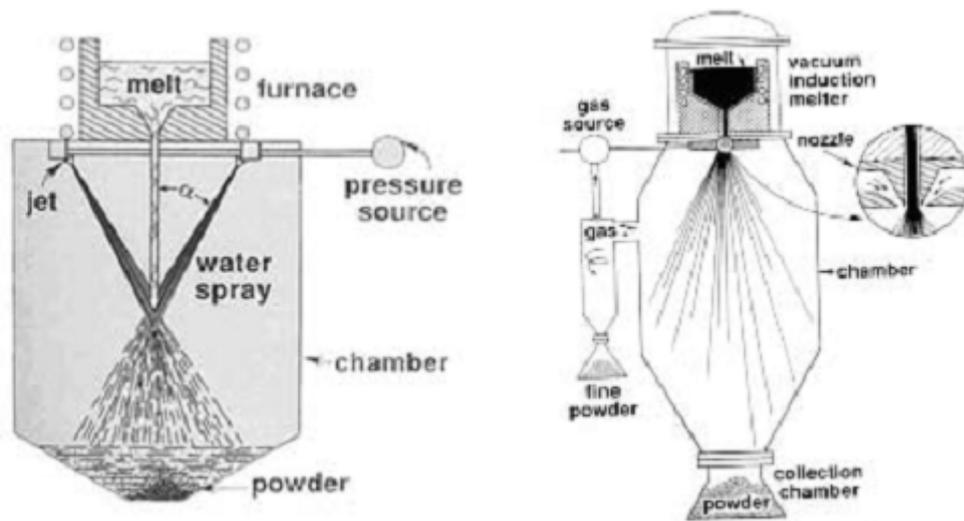


Figure-I-2 Principe de l'atomisation par jet d'eau (à gauche) et par jet de gaz (adroit) [2]

Parmi les techniques chimiques, on distingue une diversité de méthodes de préparation des poudres qui consistent à faire intervenir un réactant et un réactif.

Les procédés de mise en forme des poudres rencontrent actuellement un succès croissant dans divers secteurs industriels tels que l'automobile, l'aérospatial, les outils de coupes, l'énergie, les conducteurs électriques, les supports magnétiques et l'électronique. Chacun de ces secteurs emploie des poudres spécifiques à leur activité. La matière première, livrée sous forme pulvérulente, peut être de différentes natures : métallique, céramique ou organique [2].

Les poudres de nature organique sont utilisées dans l'industrie pharmaceutique. Pour décrire ces matières premières, il est d'usage de préciser :

- La composition chimique : les matières premières sont distinguées au travers de noms Commerciaux. La composition chimique inclut également la nature des adjuvants ;
- Les adjuvants : ce sont des matériaux ou substances ajoutés à la poudre brute et ont pour fonction soit de liant, soit de lubrifiant. Le liant autorise l'agglomération des grains de poudre et le lubrifiant réduit les frottements aux interfaces poudres-outils et grain-grain.

La nature granulaire d'un matériau pulvérulent est caractérisée par un certain nombre de paramètres physiques : la masse totale, le volume total de la poudre, le volume de la partie solide, le volume des vides, la masse volumique de la matière dense, la densité relative rapportée à la masse volumique du matériau dense, etc. Ces paramètres qualifient essentiellement l'état du matériau au regard de la porosité au cours des phases caractéristiques des procédés de mises en forme.

D'autres paramètres doivent être également considérés pour distinguer avec précision les nuances variées des poudres industrielles. En effet, la caractérisation mécanique de dureté conduit à définir deux grandes classes de matériaux pour les poudres :

- Les matériaux ductiles qui sont des matériaux "mou" et qui peuvent être allongés, étendus,

Étirés sans se rompre (fer, cuivre, plomb . . .) ;

- Les matériaux fragiles qui sont des matériaux durs et qui peuvent se briser sans déformation

Plastique appréciable. On distingue dans cette classe les carbures et les céramiques.

La caractérisation des poudres repose aussi sur l'analyse de la morphologie des grains

- La taille des grains est mesurée par tamisage ou micrographie qui renseignent sur la granulométrie du mélange,
- La forme des grains conditionne en partie le comportement de la poudre pour certaines phases du procédé de mise en forme.

Les photographies présentées sur les figures 1.2 et 1.3 permettent d'apprécier la variété des morphologies rencontrées pour quelques poudres métalliques.

Lors de l'étape de mélange, des éléments d'alliages, tels que le graphite, le nickel ou le cuivre, ainsi que éventuellement le lubrifiant sont ajoutés à la poudre de base (poudre de fer par exemple). La factorisation d'un bon malaxage du mélange réalisé permet d'obtenir une certaine homogénéisation de la poudre conduisant à une répartition plus uniforme .

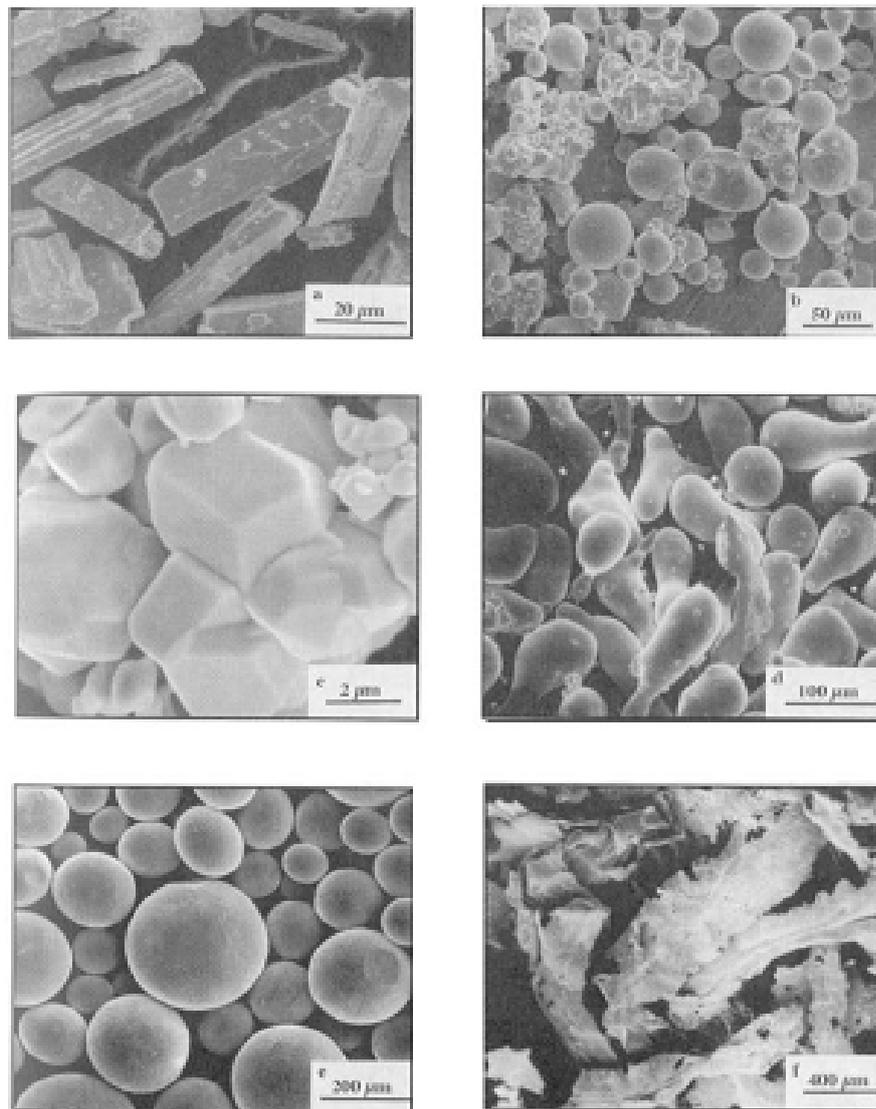


Figure -I-3 Diverses formes de grains de poudres métalliques [1]

- a) Tellurisme moulu, aciculaire;
- b) Alliage de fer atomisé avec de l'argon, sphérique avec de fines particules agglomérées;
- c) Tungstène réduit par gaz, les agrégats sont polygonaux;
- d) Etain atomisé par air;
- e) Alliage de fer atomisé par centrifugeuse;
- f) Eétain éclaboussé trempé,

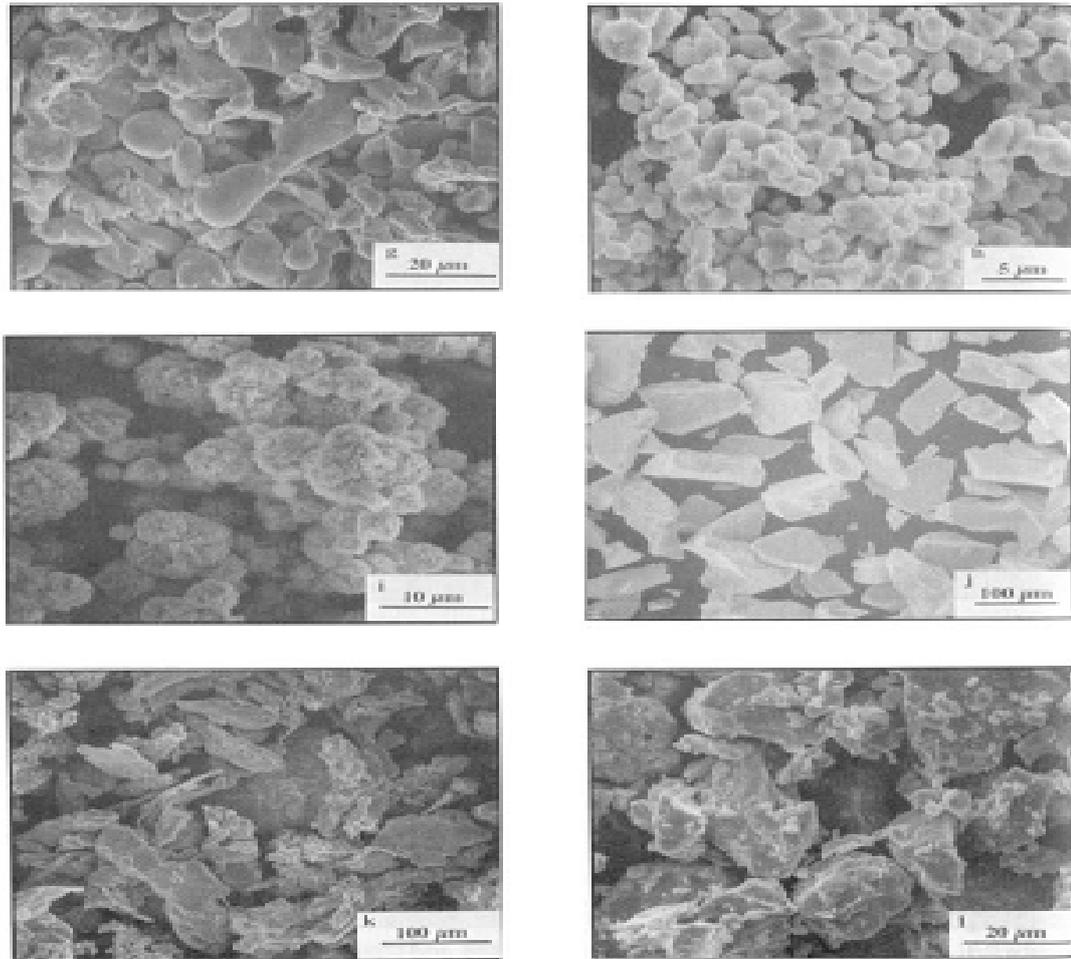


Figure-I-4. Autre formes de grains de poudres métalliques [1]

- g) Acier inoxydable atomisé par eau, arrondi et irrégulier
- h) Palladium par électrolytique éponge
- i) Nickel par décomposition de carbonyle, poreux et cubique
- j) Verre métallique à base de fer, ruban écrasé plats angulaires
- k) Titane, réduit par sodium moulu, irrégulier
- l) Hydrure de niobium, moulu, anguleux

I-3 Les Caractéristiques mécaniques des poudres

Il existe toute une variété de moyens d'essais permettant de caractériser (propriétés physiques et mécaniques) la poudre et les comprimés. Dans l'industrie, les essais de caractérisation sont souvent normalisés. On y distingue les essais de coulabilité et de densité tassée à la réception de la matière, les essais de compressibilité, de tenue à cru (essais de flexion) et d'efforts d'éjection sur des comprimés. Dans les unités de recherches, les moyens d'essais sont sophistiqués et plus lourds d'exploitation. Ils permettent cependant d'effectuer des essais mécaniques identifiant le type de comportement manifesté par la poudre et donnent accès aux valeurs des Paramètres matériaux figurant dans les expressions des lois de comportement.

La figure I-5 montre schématiquement les essais rencontrés dans la pratique courante. Ce sont les essais classiques de traction simple, de compression triaxiale, de compression isotrope (compression triaxiale pour laquelle la contrainte radiale est égale à la contrainte axiale), et de compression en matrice. Les essais de compression diamétrale (essais brésilien) et de flexion quatre points sont aussi pratiqués en métallurgie des poudres. Du point de vue interprétation des résultats, il peut s'avérer plus aisé dans certains cas, comme en géotechnique, de substituer aux contraintes axiale et radiale, la pression moyenne p et le déviateur q . [2]

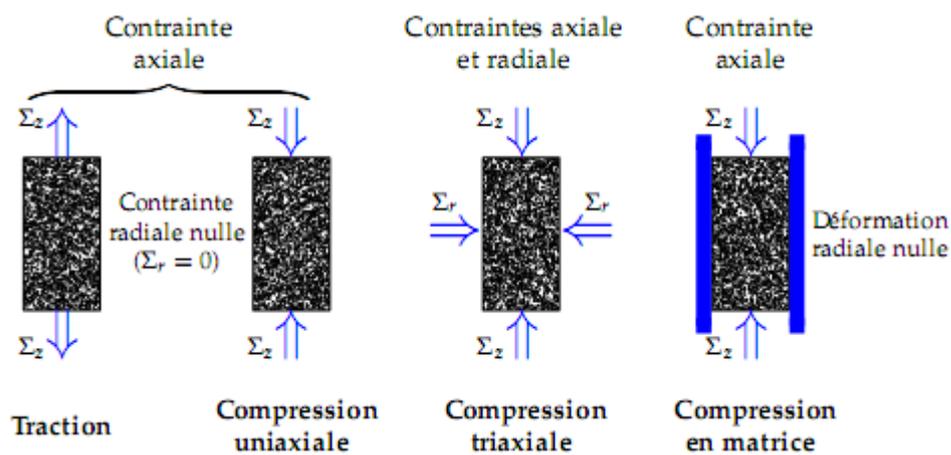


Figure –I-5 Présentation des essais simples sur des comprimés cylindriques et leurs différentes Conditions aux limites. [2]

Les dispositifs des essais classiques constituent des moyens de caractérisation fiables de comprimé de poudre. Chacun d'eux permet de décrire des états de sollicitation distincts et des histoires de chargement spécifiques. Suivant l'état de contraintes auquel elle est soumise, une poudre va répondre différemment. Elle manifeste un caractère pulvérulent sous un état de cisaillement à faible pression moyenne. Son comportement est celui d'un matériau massif lorsqu'elle est fortement comprimée. Étant donné que le comportement à la compression est très faiblement sensible à la vitesse de chargement, qui est en pratique relativement faible (de l'ordre de quelques cm/s à quelques dizaines de cm/s).

I-3-1 Comportement élastique :

Le comportement élastique d'une poudre se manifeste lors du relâchement des contraintes de compression à l'éjection des comprimés. Le rebond 1 consiste en une dilatation du comprimé lors de sa sortie de la matrice. L'augmentation du volume est due à la restitution d'une partie de l'énergie de déformation. Ce phénomène est en partie attribué au comportement élastique de la poudre. Une modélisation précise de ce comportement est essentielle pour prédire les dimensions de la pièce à vert après éjection. Dans le cas des poudres de fer par exemple, le rebond à l'éjection est plus important que le retrait au frittage. Afin de mettre en évidence les caractéristiques du comportement élastique, des mesures indirectes par ultrasons des paramètres élastiques (module de Young, module de compressibilité volumique, coefficient du Poisson dont la mesure reste très imprécise) durant la compaction de poudre de fer [1].

En première approximation, on peut considérer la poudre lâche comme un matériau isotrope dont l'élasticité initialement très faible revêt un caractère anisotrope au fur et à mesure de la densification. L'anisotropie est induite par la direction de chargement qui déforme ou oriente les grains de manière préférentielle. (La figure 1.6) illustre l'anisotropie induite lors d'une compression en matrice. Cette anisotropie de comportement est mise en évidence par un essai de compression uni axiale qui montre ainsi une meilleure résistance dans le sens de la pré-compression que dans le sens perpendiculaire.

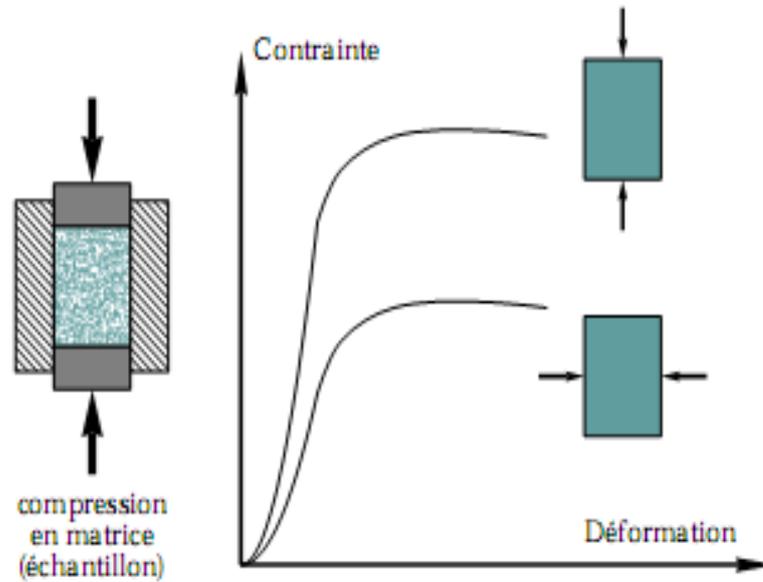


Figure-I-6 -Illustration de l'anisotropie induite lors d'une compression en matrice [1]

On a réalisé des essais de compression simple sur des échantillons cubiques de poudre de fer qui ont été mis en forme dans un premier temps par compression en matrice de section carrée. L'originalité de ces essais repose sur le caractère cyclique du chargement comportant de nombreuses décharges-recharges de la sollicitation imposée.

Il en ressort de la série de résultats obtenus que les réponses en déformation-contrainte présentent une évolution avec la densité et que le comportement élastique est non-linéaire. En outre, il dépend de l'orientation de la sollicitation par rapport au comprimé. Cette anisotropie élastique semble disparaître pour les valeurs élevées de la densité.

I-3-2 Comportement plastique :

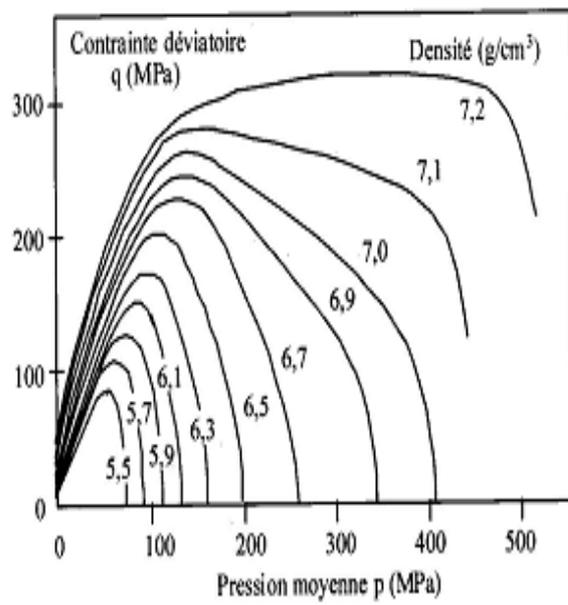
La déformation plastique est prépondérante au cours de la compression. Dans le cas de poudres tendres, les grains au cours de la densification s'indentent mutuellement au cours de la déformation, créant ainsi des zones de dissipation plastique au niveau des zones de contact. Il s'ensuit que la matière tend à s'extruder pour combler les vides entre les grains, ce qui fait croître la densité au fur et à mesure que la charge appliquée augmente. Une compression isotrope génère de faibles densités comparativement aux autres états de contrainte. Ceci implique que la superposition d'une contrainte de cisaillement à la compression isotrope améliore la densification en laissant aux grains une grande mobilité.

La connaissance de l'évolution de la densité en fonction de l'état de contrainte appliqué s'avère ainsi indispensable. En se basant sur des essais triaxiaux de révolution, permettant dans son principe d'explorer une partie significative du plan pression moyenne-déviateur de contrainte (p, q) par combinaison d'une contrainte axiale et d'une contrainte radiale différentes sur l'éprouvette (figure 1.6)

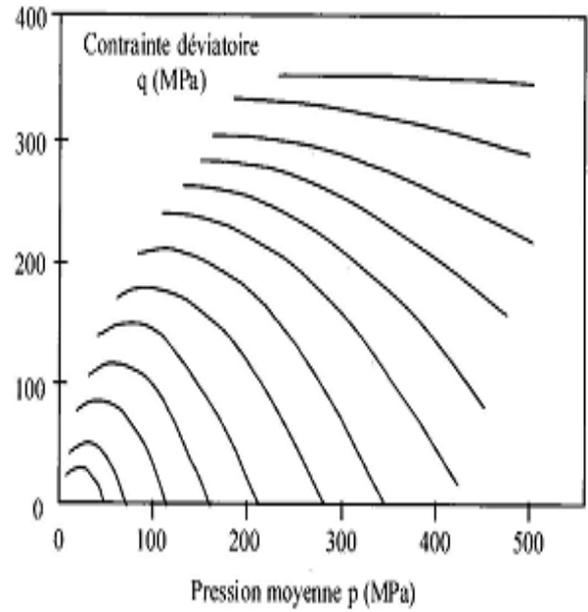
On peut obtenir un réseau de courbes d'iso-densité comme celui représenté sur la (figure 1.7) Cette figure met en évidence des états de contraintes différents pour une même densité. Ces courbes conduisent à définir des surfaces fermées dans l'espace (p, q) . Ce sont les surfaces de charges pour une densité fixée, dont la taille augmente avec celle-ci. Sous de fortes pressions moyennes et des cisaillements élevés, la réponse de la poudre s'approche de celle du matériau constitutif des grains solides.

Les courbes iso-densité s'orientent progressivement suivant la direction de l'axe des pressions p , à l'image des matériaux plastiques de Von Mises bien que les contraintes appliquées ne permettent généralement pas d'atteindre une porosité nulle.

Les mesures effectuées sur une poudre de fer montrent un réseau d'iso-potentielle plastique dont l'allure générale indiquée sur la figure 1.6b diffère sensiblement de celle des surfaces de plasticité. La partie des iso-potentielle de pente positive témoigne d'une déformation dilatante, typique des milieux granulaires, alors qu'une pente négative indique une densification.



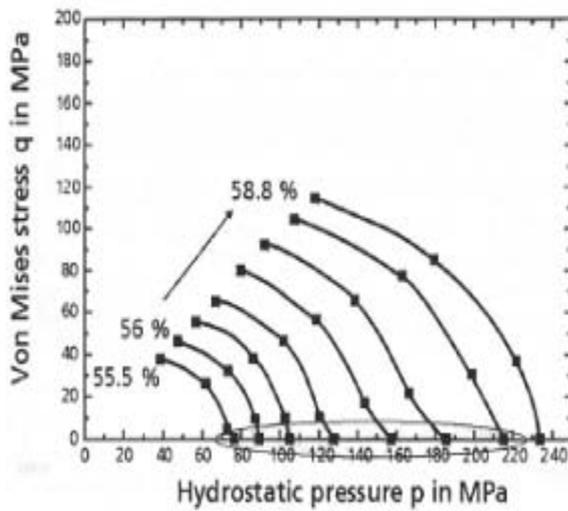
(a)



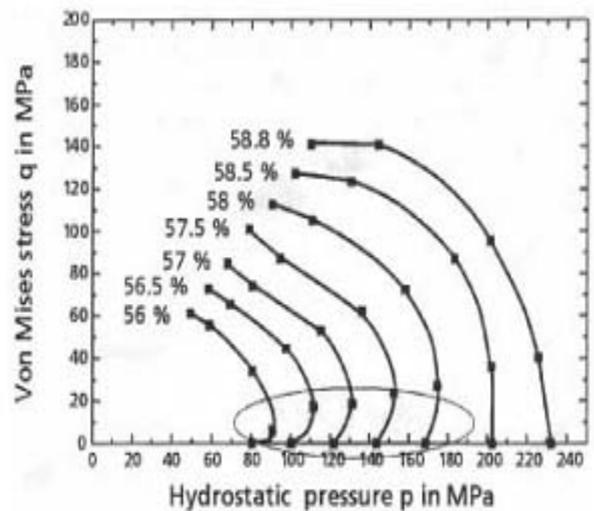
(b)

Figure-I-7– (a) Courbes iso -densités;

(b) Courbes iso-potentielles [1]



(a)



(b)

Figure-I-8 ::(a) compression iso trope;

(b) compression en matrice Source [1]

I-4 Compression des poudres

La phase compression vise deux buts que sont la densification par rapprochement et déformation des grains solides à l'aide d'une pression externe, et l'obtention de comprimés ayant la forme et les dimensions désirées. Au cours de la compression, le lubrifiant sec mélangé initialement avec la poudre est pressé jusqu'à la proie de la matrice afin de faciliter l'éjection de la pièce d'une part et d'autre part pour augmenter la vie de l'outillage. La méthode de compression la plus utilisée est la méthode dite uniaxe à froid. Le cycle de compaction est décrit par les étapes ci-dessous conformément à la figure 1.5 :

1. Une quantité contrôlée de la poudre est mise en place par gravité dans la matrice par l'intermédiaire d'un sabot d'alimentation.
2. Les poinçons supérieur et inférieur se déplacent l'un vers l'autre en appliquant une pression prédéterminée sur la poudre, générant ainsi un comprimé conforme à la forme et à la taille de la matrice et des poinçons.
3. Le poinçon supérieur est retiré de la matrice et le poinçon inférieur se déplace vers le haut afin d'éjecter la pièce de la matrice.
4. Le poinçon inférieur revient à sa position initiale et le sabot passe à travers la cavité de la matrice poussant ainsi le comprimé obtenu et remplissant de nouveau la matrice pour une nouvelle étape de compression.

Les pressions utilisées pour comprimer les poudres peuvent aller de 138 à 827 MPa (ou plus) en fonction de la densité et la taille de la pièce désirée. La majorité des pièces obtenues par l'industrie de la MP sont consolidées selon la méthode citée. D'autres méthodes plus spécifiques sont également utilisées et seront discutées ultérieurement. Pour un comprimé, tout comme les milieux granulaires de manière générale, l'état de compacité des matériaux est quantifié par la densité relative qui est égale à la densité obtenue par le comprimé rapportée à la densité théorique du matériau dense, c'est-à-dire densité sans porosité. Pour avoir une bonne densité via le procédé de compression,

- Diminuer le nombre de contacts entre grains, cela revient à avoir des tailles plus importantes des grains ;
- Améliorer le réarrangement par moyen mécanique (vibration) ;

- Abaisser la valeur des coefficients de frottement grains-outils et grains-grains par ajout d'un lubrifiant ;
- Favoriser un bon temps de mélange poudre/lubrifiant ;
- Bien définir la cinématique de compression ;
- Favoriser des contraintes de compression élevées.

Comprimés ainsi obtenus par l'étape de compression, désignés par "pièces à vert", possèdent la forme désirée mais leurs propriétés mécaniques sont médiocres. L'amélioration de ces propriétés mécaniques nécessite l'opération de frittage.

I-5 Méthodes de mise en forme :

I-5 -1 Méthodes de formage par compression :

- compression uniaxiale
- compression isostatique
- laminage, extrusion
- compression par impulsions

I-5-2 Méthodes de formage sans compression :

- moulage sec
- moulage en barbotine
- projection.

I-6 Avantages de la métallurgie des poudres :

La matière première est utilisée pratiquement à 100%, car il n'y a pas de déchets lors de chacune des étapes de la fabrication,

- la composition du matériau final est facilement ajustée lors de l'opération initiale: le mélange des poudres ; en conséquence, il n'y a pas nécessité de stocker des demi-produits de diverses compositions,
- le procédé assure l'uniformité des dimensions et des propriétés des pièces, car la compression et le frittage sont des opérations répétitives, identiques pour des séries extrêmement grandes (par exemple, plusieurs centaines de milliers de pièces lorsque l'on utilise un outillage de compression en carbure cémenté),

- comme technique de mise en forme, la métallurgie des poudres est un procédé favorable aux grandes séries, donc intéressant les industries de consommation et celles qui recherchent la rentabilité par la standardisation des éléments de construction,
- le coût assez élevé des investissements est compensé par la simplicité des opérations et la possibilité de les rendre automatiques et peu exigeantes en main-d'œuvre.

I-7 Frittage :

Le frittage ou la consolidation est réalisé dans un four à une température proche de la fusion du métal. Il est souvent réalisé sous vide ou sous atmosphère protectrice pour éviter l'oxydation par l'oxygène de l'air. Il existe également une méthode de frittage par laser (prototypage rapide). Dans ce cas, on applique sur une surface plane une mince couche de poudre de métal mélangée à un liant. Les lasers, dont la précision n'est plus à démontrer délimitent la pièce et solidifient la poudre. Une autre couche de poudre est ensuite appliquée jusqu'à l'obtention de la pièce finale.

Cette technique permet notamment de former des cavités avec une bonne précision. Au final, la pièce est "agitée" pour éliminer les poudres non agglomérées. Il faut tenir compte également de la porosité résiduelle, de l'ordre de 5 à 10% en fonction des alliages utilisés. Cette porosité est parfois volontaire notamment pour la fabrication de filtres, mais éliminée au maximum dans certaines productions nécessitant un matériau dur. (Carbure de tungstène).

I-7-1 Fabrication des produits frittés

Dans les fabrications des Produits frittés, la filière comprend trois opérations essentielles:

- L'élaboration de poudres métalliques compressibles ;
- La compression à froid de la poudre ;

-Le frittage qui consiste à chauffer les pièces comprimés à une température élevée mais nettement inférieure à la température de fusion du métal pur ou de l'alliage obtenu ; une atmosphère contrôlée et réductrice est nécessaire dans la plupart des cas.

Dans la pratique la plus courante, on comprime la poudre à froid afin d'obtenir un objet ayant une cohésion suffisante pour qu'il puisse être manipulé et transporté jusqu'au four de frittage.

I-7-2 Origines du Frittage :

L'origine du Frittage est la diminution de la surface de la phase solide. Cette surface est, initialement, celle de la totalité des grains de poudre. Après frittage, la surface finale est la somme des surfaces externe et interne.

La surface interne est la somme de toutes les surfaces des trous qui persistent. Si l'on facilite les mouvements des atomes, donc les déplacements de matière, en augmentant la température, l'énergie potentielle de surface tendra à diminuer. La porosité des pièces, restant après la compression, aura donc aussi tendance à diminuer. Les trous se rapprocheront de la forme

Sphérique dont la surface est minimale pour un volume donné. Ensuite, ils diminueront de volume et disparaîtront. Les fours de frittage sont de types très divers mais les plus courants sont des fours continus, moflés, où les pièces sont transportées sur un tapis de fils métalliques.

I-7-3 Paramètres du frittage :

Les paramètres essentiels du frittage sont l'atmosphère, la température et la durée de frittage

I-7-3-1 Atmosphère de frittage :

Les grains de poudre des métaux courants sont couverts d'une couche d'oxyde. Pour faciliter ou permettre les mouvements d'atomes qui vont créer les liaisons entre les grains, il faut décomposer ces oxydes et, donc, opérer dans une atmosphère réductrice ou dans un très bon vide. Dans le cas des aciers, différents gaz peuvent être employés. L'évolution technique a consisté à passer de l'hydrogène pur à l'ammoniac craqué puis au gaz endothermique, obtenu par brûlage catalytique du propane ou du méthane.

Plus récemment, on a commencé à employer des mélanges d'azote et d'hydrogène avec de légères additions de méthane pour compenser la vapeur d'eau et le gaz carbonique produits dans les pièces.

I-7-3-2 Température et durée du frittage :

La température fait augmenter rapidement la vitesse du frittage que l'on peut caractériser par la valeur du retrait.

Les températures très élevées, par rapport à la température de fusion, ne sont pas toujours utilisées car elles provoquent des déformations des pièces par fluage, sous leur propre poids. En pratique, les températures maximales sont souvent déterminées par celles des fours. Les fours continus à tapis sont limités vers 1125°C. Au-dessus, la durée de vie des tapis et des moufles devient trop courte et est, par exemple, inférieure à 3 mois vers 1150°C.

I-7-3-3 La durée de frittage

La durée de l'opération de frittage comprend la montée et le maintien en température ainsi que le refroidissement. La montée en température est assez lente pour permettre l'évacuation du lubrifiant. Au total, pour un maintien de 20 min à la température maximale, la durée de parcours dans le four est de 2 à 4 h. La durée du maintien à la température maximale, qui est souvent appelée durée du frittage, est au minimum de 15 min à 1120°C pour du fer pur et peut atteindre 4 h à 1150°C pour un alliage fer nickel. Dans ce cas, c'est la durée d'homogénéisation de l'alliage qui est déterminante. Elle sera d'autant plus longue que les particules des deux poudres auront un plus grand diamètre.

I-7-4 Préparation des poudres pour le pressage :

Les agents de formages (la colle) sont utilisés essentiellement pour l'augmentation de la résistance des poudres après pressage, afin de permettre une manipulation sans casse. Grâce à ces agents, on aura une bonne répartition de densité lors du pressage, car ils diminuent la friction entre les grains, et la friction entre grain et parois de la matrice.

Comme inconvénients de ces agents, on a :

- Augmentation de la teneur du carbone dans le mélange ;
- Augmentation des impuretés.

La colle est composée de caoutchouc et essence, pour 1kg de mélange de poudre, on ajout 100ml de colle. Moufles devient trop courte et est, par exemple, inférieure à 3 mois vers 1150°C.

La durée de l'opération de frittage comprend la montée et le maintien en température ainsi que le refroidissement. La montée en température est assez lente pour permettre l'évacuation du lubrifiant. Au total, pour un maintien de 20 min à la température maximale, la durée de parcours dans le four est de 2 à 4 h.

La durée du maintien à la température maximale, qui est souvent appelée durée du frittage, est au minimum de 15 min à 1120°C pour du fer pur et peut atteindre 4 h à 1150°C pour un alliage fer nickel. Dans ce cas, c'est la durée d'homogénéisation de l'alliage qui est déterminante. Elle sera d'autant plus longue que les particules des deux poudres auront un plus grand diamètre.

I-7-5 Avantages de l'acier frité et applications :

- Résistance élevée à l'usure.
- Bon compromis entre les résistances mécanique et la précision dans le frittage.
- Ils atteignent dans le frittage une résistance et une dureté élevée en raison de leur grande facilité de trempe, ce qui permet souvent d'éviter un traitement thermique ultérieur.
- On obtient des duretés équivalentes comprises entre 55 et 60 HRC.
- Leur précision est élevée dans le frittage et ils n'admettent le calibrage que dans certains cas.
- Pièces typiques : clavettes de synchronisation, pignons de démarreurs, pignons pour lève-vitres, pignons pour perceuses électriques, pignons pour réducteurs planétaires.

I-7-6 Avantages de frittage :

- Ce procédé de mise en forme des matériaux limite le nombre d'étape pour la production de produits finis usinés. La diminution des étapes a un impact direct sur les coûts de production.
- - Le procédé permet la réalisation de pièces à partir de métaux dont les méthodes classiques de fusion sont impossibles à adapter. Par exemple: le tungstène pour les filaments de lampe à incandescence ou encore des compositions de métal et de céramique pour les plaquettes de freins d'avions.
- - Grâce à l'adjonction de polymères, il est possible d'utiliser directement le principe de l'injection plastique.
- Cette opération consiste à chauffer le comprimé à une température élevée mais nettement inférieure à la température de fusion du métal pur ou de l'alliage obtenu.

Telle que les grains de poudre se soudent entre eux par des déplacements d'atomes à l'état solide, ou par une sorte de brasure lorsqu'il existe une certaine quantité de liquide dans le comprimé au cours de l'opération.

Chapitre II

*Caractérisation de la précipitation
ou cours du traitement thermique*

II-Introduction

Les aciers sont élaborés pour résister à des sollicitations mécaniques ou des agressions chimiques ou une combinaison des deux. Pour résister à ces sollicitations et/ou agressions, des éléments chimiques peuvent être ajoutés en plus du carbone. Ces éléments sont appelés éléments d'additions, les principaux sont le manganèse (Mn), le chrome (Cr), le nickel (Ni), le molybdène (Mo).

Les éléments chimiques présents dans l'acier peuvent être classés en 3 catégories :

- Les impuretés, originellement présentes dans les ingrédients de haut fourneau qui serviront à produire la fonte qui servira à fabriquer l'acier. Ce sont le soufre (S) et le phosphore (P) présent dans le coke mais aussi le plomb (Pb) et l'étain (Sn) qui peuvent être présents dans les aciers de récupération ainsi que nombre d'autres éléments à bas point de fusion comme l'arsenic (As), l'antimoine (Sb) ;
- Les éléments d'addition mentionnés plus haut et qui sont ajoutés de manière intentionnelle pour conférer au matériau les propriétés recherchées, et enfin ;
- Les éléments d'accompagnement que l'aciériste utilise en vue de maîtriser les diverses réactions physico-chimiques nécessaires pour obtenir en final un acier conforme à la spécification. C'est le cas d'éléments comme l'aluminium, le silicium, le calcium.

II-1 les Aciers à outils

L'utilisation principale des aciers à outils est de mettre en œuvre des matériaux. Bien qu'ils furent développés initialement pour la fabrication d'outils d'usinage, de moules ou de matrices, ils sont de plus en plus utilisés dans la fabrication de pièces finies ou semi-finies qui requiert une résistance à l'usure élevée. Il existe plusieurs gammes d'aciers à outils qui sont classés selon leur utilisation principale, La microstructure et les propriétés spécifiques de chacune de ces gammes d'acier sont obtenues en ajoutant des éléments d'alliage (Mn, Cr, Si, V, Ni, Mo, W et V) à des teneurs appropriées, ainsi que de la teneur en carbone. La teneur en carbone et en éléments d'alliage varie beaucoup (0.1 à 2.85 %mC; 1 à 43 %m total en éléments d'alliage).

II-2 La teneur en carbone

Une influence considérable (et assez complexe) sur les propriétés de l'acier : en dessous de 0,008 %, l'alliage est plutôt malléable et on parle de « fer » ; au-delà de 2,1, on entre dans le domaine de l'eutectique fer/carbure de fer ou bien fer/graphite, ce qui modifie profondément la température de fusion et les propriétés mécaniques de l'alliage, et l'on parle de fonte. Entre ces deux valeurs, l'augmentation de la teneur en carbone a tendance à améliorer la dureté de l'alliage et à diminuer son allongement à la rupture ; on parle d'aciers « doux, mi-doux, mi-durs,

durs ou extra-durs » selon la "classification traditionnelle, dans les manuels de métallurgie un peu anciens, on peut trouver comme définition de l'acier un alliage fer-carbone où le carbone varie de 0,2 à 1,7 % ; la limite actuelle a été établie à partir du diagramme binaire fer/carbone. Toutefois, il y a des aciers avec des concentrations de carbone supérieures à ces limites obtenus par frittage. On modifie également les propriétés des aciers en ajoutant d'autres éléments, principalement métalliques, et on parle d'aciers alliés. De plus, on peut encore améliorer grandement leurs caractéristiques par des traitements thermiques (notamment les trempes ou la cémentation) prenant en surface ou à cœur de la matière ; on parle alors d'aciers traités. [2]

Outre ces diverses potentialités, et comparativement aux autres alliages métalliques, l'intérêt majeur des aciers réside d'une part dans le cumul de valeurs élevées dans les propriétés mécaniques fondamentales :

- raideur, résistance à la déformation élastique : module d'élasticité E ;
- dureté, résistance à la déformation irréversible, à la rupture : limite élastique R_e , résistance minimale à la rupture R_m , dureté H ;
- résistance aux chocs : résilience K .

II-3 Les traitements thermiques des aciers à outils :

Les traitements thermiques sont constitués par un certain nombre d'opérations combinées de chauffage et de refroidissement ayant pour but :

- D'améliorer les caractéristiques des matériaux et rendre ceux-ci plus favorables à un emploi donné, à partir des modifications suivantes :
- Augmentation de la résistance à la rupture et de la limite élastique R_m , R_e , A % en donnant une meilleure tenue de l'élément.
- Augmentation de la dureté, permettant à des pièces de mieux résister à l'usure ou aux chocs.
- De régénérer un métal qui présente un grain grossier (affiner les grains, homogénéiser la structure) cas des matériaux ayant subi le forgeage.
- De supprimer les tensions internes (écrouissage) des matériaux avant subi une déformation plastique à froid (emboutissage, fluotournage). [5]

Les procédés des traitements thermiques effectuer un traitement thermique sur une pièce, c'est faire subir à celle-ci une variation de la température en fonction du temps. Le procédé de traitement thermique se compose de : (fig.II-1).

- Une austénisation ;
- Suiv d'une trempe ;
- Et revenu

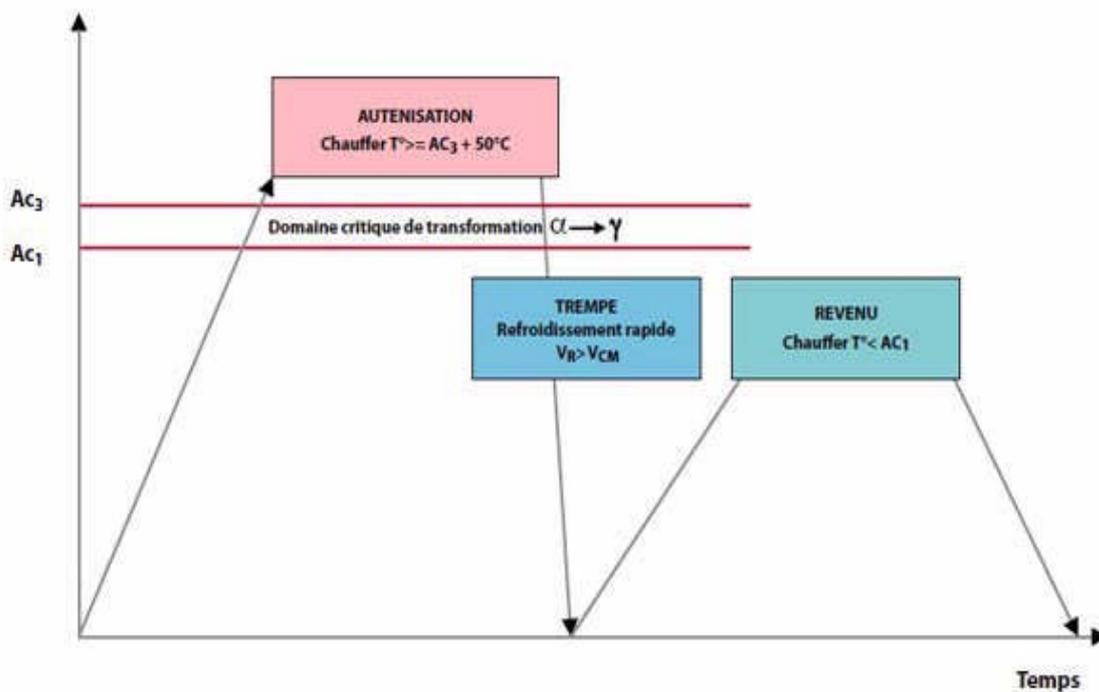


Figure-II- 1 cycle thermique du traitement des aciers [5]

Les traitements thermiques, on désigne toute opération faite à chaud et destinée à modifier la microstructure d'un métal pour lui donner de nouvelles caractéristiques. Pour les aciers au carbone et les aciers faiblement alliés, certains traitements sont quasi obligatoires pour obtenir une performance optimale.

Ces traitements sont la trempe et le revenu. Ils permettent de modifier et d'ajuster les propriétés mécaniques de l'acier: limite élasticité, résistance à la traction, ténacité, dureté et résilience aux besoins de l'utilisation. D'autres traitements, normalement désignés comme recuits, visent à amener le métal vers un équilibre structural et mécanique. Ils ont donc pour but de faire disparaître les états hors équilibre résultant des traitements antérieurs, thermiques ou mécaniques.

II-3-1 Trempe

La trempe est un traitement consistant à sursaturer en carbone, la maille cubique centrée existant à basse température par un passage dans le domaine austénitique (maille cubique à faces centrées) permettant la mise en solution de l'intégralité du carbone contenu dans l'acier. La miscibilité du carbone dans le fer (Gamma) est beaucoup plus importante que celle du fer (Alpha). La dureté de l'acier est obtenue par l'effet de clavette obtenue par les atomes de carbones sur les glissements dans la maille cristalline.

La séquence de traitement est la suivante

- la mise en solution
 - chauffage de la pièce jusqu'à une température suffisante (pour les aciers la température dite d'austénitisation $> 900\text{ °C}$),
 - maintien en température pour homogénéisation et mise en solution solide des éléments d'alliage,
- la trempe : refroidissement rapide dans le fluide de refroidissement.

Fréquemment par extension de langage, la séquence « mise en solution + trempe » est appelée « trempe ».

Les fluides utilisés par ordre de vitesse de refroidissement (de la plus élevée à la plus faible) sont

- l'eau salée
- l'eau
- l'huile
- le brouillard d'eau
- les gaz (air, argon, azote, etc.).

La vitesse de refroidissement est conditionnée par trois facteurs :

- le transfert de chaleur dans le fluide de trempe
- le transfert de chaleur à l'interface métal-fluide de trempe
- le transfert de chaleur dans le métal.

La trempe peut être suivie d'un revenu, qui est un réchauffement de la pièce. Elle permet d'obtenir les caractéristiques mécaniques définitives de la pièce soit en les augmentant (cas des alliages sans transformation allotropique), soit en les diminuant et d'obtenir un alliage moins fragile (cas des alliages avec transformation allotropique). Certains aciers fortement alliés nécessitent deux voire minimum trois revenus.

II-3-2 Revenu :

Un acier trempé est dur, mais généralement beaucoup trop fragile pour être utilisé directement. Le revenu consiste à chauffer une pièce qui vient d'être trempée à une température inférieure au point de transformation, à la maintenir à cette température, puis à la refroidir généralement à l'air, parfois à l'eau. Le revenu a pour but d'éliminer les contraintes résiduelles provenant de la trempe et d'augmenter la ténacité. L'augmentation de la ténacité s'obtient malheureusement toujours plus ou moins au détriment de la dureté et de la limite d'élasticité.

Les contraintes résiduelles se forment en raison des grandes différences de température entre le cœur et la surface de la pièce lors de la trempe. La dilatation thermique provoque des contraintes qui dépassent la limite d'écoulement plastique et parfois même la résistance à la rupture (fissures de trempe). D'autres contraintes résiduelles, qui varient pour origine le changement de la forme (cisaillement des atomes le long des plans cristallographiques) et le changement de volume qu'entraîne cette transformation [5].

Le revenu permet de transformer graduellement l'état martensitique - métastable - vers un état d'équilibre, caractérisé par la coexistence de ferrite et de cémentite. L'augmentation de la température permet la germination et la croissance de la cémentite et le cas échéant des carbures. La martensite s'appauvrit ainsi en carbone et sa maille cristalline se transforme continuellement dans la maille cc de la ferrite. Les distorsions du réseau cristallin, caractéristiques pour les microstructures martensitiques, et avec eux les contraintes résiduelles, à l'origine de la fragilité, sont relâchées.

Les propriétés mécaniques que l'on obtient après un revenu de 30 min sont représentées dans le diagramme de revenu et qui fourni par le fabricant de l'acier. Le diagramme montré en correspond à celui d'un acier d'amélioration que l'on utilise pour la réalisation des pièces de construction fortement sollicitées (arbres, engrenages).

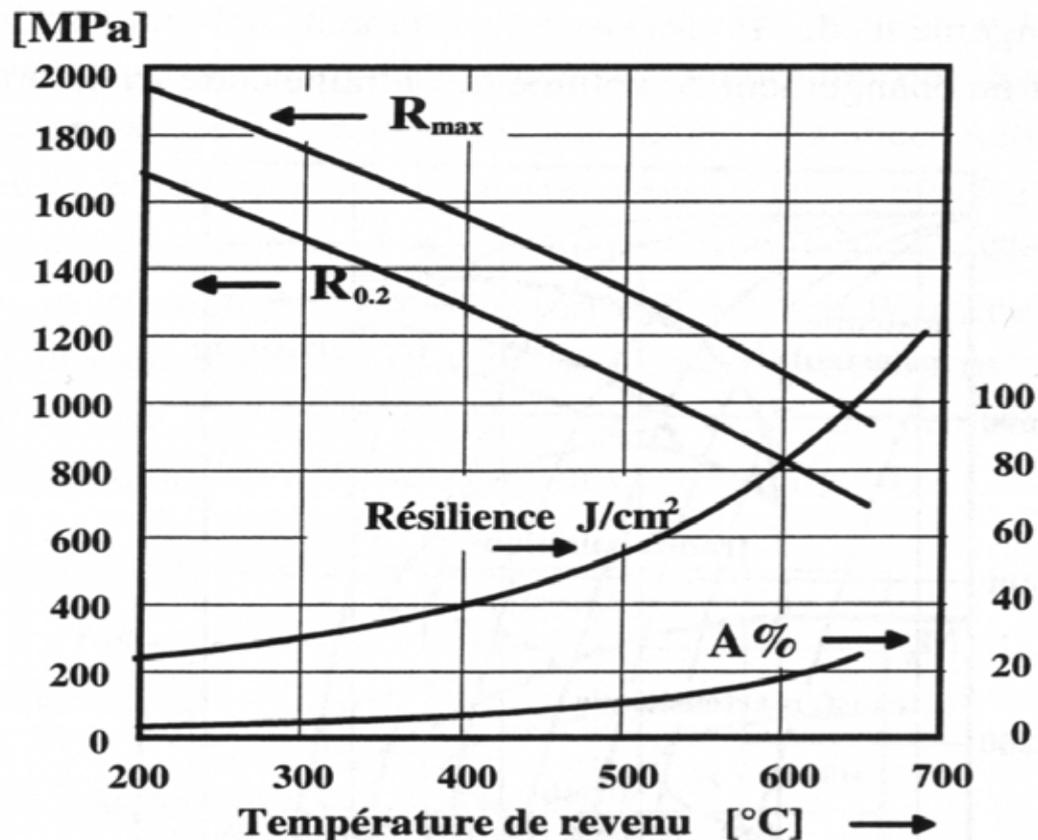


Figure –II-2 Diagramme de revenu de l'acier. Évolution des propriétés en fonction de la température de revenu [5]

II-3-3 Recuit :

Les aciers possèdent un caractère apte d'acquérir grâce à des traitements thermiques variés, toute une gamme de propriétés très différentes. Les recuits en général amèneront les alliages en équilibre physico-chimique et mécanique. Ils tendent à réaliser l'équilibre structural en faisant disparaître les états hors d'équilibre résultants des traitements thermiques et mécaniques antérieurs.

Le recuit correspond aux valeurs maximales des caractéristiques de ductilité. (Résilience et allongement) et aux valeurs minimales des caractéristiques de résistance (dureté, limite élastique, charge à la rupture). Le recuit a pour but de :

- Diminuer la dureté d'un acier trempé.
- Obtenir le maximum d'adoucissement pour faciliter l'usinage ou les traitements mécaniques.
- Régénérer un métal écroui ou surchauffé.
- Homogénéiser les textures hétérogènes.
- Réduire les contraintes internes

Le cycle thermique d'un recuit comprend :

- Un chauffage jusqu'à une température dite de recuit qui dépend du type de recuit à réaliser.
- Un maintien isotherme à la température de recuit ou des oscillations autour de cette température.
- Un refroidissement très lent généralement à l'air calme. La vitesse de refroidissement doit être inférieure à la vitesse critique de recuit.

II-4 Observations des microstructures :

Les microstructures sont constituées d'un ensemble d'éléments organisés à l'échelle microscopique et qui contrôlent les propriétés d'un grand nombre de matériaux. Leur observation et leur caractérisation nécessitent donc l'utilisation de techniques microscopiques. Le pouvoir séparateur d'une radiation électromagnétique est fixé par sa longueur d'onde. La limite de résolution du microscope optique est de l'ordre de μm . Le pouvoir séparateur des microscopes électroniques, qui utilisent des faisceaux d'électrons d'énergie élevée ($\lambda \approx 0,005 \text{ nm}$), est de l'ordre de grandeur des rayons atomiques, c'est-à-dire inférieur au nm.

La méthode la plus utilisée pour étudier la structure des solides à l'échelle de l'atome est électronique. Il existe d'autres techniques pour l'observation de la microstructure, dans ce thème élémentaire, nous nous sommes limités aux techniques de microscopies optiques.

II-4-1 Microscopie optique :

Le microscope optique est un instrument qui est connu de la plupart des scientifiques. C'est notamment cet instrument qui est à la base des découvertes les plus importantes de la biologie. Depuis la fin du dix-neuvième siècle, il est largement employé pour l'étude des matériaux. On utilise deux techniques expérimentales principales:

La microscopie à transmission lorsque la lumière traverse l'échantillon et la microscopie à réflexion dans le cas d'échantillons opaques ou l'on observe la lumière qui est réfléchie à la surface. La microscopie optique à réflexion a surtout été développée pour les matériaux métalliques.

La microstructure des matériaux opaques, comme les métaux, s'étudie au microscope optique à réflexion après polissage de l'échantillon et attaque chimique. Le polissage produit un état de surface comparable à celui d'un miroir et l'attaque chimique de la surface polie révèle les différences d'orientation cristallographique et de composition chimique. Les joints de grains sont matérialisés par des sillons. Cette modification sélective de la topographie de la surface

(Micrographie) est d'ordinaire mise en évidence par analyse en lumière réfléchie au microscope optique.

Les joints de grains et autres inhomogénéités apparaissent sous forme de traits ou de zones noirs. Un des avantages de la microscopie optique est de permettre d'étudier en direct le développement des microstructures, ce qui est plus difficile en microscopie électronique bien que certaines techniques récentes de microscopie électronique à balayage permettent ce genre de détermination.

- les joints de grains attaquent plus fortement que les cristaux forment des sillons qui ne réfléchissent pas la lumière à travers l'objectif du microscope;
- joints de grains d'un métal pur observés au microscope optique en lumière réfléchie.

II-4-2 Microscopie électronique à balayage (MEB):

Le microscope électronique à balayage permet d'obtenir des images de surfaces de pratiquement tous les matériaux solides, à des échelles allant de celle de la loupe (x10) à celle du microscope électronique en transmission (x500.000 ou plus). Ces images frappent en premier par le rendu très parlant du relief et la grande profondeur de champ. Le MEB conventionnel fonctionne dans un vide ordinaire (10^{-5} à 10^{-6} mbar); les échantillons peuvent être massifs, de dimension allant de quelques $1\mu\text{m}$ (particules) à une dizaine de cm de diamètre, voire plus (prélèvements industriels). Ils doivent supporter le vide sans le polluer et être conducteurs.

La préparation est en général simple. Le MEB à pression contrôlée (dit environnemental ou low vacuum) permet l'observation dans un vide allant jusqu'à 30 mbar, rendant ainsi possible l'examen d'échantillons humides ou gras (ex. biologiques), d'isolants sans métallisation préalable (céramiques, métaux corrodés), voire en présence de liquide. Equipé de détecteurs appropriés, le MEB permet de faire entre autres de la microanalyse X, analyse élémentaire locale.

L'image MEB est une image reconstituée : une sonde, le faisceau d'électrons, balaye la surface de l'échantillon, un détecteur récupère de manière synchrone un signal induit par cette sonde pour en former une image, cartographie de l'intensité de ce signal.

Le MEB est constitué d'une source d'électrons qu'un jeu de lentilles "condenseur" focalise sur un diaphragme. Une deuxième lentille "objectif" refocalise ce faisceau sur l'échantillon en un spot très fin (<15 à 200 \AA). Un jeu de bobines de déflexion permet de déplacer le faisceau et donc de balayer l'échantillon. Ceci forme la sonde.

Sous l'impact du faisceau d'électrons, il y a essentiellement :

- rétrodiffusion d'électrons du faisceau incident avec plus ou moins de perte d'énergie;
- émission d'électrons secondaires de faible énergie, provenant des couches externes des atomes de l'échantillon ;
- émission de rayons X, concurrentiellement avec les électrons Auger;
- émission de photons UV-visible et écoulement d'un courant vers la masse.

II-4-3 Microscopie électronique en transmission (MET):

Le principe de la microscopie électronique en transmission (MET) utilise le caractère ondulatoire des électrons en mouvement : un faisceau électronique est une onde électromagnétique, on peut donc faire de la diffraction électronique. Il est d'autre part possible de réaliser des lentilles électro magnétiques: diffraction + lentilles = microscopie en transmission.

La résolution limite d'un microscope fonctionnant avec un rayonnement électromagnétique s'écrit:

$$D = 0.61\lambda / n \sin\theta$$

λ longueur du rayonnement, θ angle d'ouverture de la lentille

Objectif, n indice du milieu entre objet et objectif

λ pour un faisceau de 200kV = 0.0025nm

Mais la meilleure résolution pour un microscope de 200kV n'est que de 0.18nm à cause des aberrations de la lentille objective.

La MET fonctionne classiquement avec un faisceau « large » et fixe. Mais il est également possible d'utiliser des petits faisceaux (<1nm), en sonde fixe (par exemple pour faire de l'EDX locale) ou en balayage (Scanning Transmission Electron Microscopie).

Quelques caractéristiques de la MET:

- Très bonne résolution (atomique)
- Large gamme de grandissement (2000 à 1.5M)
- Origine du contraste : contraste de diffraction
- Préparation des objets longue et complexe (épaisseur < 300nm) Technique destructive
- Petits volumes sondés (quelques $\mu\text{m}^2 \times$ épaisseur).

II-5 Diagramme d'équilibre des aciers au carbone

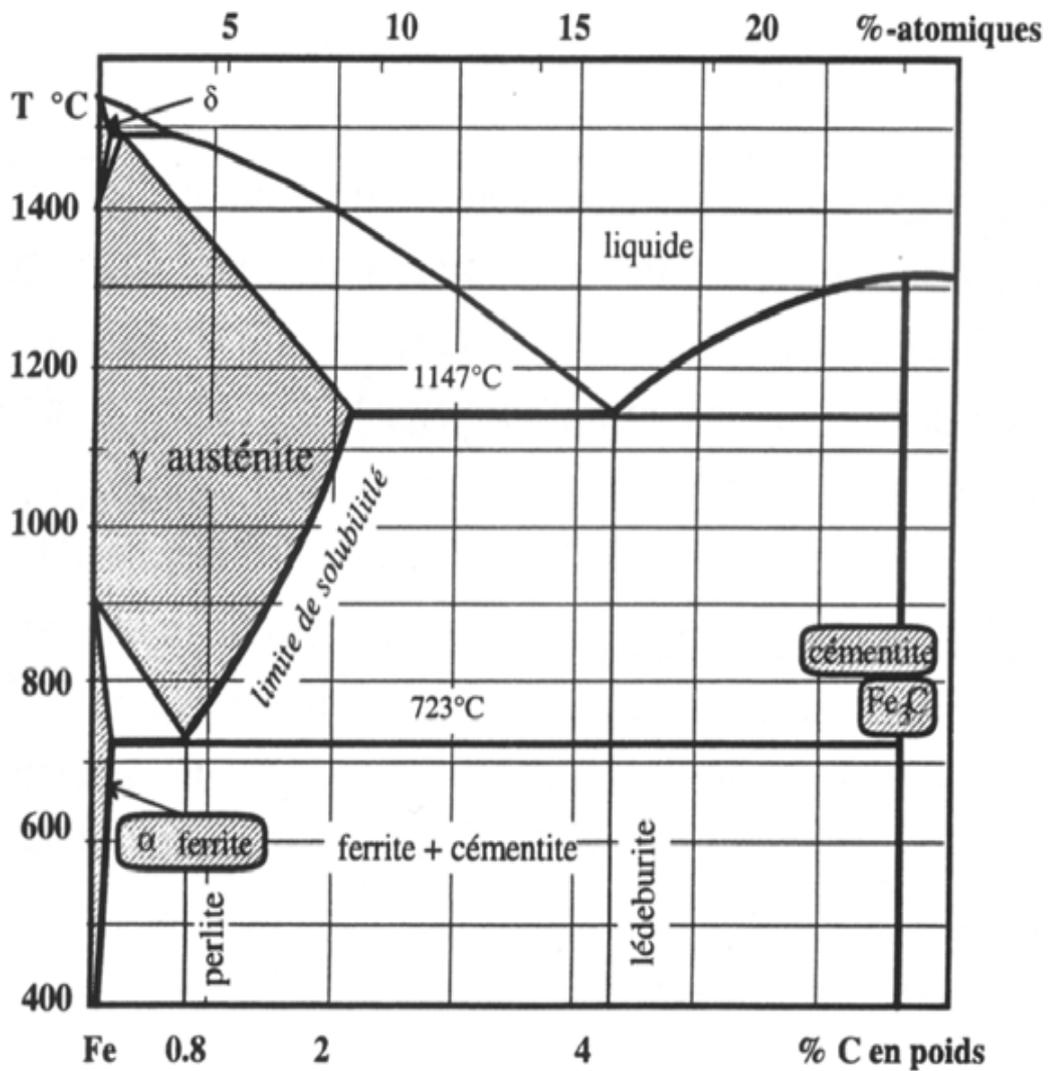


Figure-II-3 : Diagramme d'équilibre des aciers au carbone [5].

Trois phases solides :

Ferrite : α et γ

Austénite : γ

Cémentite : Θ

La cémentite est un carbure de fer c'est un composé défini

II-5-1 Diagramme des phases:

Les diagrammes de phases binaires sont les diagrammes les plus simples à établir. Les courbes du diagramme de phases déterminent, les limites de domaines dans les quels peuvent exister des phases, la composition et les proportions de ces différentes phases.

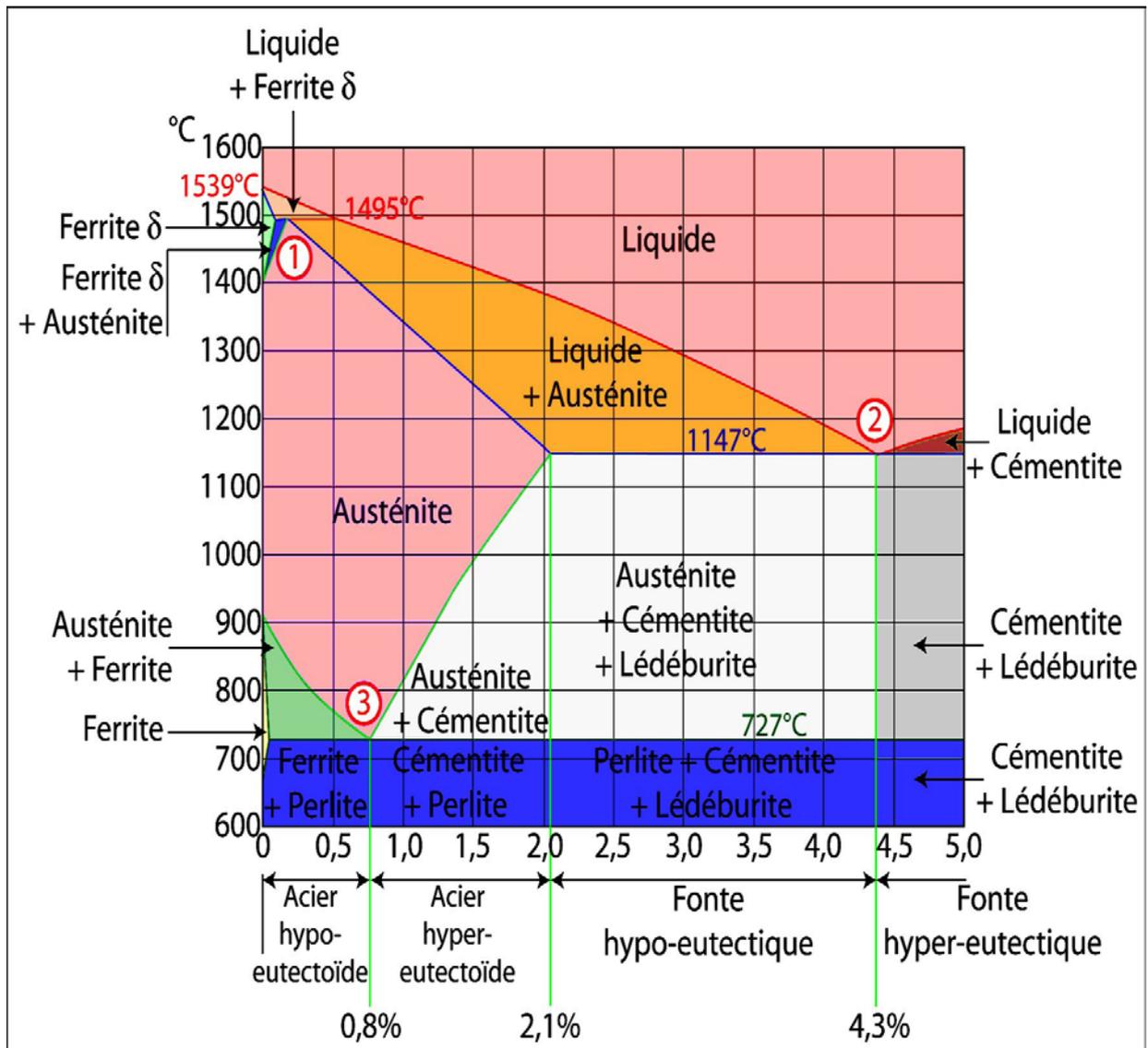


Figure-II 4 : Diagramme de phases des alliages Fer-Carbonate [5].

II-5-2 Définitions des constituants micrographiques :**a) Le carbone (C) :**

C'est un élément polymorphe. Dans les conditions ordinaires, il se trouve sous la forme d'une variété de graphite, mais il peut exister également sous la forme d'une variété métastable de diamant. Le carbone est soluble dans le fer à l'état liquide et solide, mais peut aussi former une combinaison chimique avec la cémentite Fe_3C .

b) La ferrite (F) :

C'est une solution solide de carbone dans le fer α , c'est-à-dire la ferrite est constituée par du fer α renfermant des traces de carbone (faible teneur en carbone, inférieure à 0,02 %), ainsi que d'autres inclusions.

On distingue la ferrite α à basse température et à solubilité du carbone allant jusqu'à 0,02 % et la ferrite δ à haute température et à solubilité limite en carbone allant jusqu'à 0,1 %. La ferrite est peu tendre et très ductile ($HV = 90$, $R_m = 300 \text{ N/mm}^2$, $K = 300 \text{ J/cm}^2$), Elle est magnétique à température ordinaire, au microscope la ferrite a l'aspect de grains homogènes polyédriques. Elle possède un réseau cubique centré et elle est ferromagnétique jusqu'à 760°C .

c) L'austénite (A) :

C'est une solution solide de carbone et d'autres inclusions dans le fer γ , La solubilité limite du carbone dans le fer γ est de 2,14 %. L'austénite est stable à haute température, elle est peu dure et relativement malléable ($HB = 300$). La microstructure de l'austénite est composée de grains polyédriques. Elle peut exister à la température ambiante que dans un état métastable. Elle est anti-ferromagnétique.

d) La cémentite (Fe_3C) :

La cémentite ou carbone de fer (Fe_3C) est une combinaison chimique de fer et de carbone dont la teneur en carbone peut atteindre 6,67 %. Elle est magnétique jusqu'à 210°C et très dure ($HB = 700$) mais fragile. La microstructure de la cémentite peut se présenter dans les aciers sous les formes suivantes :

- Lamellaire dans la perlite lamellaire.
- Grains dans les aciers avant subit un traitement thermique de recuit.
- Précipites inter-granulaires dans les aciers ayant un pourcentage de carbone supérieur à 0,8 %. Selon le diagramme Fe- Fe_3C et lors du refroidissement, la cémentite peut exister sous trois différentes formes de liaisons mais avec la même composition chimique.

e) La perlite (P) :

C'est un eutectoïde formé d'un mélange de grains de cémentite, sphéroïdaux noyés dans la ferrite globulaire en couches alternées (88 % de ferrite et 12 % de cémentite). Elle est obtenue lors du refroidissement et par décomposition de l'austénite à 0,8 % de carbone.

Elle présente dans l'acier ordinaire toujours une teneur en carbone de 0,85 %. La perlite est dure (HV = 200) et assez ductile $R_m = 800 \text{ N/mm}^2$, $A = 1040$.

f) La troostite (T) :

C'est une perlite extrêmement fine obtenue pour des vitesses de refroidissement assez importantes (huile). Les nodules de troostite qui se développent à partir des joints de grains sont constitués par des lamelles de ferrite-cémentite non séparables en microscopie optique. Cette microstructure est caractérisée d'une trempe douce. Les caractéristiques mécaniques de la troostite sont assez importantes (HV ≈ 450).

g) Labainite (B) :

Ce constituant qui présente une morphologie aciculaire est obtenu après des vitesses de refroidissement élevées. On distingue des bainites supérieures qui peuvent être considérées comme étant des plaquettes de ferrite contenant des carbures apparaissant parallèlement à l'axe de la plaquette, et des bainites inférieures qui s'assimilent à des plaquettes de ferrite contenant une fine précipitation de carbures dispersés dans la plaquette de ferrite. Ces carbures ne sont discernables qu'en microscopie électronique.

Les caractéristiques mécaniques associées à une texture bainitique approchent celles d'une structure martensitique.

h) Lasorbite (S) :

Ce constituant n'est plus un produit de décomposition directe de l'austénite puisqu'il correspond, en fait, à un stade de décomposition de la martensite pour des températures supérieures à environ 400°C. C'est un mélange complexe de carbure finement réparti dans une matrice ferritique distordue. Elle conduit à des propriétés mécaniques intéressantes. Par exemple la dureté reste encore élevée (HV ≈ 300 à 400) pour une bonne résilience.

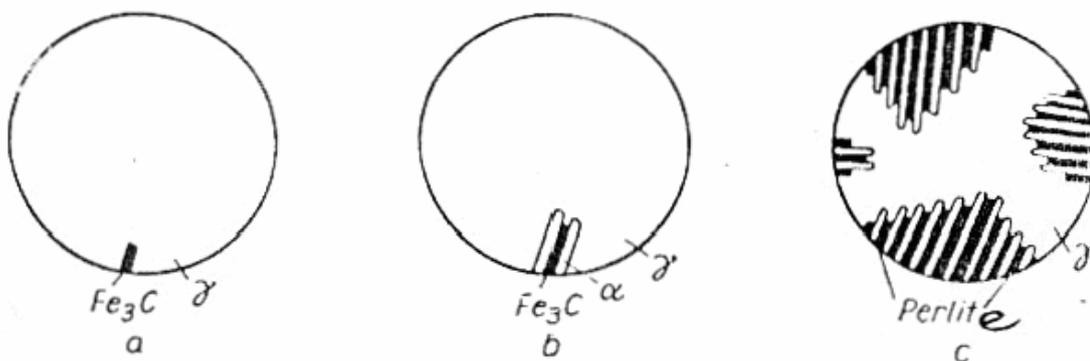
i) La martensite :(M)

Cette phase cristallise dans le système quadratique. On peut la considérer comme une solution solide de carbone dans le réseau distordu de la ferrite. Cette distorsion est la caractéristique d'un acier refroidi rapidement depuis la température de l'austénitisation, et elle coexiste souvent avec la bainite et la troostite. La martensite possède une grande dureté (HV = 700 à 900), mais présente l'inconvénient d'être très fragile. Elle est ferromagnétique comme la ferrite. La martensite peut se présenter sous différentes morphologies : massive ou aciculaire. Cette dernière forme est de loin la plus répandue dans le cas des aciers faiblement alliés.

II-6 Transformation thermique :

II-6-1 Transformation perlitique :

Pour des températures de transformation entre 720°C et 450°C (phase perlitique), débute la transformation par la formation des premiers germes de cémentite sur les joints des cristaux de l'austénite, ces germes se développent à l'intérieur des cristaux γ et le voisinage des cristaux de cémentite s'appauvrit en carbone et se fustige en ferrite α . La solubilité du carbone dans la ferrite est très faible, ce qui conduit à la précipitation du carbone se trouvant dans la ferrite dans le domaine de l'austénite voisin et ce qui donne la formation de la perlite ($\text{Fe}\alpha$ + cémentite). La figure ci dessous donne les différentes étapes de la formation de la perlite (transformation austénite en perlite) [5].



La transformation perlite a le caractère de diffusion, à première étape, elle est caractérisée par l'apparition des germes de cémentite sur les joints des grains de l'austénite. La deuxième étape montre le développement des germes de la cémentite tout en provoquant l'appauvrissement des places voisines en carbone et en se transformant en ferrite et enfin la troisième étape c'est la formation de la perlite.

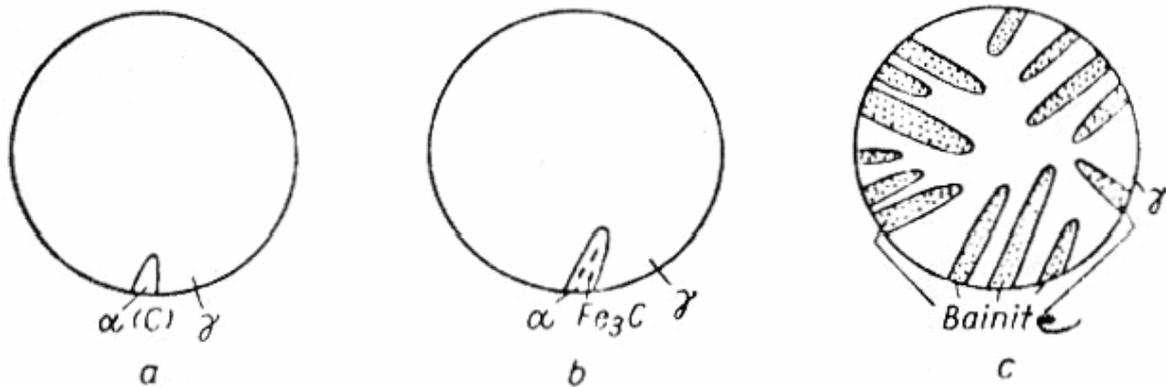
Une petite surfusion donne un petit nombre de germes de cémentite avec des lamelles épaisses, mais quand la vitesse est assez considérable, c'est à dire le degré de surfusion est élevé, dans ce cas le nombre de grains est plus grand et les lamelles de la perlite sont plus fines c'est à dire on a le constituant Sorbite ou Troostite. La perlite, la sorbite et la troostite se distinguent l'une de l'autre par l'épaisseur des lamelles. Dans la perlite, leur dureté est aussi différente :

- Perlite : HB 200.
- Sorbite : HB 300.
- Troostite : HB 400.

La sorbite et la troostite sont des perlites très fines obtenues par vitesses de refroidissement assez importantes. La distance entre les lamelles est déterminée par la vitesse de diffusion du carbone dans l'austénite. Cette distance diminue avec l'augmentation de la température, ce qui conduit à l'obtention de lamelles épaisses (faible dureté).

II-6-2 Transformation bainitique :

Comme pour la transformation perlitique, l'austénite se décompose en deux phases par diffusion, mais cette diffusion ne se produit pas jusqu'à la fin et la phase de la ferrite, dans ce cas, elle représente une solution solide de carbone dans le fer α , mais elle est sursaturée lors de la transformation bainitique. On peut arriver au fait qu'il reste une quantité de l'austénite résiduelle, qui peut se transformer en martensite lors d'un refroidissement ultérieur. Pour des surfusions très élevées, entre 400°C et le point M_s (transformation bainitique) se forme la bainite à partir de l'austénite. Les températures très basses empêchent la diffusion du carbone dans l'austénite (elle est pratiquement arrêtée), le début de la décomposition sera lent et la durée de la transformation augmente. La représentation schématique de la formation de la bainite (transformation austénite bainite) est donnée par la figure se dessous [11].



A partir des joints des grains de l'austénite se forment les cristaux sursaturés de ferrite dans le carbone, lesquels se développent au fur et à mesure. Le carbone se précipite sous forme de cristaux de cémentite lamellaire ou globulaire car la vitesse de diffusion du carbone dans la ferrite est grande par rapport à celle de l'austénite.

Plus la température de formation de la bainite n'est basse, plus la vitesse de diffusion du carbone dans le réseau α est petite et les cristaux de cémentite dans la ferrite deviennent fins.

Donc la bainite est comme la perlite, elle se compose de ferrite et de cémentite, mais elle ne se forme pas directement à partir de l'austénite, mais suivant presque la même transformation que celle de la martensite, elle possède une dureté assez élevée. Le carbure déformé dans la bainite supérieure possède de gros grains par rapport à celui formé dans la bainite inférieure. La bainite supérieure est moins dure malgré sa formation à la température basse.[5].

II-6-3 Transformation martensitique

C'est au-dessous d'une température d'environ 180°C que se forme la cémentite à partir de l'austénite sur fusionnée. Lorsque la température de l'austénite sur fusionnée diminue jusqu'à environ T 180°C, ou même plus bas, le processus de diffusion est complètement arrêté et une transformation sans diffusion se produit, elle est appelée transformation martensitique.

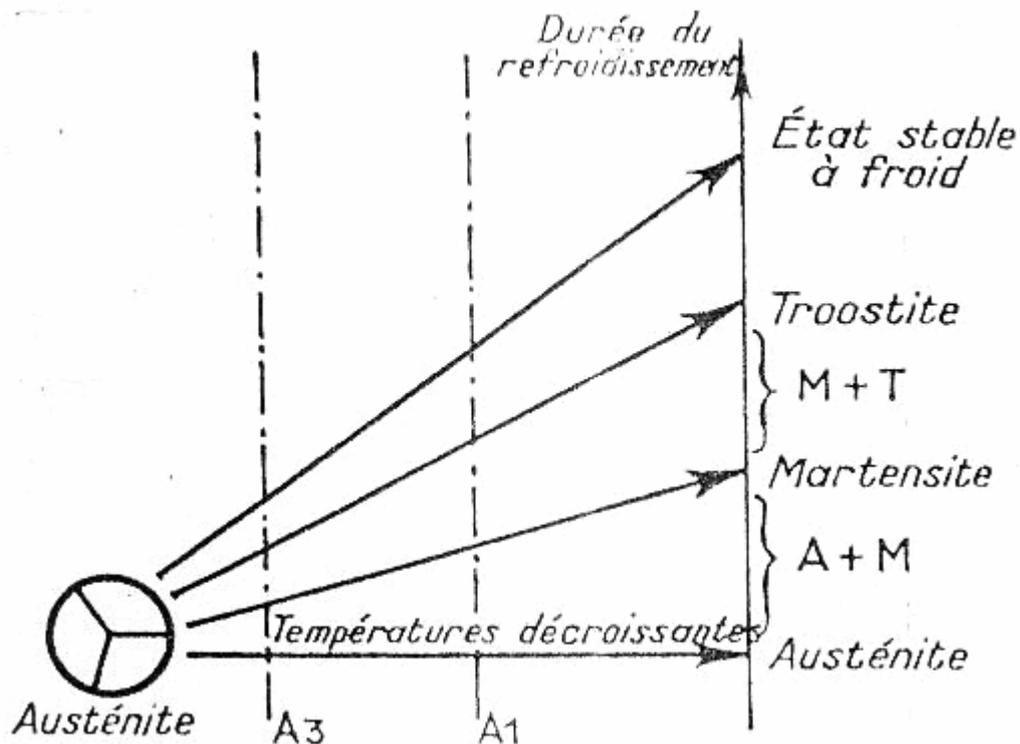
La martensite est une solution solide de carbone dans le fer α mais très saturée, son réseau cristallin est très distorsé (déformé). La transformation martensitique se produit sans déplacement des atomes de carbone, seulement les atomes de fer qui se déplacent à une distance plus petite que la distance inter-atomique, cette transformation se produit très vite.

Les points de début et fin de transformation dépendent du pourcentage de carbone, avec l'augmentation du % C, les points M_f et M_s diminuent.

La martensite a une structure très dure, le phénomène de durcissement a un caractère physico-chimique avec le réseau cristallin du fer α très déformé par la présence des atomes de

carbone ce qui explique son durcissement. Pour des refroidissements continus, les diagrammes TTT ne correspondent plus à cette réalité, mais il existe d'autres types de diagramme appelés diagramme de surfusion.

Nous donne une idée de l'influence de la vitesse de refroidissement sur les différentes transformations de l'austénite.



Quand la température du milieu de trempe est supérieure au point M_f , l'austénite ne se transforme pas complètement en martensite, d'habitude il y a une certaine quantité d'austénite résiduelle. Elle est instable et lors des basses températures elle peut donner la martensite. Cette transformation provoque des déformations plastiques, donc l'austénite résiduelle dégrade les propriétés de la structure en diminuant la dureté (tenue à l'usure).

Pour des températures $T < 100^\circ\text{C}$, la martensite et l'austénite sont très stables et on a plus de transformation de structure.

Pour des procédés techniques de traitement thermique important tels que recuit de normalisation, trempe etc., l'acier est refroidi continuellement à partir du domaine de l'austénite. La trempe s'effectue soit dans l'eau, l'huile, dans un four ou à l'air, dans ce cas l'austénite ne se transforme pas à une certaine température constante, mais la transformation de cette dernière s'étend sur un intervalle de température, par la suite on obtient des aciers traités en même temps

avec des structures différents. Par exemple : (martensite et bainite), (perlite à côté de la bainite) ou encore (perlite avec bainite et martensite) [5].

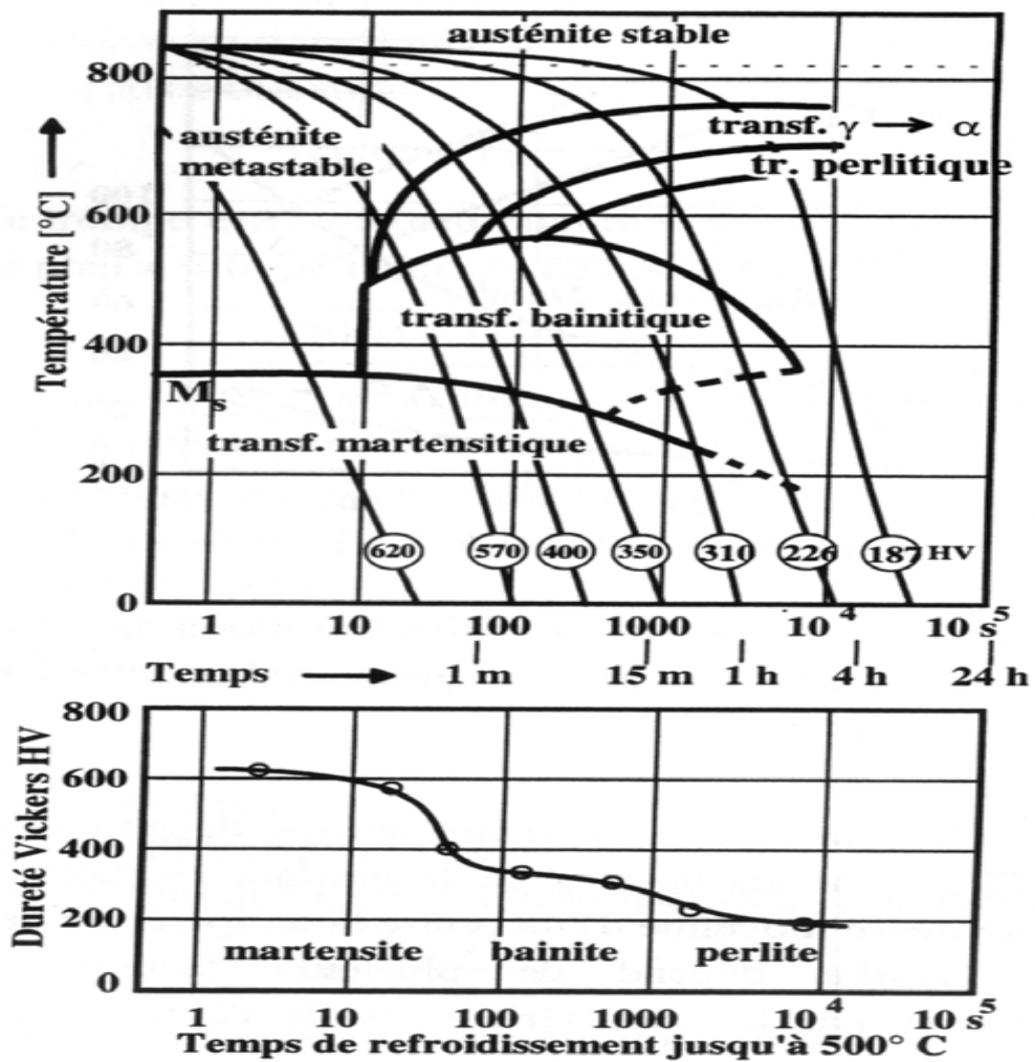


Figure-II-5 : Courbe TRC et dureté après trempe. Le diagramme TRC se lit en suivant Les courbes de refroidissement [5].

II-7 Les différents types de La précipitation

La transformation martensitique existe aussi dans les alliages à base de titane. Par contre, la précipitation est un phénomène très banal, commun à de nombreux matériaux. C'est la transformation qui donne naissance à une phase supplémentaire à partir d'une phase sursaturée. Le mot même de précipitation appartient au langage courant, d'ailleurs la pluie entre dans cette définition, à tel point que les techniques pour la provoquer sont des inoculations d'agents germinants, comme en métallurgie. Les considérations qui suivent sont décrites à propos de systèmes à base de fer, mais elles sont généralisables à toutes sortes d'alliages à base de plomb, de nickel, de cuivre, d'aluminium, etc... [5].

II-7-1 La précipitation continue :

La précipitation consiste en la formation locale d'îlots d'une nouvelle phase B à partir d'une solution solide sursaturée A', suivant la relation $A' \rightarrow A + B$. A est la même phase que A' avec la composition correspondant à l'équilibre thermodynamique. C'est une transformation commandée par la diffusion à longue distance dans le cas le plus général. La diffusion à courte distance intervient seulement dans les cas particuliers de transformations allotropiques des corps purs ou encore de la transformation ordre-désordre. La précipitation est dite continue quand les précipités de type ponctuel germent partout dans la phase mère et grossissent indépendamment par transport diffusif de soluté [5].

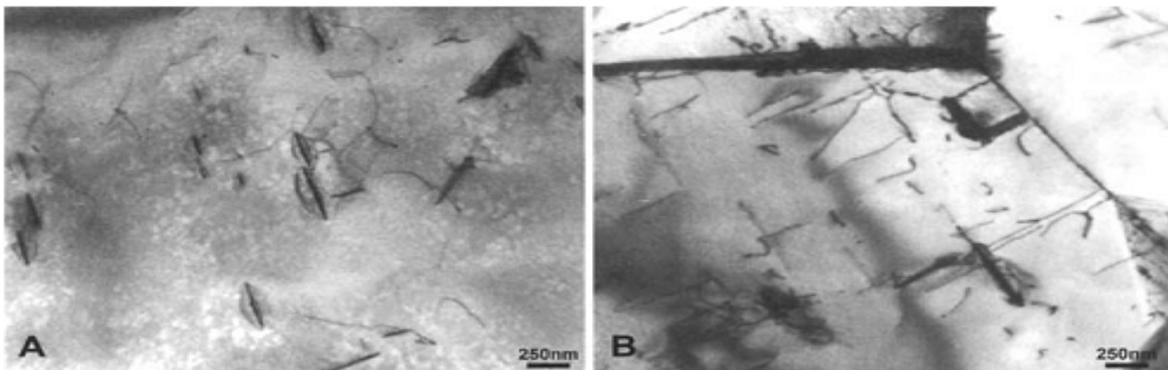


Figure –II-6- : Echantillon d'acier De carbone, manganèse et d'azote. Il a subi un recuit à 670 °C suivi d'une trempe, puis un vieillissement à 250 °C pendant 30 min. [5]

- A) Présence majoritaire de fins carbures des cémentites.
- B) Présence majoritaire des carbures Fe₃C plus grossiers.

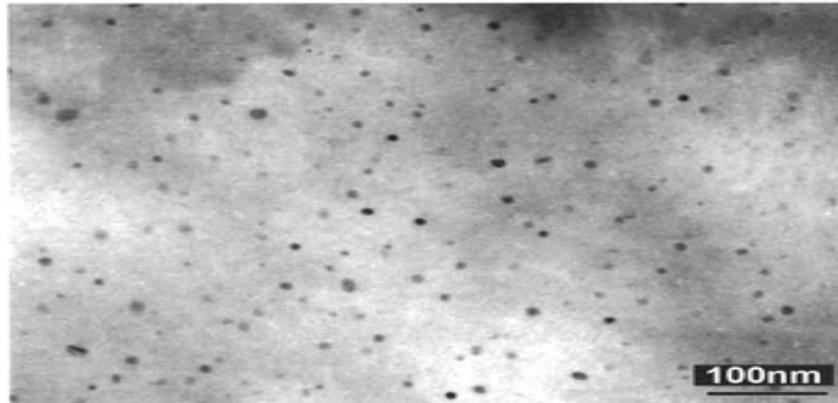


Figure –II-7 : Micrographie électronique en transmission de précipités de cuivre dans la ferrite. Echantillon à 500 °C. Les précipités très petits, sont arrondis et correspondent à la phase cubique face centrée [5].

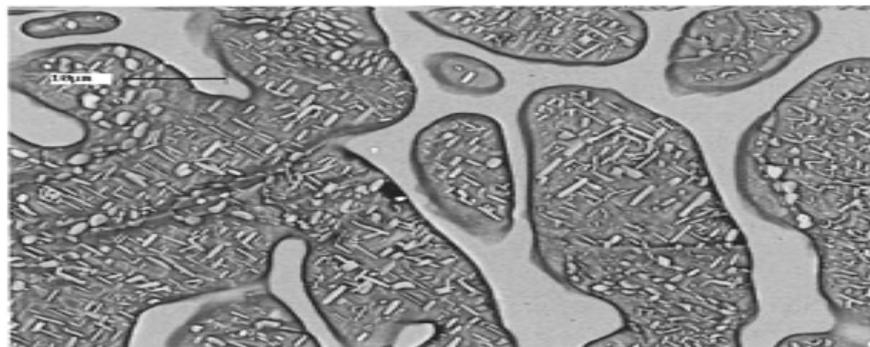


Figure –II-8: Précipitation dans un alliage Fe-Cu-Co solidifié rapidement puis recuit à 800 °C. La phase cuivre est en contraste clair. La précipitation a eu lieu dans la ferrite [5].

II-7-2 La précipitation discontinue :

La précipitation discontinue, dite cellulaire, est localisée. Elle divise le matériau en deux régions, une région non transformée où subsiste la phase mère sursaturée A' et une région transformée assimilée à une cellule où se développent les phases thermodynamiquement stables A et B. La transformation progresse à partir d'un front interfacial au sein duquel se font majoritairement les échanges de soluté. La cinétique de transformation est commandée par les échanges diffusifs comme dans le cas de la transformation perlitique. La morphologie générée est très semblable à la morphologie perlitique mais les réactions sont différentes [5].

II-7-3 La précipitation interphase

La transformation dite "précipitation interphase" est discontinue puisqu'il s'agit d'une transformation qui progresse sur un front et non pas de germination aléatoire, cependant le résultat a l'apparence d'une précipitation continue. La caractéristique distinctive est la répartition des précipités en rangées dans des plans régulièrement espacés et parallèles. Les précipités sont très fins mais relativement rapprochés, aussi quand le volume de phase précipitée est important cela prend l'aspect d'une plaque irrégulière. Il est reconnu que ce mode de précipitation est associé au développement de la matrice par marches ou terrasses.

La progression du nez des marches remplace l'austénite par de la ferrite.[5]

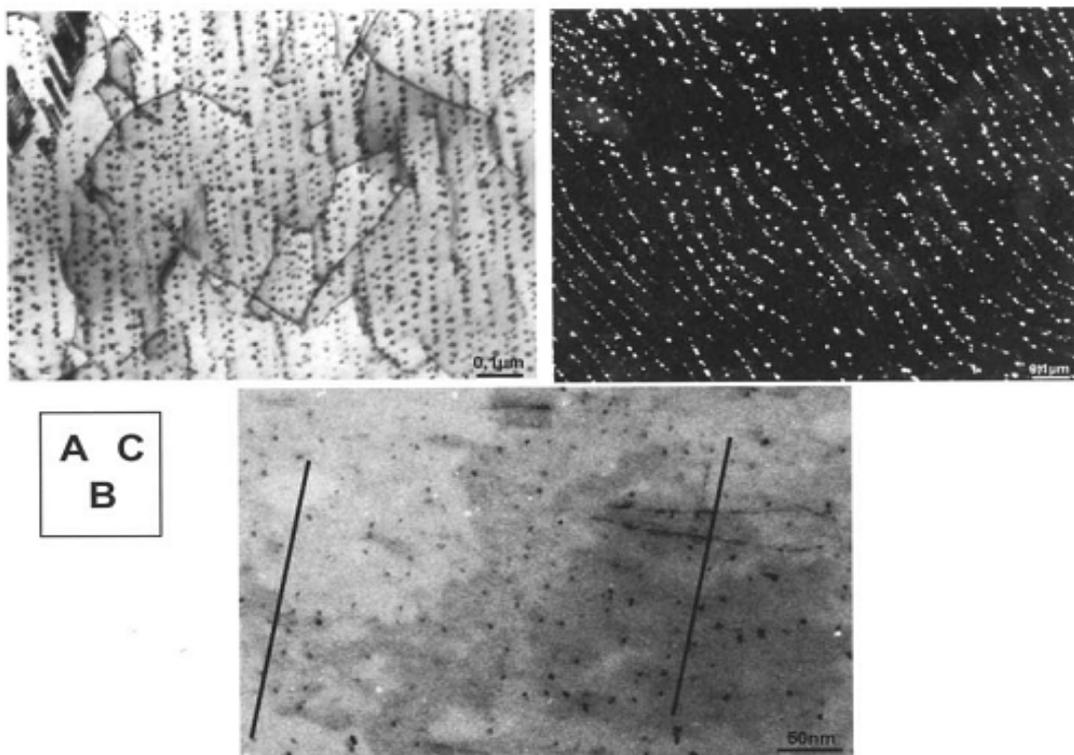


Figure-II-9: Précipitation interphase des carbures dans un acier [5]

- A)- Les précipités dans un acier laminé à chaud puis traité à 700°C
- B)- Les précipités dans un acier brut de forgeage et refroidi à la température ambiante. Les lignes dans la direction des précipités encadrent une zone où ils sont alignés.
- C)- La précipitation interphase courbe dans un acier laminé à chaud puis traité à 700 °C

II-7-4 Domain de précipitation:

La composition chimique et les phases ainsi que les précipités de l'acier étudié, doivent être définis. De plus, sachant que le traitement thermique prévoit une austénitisation et deux revenus, il est nécessaire de définir deux domaines dans les quels les carbures sont susceptibles de précipiter: les domaines austénitique et ferritique.

En effet, l'absence de données sur les Coefficients de diffusion dans la martensite entraîne obligatoirement l'utilisation de coefficients de diffusion préalablement déterminés dans la ferrite. Les domaines de précipitation sont caractérisés par une taille de grains, une taille de lattes et une densité de dislocations. [2]

II -8 La précipitation des aciers fortement alliés

II- 8-1 Au cours du recuit :

La structure des aciers à outils à l'état recuit est constituée par un agrégat de ferrite plus ou moins alliée et de carbures dont la nature chimique dépend de la composition chimique initiale de l'acier.

Les carbures présents à l'équilibre au cours du recuit à 850°C réalisé sur les aciers fortement alliés sont de type MC et M₂₃C₆. Dans le même acier à l'état recuit, [6] montre la présence de cémentite (M₃C), de carbures de molybdène (M₂C), de carbures de chrome (M₂₃C₆) et de carbures de vanadium (MC). Par ailleurs, l'ajout de molybdène fortement allié favorise la précipitation de carbures riches en molybdène de type M₆C.

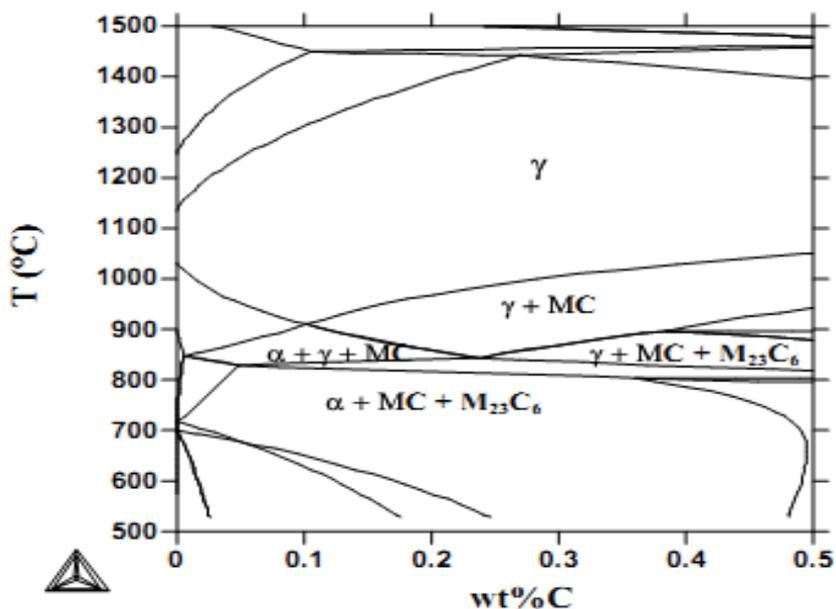


Figure –II-10: Diagramme d'équilibre de l'acier Fortement allié [9]

II-8-2 Au cours de la trempe

Il existe deux familles de carbures présents dans un acier brut de trempe. La mise en solution des carbures dépend des conditions d'austénitisation et de la solubilité des carbures. Les carbures de type M_3C commencent à se dissoudre dès 800°C tandis que les carbures $M_{23}C_6$ se dissolvent à partir de 900°C [4]. Par contre, les carbures du type MC sont beaucoup plus résistants à la mise en solution.

Dans un acier fortement allié, a déterminé à l'aide d'une fraction molaire de 0.4% de carbures MC non dissous après une austénitisation à 980°C . En effet, il est nécessaire de garder après austénitisation des carbures MC car ils évitent le grossissement exagéré des grains austénitiques.

La précipitation de carbures $M_{24}C$ et M_3C peut avoir lieu lors de la trempe et peut être issue : D'une transformation bainitique lors d'un refroidissement peu sévère.

En effet, au cours du refroidissement, lorsque la température de revenu est comprise entre 550°C et 350°C , la bainite supérieure peut apparaître sous forme de lattes séparées par des carbures de fer allongés. A une température inférieure à 350°C , la bainite inférieure peut se former.

Dans ce cas, en plus de la présence de carbures de fer inter lattes, la bainite contient des carbures de fer intra lattes soit sous forme de plaquette soit globulaire [4]. De revenu de la martensite. En effet, les premières fractions de martensite peuvent se trouver à des températures suffisantes pour subir l'équivalent d'un début de revenu [11].

Dans un acier fortement allié la présence de cémentite après une austénitisation à 1010°C suivie d'une trempe à l'huile. Cette précipitation est apparue lors de revenu de la martensite car cet acier présente une température M_S suffisamment élevée pour favoriser ce phénomène. Dans l'acier fortement allié à l'état trempé, [6] a mis en évidence la présence de carbures M_3C , $M_{23}C_6$ et MC en faible proportion. Les carbures M_3C ont également été mis en évidence [4].

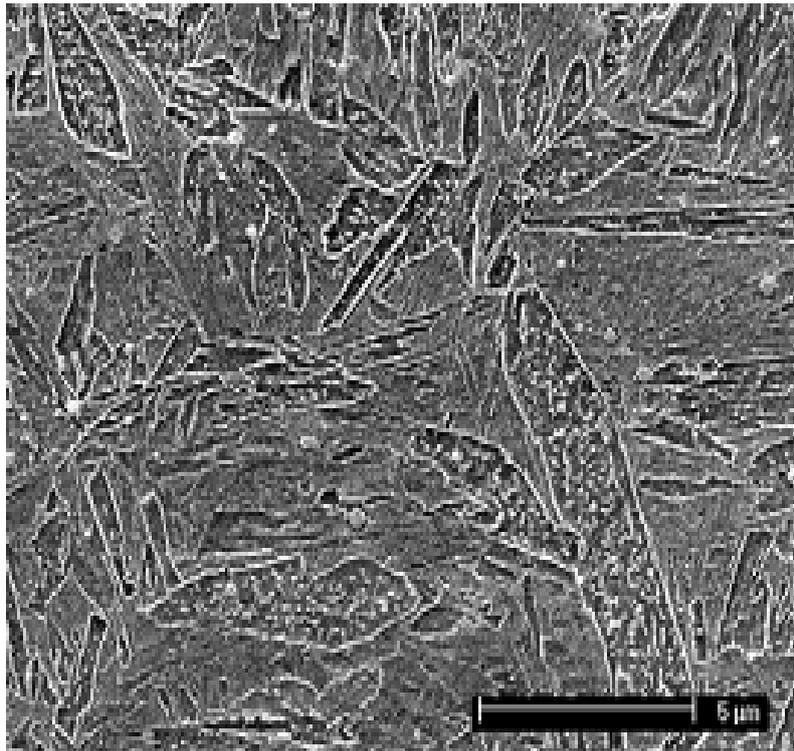


Figure –II-11 : Microstructure de l'acier fortement allié brut de trempe [4].

II-8-3 Au cours du revenu :

La littérature fait état d'une dispersion importante des résultats sur les carbures dans les aciers à outils. Les phénomènes sont extrêmement complexes en raison de la finesse des précipités et la présence simultanée de plusieurs éléments carburigènes tels que le chrome, le vanadium et le molybdène [4].

Le tableau ci-dessous présente les résultats accessibles issus de la littérature des carbures présents après revenu dans les aciers. La majorité des travaux font état de la présence des carbures MC, M_7C_3 et M_3C après revenu. De plus, l'ajout de molybdène permet la précipitation de carbures M_6C ou M_2C .

Tableau II-1 Carbures identifiés lors du revenu des aciers à outils à 5% de chrome [4]

Température d'austénisation °C	Température de revenu °C	Les Carbures après revenu
980	550 - (590 à 620)	M_7C_3 - M_3C -MC
	550 - (580 à 640)	MC- M_7C_3 - M_3C - $M_{23}C_6$
	550 - 605	MC- M_7C_3 - M_3C - $M_{23}C_6$
1025	500-550	M_3C
	650-750	MC
1060	510	MC- $M_{23}C_6$ - M_7C_3
	660	M_3C - MC- $M_{23}C_6$ - M_7C_3
1060	550-610	M_2C - M_6C
	550-610-650	M_2C - M_6C - $M_{23}C_6$
	550-610-680	M_2C - M_6C - $M_{23}C_6$ - M_7C_3
1010	370	M_3C
	480	M_2C
	590	M_2C - M_7C_3
1040	<600	M_3C - MC- M_6C

II-9 Influence des éléments d'alliages sur la précipitation des carbures

Les éléments d'alliages se divisent en deux familles :

- Les éléments carburigènes qui vont jouer essentiellement sur la nature chimique et sur la structure cristalline des carbures.
- Les éléments non carburigènes qui vont influencer la cinétique de précipitation des carbures.

II-9-1 Les éléments carburigènes

Les éléments carburigènes intervenant dans l'étude tels que le chrome, le molybdène et le vanadium ajoutés à l'acier séparément ou conjointement au carbone, ont de multiples influences :

- Présence de carbures insolubles qui ralentissent le grossissement de grain austénitique.
- Précipitation de carbures au revenu entre 500°C et 600°C qui entraîne le durcissement.
- Difficulté de remise en solution complète des carbures lorsque les proportions de l'élément métallique et du carbone augmentent, ce qui rend difficile voire impossible l'affinage des carbures par traitement thermique.

Le chrome est un élément alphasène qui joue un rôle essentiel sur l'amélioration de la trempabilité de l'acier. Il forme des carbures M_2C_6 et M_7C_3 qui participent à la résistance à l'abrasion et s'opposent au grossissement de grain lors de l'austénitisation. Il provoque par ailleurs un certain retard à l'adoucissement lors du revenu, ce qui améliore la résistance à chaud. Il entraîne également une très forte résistance à l'oxydation à haute température. Le chrome peut se substituer aux autres éléments d'alliages dans la composition des carbures. Mis en évidence la substitution du molybdène par le chrome dans des carbures M_2C dans des aciers à outils.

Le molybdène est très carburigène. Il augmente la trempabilité à condition que la température d'austénitisation soit suffisante pour assurer la dissolution partielle ou totale des carbures. Il contribue également au durcissement par solution solide. Lors du revenu, le durcissement est attribué à la précipitation de carbures M_2C . [6] a montré que, dans l'acier

fortement alliée, les carbures M_2C présents après recuit sont remis en solution lors de l'austénitisation à 980°C et ne sont pas reformés lors des revenus après trempe.

De plus, a montré que l'ajout de 2.7% de molybdène dans le même acier provoque la précipitation de carbures $\text{Fe}_3\text{Mo}_3\text{C}$.

Le vanadium est un élément important dans les aciers à outils pour l'obtention d'une bonne dureté à chaud et d'une bonne résistance à l'usure en raison de la présence de particules très dures de carbures de vanadium. Les propriétés tribologiques de ces carbures sont par ailleurs très appréciées pour les applications outillages. De petites additions, voisines de 0.2% en masse, sont très efficaces pour éviter le grossissement de grains lors du traitement thermique

Le vanadium à une très faible solubilité dans la matrice, ce qui facilite la précipitation des carbures MC , ont étudié l'influence de la composition de l'acier en vanadium sur la précipitation au cours du revenu dans des aciers fortement alliés au chrome et vanadium. Ils ont mis en évidence que le vanadium favorise la dissolution de la cémentite au cours du revenu, diminue la température de début de précipitation des carbures M_7C_3 mais se substitue peu au fer et au chrome respectivement dans les carbures M_3C et M_7C_3 .

II-9-2 Les éléments non carburigènes

Les éléments non carburigènes intervenant dans l'étude telle que le cobalt et le nickel sont caractérisés par une faible solubilité dans les carbures mais possèdent une influence sensible sur les cinétiques de précipitation des carbures. Le cobalt se trouve principalement en solution solide dans la matrice. Il augmente la température du liquides, ce qui permet d'effectuer l'austénitisation à des températures plus élevées et par voie de conséquence de mettre une quantité plus importante d'éléments d'alliages en solution.

L'effet du cobalt sur la précipitation des carbures est multiple

- Il limite la formation de cémentite qui précipite au cours de la trempe en dessous de la température M_S .
- Il affine la dispersion des carbures qui se forment au cours du revenu et favorise la formation de clusters, le cobalt augmente l'activité du carbone dans la ferrite.

- Il retarde le sur vieillissement de l'acier au-delà du durcissement ont montré que le cobalt diminue la vitesse de coalescence des carbures au cours de revenu. En effet, le cobalt diminue la diffusivité du carbone et des éléments d'alliages dans la ferrite.

Le nickel a une influence favorable sur la trempabilité et la résistance aux chocs. Le nickel contribue également au durcissement par solution solide, Ce pendant, son influence est défavorable sur la résistance au revenu, en liaison avec son incidence sur l'augmentation de la cinétique de diffusion du carbone .mais le nickel diminue la solubilité du chrome en solution solide, permettant une distribution plus fine des précipités. De plus, le nickel diminue la solubilité du carbone dans la solution solide [9] a mis en évidence que le nickel accélère la coalescence des carbures.

II-10 Influence du nickel

II-10-1- Etat trempé :

La modélisation des intensités diffusées a été réalisée à partir des mêmes hypothèses formulées :

- Le carbure sphérique.
- Le carbure elliptique.

Le nickel améliore la trempabilité des aciers .Du fait de la diminution de la température M_S , les carbures ont moins le temps de croître lors de la trempe et donc de s'enrichir en éléments d'alliages. Ce phénomène est probablement à l'origine de la diminution du rapport A dans la nuance Ni,[4]

II-10-2 Etat revenu

Entre 20°C et 400°C, une diminution de la concentration moyenne en éléments d'alliages des carbures M_3C . Cette évolution est la conséquence de la croissance des carbures M_3C . Ces phénomènes avaient également été observés au cours du revenu entre 20°C et 400°C.

Entre 400°C et 500°C, l'enrichissement des carbures M_3C . Cet enrichissement va provoquer une saturation en éléments d'alliages des carbures M_3C_2 , entraînant leur dissolution à 500°C. Cette dissolution permet la précipitation de carbures de type M_7C_3 , les carbures M_3C cédant leur carbone.

A 550°C, le nickel permet une précipitation plus importante de carbures M_7C_3 à 550°C. De plus, il apparaît que le nickel diminue la température de début de précipitation des carbures MC . En effet, le nickel diminue la solubilité du carbone dans la solution solide favorisant ainsi la précipitation des carbures. Les carbures présents après un revenu de 2h à 550°C de la nuance Ni sont les carbures M_7C_3 , MC et M_3C . Les carbures M_7C_3 et MC sont des carbures

sphériques ayant un rayon moyen de 1.4nm. Les carbures M3C sont des carbures allongés ayant un demi-axe à de 7.9nm.[4].

II-10-3 Evolution de la dureté au cours du revenu :

L'évolution de la dureté est directement liée à l'évolution du nombre de précipités. À 550°C, La contribution des carbures MC à l'augmentation de la dureté dans la nuance Ni est donc fortement probable. Le nickel modifie le durcissement vers des duretés plus importantes. La dureté de la nuance Ni chute dès 587°C, température du deuxième revenu. En effet, le nombre de précipités dans la nuance Ni diminue fortement comparativement à l'acier rapide. Il a été montré précédemment que le nickel favorise la croissance des carbures M7C3. Cette chute de dureté peut donc s'expliquer par une augmentation de la vitesse de croissance/coalescence des carbures [4].

II-11 Influence du molybdène

II-11-1 Etat trempé

Les résultats peuvent se résumer de la façon suivante :

- Les carbures sphériques
- Les carbures elliptiques présentant un demi-axe d'ellipse
- la température MS étant voisine (350°C pour le Mo),
- aucune différence de composition chimique des précipités n'est observée [4]

II-11-2 Etat revenu

À partir de 450°C. Les tailles des précipités sont semblables à celles observées, au-dessus de 550°C.

- Entre 300°C et 400°C, l'enrichissement en éléments d'alliages des carbures M3C

Ce phénomène est également observé 400°C et 500°C. Ces éléments semblent indiquer que le molybdène favorise à plus basse température l'enrichissement en éléments d'alliages des carbures M3C.

D'une part, la concentration limite que peuvent contenir les carbures M 3C est moins élevée en molybdène (5%) que celle en chrome (20%).

- A 550°C, les carbures M7C3 est plus importante dans la nuance Mo, les carbures MC sont formés dès le premier revenu à 550°C.,

Le décalage de la température de dissolution des carbures M3C vers les basses températures permet la libération plus rapide de carbone. Les carbures présents après un revenu de 2h à 550°C de la nuance Mo sont les carbures M7C3, MC et M3C. Les carbures M7C3 et

MC sont des carbures sphériques ayant un rayon moyen de 1.41nm. Les carbures M₃C sont des carbures allongés ayant un demi – axe d’ellipse à de 7.9nm [4]

II-11-3 Evolution de la dureté au cours du revenu

L’évolution de la dureté dans la nuance Mo est influencée par le nombre de précipités, à 550°C, la dureté de la nuance Mo est plus élevée. Comme cela a été établi pour la nuance Ni, les carbures MC qui présentent un fort pouvoir durcissant, contribue à l’augmentation de dureté. Ces observations montrent que l’ajout de molybdène permet de décaler le durcissement vers des duretés plus élevées.

Il n’est pas possible de conclure dans ce cas que le molybdène permet de décaler la dureté dans l’importante dans la nuance Mo. En effet, après un double revenu 550°C-610°C, le nombre de précipités dans la nuance Mo est plus élevé par rapport au nombre de précipités dans les aciers fortement alliée, le molybdène diminuant la vitesse de coalescence des carbures.[4]

II-12-Influence du couplage nickel, molybdène et vanadium

II-12-1 Etat trempé

A l’état trempé, la chimie des précipités des nuances fortement alliée NiMoV est comparée à l’aide des l’analyses chimique, Ceci s’explique par une concentration moyenne en éléments d’alliages dans les carbures M₃C plus faible dans la nuance NiMoV. [4]

II-12-2 Etat revenu :

Au cours du revenu de cette nuance peut être décomposée les étapes suivantes :

- Entre 20°C et 250°C, La croissance des carbures M₃C
- Entre 250°C et 500°C, l’enrichissement des carbures M₃C.

Cet enrichissement débutant à une plus basse température de revenu, le début de la dissolution des carbures M₃C va commencer dès 450°C, au lieu de 500°C.

D’une part, le molybdène favorise l’enrichissement des carbures M₃C en chrome, et, d’autre part, le vanadium favorise la dissolution des carbures M₃C. La dissolution à plus basse température des carbures M₃C donc la conséquence d’un effet couplé du vanadium et du molybdène.

A 550°C, les carbures M₇C₃ est plus importante dans la nuance NiMoV que dans les aciers fortement alliée. De plus, les carbures MC apparaissent dès le premier revenu à 550°C. Cette augmentation des carbures peut s’expliquer par la diminution de la solubilité du chrome en solution solide et par l’addition de vanadium, qui favorise la précipitation des carbures MC au détriment d’autres carbures comme les carbures M₇C₃.

Les carbures observés après un revenu de 2h à 550°C de la nuance NiMoV sont les carbures M₇C₃, MC et M₃C. Les carbures M₇C₃ et MC sont des carbures sphériques, Les carbures M₃C sont des carbures allongés ayant un demi-axe d'ellipse.

II-12-3 Evolution de la dureté au cours du revenu :

La dureté au cours du revenu de la nuance NiMoV est influencée par le nombre de précipités, La dureté de la nuance NiMoV est plus élevée La précipitation des carbures MC débute à 550°C. Sachant que les carbures MC présentent un fort pouvoir durcissant, ils contribuent probablement à l'augmentation de dureté par rapport à les aciers fortement alliée. Ces observations montrent que l'ajout conjugué de nickel, de molybdène et de vanadium permet de décaler le durcissement vers des duretés plus élevées.il n'est pas possible de conclure que l'ajout combiné de nickel, molybdène et vanadium permet de décaler le durcissement en température.la diminution de la dureté est moins importante dans la nuance NiMoV que les aciers fortement alliée nombre de précipités dans la nuance NiMoV est plus élevé, la stabilité des carbures de vanadium à hautes températures de revenu. Ces carbures contribuent au durcissement de manière plus efficace du fait de leur faible vitesse de coalescence. [4]

Conclusion

Les éléments d'alliages étudiés au cours de cette -étude (Ni, Mo, V et Co) ne modifient pas la séquence de précipitation de les aciers fortement alliés mais jouent un rôle important sur la cinétique de précipitation. Le nickel et le molybdène diminuent la température de début de précipitation des carbures MC qui précipitent dès le premier revenu à 550°C. Cependant, l'influence de ces éléments d'alliages n'a pas la même origine. En effet, le molybdène favorise l'enrichissement en éléments d'alliages des carbures M₃C à plus basse température.

La dissolution de ces carbures débute alors à plus basse température de revenu, libérant plus de carbone pour favoriser la précipitation. Le molybdène est le seul élément d'alliage étudié qui influence directement la dissolution des carbures M₃C.En effet, le nickel favorise la précipitation en réduisant la solubilité du carbone en solution solide. De plus, au -delà de la température de durcissement, le nickel accélère la coalescence des carbures M₇C₃.

Chapitre III

L'étude expérimentale

III-Introduction :

La partie expérimentale est basée sur une étude comparative entre un acier fortement allié W18Cr4V et un acier élaboré par la technique de métallurgie des poudres ($\text{Fe}_3\text{C-W-Ni}$). Une première étape de ce travail est l'élaboration de cet acier ensuite vient l'amélioration de l'alliage fritté qui se fait par les traitements thermiques. Des essais mécaniques sont alors nécessaires pour la caractérisation ainsi la confirmation des résultats obtenus de ce nouveau alliage avec celui de référence.

Les pignes de serrage utilisés pour la fixation des conduites des forages exigent des bonnes caractéristiques mécaniques afin de résister à l'usure de la partie travaillante



Pignes de serrage

Pour cette raison nous avons effectué une étude sur la possibilité de réaliser ces pignes par la technique de frittage.

- Composition chimique
- Mode de traitements thermiques (trempe, revenu)
- Les sollicitations mécaniques telles que dureté et résilience
- Structures métallographique.

III.1 les caractéristiques de l'acier fortement allié (W18Cr4V): [13]**III.1.1 composition chimique :**

La composition chimique de l'acier W12Cr4V selon la norme chinoise est donnée sur le tableau III.1.

Tableau III.1 Composition chimique de W18Cr4V [13]

C	W	Mn	Cr	Si	Mo	V	S	P	Ni
0.7 - 0.8	17.5 - 19	0.4	3.8 - 4.4	0.4	0.3	1 - 1.4	0.03	0.03	0.03

III.1.2 Caractéristiques mécaniques :

a) **Température de forgeage :** T° initiale : 1150 -1200°C.

b) **Points critiques de transformation :**

- AC1 : 820°C
- ACm : 1330°C
- Ar1 : 760°C
- Ms : 200°C

C) Propriétés mécaniques

- Bonne ténacité
- Dureté a chaud élevée (600°C)
- La dureté après trempe (64 - 66HRC)

III.1.3 Traitements thermiques :

Les différents traitements thermiques utilisés pour ce type d'acier sont.

III.1.3.1 Recuit de normalisation :

Le recuit de normalisation sert à augmenter l'usinabilité des aciers. La température du chauffage est de l'ordre de 840°C, avec un temps de maintien allant de 2 à 4 heures. Suivi d'un refroidissement très lent dans le four.

III.1.3.2 Trempe :

Le tableau III.2 montre le cycle thermique de trempe dans les différents bains.

Le tableau II-2 : Le cycle thermique de trempe (W18Cr4V)

Préchauffage	Température	800-850°C	
	Temps maintien	0.40.5mn/mm Bain sels	1-2mn/mm Four en caisson
Chauffage	température	1270-1290°C	
	Temps maintien	0.10.25mn/mm Bains sels	0.25-0.5mn/mm Four en caisson

Pour la trempe de ce type d'acier il faut suivre le cycle thermique suivant :

- Un refroidissement très rapide à huile (40-60°C) ;

III.1.3.3 Revenu :

Le Revenu se fait dans un bain de (nitrate de sodium + nitrite de potassium) à 550°C, le temps de maintien est de 1 à 2 heures selon les dimensions de la pièce. Il est nécessaire de faire trois revenus successifs afin d'obtenir la stabilisation structurale.

III.2 Elaboration d'un acier fritté ($\text{Fe}_3\text{C}+\text{W}+\text{Ni}$)

D'après les techniques de l'ingénierie [12], le mélange le plus proche à l'acier de référence W18Cr4V dans les caractéristiques mécaniques se compose de : $\text{Fe}_3\text{C}+\text{W}+\text{Ni}$. Plusieurs tentatives et teneurs ont été faites afin de déterminer les pourcentages exacts de chaque constituant. Le meilleur pourcentage des composants utilisés est celui présenté ci-dessus :

III-2-1 Composition chimique d'alliage fritté

- ✓ Fe_3C : Carbure de fer (85%) avec (%C=1.2)
- ✓ W : Tungstène (10%)
- ✓ Ni : nickel (5%)

Les poudres entrant dans cet acier sont de différentes formes avec les dimensions suivantes :

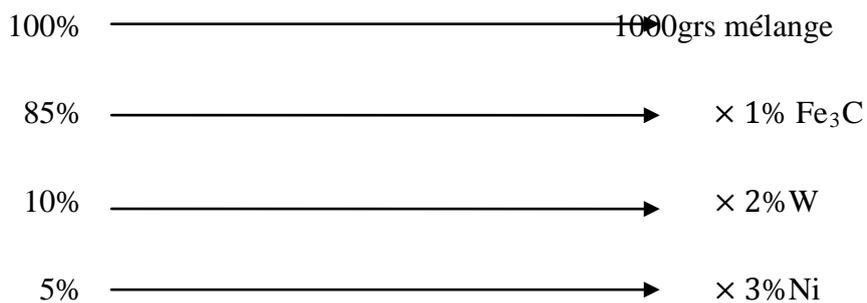
$\text{Fe}_3\text{C} > 38\mu\text{m}$

$\text{W} > 38\mu\text{m}$

$\text{Ni} > 38\mu\text{m}$

III-2-2 Calcul des masses des différents éléments :

Pour une masse de 1kg de l'alliage, il faut prendre la masse de chaque composant suivant la fraction massique:



× 1 % Fe_3C =850g	× 2% W=100g	× 3% Ni =50g
-----------------------------------	-------------	--------------

Avec un de carbone pourcentage carbone =1.2 %

III-3 Préparation du éprouvettes pour le frittage :**a) Broyage :**

Il Consiste à bien mélanger la cémentite (Fe_3C) avec le tungstène (10%) et le nickel (5%) pendant une durée de 6 heures. Le broyage se fait dans un broyeur en inox avec des billes en acier rapide (dure) de différentes diamètre afin d'assurer le mixage homogène de ces poudres.



A) broyeur en inox



B) billes en acier rapide



C) machine de broyage

Figure-III-1: systèmes de broyage sec à bille

b) Collage :

Le rôle principal de la colle est de faciliter le pressage par l'augmentation de la cohésion entre les particules. La colle est composée de caoutchouc synthétique mélangé à l'essence. Pour 1Kg de mélange de poudre on ajoute 100 ml de la colle.

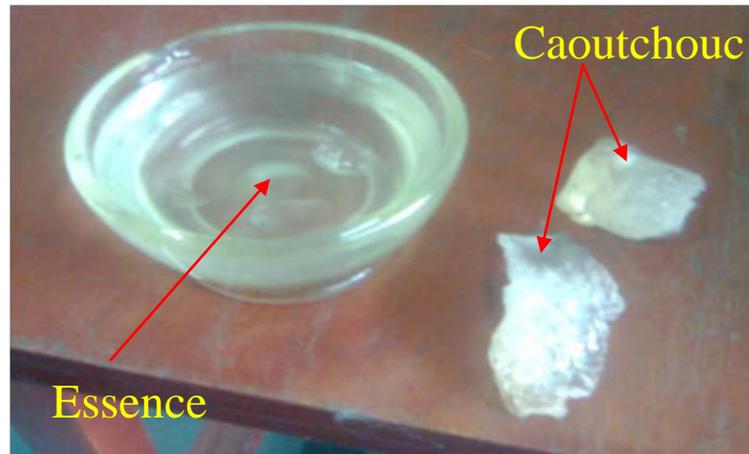


Figure-III.2 La colle (Caoutchouc + Essence)

c) Etuvage :

Ca consiste à chauffer dans un four dit d'étuvage tous le mélange (la poudre+ colle) à une température d'environ 100°C pendant une heure de temps.



Figure III-3 Four d'Etuvage

d) Calcul de la masse nécessaire pour la réalisation des éprouvettes

$$\rho = M/V \dots\dots\dots(1)$$

ρ : masse volumique

M : masse

V : le volume

$$V = L \times l \times e \dots\dots\dots(2)$$

L : longueur

l : largeur

e : épaisseur

Pour des exigences techniques concernant les dimensions des éprouvettes, et d'après les dessins de définition, le calcul des masses se fait avec les formules (1) et (2). On prend ρ suivant la norme ISO = 7.4 gr/cm³.

On prend deux types d'échantillons :

- Grande éprouvettes avec un poids de 85 gr.
- Petite éprouvettes avec un poids de 16 gr.

Tout sa reste dans la théorie mais on va voir par la suite que ces masses peuvent changer selon les conditions nécessaires pour un bon pressage et une meilleure qualité l'obtention des pièces.

e) Pressage à froid

On utilise des presses hydrauliques à haute pression pour comprimer la poudre obtenue, cette étape donne la forme finale de la pièce, mais on tient toujours compte du retrait après le frittage. La pression de pressage peut atteindre jusqu'à 25 MPa. Notre presse est une presse bilatérale donc en fait le pressage en deux directions pour étendre l'homogénéité de pressage.



Figure-III-4 presse utilisée pour le pressage

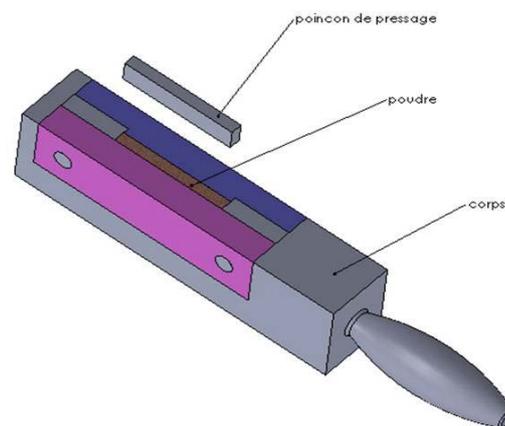
Les dimensions moyennes des éprouvettes obtenues après pressage sont indiquées sur le tableau ci-dessous

Tableau III. 3. dimensions des éprouvettes

	Petite éprouvette	Grande éprouvette
Dimensions (mm ³)	44X7X7	16,5X16,5X64



Figure-III-5- Dimension réelle des pièces



FigureIII-6-Dispositif de pressage et éprouvette.

f) Mise en nacelle :

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



Figure-III-7système de mise en nacelle

g) Frittage

Le frittage consiste à un préchauffage aux environs de 300°C et suivi d'un chauffage à une température de 1370°C avec un maintien de 10 h ensuite ces échantillons sont refroidis en atmosphère conditionnée (absence d'oxygène).



Figure III-8four de frittage

h) Contrôle des dimensions moyennes des éprouvettes obtenues après frittage :

Après le frittage nous avons mesuré les dimensions de nos éprouvettes (tableau III.) à l'aide d'un pied à coulisse.

Tableau III.4 dimension des éprouvettes après frittage

	Grande éprouvette	Petite éprouvette
Dimensions (mm ³)	6X6X37.5	14X14X55

a) Le coefficient de retrait:

Le coefficient de retrait est le rapport des dimensions initiales et les dimensions finales.

$$\text{Coef} = L_0/L, l_0/l, e_0/e$$

$$\text{Coef} = 64/55 = 16.5/14 = 1.17 \quad (\text{pour les grandes pièces})$$

$$\text{Coef} = 44/37.5 = 7/6 = 1.16 \quad (\text{pour les petites pièces})$$

On peut dire que notre matériau est isotrope car il s'est déformé pratiquement de la même façon dans toutes les directions

b) Mesure de la densité après frittage

La densité après frittage est mesurée à l'aide d'un densimètre digitale les résultats obtenue sont lustrés en tableau ci-dessous.

a) Tableau III.5la densité après frittage

	Grande éprouvette	Petite éprouvette
Nouveau poids	11.15	78.00
Densité	7,62	7.51

III-4 Traitement thermique :

Il est nécessaire d'effectuer les traitements thermiques pour améliorer les propriétés mécaniques des pignes de serrage obtenues, parmi ces traitements on a : Trempe et revenu :

La trempe à un but pour augmenter la dureté et améliorer les caractéristiques mécaniques des pièces. On choisit trois températures de chauffage (800°C , 1000°C , 1300°C)

En bain sel (**Ba₂Cl+Na Cl**)

Le revenu s'effectue après trempe, il produit un durcissement structural et sert à diminuer la fragilité de la pièce. En bain de nitrate de sodium à une température de 180°C

III-5 Essai de dureté(HRC) :

Pour l'essai de dureté on fait la dureté Rockwell pour cet-là on utilise un duromètre digital

III-6 Examen métallographique :

Avant l'examen métallographique il faut faire un polissage pour mettre en évidence les différentes phases.

III-6-1 polissage et l'attaque chimique :

Pour les pièces avant traitement on a fait un polissage manuel on utilise du papier vert tandis que pour ceux après traitement on a fait un polissage automatique car cela nécessite une grande durée pour avoir le bon état de surface

III-7. Essais de résilience :

Les essais de résilience permettent de caractériser la fragilisation d'un matériau. Ils consistent à rompre une éprouvette entaillée (l'entaille a pour but de fragiliser le matériau) – éprouvette Charpy-sous l'impact d'un « mouton-pendule ». On mesure l'énergie absorbée par la rupture, ce qui permet de remonter à la résilience des matériaux (énergie absorbée ramenée à la surface (en J/CM^2)). Cet essai permet également d'accéder au taux de rupture fragile (cristallinité-évalué par l'opérateur ou par analyse d'images) ou à l'expansion latérale des éprouvettes suite à la rupture. En effectuant des essais à différentes températures,

il est possible d'évaluer la température de transition ductile /fragile et de suivre ainsi la fragilisation de matériaux au cours de temps, par exemple sous l'effet d'irradiation ou de vieillissement thermique.

Un point important à noter est que ces essais caractérisent les deux phases : initiation et propagation de la rupture, alors outre, les valeurs d'énergie obtenues dépendent de différents phénomènes et paramètres, tel que la géométrie de l'éprouvette et du couteau, une plastification potentiellement intense (si le matériau n'est pas fragile), la rupture proprement dite... ainsi, cet essai a une nature plus comparative que caractéristique du matériau lui-même.

Chapitre IV

Discussion du résultat

IV :Introduction :

Cette partie est consacrée aux résultats expérimentaux obtenues après les traitements thermiques (trempe et revenu) effectués sur les différentes éprouvettes d'acier frittées. Des analyses métallographiques obtenues par microscope optique ainsi que des résultats d'analyses physique sont présentés. Les résultats obtenus pour différentes températures de trempe sont représentés sur les tableaux.

IV-1 : Matériels utilisés**IV-1-1 :Durometre :**

Pour cette catégorie d'acier la dureté Rockwell est mesurée avec un duromètre numérique.



Figure-VI -1 durometre digital

IV-1-2 microscope optique:

L'examen métallographique passe par différentes phases premièrement un polissage manuel ou on utilise du papier vert de différentes grosseurs de grains partant de plus gros vers le plus fin, La microstructure est obtenue avec un microscope optique assisté par ordinateur,



Figure VI-4: microscope optique assisté par ordinateur

IV-1-2-1 polissage



Figure IV-5: disque de polissage manuel

IV-1-2-2 l'attaque chimique

Pour ce qui concerne l'attaque chimique on va utiliser est le Nital dont la composition est:

- Acide nitrique à 65% : 10 ml
- Ethanol à 99.5 % : 200 ml

Les pièces sont immergées dans la solution d'attaque de 10 à 25 secondes.

IV-1-3 Machine de résilience :

L'essai de résilience permet de caractériser la fragilisation d'un matériau. Ils consistent à rompre une éprouvette entaillée (l'entaille a pour but de fragiliser le matériau)–éprouvette Charpy-sous l'impact d'un « mouton-pendule ». On mesure l'énergie absorbée par la rupture, ce qui permet de remonter à la résilience des matériaux (énergie absorbée ramenée à la surface (en J/cm^2)).

Cet essai permet également d'accéder au taux de rupture fragile (cristallinité-évalué par l'opérateur ou par analyse d'images) ou à l'expansion latérale des éprouvettes suite à la rupture. En effectuant des essais à différentes températures, il est possible d'évaluer la température de transition ductile /fragile et de suivre ainsi la fragilisation de matériaux au cours de temps, par exemple sous l'effet d'irradiation ou de vieillissement thermique.

Un point important à notre est que ces essais caractérisent les deux phases : initiation et propagation de la rupture, alors outre, les valeurs d'énergie obtenues dépendant de différents

phénomènes et paramètres, tel que la géométrie de l'éprouvette et du couteau, une plastification potentiellement intense (si le matériau n'est pas fragile), la rupture proprement dite...ainsi, cet essai a une nature plus comparative que caractéristique du matériau lui-même.



Figure IV-2: Dispositif de mesure de la résilience

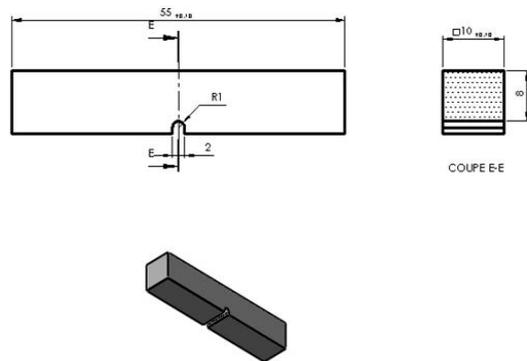


Figure IV- 3 Dimension de l'éprouvette de résilience (Norme ISO).

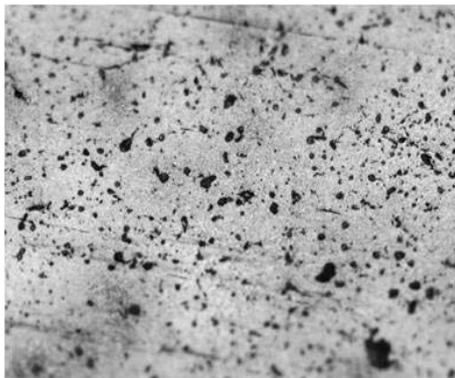
IV-2 Traitement thermique :**IV-2-1 Trempe à T= 800°C**

Les résultats obtenus pour une trempe de 800 °C des deux éprouvettes (petite et grande) sont représentées sur le tableau suivant.

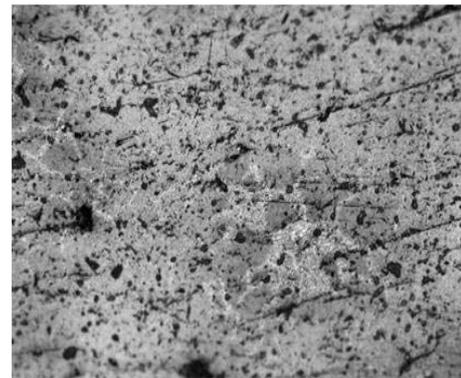
Tableau. IV- 1- Dureté Rockwell pour T= 800 °C.

	Grande éprouvette					Petite éprouvette				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Avant T-TH	26	30	34	38	40	28	34	38	44	48
Après T-TH	34	36	40	40	44	40	42	44	52	54

On remarque qu'il y a une faible augmentation de la dureté avant (valeur initiale après frittage) et après la trempe. cela est due à l'insuffisance de la température de chauffage c'est à dire que l'austénisation n'a pas eu lieu.



Grande éprouvette



Petite éprouvette

Figure IV-1 Structure métallographique du Fe₃C-W-Ni (T = 800°C), agrandissement X200.

L'influence de la distribution de la porosité est très importante pour les deux éprouvettes. La distribution des éléments entrant dans la composition de l'alliage n'est pas homogène sur toute la structure surtout le carbone. La présence de la perlite indique que la transformation de phase du fer α en fer γ n'est pas complète. On remarque aussi que le pourcentage de l'austénite est supérieur à la norme, par conséquent la dureté est faible.

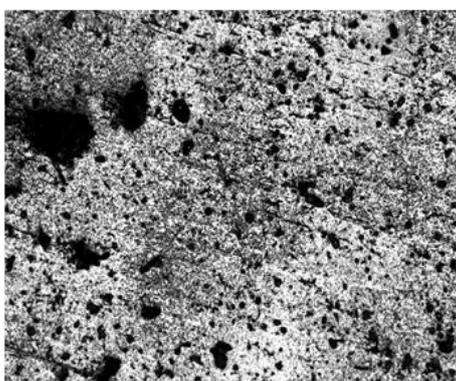
IV-2-2 Trempe à T = 1000 °C

Les résultats obtenus pour une trempe de 1000 °C des deux éprouvettes (petite et grande) sont représentées sur le tableau suivant.

Tableau-IV- 2- Dureté Rockwell pour T= 1000 °C.

	Grande éprouvette					Petite éprouvette				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Avant T-TH	26	30	32	36	38	40	42	44	46	50
Après T-TH	38	40	44	44	48	50	50	52	50	54

On remarque qu'il y a une nette amélioration dans les valeurs de la dureté par rapport à ceux obtenus lors du chauffage à 800 °C. On note la présence sur les structures de plusieurs phases résultats de la trempe. La martensite est en couleur blanche tandis que les autres couleurs indiquent la porosité et le carbone. Les autres éléments entrant dans l'alliage sont en solution d'insertion. Cette température de deuxième ligne de transformation et le complètement de transformation thermique.



Grande éprouvette



Petite éprouvette

Figure IV-2 Analyses métallographique du Fe₃C-W-Ni (T = 1000 °C), agrandissement X200.

Pour ces structures, il ya une nette amélioration par rapport au cas étudié précédemment (800 °C). La transformation reste toujours incomplète. Le pourcentage de l'austénite reste toujours plus grand que celui des normes.

IV-2-3 Trempe à T= 1300°C

Les résultats obtenus pour une trempe de 1300 °C des deux éprouvettes (petite et grande) sont représentées sur le tableau suivant. Dans ce cas, il est préférable de faire un près chauffage des pièces à une température de 750 °C afin d'éviter le choc thermique due à l'augmentation brusque de la température et d'exécuter ainsi une trempe par palier.

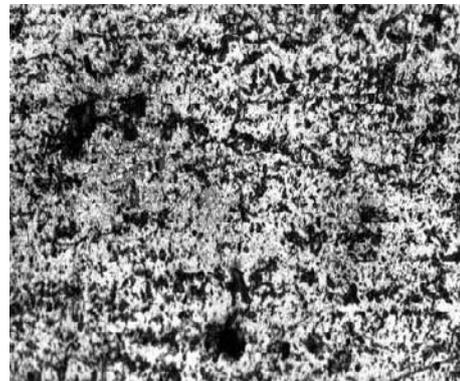
Tableau-IV- 3- Dureté Rockwell pour T= 1300 °C.

	Grande éprouvette					Petite éprouvette				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Avant T-TH	26	28	30	34	38	34	38	40	42	44
Après T-TH	50	54	56	58	58	53	55	56	60	62

Il y a une augmentation considérable de la dureté par rapport aux deux températures (800 °C et 1000 °C). La transformation thermique est complète (martensitique + pourcentage de austénite faible $\leq (5 - 15)$) donc la température de chauffage est suffisante et la dureté obtenue est entre 58 à 62 HRC. C'est la dureté de l'acier de référence.



Petite éprouvette



Grande éprouvette

Figure IV-3 Analyses métallographique du Fe₃C-W-Ni (T = 1300 °C), agrandissement X200.

D'après les structures obtenues par la microscopie optique, la transformation martensitique ($\gamma \rightarrow \alpha$) est complète avec une teneur d'austénite résiduelle ne dépassant pas les valeurs des normes surtout pour les petites éprouvettes.

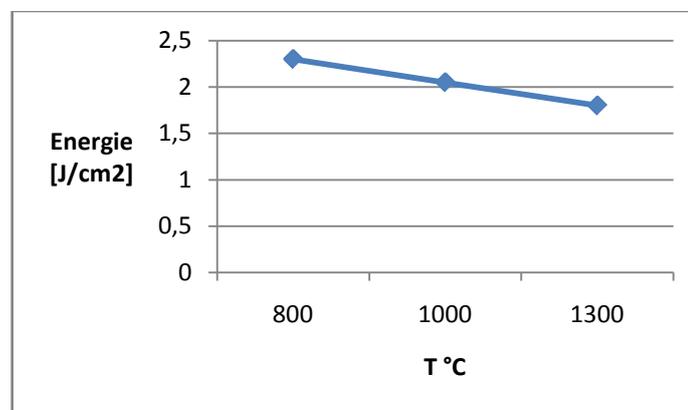
On note la présence sur les structures de plusieurs phases résultant de la trempe. La martensite est en couleur blanche tandis que les autres couleurs indiquent la porosité et le carbone. Les autres éléments entrant dans l'alliage sont en solution d'insertion.

IV-3 Essai de résilience :

Cet essai vise à mesurer la résistance de cet alliage contre le choc. Il est recommandé dans ce type d'alliage d'avoir une résistance au choc remarquable lors de l'utilisation. Les résultats obtenus sont présentés sur le tableau IV- 4.

Tableau-.IV- 4- Résultats de la résilience

T [°C]	Energie [j/cm ²]
800	2.3
1000	2.05
1300	1.8

**Figure IV-4** Evolution de l'énergie de la résilience en fonction de la température de chauffage.

La figure IV-4 présente les résultats obtenus lors de l'essai de résilience, qui montre l'énergie nécessaire pour la rupture des éprouvettes de l'acier fritté. L'énergie diminue avec l'augmentation de la température pour atteindre une valeur de 1.8 J/cm². A faible température de trempé le matériau est moins fragile par contre avec l'augmentation de la température de trempé sa ductilité diminue.

IV-4 Précipitation ou cours de traitement thermique:

La précipitation des carbures peut avoir lieu lors de la trempe à température de l'austénisation avec une transformation martensitique complète lors d'un refroidissement rapide à huile. Les carbures de fer précipitent au cours de la trempe. Ils sont présents en grande quantités et en différentes formes. Pour avoir une bonne dureté et une bonne répartition des éléments dans la structure il est préférable de faire suivre la trempe par un durcissement obtenue avec un revenu.

Conclusion :

Comme conclusion à cette partie on peut citer que :

- Les traitements thermiques jouent un rôle très important dans l'amélioration des propriétés mécaniques des aciers à outils même ceux élaborés par MP ;
- La transformation martensitique de ce type d'acier est la même que celle d'acier de référence ;
- Le pourcentage de carbone ainsi que la teneur de la porosité influe considérablement sur les résultats.
- Les carbures de fer précipitent au cours de la trempe. Ils sont présents en grande quantités et en différentes formes.

Conclusion

Générale

Conclusion générale

On a constaté des résultats que :

- La teneur du carbone dans l'alliage 1.2 joue un rôle important (plus la teneur de carbone est grande plus la dureté augmente. la résilience du matériau diminue à cause de sa fragilisation.
- L'ajout des éléments d'addition comme le Ni, W favorise la densification C'est à-dire la diminution de la porosité (densité de $7,2\text{g}/\text{cm}^3$).
- Le nickel a une influence favorable sur la trempabilité et la résistance aux chocs. Le nickel contribue également au durcissement par solution solide. Le nickel diminue la solubilité du carbone dans la solution solide, Le nickel diminue la solubilité du carbone dans la solution solide favorisant ainsi la précipitation des carbures. Le nickel permet une précipitation plus importante de carbures M_7C_3 à 550°C .
- Après le frittage on atteint des duretés moyennes qui peuvent être amélioré avec des opérations de traitements thermiques.
- Les caractéristiques mécaniques se rapproche d'un acier a outil donc on peut l'utilisé dans différents domaines d'application (pièces mécanique de l'industrie automobile, pignon, bague...etc.).
- la dureté des petites éprouvette est nettement plus grande que les grandes éprouvette ce qui est due aux pressions utiliser lors du compactage.

Reste donc a conclure que la métallurgie des poudres reste un moyen très puissant pour l'obtention des différents types et formes des pièces mécanique, reste a maîtriser les différents paramètres rentrant en jeu a savoir les éléments d'addition ,la pression

Bibliographie

- [1] Anouar benabbes, approches micromécaniques de la compaction de poudres et de la rupture ductile des matériaux incluant le 3^e invariant des contraintes, thèse
- [2] Philippe Beaulieu, développement des nouvelles poudres d'acier à outils pour des applications de résistance à l'usure à haute température, thèse, université de Montréal, 2012
- [3] Said bensaada, traitements thermiques, classification et désignations des aciers et fontes, thèse
- [4] Mauriès, sébastien, modélisation de la séquence de précipitation de carbures au cours du traitement thermique d'aciers martensitiques alliés, thèse, 2008, institut national polytechnique de Toulouse
- [5] Madeleine durand-charre la microstructure des aciers et des fontes institut national polytechnique de grenoble, livre
- [6] Mabarki, n, relation microstructure-propriétés mécaniques d'aciers martensitiques revenus destinés aux outillages de mise en forme d'alliages légers, thèses, 2003, école des mines de paris
- [7] L'évêque, r . traitements thermiques dans la masse des aciers à outils, techniques de l'ingénieur, 2002.
- [8] L'évêque, r, aciers à outils - composition chimique et structure, techniques de l'ingénieur. 2003.
- [9] Michaud, p., influence des éléments d'alliages sur la relation entre la précipitation et les propriétés mécaniques usuelles d'aciers à outils à 5% de chrome, thèse, 2006, école des mines de paris.
- [10] Murray, g. la microstructure des aciers et des fontes, techniques de l'ingénieur. 1998.
- [11] Perrard, F., Caractérisation et modélisation de la précipitation du carbure de niobium et du cuivre dans les aciers bas carbone, PhD. thesis, 2004, Institut National Polytechnique de Grenoble.
- [12] Techniques de l'ingénieur. 2008.
- [13] Cle des aciers 2007.

ملخص

في هذا البحث تمت دراسة مقارنة بين فولاذ قوي المزج (W18Cr4V) و آخر (Fe₃CW₃Ni) مصنوع من المساحيق المتعدينية من اجل تحسين الخصائص الميكانيكية لهذا الأخير

استعملنا المعالجات الحرارية لمعرفة صلابة و ترسبات كربيد خلال التحولات الحرارية التي تعطى بنية مستقرة و صلبة

RESUME

Dans ce modeste travail, une étude comparative entre un acier fortement allié (W18Cr4V) et un autre fritté (Fe₃CW₃Ni) élaborer par la métallurgie des poudres a été faite afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques (dureté).

Deux types de traitements thermique (**trempe, revenu**) ont été utilisés pour avoir un durcissement et une précipitation des carbure au cours des transformations thermiques qui donnent des structures stable et dur.

SUMMARY:

In this work, in a tries to make a comparative study between a steel strongly allied (W18Cr4V) and another steels fritty (Fe₃CW₃Ni) to work out by the metallurgy of the powders for the improvement as of the these mechanical characteristics,

One uses the treatments thermics (**hardening, income**) to have a hardening and precipitated carbide or thermal court of the transformations which to give structures stable and hard.