

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI
FACULTE DU GENIE DE LA CONSTRUCTION
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE



MEMOIRE

*En vue de l'obtention du diplôme de Master
Académique*

Spécialité : Génie Mécanique
Option : Génie Des Matériaux

Thème :

Elaboration et caractérisation d'un matériau composite en Carbure de Tungstène-Alliage utilisé dans la fabrication des outils de forage

Proposé et dirigé par :

Professeur S.AZEM

Présenté par :

M^{lle} Dyhia OUMESSAOUD

Promotion 2017/2018

Remerciements

William.A.W a dit : Le bon professeur explique. Le meilleur professeur démontre. Le grand professeur inspire.

Je tiens à exprimer ma gratitude et ma profonde reconnaissance au Professeur Azem d'avoir accepté de me guider tout au long de ce travail, de m'avoir donnée l'opportunité d'apprendre ce qui m'était inconnu auparavant, en m'orientant vers un stage pratique au sein de l'ENSP (Entreprise Nationale des Services aux Puits). Ses explications, ses conseils, ainsi que ses méthodes pédagogiques inspirent certainement le courage et la persévérance de mener un travail jusqu'au bout, quelles que soient les difficultés auxquelles on doit faire face, la soif d'apprendre et de ne point cesser de le faire, et une inébranlable confiance en soi. Tous mes respects pour sa patience, sa sagesse, et son érudition.

Je remercie également la direction de l'ENSP pour avoir bien voulu m'accueillir au sein de leur entreprise et d'avoir mis à ma disposition le matériel dont j'avais besoin. Je remercie M^{elle} Hadjab et M^r Tata pour le temps qu'ils m'ont accordé pour m'enrichir de leurs connaissances. Je ne pourrai oublier de remercier M^{elle} Bounabi qui était présente tout au long de mon stage, et grâce à qui cette période m'était agréable. Je serai toujours reconnaissante à l'égard de M^r Ben Akila pour son aide précieuse et tout le temps qu'il a consacré à mon travail. Je remercie tous les ouvriers de l'atelier du fond du cœur.

Je remercie tout le personnel des laboratoires SDM et RDM de m'avoir assisté lors de tous les essais qu'on a effectué.

Je ne remercierai jamais assez M^{me} Yakoubi Milyada épouse SETBEL pour son soutien et sa présence.

J'exprime également mes profonds remerciements aux membres du jury, M^{me} Baguenane et M^r Filali, pour avoir consenti de discuter le contenu de mon travail. J'ai eu cette chance inouïe de les avoir comme enseignants. Je leur serai toujours reconnaissante.

J'exprime mes profonds remerciements à tous mes enseignants. Avec eux j'ai appris en ces deux années de Master ce que je n'ai guère discerné auparavant. Je serai toujours reconnaissante pour leur qualité d'enseignement, leurs encouragements, et d'avoir fait naître en moi cet intérêt pour les matériaux et leur importance cruciale dans la mécanique.

Je consacre ces quelques lignes pour remercier et honorer tous ceux qui œuvrent chaque jour pour nous faire découvrir tous ce que l'univers recèle d'aussi ahurissant. Ceux qui puisent dans leur savoir, leurs expériences et dans leurs idées pour susciter le progrès, éveiller les consciences, et nous instruire.

Je remercie énormément mes parents qui m'ont soutenue ardemment et qui ont toujours fait preuve de patience, notamment durant mes études.

Je remercie vivement tous ceux qui m'ont aidée, de près ou de loin.

Table des matières

Introduction générale	1
-----------------------------	---

Première partie : Partie bibliographique

Chapitre I : le forage pétrolier et les outils

I.1.Introduction	3
I.2.Le pétrole.....	3
I.2.1.Définition	3
I.2.2.La formation du pétrole	4
I.3.Le forage pétrolier	4
I.3.1.Définition du forage	5
I.3.2.Processus de forage.....	5
I.3.3.Le forage rotary	6
I.3.3.1.L'Installation de forage	7
I.3.3.2.La garniture de forage	10
I.3.4.L'outil de forage.....	11
I.3.4.1.Outils tricônes (à molettes)	11
I.3.4.2.Outils monoblocs (à diamants) :.....	12
I.3.5.Les paramètres de forage	13
I.3.5.1.Poids agissant sur le trépan : (Weight on bit, W)	13
I.3.5.2.Le couple agissant sur le trépan (Torque on bit, T)	13
I.3.5.3.La vitesse de rotation.....	13
I.3.6.Les boues de forage.....	13
1.3.6.1. Rôles des boues de forage	13
1.3.6.2. Caractéristiques des boues de forage	14
I.4.Fabrication de l'outil de forage par l'ENSP (Ex. ALDIM)	14
I.4.1.Objectif de l'ENSP.....	15
I.4.2.Historique de la société.....	15
I.4.3.Outils fabriqués par l'ENSP	16

I.5. Les différents types des outils de forage	17
I.5.1. Les outils à molettes	17
I.5.1.1. Caractéristiques des outils à molettes.....	17
I.5.1.2. Modes de travail des outils à molettes.....	18
I.5.2. Les outils à éléments de coupe fixes	18
I.5.2.1. Types de diamants utilisés.....	18
I.5.2.2. Les outils à diamants naturels	21
I.5.2.3. Les outils TSP.....	22
I.5.2.4. Les outils imprégnés	23
I.6. Les outils PDC	24
I.6.1. L’outil PDC avec corps en acier	24
I.6.2. L’outil PDC avec corps en matrice	25
I.6.2.1. Fabrication de l’outil PDC-matrice	25
I.6.2.2. Mode de travail des outils PDC	32

Chapitre II : Les cermets WC-Cu

II.1 – Introduction	33
II.2- Les matériaux composites	33
II.3. Les cermets	34
II.3.1. Définition d’un cermet	34
II.3.2. Les carbures.....	34
II.4. Les composants des cermets	35
II.4.1. Le tungstène	35
II.4.1.1. Production de la poudre de Tungstène.....	35
II.4.1.2. Propriétés du Tungstène	36
II.4.2. Carbure de Tungstène	35
II.4.2.1. Production des Carbures de Tungstène.....	35
II.4.2.2. Propriétés de la poudre de Carbure de Tungstène	36
II.4.2.3. Diagramme W-C	37
II.4.2.4. Domaine d’application.....	38
II.4.3. Le cuivre.....	38
II.4.3.1. Propriétés du Cuivre	39

II.4.3.2. Infiltration des WC par un alliage de Cuivre.....	39
II.4.4. Les liants métalliques	41
II.4.4.1. Alliage Cu-Mn	41
II.4.4.2. Alliage Cu-Zn (Laitons).....	42
II.4.4.3. Alliage Cu-Sn (Bronze).....	43

Chapitre III : La métallurgie des poudres et infiltration

III.1. Introduction	46
III.2. La métallurgie des poudres.....	46
III.2.1. Définition	46
III.2.2. Avantages de la MDP	46
III.3. L'infiltration.....	47
III.3.1. Infiltration conventionnelle	47
III.3.2. Infiltration de poudres libres.....	49
III.3.2.1. Processus	49
III.3.2.2. Conditions et paramètres d'infiltration	50
III.3.3. Domaines d'application de l'infiltration.....	51
III.4. Le frittage	53
III.4.1. Différents types de frittage.....	53
III.4.1.1. Frittage en phase solide.....	53
III.4.1.2. Frittage en phase liquide.....	54
III.4.2. Energies motrices du frittage.....	58
III.4.3. Paramètres de frittage.....	59

Deuxième partie : techniques expérimentales et résultats

Chapitre IV : Techniques expérimentales

IV.1.Introduction.....	60
IV.2.Matériaux utilisés.....	60
IV.2.1 Poudres de base	60

IV.2.2 Liant (IF 15)	62
IV.2.3 Flux-Borax.....	63
IV.3.Caractérisation des matières premières.....	64
IV.3.1. Répartition granulométrique des poudres de départ.....	64
IV.3.2. Diffraction des rayons X (DRX)	65
IV.4. Elaboration des échantillons par infiltration dans le four à hydrogène	66
IV.4.1.Eprouvettes pour l'essai de traction.....	66
IV.4.2.Eprouvettes de compression	69
IV.4.3 Opération d'infiltration.....	70
IV.4.3.1.Four utilisé.....	70
IV.4.3.2. Cycle d'élaboration	72
IV. 5 Infiltration sous air.....	74
IV.5.1.Four utilisé	74
IV.6. Caractérisation structurale	76
IV.6.1. Préparation des échantillons	76
IV.6.1.1. Enrobage.....	76
IV.6.1.2. Polissage	77
IV.6.2. Microscope optique (MO)	78
IV.6.3. Microscope électronique à balayage (MEB).....	77
IV.7. Caractérisation mécanique	80
IV.7.1. Essai de dureté Vickers	80
IV.7.2. Essai de traction	81
IV.7.3. Essai de compression	82

Chapitre V : Résultats et Discussions.

V.1. Caractérisation des poudres de base	84
V.1.1. Granulométrie des poudres	84
V.1.1.1. Poudre dure.....	84
V.1.1.2. Poudre tendre	86
V.1.2. Analyse par diffraction des rayons X	89

V.1.2.1. Poudre dure.....	89
V.1.2.2. Poudre tendre	90
V.2. Caractérisation mécanique des échantillons	90
V.2.1. Essai de compression.....	91
V.2.1.1. Eprouvette infiltrée sous hydrogène	91
V.2.1.2. Eprouvette infiltrée sous air	92
V.2.2. Essai de traction.....	94
V.2.2.1. Eprouvette infiltrée sous hydrogène	94
V.2.2.2. Eprouvette infiltrée sous air	94
V.2.3. Mesure de dureté	96
V.2.3. 1. Echantillon infiltré sous H ₂	96
V.2.3.2. Echantillon infiltré sous air	96
V.3. Observations métallographiques.....	98
V.3.1. Microscopie optique	98
V.3.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)	99
V.3.2.1. Les surface des échantillons.....	99
V.3.2.2. Les faciès de rupture des échantillons	103
Conclusion.....	107
Références bibliographiques	108
Annexes	111

Liste des Figures

Chapitre I :

Figure I.1 : Pétrole.

Figure I.2 : Plateforme pétrolière Onshore.

Figure I.3 : Plateforme pétrolière Offshore.

Figure I.4 : Processus de forage. [4]

Figure I.5 : Table de rotation.

Figure I.6 : Circulation de la boue de forage.

Figure I.7 : Garniture de forage.

Figure I.8 : Les outils à molettes (tricône).

Figure I.9 : Outils monoblocs.

Figure I.10 : Vitesse d'avancement en fonction du %du solide dans la boue. [6]

Figure I.11 : Les outils fabriqués par l'ENSP.

Figure. I.12 : Le tricône (outil à 3 molettes)

Figure I.13 : Les diamants naturels.

Figure I.14 : Structure d'un PDC.

Figure. I.15 : Outil à diamants naturels

Figure I.16 : Moule en Graphite pour la fabrication de l'outil à diamants naturels.

Figure I.17 : Outil TSP.

Figure I.18 : Outil imprégné.

Figure I.19 : Outil PDC avec corps d'acier.

Figure I.20 : Débitage du Graphite.

Figure I.21 : Moule déposé sur la table vibrante.

Figure I.22 : Fixation de l'outillage de centrage du Blank.

Figure I.23 : Remplissage du moule par les poudres.

Figure I.24 : Remplissage du moule.

Figure I.25 : Outil PDC à Matrice.

Chapitre II :

Figure II.1 : Schéma illustratif d'un matériau composite

Figure II.2 : Minerai de wolframite

Figure II.3 : Poudre WC (A : forme irrégulière ; B : forme sphérique.) [20]

Figure II.4 : Diagramme binaire W-C. [21]

Figure II.5 : Les structures cristallines des carbures de tungstène.

Figure II.6 : Minerai de Cuivre.

Figure II.7 : Diagramme d'équilibre Cu-W. [24]

Figure II.8 : Diagramme Cu-Mn. [26]

Figure II.9 : Diagramme de phase Cu-Zn [27]

Figure II.10 : Diagramme d'équilibre (Cu-Sn). [28]

Chapitre III :

Figure III.1 : Différentes méthodes d'infiltration. [30]

Figure III.2 : Infiltration des poudres par un métal en fusion.

Figure III.3 : Stades de densification. [36]

Figure III.4 : Etapes du frittage en phase liquide. [38]

Figure III.5 : Réarrangement des particules. [38]

Figure III.6 : Angle de contact (raccordement). [39]

Figure III.7 : Ménisque liquide formé au contact entre deux grains. [40]

Figure III.8 : Dissolution-précipitation. [38]

Figure III.9 : Schéma de microstructures au cours du frittage en phase liquide sous l'action des forces capillaires exercées par les ponts de liquide entre particules. [34]

Chapitre IV :

Figure IV.1 : Poudre dure (P265)

Figure IV.2 : Poudre tendre (P170)

Figure IV.3 : Liant Cu-Mn

Figure IV.4 : Borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$)

Figure IV.5 : Tamiseur RETSCH.

Figure IV.6 : Balance analytique.

Figure IV.7 : Schéma du principe du diffractomètre à rayons X

Figure IV.8 : Le graphite à l'état natif.

Figure IV.9 : Galette de graphite usinée.

Figure IV.10 : Moule pour les éprouvettes de traction.

Figure IV.11 : Moule rempli

Figure IV.12 : Moule pour éprouvettes de compression.

Figure IV.13 : Moule rempli.

Figure IV.14 : Installation d'infiltration sous hydrogène.

Figure IV.15 : Moules d'éprouvettes de compression et traction après infiltration.

Figure IV.16 : Eprouvette de compression après sablage et meulage.

Figure IV.19 : Four conventionnel.

Figure IV.20 : Moules après infiltration dans le four conventionnel

Figure IV.21 : Enrobeuse à chaud

Figure IV.22 : Echantillons enrobés

Figure IV.23 : Polisseuse électrique à deux disques.

Figure IV.24 : Polisseuse de finition.

Figure IV.25 : Microscope optique.

Figure IV.26 : Principe du MEB.

Figure IV.27 : Mors de la machine pour l'essai de traction.

Figure IV.28 : Machine de traction/compression.

Figure IV.29 : Machine de compression Autotest.

Chapitre V :

Figure V.1 : Taux de remplissage élevé

Figure V.2 : Répartition granulométrique de la poudre WC dure

Figure V.3 : Répartition granulométrique de la poudre WC tendre

Figure V.4 : Répartition granulométrique des deux poudres.

Figure V.4 : Analyse de la DRX de la poudre WC dure.

Figure V.5 : Analyse de la DRX de la poudre WC tendre.

Figure V.6 : Courbe de compression (σ - ϵ) de l'éprouvette infiltrée sous H₂.

Figure V.7 : Détermination du module d'Young.

Figure V.8 : Courbe de compression (σ - ϵ) de l'éprouvette infiltrée sous air.

Figure V.9 : Courbe de traction (σ - ϵ) de l'éprouvette infiltrée sous H₂.

Figure V.10 : Courbe de traction (σ - ϵ) de l'éprouvette infiltrée sous air.

Figure V.11 : Duretés des deux échantillons.

Figure V.12 : Microstructures obtenues par Microscopie Optique de l'infiltré sous air (a), et

celui sous H₂ (b).

Figure V.13 : Micrographies obtenues par MEB du matériau infiltré sous H₂.

Figure V.14 : Mise en évidence des carbures WC et W₂C.

Figure V.15 : Micrographies obtenues par MEB du matériau infiltré sous air

Figure V.16 : Micrographies du faciès de rupture de l'infiltré sous H₂

Figure V.17 : Faciès de rupture de l'infiltré sous hydrogène zoomé à 2000 et 4000 fois

Figure V.18 : Zoom de l'interface carbure/liant

Figure V.19 : Faciès de rupture de l'infiltré sous air

Figure V.21 : Zoom (10000X) de l'interface carbure/liant

Liste des Tableaux

Chapitre II :

Tableau II.1 : Quelques Céramiques qui constituent les Cermets.

Tableau II.2 : Propriétés physique du Tungstène.

Tableau II.3 : Propriétés mécaniques du Tungstène.

Tableau II.4 : Propriétés de la poudre WC. [19]

Tableau II.5 : Propriétés du Cuivre.

Chapitre III :

Tableau III.1 : Systèmes pour lesquels l'infiltration est possible.

Chapitre IV :

Tableau IV.1 : Composition chimique et densité de la poudre dure

Tableau IV.2 : Composition chimique et densité de la poudre métallique tendre

Tableau IV.3 : La composition chimique du liant

Tableau IV.4 : Cycle thermique du four.

Chapitre V :

Tableau V.1 : Répartition granulométrique de la poudre WC dure

Tableau V.2 : Répartition granulométrique de la poudre WC tendre

Tableau V.3 : Caractéristiques mécaniques obtenues lors de l'essai de traction.

Tableau V.4 : Dureté de l'échantillon in filtré sous H₂.

Tableau V.5 : Dureté de l'échantillon infiltré sous air.

Introduction générale

Introduction générale

La métallurgie des poudres englobe des procédés de mise en forme des matériaux ayant comme constituants de base des poudres. Bien que son utilisation remonte à l'antiquité, néanmoins ses procédés se sont développés depuis quelques décennies, et leurs avantages par rapport aux autres procédés de mise en forme des matériaux métalliques ont permis à la MDP de prendre un grand essor dans le secteur industriel.

Parmi les principaux matériaux fabriqués par la MDP, nous pouvons citer les carbures cémentés, communément appelés cermets. Ce sont des matériaux composites à matrice métallique ayant comme renforts des céramiques tels que les carbures de tungstène WC, qui possèdent une dureté très élevée et une excellente tenue à l'usure, quoique leur fragilité et très grande température de fusion font qu'ils ne sont jamais utilisés pour produire des pièces imposantes. Ainsi, l'ajout d'un liant métallique leur confère d'excellentes propriétés mécaniques globales.

C'est la raison pour laquelle les cermets sont utilisés dans l'industrie pétrolière et minière pour la fabrication des outils de forage. Ces derniers sont fabriqués par l'entreprise nationale des services aux puits (ENSP ; ex. ALDIM). Parmi les outils, qui répondent aux exigences et s'adaptent aux divers types de formations à forer, qu'elle produit, on souligne l'outil PDC-matrice. Le corps de cet outil est constitué de cermets, son élaboration fait intervenir le procédé d'infiltration qui est semblable au frittage en phase liquide et qui consiste en la fusion de l'un des constituants (le liant métallique) et de sa dispersion dans les pores laissés entre les particules des carbures de tungstène.

Le but de notre travail est l'élaboration des échantillons à base des carbures de tungstène et d'un liant constitué d'un alliage de cuivre-manganèse dans les mêmes conditions et avec les mêmes matières de base de la fabrication de l'outil PDC-matrice au sein de l'unité de production de l'ENSP (ex. ALDIM).

Cette dernière a longtemps utilisé le four travaillant sous air. Cependant, elle s'est dotée d'un four à hydrogène, dont le procédé est plus performant que le précédent, ce que nous tentons de mettre en avant dans le présent travail.

Les échantillons seront infiltrés sous hydrogène et sous air dans le but d'étudier la différence entre ces deux atmosphères, et ce, en se référant aux résultats des deux procédés.

Ce travail est reparti en deux parties, la première qui est dédiée à la revue bibliographique comporte trois chapitres qui se présentent comme suit :

- Le forage pétrolier ; On se focalise dans ce chapitre sur les outils de forage notamment l'outil PDC-matrice, dont la partie active est l'objet de notre travail.
- Les cermets WC-Cu
- La métallurgie des poudres et l'infiltration

La seconde partie englobe les techniques expérimentales, les résultats obtenus et leur discussion. Elle comporte deux chapitres traitant:

- Les techniques expérimentales utilisées
- Les résultats et leurs discussions

Enfin, le mémoire comporte une partie annexe et se termine par une conclusion et des références bibliographiques.

Partie I :
Revue bibliographique

Chapitre I :
Le forage pétrolier

CHAPITRE I : *LE FORAGE PETROLIER*

I.1.Introduction

La dépendance du pétrole s'est vue accroître au fil du temps. Du simple caoutchouc au carburant, en passant par les textiles, ce combustible est omniprésent dans notre quotidien et dans nos utilisations, même les plus simples.

Pour explorer et exploiter les profondeurs contenant des hydrocarbures, il faut réaliser un forage.

Les premiers forages de pétrole ont été réalisés en Allemagne en 1857. Mais l'opération qui eut un grand retentissement fut celle d'Edwin L.Drake en 1859 en Pennsylvanie pour l'extraction du pétrole à 23m de profondeur. [1]

Depuis, les forages ont bel et bien évolué, car de nos jours, ces derniers s'effectuent jusqu'à atteindre des profondeurs allant de 2000 à 6000m, et dépassant parfois les 10 000 mètres. Cela ne pourrait être réalisé qu'en utilisant un outil de forage spécialement conçu pour tailler et détruire la roche.

En Algérie, les outils de forage sont fabriqués par l'entreprise nationale des services aux puits (ENSP ex. ALDIM), qui est une filiale de la Sonatrach.

I.2.Le pétrole

I.2.1.Définition

Du latin Petra et oleum, soit « huile de pierre », est une huile minérale naturelle utilisée comme source d'énergie. Il est issu d'un mélange variable d'hydrocarbures (molécules composées d'atomes de Carbone et d'Hydrogène) associé à d'autres atomes principalement de soufre, d'Azote et d'oxygène. [2]

Le pétrole peut être visqueux ou liquide, et cette différence réside dans la forme de ses composants (liquides, gazeux et parfois solides) qui varie dépendamment de la température et de la pression. La figure I.1 nous montre à quoi ressemble le pétrole.



Figure I.1.Pétrole.

I.2.2.La formation du pétrole

La formation du pétrole ne date nullement d'hier, c'est le fruit d'une transformation qui s'est enclenchée il y a des dizaines, voire des centaines de millions d'années, et c'est sur cette période que s'étale la décomposition des organismes qui, en s'accumulant dans des tréfonds marins et en se mélangeant avec les sédiments (argile, sable, sel...etc.) entraînés par les courants, ont donné naissance à une substance appelée : Kérogène, qui se retrouve piégée dans des roches-mères.

Lorsque cette substance est exposée à des températures et pression élevées, elle subit un craquage thermique, ce qui tend à ne garder que le mélange d'hydrocarbures liquides, appelé pétrole brut.

I.3.Le forage pétrolier

Si le premier forage effectué au XIX^{ème} siècle n'a pas nécessité de forer plus d'une vingtaine de mètres, aujourd'hui, après plus de 150 ans d'exploitation de ces gisements dans lesquels ce qu'on nomme l'or noir est enfoui, il faut pouvoir atteindre des centaines, voire des milliers de mètres de profondeur afin d'extraire le pétrole qui se trouve emprisonné dans des roches de natures bien évidemment différentes, et très difficile d'accès.

Pour cela, une série de manœuvres s'impose. Elles sont englobées dans un processus nommé : le forage pétrolier.

I.3.1.Définition du forage

Afin de détecter une éventuelle présence d'un gisement d'hydrocarbures, des géologues et des géophysiciens effectuent des études minutieuses des structures géologiques en surface et en profondeur, et leur imagerie sismique. Mais, pour certifier la présence du pétrole, il faut effectuer un forage.

Le forage est une étape cruciale dans l'extraction et la production du pétrole.

Le mot forage vient de « forare » en latin qui signifie creuser un trou, une cavité dans une matière dure. Ainsi, le forage est l'action de forer.

I.3.2.Processus de forage

Pour extraire le pétrole que ça soit sur terre (exploration onshore), ou en mer (exploration offshore) un processus de forage est nécessaire.



Figure I.2. Plateforme pétrolière Onshore.



Figure I.3. Plateforme pétrolière Offshore.

Pour parvenir aux réservoirs susceptibles de contenir du pétrole, on a usé de différentes techniques de forage qui ont évolué en fonction de la demande en pétrole. La plus répandue est celle du forage Rotary.

I.3.3. Le forage rotary

Cette méthode consiste à utiliser des trépan à dents type tricônes ou des trépan monoblocs comme les outils diamant ou PDC. Sur lesquels on applique une force procurée par un poids tout en les entrainant en rotation. L'avantage de cette technique est de pouvoir injecter en continu un fluide au niveau de l'outil destructif de la formation pour emporter les débris hors du trou grâce au courant ascensionnel de ce fluide vers la surface [3]

Le processus de forage rotary est composé de deux parties :

- L'installation de Forage.
- La garniture de Forage.

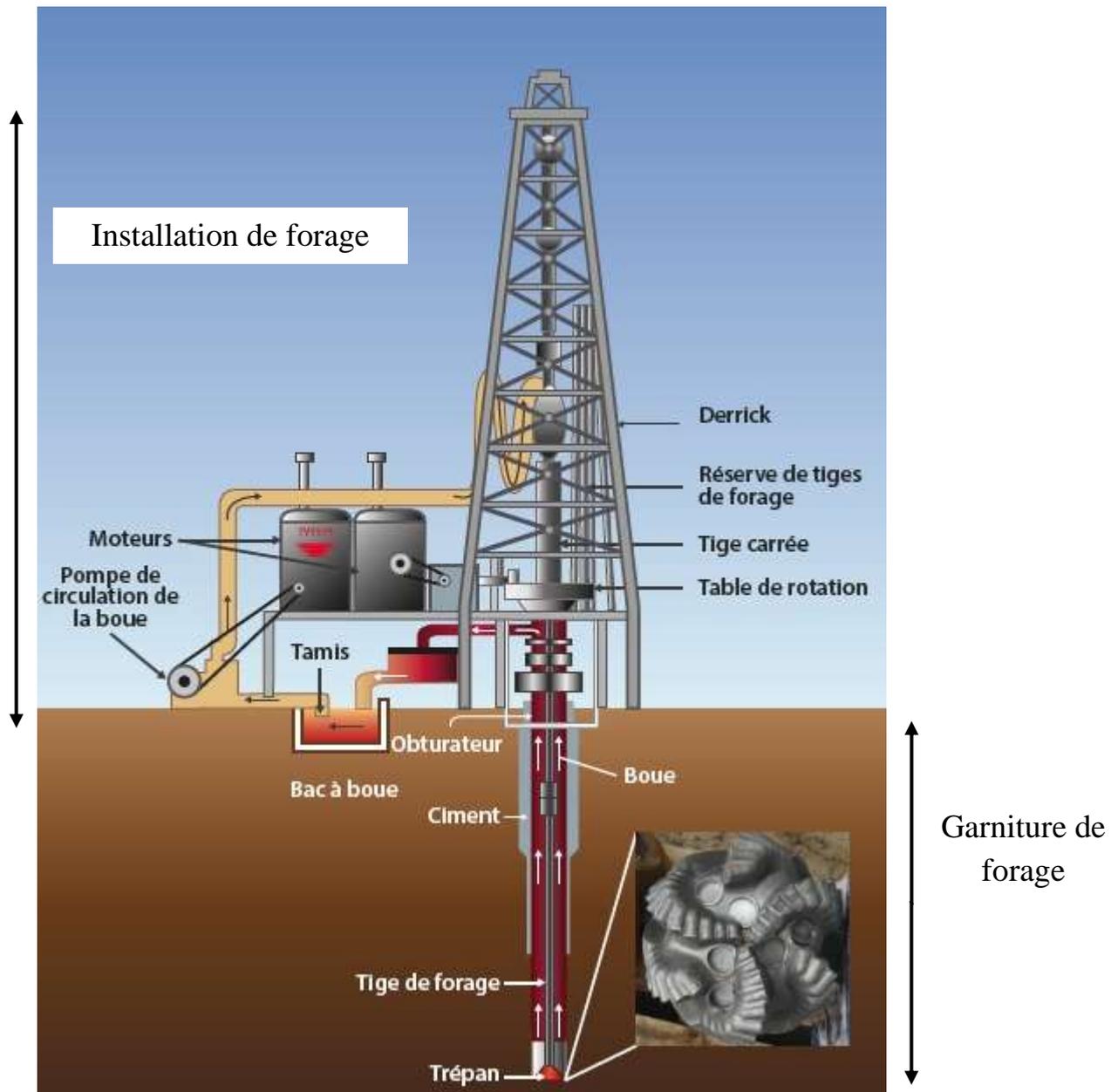


Figure I.4. Processus de forage. [4]

I.3.3.1.L'Installation de forage

C'est la partie visible, située sur la surface du sol, elle atteint jusqu'à 80 m de hauteur et comporte plusieurs systèmes qui assurent diverses fonctions :

- **Le système de suspension**

La tâche dédiée au système de suspension réside dans les déplacements du processus de forage (montée, descente) et dans le contrôle du poids appliqué sur l'outil. Il dispose

d'un derrick, pouvant présenter une hauteur de plus de 80m, un crochet et un treuil motorisé. Le derrick représente le point culminant de la plateforme. C'est une tour métallique qui soutient une tige au bout de laquelle se situe le trépan. La tige est rallongée au fur et à mesure que le trépan opère. [4]

- **Le système d'alimentation**

Les moteurs électriques ou hydrauliques sont les sources d'alimentation les plus fréquentes dans l'industrie pétrolière.

L'énergie produite est transmise sous forme électrique ou mécanique vers les différents constituants de l'installation : pompe de rotation, treuil, et la table de rotation. [4]

- **Le système de rotation**

Pour faire tourner l'outil, on visse au sommet des tiges, de forme cylindrique, une autre de section carrée ou hexagonale, appelée tige d'entraînement, et on l'introduit dans un moyeu appelé table de rotation.

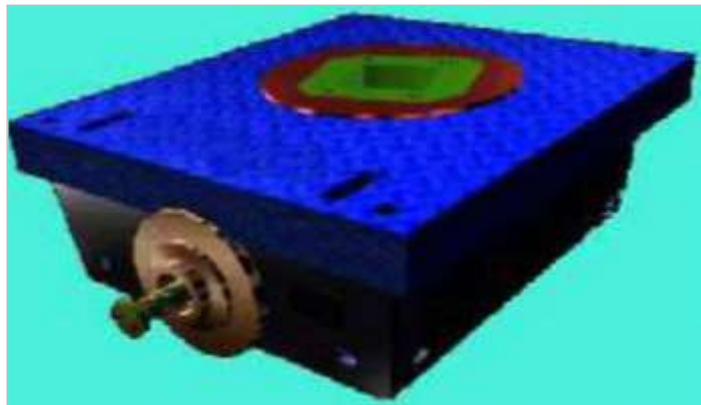


Figure I.5. Table de rotation.

Cette table est placée sur un carré d'entraînement, qui comporte des rouleaux épousant la forme de la tige d'entraînement.

Ce carré est entraîné par la table de rotation. Il permet de transmettre le mouvement de rotation de la table à la tige d'entraînement, ainsi que sa translation sans risquer de frotter sur les côtés et s'user.

Cette table sert aussi de calage de la garniture de forage lors de sa manœuvre dans le puits

- **Le système hydraulique**

Cette fonction est assurée par une pompe de circulation. La boue est fabriquée dans des bassins de grande capacité. Elle est ensuite aspirée par des pompes et refoulée dans des tiges creuses. Elle descend le long de la garniture de forage, sort par les orifices de l'outil, remonte dans l'espace annulaire entre la garniture de forage et le puits jusqu'en surface.

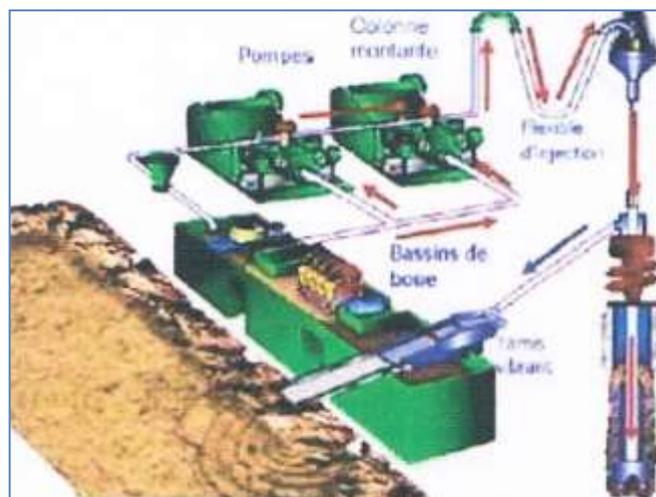


Figure I.6. Circulation de la boue de forage.

Là, elle est recueillie dans un tube vertical, puis acheminée par un autre horizontal vers des tamis vibrants pour être débarrassée des déblais (cutters), avant d'être réinjectée dans le puits. [5]

I.3.3.2. La garniture de forage

C'est la partie qui opère dans le puits, elle établit une liaison entre la table de rotation (en surface) et l'outil de forage (trépan). Elle est aussi appelée « arbre de forage » dont les principaux rôles sont : [4]

- Transmettre l'énergie nécessaire à la désagrégation de la roche.
- Guider et contrôler la trajectoire du puits.
- Transmettre la force de poussée.
- Assurer la circulation du fluide.

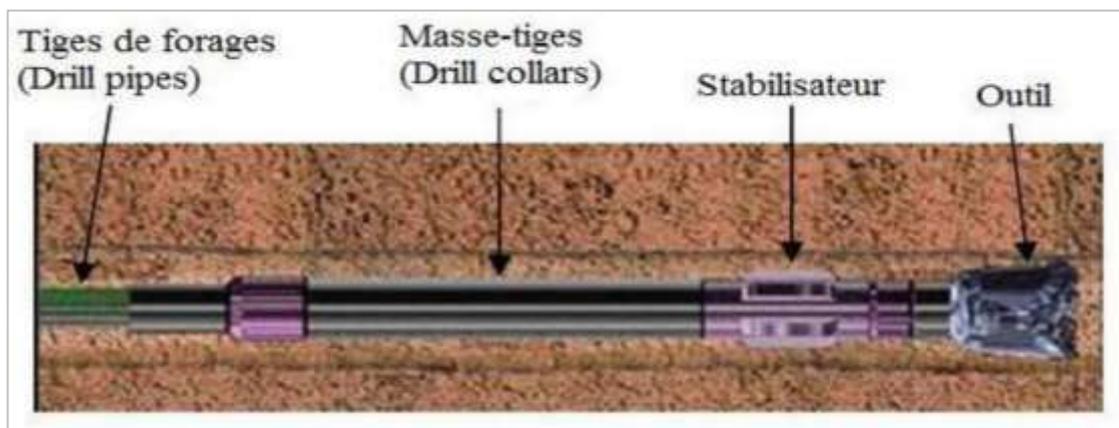


Figure I.7. Garniture de forage.

Elle est constituée de : [5]

- **Tiges de forage**

Ce sont des tiges qui servent à transmettre le mouvement de rotation depuis la table de rotation jusqu'à l'outil, et d'acheminer la boue jusqu'à ce dernier.

Les tiges doivent travailler en tension pour éviter de se détériorer et de provoquer la retombée des parois du puits et la déviation de ce dernier.

Ce sont les raisons pour lesquelles elles ne peuvent pas servir pour poser du poids sur l'outil et l'enfoncer dans le sol, ce qui les met en compression et les fléchit. Cette fonction est assurée par les masse-tiges.

- **Masse-tiges**

Ce sont des tiges plus robustes, beaucoup plus lourdes et moins souples que les tiges. Leur diamètre extérieur est proche de celui du puits, pour éviter leur flexion lorsqu'elles sont mises à la compression.

- **L'assemblage de fond (BHA : Bottom Hole Assembly)**

C'est la partie inférieure de la garniture de forage, elle comporte l'outil de forage, les masse-tiges, ainsi que les équipements auxiliaires tels que les stabilisateurs.

Les stabilisateurs : Ils ont un diamètre presque égal à celui de l'outil. Intercalés entre les masse-tiges, ils les maintiennent droites dans le puits, évitent leur flexion et la déviation du puits.

Les tiges lourdes : Elles sont plus rigides que les tiges et moins rigides que les masse-tiges. Intercalées entre les unes et les autres, elles évitent la rupture de tiges.

I.3.4.L'outil de forage

Il est très important d'optimiser le temps de forage qui représente 30% du coût global d'un puits. [6]

Pour ce fait, le choix de l'outil qui répond aux exigences (vitesse d'avancement élevée et durée de vie importante) est impératif. Il existe une variété d'outils de forage dont on distingue deux (2) grandes classes :

I.3.4.1.Outils tricônes (à molettes)

Un outil à molettes est constitué de trois (3) parties principales : les molettes, les roulements et le corps de l'outil. Les molettes présentent des rangées circumférentielles de dents s'intercalant entre les rangées de dents des cônes adjacents. Les dents sont soit en acier usinés dans le cône, soit de picots de carbure de tungstène sertis dans des perçages à la surface des cônes. [3]

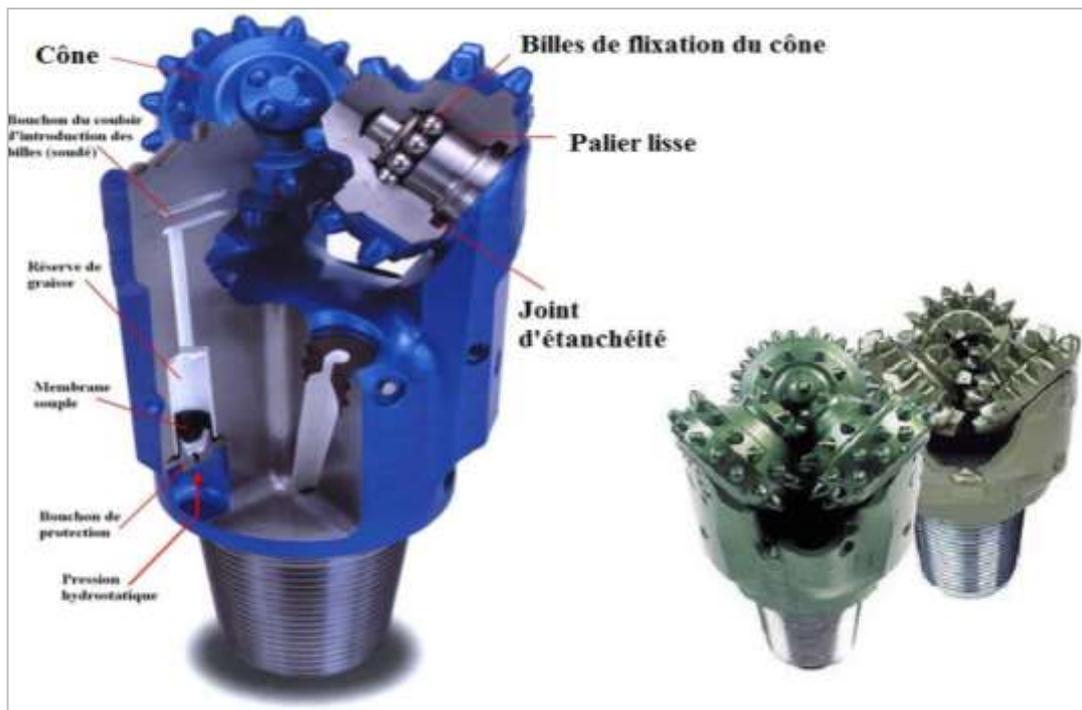


Figure I.8. Les outils à molettes (tricône).

I.3.4.2. Outils monoblocs (à diamants)

Les outils diamantés sont de deux (2) types, à diamant naturel ou synthétique (PDC : Polycrystalline Diamond Compact, TSP : Thermally Stable Polycrystalline).

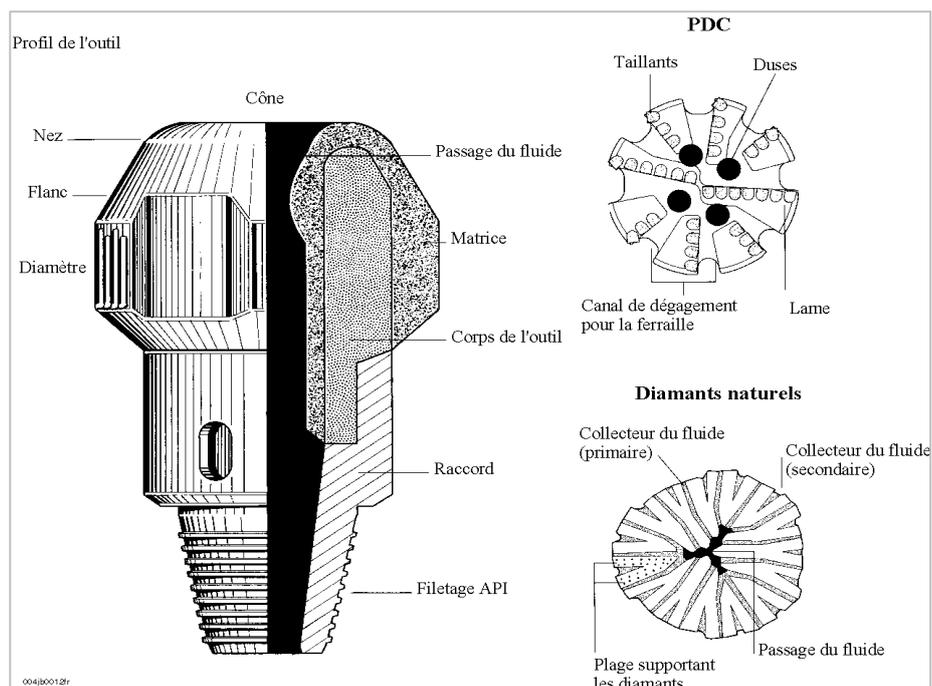


Figure I.9. Outils monoblocs.

I.3.5. Les paramètres de forage : Ce sont des variables qui influent sur l'ensemble des performances du processus.

I.3.5.1. Poids agissant sur le trépan (Weight on bit, W)

Il représente un effort longitudinal de compression suivant l'axe de révolution du trépan. Cet effort permet aux taillants de s'incruster dans la roche et il est souvent utilisé de façon à tirer profit du poids des masse-tiges. La valeur du poids dépend de la dimension et du type de trépan, de sa vitesse de rotation et du type de formation à forer.

Une partie de ce poids provient de l'hydraulique créée par l'injection du fluide qui transite par les trains de tiges.

I.3.5.2. Le couple agissant sur le trépan (Torque on bit, T)

Le moment transmis par la garniture de forage au trépan suivant son axe de révolution représente le couple agissant sur le trépan.

I.3.5.3. La vitesse de rotation

C'est la vitesse du trépan par rapport à son axe de révolution, et sa valeur dépend du système de forage. Elle peut varier entre 50 et 1000 tr/min. [4]

I.3.6. Les boues de forage

Le fluide de forage est un système composé de différents constituants liquides (eau, huile) et/ou gazeux (air ou gaz naturel) contenant d'autres additifs minéraux et organiques notamment des argiles, des polymères et des déblais.

1.3.6.1. Rôles des boues de forage

Les boues de forage ramènent à la surface les déblais, mais aussi du gaz contenu dans les roches. Cela fournit des indications sur la nature des fluides se situant dans le réservoir et représente un élément important dans le pilotage de la garniture. [4]

1.3.6.2. Caractéristiques des boues de forage

Elles possèdent certaines caractéristiques qui font qu'elles ont un impact direct sur l'outil de forage.

- **Densité** : Sert à alourdir la boue pour augmenter la pression hydrostatique dans le puits et éviter l'intrusion d'un fluide ou le fluage des argiles.
- **Viscosité** : Elle permet à la boue de déplacer les déblais.
- **Le filtrat** : Eau qui pénètre dans la formation pour permettre le dépôt d'une couche de solides, appelée « cake » qui cimente les parois du puits.

*La densité et la viscosité du fluide de forage sont en fonction de la teneur en solide. Cette dernière, étant élevée, elle réduit les performances de l'outil. [6]

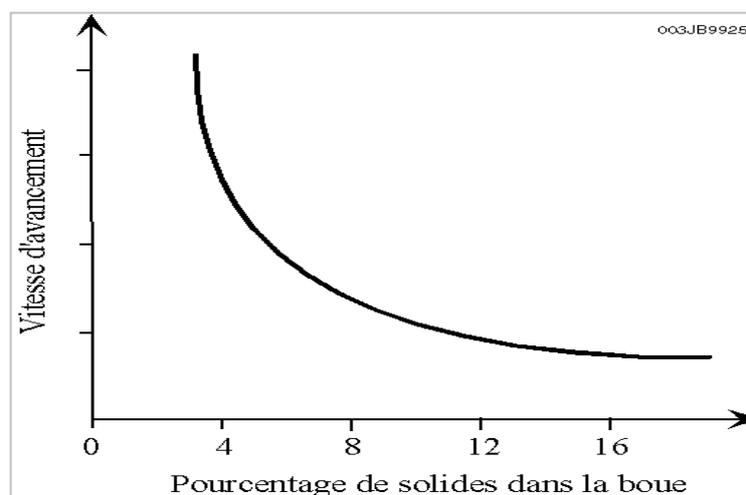


Figure I.10. Vitesse d'avancement en fonction du % du solide dans la boue. [6]

*Les meilleures vitesses d'avancement sont obtenues en forant avec une boue de densité et de viscosité les plus faibles possible à la sortie des duses de l'outil.

I.4. Fabrication de l'outil de forage par l'ENSP (Ex. ALDIM) [5]

Le premier outil fabriqué en Algérie a vu le jour en Juin 1976. Depuis, l'ensemble des besoins de la Sonatrach en outils de forage a été fourni par l'ENSP (Ex. ALDIM).

On distingue deux (2) familles de produits : les couronnes de carottage pour la recherche minière et les sondages géotechniques, et les outils pour le forage et le carottage pétrolier.

I.4.1.Objectif de l'ENSP

Son objectif est de satisfaire les besoins de la SONATRACH en outils de forage diamantés et en second lieu, les besoins de la SONAREM (actuellement ORGM) en outils de carottage minier.

I.4.2.Historique de la société

L'ENSP (Entreprise Nationale de Service aux Puits) est née d'un partenariat entre l'entreprise nationale SONATRACH et un mondial de l'outil de forage 'Christensen Diamond Product USA'. La filiale créée en Février 1973, se dénommait "Société Algérienne de Fabrication et de vente d'outils de forage pour l'industrie pétrolière et minière par abréviation ALDIM" avec 51% des parts détenues par SONATRACH et 49% par CHRISTENSEN.

La restructuration de SONATRACH opérée dans les années 1980 a donné lieu à la création de plus de quinze (15) entreprises dont celles de l'Entreprise Nationale de Services aux puits (ENSP).

L'ENSP a été créée le 1er Aout 1981 dans le cadre de la restructuration du secteur des hydrocarbures, et hérité de l'entreprise SONATRACH des entités suivantes :

- Société Altest (Filiale) SH 51% Baker 49%.
- Société Alfluid (Filiale) SH 51% Milchen 49%.
- Société Aldia (Filiale) SH 51% Dresser Atlas 49%.
- Société Aldim (Filiale) SH 51% Christensen 49%.
- Direction d'opérations spéciales de l'ex.DTPSonatrach.

L'ENSP, société par action, est autonome depuis le 29 mars 1989. Son capital social est de 8 Milliards de DA.

Le groupe ENSP est un acteur majeur dans les services pétroliers, employant 2700 agents et réalisant un chiffre d'affaire de 17 Milliards DA en 2006.

I.4.3. Outils fabriqués par l'ENSP

(a) Les couronnes :



(b) Outils PDC :



(c) Outils miniers :



Figure I.11. Les outils fabriqués par l'ENSP.

(a), (b), (c)

I.5. Les différents types des outils de forage

Les divers outils qui détruisent la roche sont :

I.5.1. Les outils à molettes

Les outils à molettes ont été introduits dans le forage rotary en 1909 par H.R.HUGUES.

Il existe plusieurs types d'outils à molettes ; les deux principaux sont les bicônes (2 cônes), et les tricônes (3 cônes).

L'outil à trois (3) molettes (tricône) est le plus utilisé, les éléments de coupe font partie de la molette ; On en compte :

- Des dents usinées dans le cône.
- Des picots de Carbure de Tungstène emmanchés en force dans des perçages à la surface du cône.

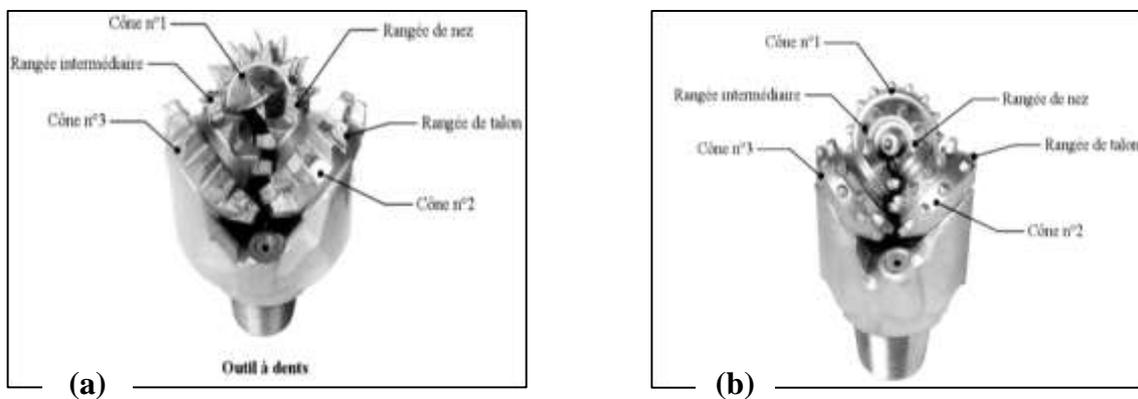


Figure. I.12.Le tricône (outil à 3 molettes), (a) avec des dents usinées dans le cône. (b) Avec des picots de carbure de tungstène emmanchés en force dans des perçages à la surface du cône.

I.5.1.1.Caractéristiques des outils à molettes

Les outils à picots ont permis d'améliorer les performances de forage dans les formations dures, là où les outils à dents ne pouvaient forer que quelques mètres avec une vitesse d'avancement faible. Les picots de carbure et les paliers de friction ont permis d'appliquer des poids de plus en plus importants sur l'outil et d'augmenter la durée de vie des outils dans les formations (la durée de vie de ces outils est pratiquement trois (3) fois plus longue que celle des outils à dents et à roulements à rouleaux).[7]

I.5.1.2.Modes de travail des outils à molettes [7]

Les outils à molettes travaillent par :

- Compression produisant la pénétration des dents ou des picots dans la formation et l'éclatement de la roche. Plus le terrain est tendre, plus la dent devra être longue pour produire le meilleur avancement; l'outil produit une série de petits cratères résultant de la pression exercée par chaque dent sur le front de taille.
- Arrachage du coupeau de terrain par ripage de la molette sur elle-même.

I.5.2. Les outils à éléments de coupe fixes

Ces outils ont fait leur apparition vers 1870 pour la recherche du charbon. L'utilisation du diamant s'est étendue au forage pétrolier, pour le carottage en 1930.

Les outils à diamant sont utilisés pour forer les formations très dures et abrasives. Les propriétés du diamant sont les suivantes :

- C'est le matériau le plus dur, sa résistance à l'écrasement est très élevée. Elle est deux (2) fois plus importante que celle du carbure de Tungstène, et dix (10) fois plus que celle de l'acier.
- Il est le plus résistant à l'usure (dix (10) fois plus que le Carbure de Tungstène).

I.5.2.1. Types de diamants utilisés

Pour fabriquer les outils de forage pétrolier, deux (2) catégories de diamants sont utilisées

- **Les diamants naturels :** Ils proviennent des mines, et les pierres qui sont utilisées ont des formes et structure différentes.

Les pierres de qualité premium : Elles ont une forme arrondie. Elles résistent à l'abrasion et aux chocs, ce qui rend leur utilisation efficace dans les formations dures et fracturées, ainsi que dans les argiles cassantes.

Les pierres de qualité supérieure : Elles ont une forme anguleuse. Leur résistance aux chocs est plus faible que celle des premiums, c'est pour cela qu'elles ne sont pas utilisées dans les formations fracturées et cassées. Quoique, leur résistance à

l'abrasion et à l'usure facilitent leur utilisation dans les formations dures et abrasives.

Les diamants de qualité standard : Ils ont une forme arrondie. Ils sont utilisés dans les formations peu abrasives.

Les diamants de forme cubique : Ils résistent moins à l'abrasion et aux chocs. Ils sont utilisés dans les formations tendres.

Les Carbonado : Ils ont des formes irrégulières et anguleuses. Leur résistance aux chocs est importante, cela est dû au fait qu'ils n'ont pas de structure cristalline définie et ne possèdent pas de plan de clivage.

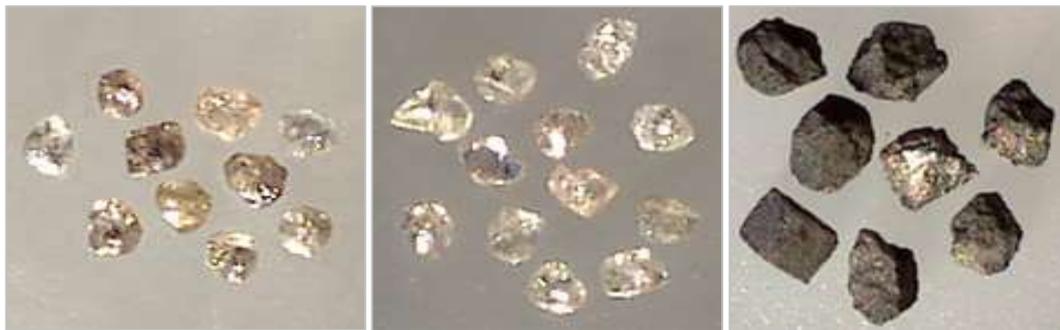


Figure I.13. Les diamants naturels.

La taille des pierres utilisées pour les outils de forage varie entre 1 à 15 pierres par carat. [8]

- **Les diamants synthétiques :** Contrairement aux diamants naturels, les diamants synthétiques ne proviennent pas des mines, mais ils sont le fruit d'une étude qui combine des techniques physiques et chimiques.

Les PDC (Polycristalline Diamond Compact) : En 1971, General Electric a réussi à faire la synthèse du diamant en laboratoire à partir d'un mélange de Graphite, de Nickel et de Cobalt, soumis à des conditions de pression et de température très élevées (100 000 bars et 1500 °C). La fine couche de diamant, grâce à la présence de Cobalt (qui sert de liant), peut être fixée sur un support en Carbure de Tungstène. Le produit obtenu est appelé stratapax ou compact [6].

La structure Polycristalline confère au diamant une résistance à l'usure plus importante que celle du diamant naturel, et une résistance à la compression.

Au cours du travail de l'outil, et pour cause de différence des coefficients de dilatation thermique du Cobalt et du diamant, le PDC perd sa résistance et sa stabilité à partir de 750 °C.

Il est recommandé de maintenir le PDC à une température aussi faible que possible.

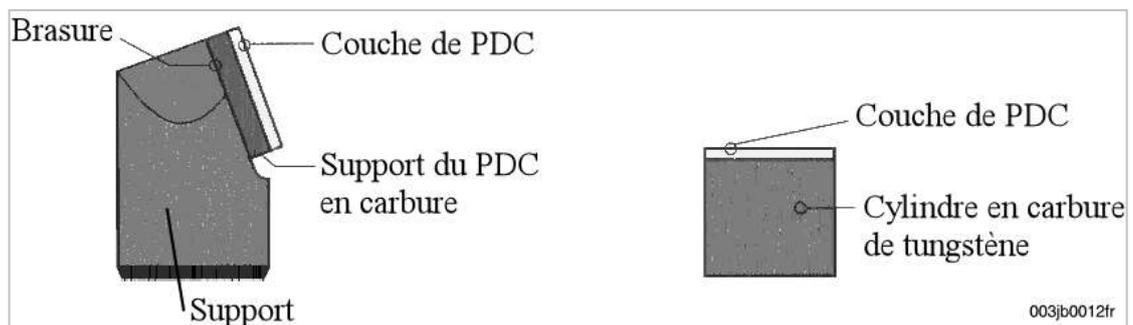


Figure I.14. Structure d'un PDC.

Les TSP (Thermally Stable Polycristalline) : Pour remédier à l'instabilité thermique des PDC, General Electric a conçu un diamant synthétique où le Cobalt est éliminé par acidification. Le produit obtenu est stable jusqu'à des températures avoisinant les 1200 °C. Toutefois, l'élimination du Cobalt ne permet pas de fixer le TSP sur un support quelconque, il faudrait procéder mécaniquement, de la même façon que pour les diamants naturels.

Le TSP a de nombreux avantages du PDC et les diamants naturels, car il combine les propriétés de ces derniers. Il résiste mieux aux températures élevées que le PDC, et, hormis le Carbonado, il résiste mieux aux chocs que les diamants naturels.

- **Avantages des diamants synthétiques aux diamants naturels**

Les PDC et TSP possèdent une résistance à l'abrasion plus importante que les diamants naturels, mais ces derniers sont plus durs.

Le plus gros avantage que présentent les pierres synthétiques est que les scientifiques peuvent concevoir des diamants qui répondent aux exigences industrielles.

I.5.2.2. Les outils à diamants naturels

La structure cristalline du diamant est sa caractéristique la plus importante, puisque c'est cette propriété qui lui confère sa dureté, sa forme, son clivage et ses autres propriétés.



Figure. I.15. Outil à diamants naturels

- **Fabrication des outils à diamants naturels**

On procède d'abord à la fabrication d'un moule en graphite où la position de chaque diamant et des lignes d'eau (canaux d'irrigation des diamants) sont prévus.

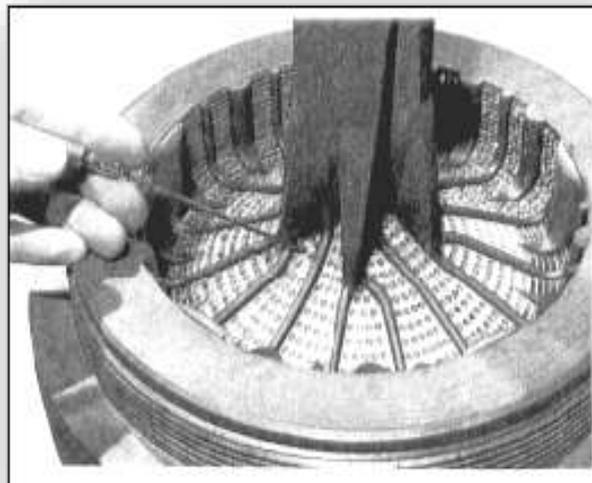


Figure I.16. Moule en Graphite pour la fabrication de l'outil à diamants naturels.

Le moule est rempli de carbure de tungstène en poudre, au-dessus duquel, on ajoute un liant à base de cuivre et de nickel, après mise en place de la monture en acier.

Le point de fusion du liant se situe entre 900 et 1 080 °C, suivant sa composition et selon la dureté de la matrice que l'on veut obtenir.

L'ensemble est mis au four parfois pendant plusieurs heures (le temps dépend de la taille de l'outil) afin de permettre une pénétration parfaite du liant entre les grains de carbure et autour des diamants.

Le raccord fileté en acier au carbone (A.P.I.) est rapporté par soudure sur la monture en acier qui est en acier doux (pour éviter la trempe dans le moule en graphite lors du passage au four). [5]

- **Mode de travail des outils à diamants naturels :** Ces outils ne travaillent pas en cisaillement, ils forent la formation en la meulant.

I.5.2.3. Les outils TSP

Les TSP sont fixés sur l'outil de la même façon que les diamants naturels.



Figure I.17. Outil TSP.

- **Mode de travail des outils TSP :** Les TSP travaillent en meulage et en cisaillement.

I.5.2.4. Les outils imprégnés

Ce type d'outil comporte des lames en carbure de tungstène imprégnées de petits grains de diamants permettant de creuser à travers des roches très dures. Le carbure de tungstène s'use sur la surface de coupe et les grains de diamants usés tombent, faisant place à des grains non usés.

Cette technologie permet d'améliorer la durée de vie et le métrage foré de l'outil.

Les outils imprégnés nécessitent une grande vitesse de rotation et peu de poids sur l'outil (WOB) pour avoir un avancement acceptable.



Figure. I.18. Outil imprégné.

- **Fabrication des outils imprégnés**

Pour l'imprégnation, on utilise des diamants de très petite taille (150 pierres par carat, ce qui correspond à un diamètre de l'ordre de 0.8 mm).

L'imprégnation se fait soit dans la masse de la matrice sur une épaisseur de l'ordre du cm. Au fond du moule, on place un mélange de diamants et de poudre servant à la fabrication de la matrice et l'ensemble est passé au four.

Soit, on fabrique des segments de carbure de tungstène imprégnés de diamants. Ces segments sont soit brasés, soit emmanchés en force dans le corps de l'outil.

I.6. Les outils PDC

Les outils de forage, que ça soit dans la conception, la métallurgie ainsi que la fabrication ont évolué de manière significative. Ces évolutions ont eu pour but d'augmenter la durée de vie de l'outil, ainsi réduire le coût du forage.

Il existe deux (2) types d'outils PDC, un outil dont le corps est constitué d'acier, et un outil dont le corps est constitué d'une matrice.

I.6.1. L'outil PDC avec corps en acier

Les outils avec corps en acier sont usinés dans des barres d'acier, alors que les outils avec corps en matrice sont coulés à partir de poudre de carbure de tungstène dans des moules correctement usinés. [9]

Pour produire le profil de l'outil, la barre d'acier est usinée à l'aide d'un tour contrôlé par ordinateur, ainsi le filetage mâle API et le diamètre intérieur du passage principal du fluide sont usinés.

Les canaux d'irrigation, les lames, les logements des dents, les trous des duses et filetages sont usinés par la machine à commande numérique.

Après que l'usinage du corps ait été effectué, les picots de diamètre sont sertis sous presse dans leur logement ainsi que les dents du PDC. Puis, l'outil est mis au diamètre.



Figure I.19. Outil PDC avec corps d'acier.

I.6.2. L'outil PDC avec corps en matrice

Cet outil est constitué d'un corps en matrice obtenu par le procédé d'infiltration de poudres libres, et les pastilles PDC assemblées par brasage sur le corps de l'outil.

L'infiltration des poudres libres qui sont constituées essentiellement des mélanges de (W-WC-Ni-Mn), est un procédé semblable au frittage en phase liquide, c'est une technique de densification qui permet le remplissage des pores d'un mélange de poudres libres, tassées dans un moule (pour les outils de forage), par un autre métal fondu (liant) généralement à base de cuivre. Le processus débute par la fusion du liant à plus bas point de fusion ; le liquide s'écoule dans la porosité. Les particules de solide du composite se réarrangent sous l'action des forces capillaires, ce qui provoque le retrait par élimination de la porosité. La force motrice du réarrangement est la diminution de l'énergie interfaciale, liée à la diminution des aires interfaciales solide/liquide/gaz permettant en phase finale d'obtenir la densification du mélange [10-12]

I.6.2.1. Fabrication de l'outil PDC-matrice

La fabrication de l'outil PDC-matrice implique le passage par certaines étapes importantes.

- **La conception**

Elle s'effectue au niveau du bureau d'études. La première étape consiste à utiliser un logiciel 3D (SolidWorks) qui permet de situer le contexte dans lequel l'outil va travailler ; à savoir les roches.

La seconde étape consiste à définir l'outil dans tous ses constituants et dimensions, notamment le diamètre de l'outil, le profil, les lames (nombres et positions angulaires), les PDC (leur diamètre et leurs positionnements).

La troisième étape est la simulation sur SolidWorks, cette étape constitue le traitement de la forme de l'outil, la simulation des contraintes mécaniques, thermiques et hydrauliques.

Le modèle sera validé par trois (3) types d'analyses :

- Analyse de la résistance des matériaux (RDM) par CamWorks.

-Analyse hydraulique avec CosmosWorks.

-Analyse des fluides par FlowWorks

- **Débitage du graphite**

Des lingots de graphite de différents diamètres sont découpés pour confectionner les éléments du moule.



Figure I.20. Débitage du Graphite.

- **Tournage du graphite**

La réalisation du profil du moule se fait par tournage. La préparation des composants du moules, la cuve, la bague, l'anneau, la funelle, s'effectue par tournage.

- **Fabrication du Blank et Bitshank**

Ce sont les deux composants en acier, ils nécessitent des opérations de tournage et de filetage.

Le Blank présente un filetage extérieur et le Bitshank un taraudage (filetage intérieur), et ces deux (2) parties s'emmanchent lors de l'assemblage des parties de l'outil de forage.

- **Plotting**

Cette partie consiste à fixer les éléments en graphite dans la cuve : les waterways et leurs rallonges, le crowfoot... à l'aide d'une pate argileuse et d'une colle adhésive.

- **Assemblage et remplissage du moule**

Déposer le moule sur une table vibrante, comme indiqué sur la présente figure.



Figure I.21. Moule déposé sur la table vibrante.

Installer l'outillage de centrage dans le Blank, et placer ce dernier dans le moule. Puis, ajuster le système de fixation du dispositif de centrage du Blank.



Figure I.22. Fixation de l'outillage de centrage du Blank.

Mettre en marche la table vibrante, et commencer à remplir le moule avec les quantités exactes de poudre de carbure de tungstène, et ajuster à l'aide d'un pinceau.

Arrêter le remplissage une fois les passages d'eau recouverts.



Figure I.23. Remplissage du moule par les poudres.

Ajuster par-dessus le moule l'anneau, et continuer le remplissage du moule par les poudres. Placer la bague ainsi que la funelle, puis ajouter le binder (liant à base de Cuivre) dont la masse doit être de 45% des poudres utilisées.



Figure I.24. Remplissage du moule.

Ajouter la poudre blanche appelée Borax.

Mise en four du moule

Placer le moule dans le four à Hydrogène (ses caractéristiques sont énumérées dans la partie expérimentale) et ce pendant huit (8) h.

La température est augmentée progressivement jusqu'à ce qu'elle atteigne 985°C. Cette dernière se stabilise pendant 30 min, puis elle chute progressivement.

A la sortie du four, le moule est refroidi à la température ambiante.

Après refroidissement, les parties en graphite attachées à la cuve sont enlevées à l'aide d'un marteau et d'un burin. Les alvéoles sont nettoyées avec une meule.

- **Soudage du raccord (Bitshank)**

Le raccord a été usiné par des opérations de tournage et de fraisage sur machines à commande numérique.

Après le nettoyage, on réalise un filetage, pour une éventuelle connexion avec le raccord, sur le Blank à l'aide d'un tour.

Comme le filetage ne serait guère suffisant, et pour une meilleure connexion entre la tête de l'outil et le raccord, on effectue un soudage à l'aide d'un chalumeau et d'un fil de soudage.

Afin de nettoyer le corps de l'outil des impuretés, il faut effectuer un sablage.

Ensuite, il faut fixer les cutters sur le corps matrice par brasage.

- **Le brasage**

Le brasage est une opération délicate dans la fabrication des PDC. L'alliage utilisé dans la brasure doit avoir un point de fusion le plus bas possible, une bonne conductivité, une excellente résistance et une bonne liaison au carbure de tungstène à basses températures. L'argent est l'élément prédominant dans ces alliages. Sa composition chimique très contrôlée est nécessaire pour fournir les conditions adéquates pour braser les éléments de coupe sur la matrice du corps de l'outil. [8]

- **Le contrôle final**

La finalité de cette procédure est de garantir la réalisation de l'ensemble des contrôles préconisés sur le plan qualité ou autre documents fonctionnels.

En fonction des résultats obtenus lors du contrôle final, le produit pourra être soit livré au client, soit isolé pour subir un traitement propre aux non-conformités constatées.



Figure I.25. Outil PDC à Matrice.

I.6.2.2. Mode de travail des outils PDC

Les outils PDC travaillent au cisaillement. Les taillants pénètrent d'abord la formation en exerçant un effort d'écrasement. Puis, ils soulèvent les copeaux des roches formés.

Chapitre II:
Les cermets WC-Cu

CHAPITRE II : *Les cermets WC-Cu.*

II.1 – Introduction

L'Homme a toujours eu recours à ce qu'on nomme aujourd'hui « Composites ». L'utilisation de ces derniers est indispensable et remonte à une ère bien lointaine (2000 ans avant J-C dans la fabrication des arcs mongols).

Ils continuent de révolutionner le secteur industriel du fait que leur utilisation s'impose dans divers domaines, tels que le transport, l'aérospatiale et l'aéronautique.

Ce chapitre porte sur les composites ayant comme renforts des particules de Carbure de Tungstène WC, et une matrice qui comporte un alliage de Cuivre. Ces derniers sont appelés CERMETS. Leur utilisation dans l'industrie pétrolière et minière, notamment pour la fabrication des outils de forage, a pris un grand élan, car ces outils aux performances inouïes travaillent dans des conditions ardues.

II.2- Les matériaux composites

C'est un matériau qui est formé par deux éléments distincts : une matrice qui peut être organique, céramique ou métallique, et un renfort qui peut se présenter sous différentes formes (longues, courtes, particules fines...), on en compte les fibres de verre, les fibres de Carbone, les particules de Carbone,...etc.

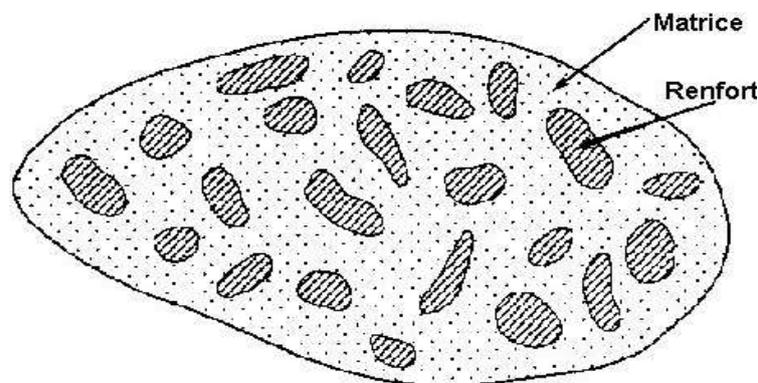


Figure II.1 : Schéma illustratif d'un matériau composite

Cette association (matrice-renfort) conduit à un matériau dont l'ensemble des performances est supérieur à celui des composants pris séparément, la matrice maintient les renforts et assure les transferts de charge, tandis que les renforts apportent principalement leurs caractéristiques mécaniques élevées (modules et limites d'élasticité, résistance mécanique...) [13]

II.3. Les cermets

Les cermets contemporains sont le fruit de l'évolution des cermets TiC-Ni qui ont vu le jour au début des années 1950.

II.3.1. Définition d'un cermet

Comme leur nom le suggère, les cermets sont des composites à matrice métallique et renforts en céramique, souvent sous forme de particules. Leur intérêt réside essentiellement dans la combinaison des propriétés d'une matrice ductile, souvent légère, et celles des renforts rigides et réfractaires (carbures, nitrures, borures et oxydes). Les cermets sont dédiés à un large domaine d'applications. Citons les applications sous contraintes mécaniques élevées et à température telles que les outils de coupe, les pièces travaillant à l'usure, les outils de forage, pièces pour moteurs (industries du transport : automobile, aéronautique et ferroviaire) et pour le nucléaire. [14]

Tableau II.1. Quelques Céramiques qui constituent les Cermets.

Oxydes	Al_2O_3 , Cr_2O_3 , ZrO_2 ...
Nitrures	TiN, ZrN, BN, AlN, Si ₃ N ₄ ...
Borures	TiBz, CrB ₂ ...
carbures	WC, TiC, TaC, Cr ₃ C ₂ ...

II.3.2. Les Carbures

Les cermets à base de carbures constituent la majorité des cermets produits industriellement et se subdivisent en quatre (4) groupes :

- WC-Co, WC-Ti-Co, WC-TaC-Co, WC-TiC-TaC-Co, WC-Fe, WC-Ni...etc.

- TiC-Ni, TiC-Ni/Cr, TiC-Ni/Mo, TiC-Mo, TiC-Mo₂C-Ni/Mo, Ti(C, N)-Ni/Mo,...etc.
- TiC-Fe, TiC-acier,...etc.
- Cr₃C₂-Ni, Cr₃C₂-Ni/Cr,...etc.

Les cermets à base de WC sont désignés, par tradition historique, par les termes : carbures cémentés ou métaux durs. [15]

II.4. Les composants des cermets

II.4.1. Le tungstène

Le tungstène est un élément naturel qui, dans la plupart des milieux est un solide. Dans la nature il se produit dans la roche et le sol comme minerai. Les sels minéraux exploitables dont la scheelite CaWO₄ (Tungstate de Calcium) et la Wolframite (Fe, Mn) WO₄ : Tungstate de Fer et de Manganèse. Le Tungstène peut être employé comme un métal pur ou mélangé à d'autres métaux pour faire des alliages. [16]



Figure II.2. Minerai de wolframite

II.4.1.1. Production de la poudre de Tungstène

Cette poudre s'obtient par réduction de l'Oxyde WO₃ par l'hydrogène, la réaction de réduction est :



La granulométrie de la poudre de Tungstène obtenue dépend des facteurs qui sont :

- La température de réduction.
- Granulométrie de l'Oxyde de départ.
- Débit d'Hydrogène. [17]

I.4.1.2. Propriétés du Tungstène [18]

- **Propriétés physiques**

Les tableaux qui vont suivre représentent les propriétés physiques et mécaniques du Tungstène.

Tableau II.2. Propriétés physiques du Tungstène.

Temp. de fusion	$3410 \pm 20 \text{ }^\circ\text{C}$
Temp. d'ébullition	$5700 \pm 20^\circ\text{C}$
Pression de vapeur	4.27 Pa à 3680 °K
Conductivité thermique	$174 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$

- **Propriétés mécaniques**

- **Tableau II.3.** Propriétés mécaniques du Tungstène.

Module d'élasticité longitudinal E_{298k} (MPa)	$3,9981 \times 10^5$
Module de cisaillement G_{298k} (MPa)	$1,5565 \times 10^5$
Module de compressibilité B_{298k} (MPa)	$3,056 \times 10^5$

II.4.2. Carbure de tungstène

II.4.2.1. Production des carbures de tungstène

Afin d'obtenir les carbures de tungstène, la poudre de tungstène de granulométrie déterminée et du noir de carbone sont mélangés dans un broyeur à billes d'acier suivant les proportions Stœchiométriques. Soigneusement contrôlées. Le mélange obtenu est disposé dans des nacelles en graphite qui passe dans un four tubulaire de graphite sous courant d'Hydrogène circulant à contre-courant. [17]

Le Carbure se forme par diffusion directe à l'état solide.



Ou par intermédiaire de la phase gazeuse.



II.4.2.2. Propriétés de la poudre de Carbure de Tungstène

Le tableau II.4 représente les propriétés de la poudre de Carbure de Tungstène.

Tableau II.4. Propriétés de la poudre WC. [19]

Masse molaire (g/mol)	195,86
Densité en vrac	15,63
Point de fusion (°C)	2870
Point d'ébullition (°C)	6000
Densité nominale	15,6

Le WC n'est pas soluble dans l'eau, sa forme peut être sphérique ou irrégulière.

Le WC possède une structure hexagonale. Son utilisation s'élargit dans le domaine mécanique notamment dans la fabrication des outils de forage et de coupe. Il possède une rigidité plus remarquable que celle de l'acier, son module de Young dépasse les 500 GPa.

Les formes de la poudre WC sont représentées sur la figure II.3.

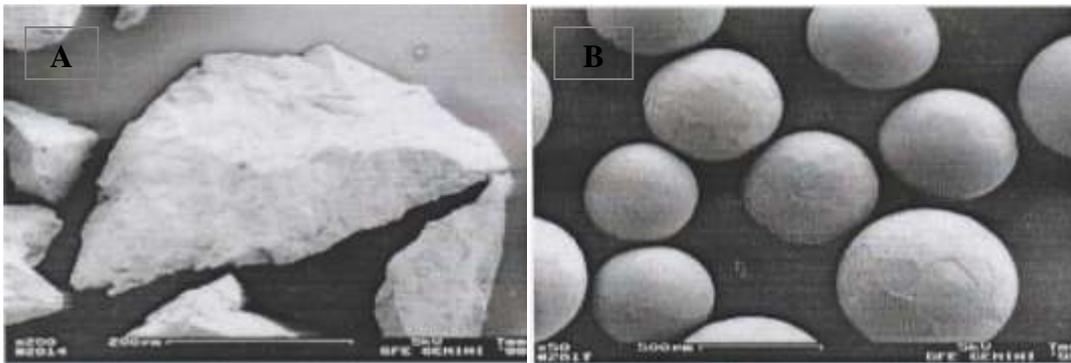


Figure II.3. Poudre WC (A : forme irrégulière ; B : forme sphérique.)

II.4.2.3. Diagramme W-C

Le phénomène de carburation du Tungstène implique un contrôle rigoureux de la teneur en Carbone, car une formation de l'hemicarbure s'impose au moindre déficit de carbone.

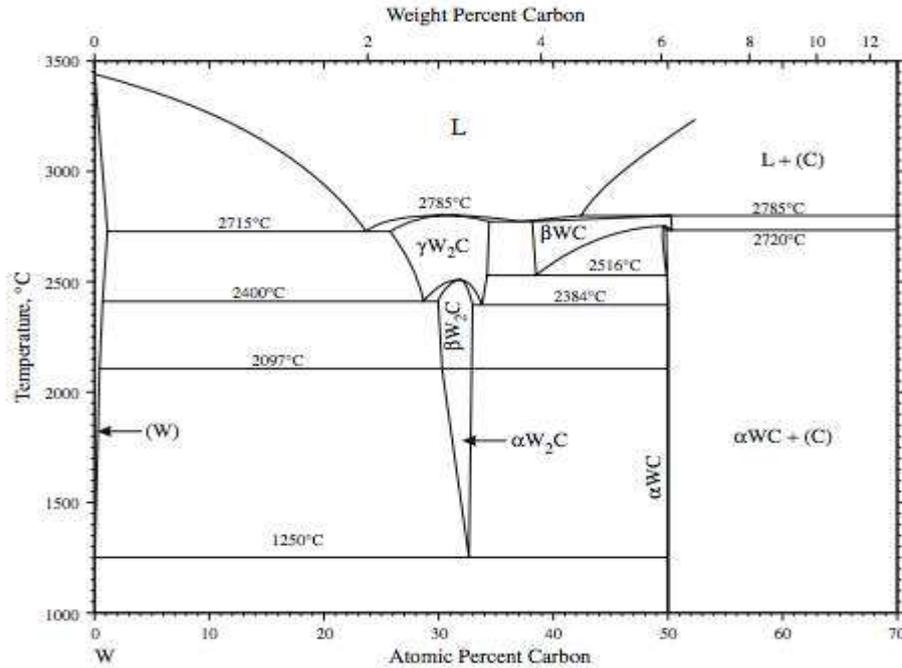


Figure II.4. Diagramme binaire W-C. [20]

Le W_2C possède une structure hexagonale compacte.

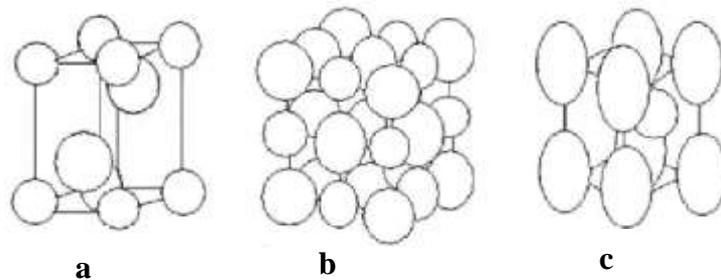


Figure II.5. Les structures cristallines des carbures de tungstène.

a) W_2C ; b) WC_{1-x} ; c) WC

Ces deux carbures possèdent une grande dureté et une bonne tenue à l'usure, sauf qu'ils ne sont jamais utilisés comme matériaux de structures à cause de leur grande fragilité. Quoique, leur association à certains métaux ou alliages, leur apportent une ductilité nécessaire.

Ainsi, ces mélanges donnent naissance à des cermets. Ces derniers combinent les propriétés de la céramique (WC) et du métal.

La métallurgie des poudres reste incontestablement la technique adéquate pour l'obtention de tels matériaux.

II.4.2.4. Domaine d'application

Le domaine d'application du Tungstène et ses alliages sont très développés dans l'industrie.

Il est utilisé généralement comme alliages de Tungstène et composites :

- Les alliages lourds W-Ni-Cu sont principalement utilisés comme contacts électriques.
- Les composites infiltrés W-Cu sont utilisés comme contacts électriques.
- Les carbures cémentés sont utilisés principalement pour les matériaux de coupe, mais aussi pour la fabrication des outils de forage. [21]

II.4.3. Le cuivre

Ayant une bonne résistance à la corrosion et une excellente conductibilité thermique (électrique). Le Cuivre est le deuxième métal non-ferreux utilisé dans l'industrie, après l'Aluminium.

Sa ductilité et sa malléabilité sont dues au fait que le Cuivre à une structure cubique à faces centrées (CFC).



Figure II.6. Minerai de Cuivre.

II.4.3.1. Propriétés du Cuivre

Les propriétés du Cuivre sont présentées dans le tableau II.5.

Tableau II.5. Propriétés du Cuivre.

T° de Fusion (°C)	1083
Point d'ébullition (°C)	2562
Masse volumique (g/cm ³)	8,96

Les alliages de Cuivre possèdent des propriétés mécaniques intéressantes, car ils résistent bien à l'usure et à la corrosion.

II.4.3.2. Infiltration des WC par un alliage de Cuivre

La température de fusion élevée du WC fait que la densification des carbures de Tungstène est souvent effectuée par frittage en phase liquide ou par infiltration.

Cependant, il a été démontré que la technique d'infiltration permet la fabrication de cermets à des densités plus élevées que par frittage en phase liquide de poudres mélangées.

[22]

- Diagramme Cu-W

Le diagramme indique qu'il existe une solubilité négligeable entre le Cuivre et Tungstène. Ces éléments ne sont guère miscibles à l'état solide.

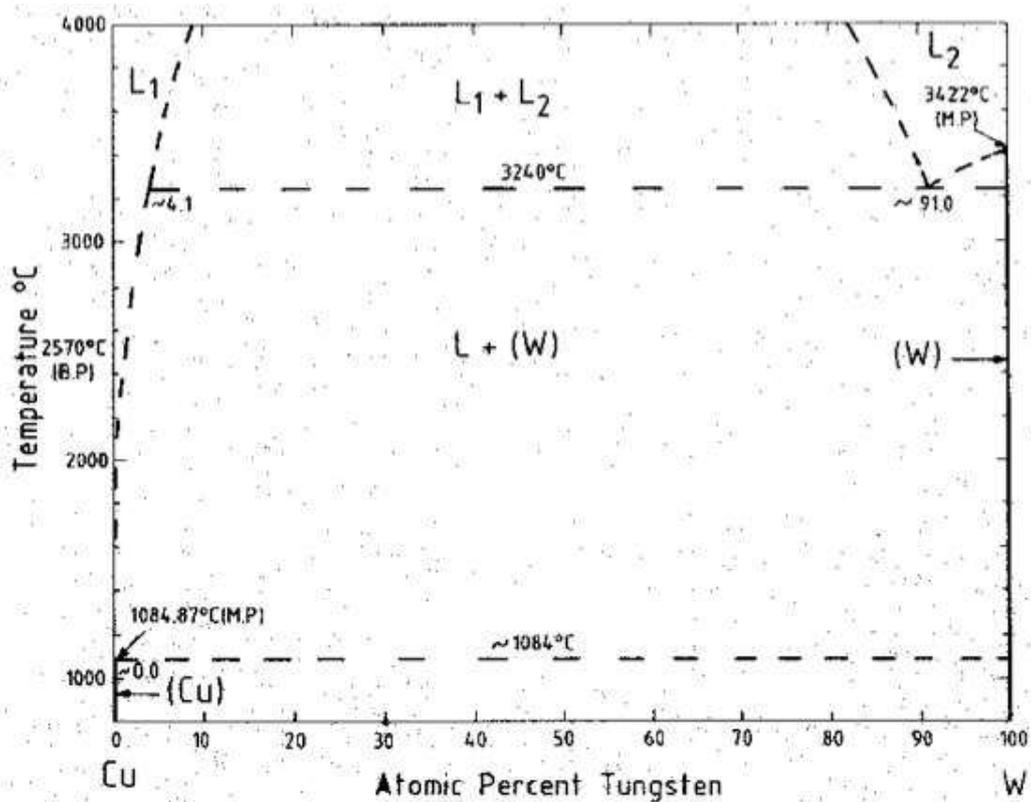


Figure II.7. Diagramme d'équilibre Cu-W. [23]

Qiu Cain-an a estimé les paramètres d'interaction du binaire W-Cu et a calculé le diagramme W-Cu. Le diagramme calculé par l'auteur aux températures 1000 et 1500 °C présentent un péritectique (1084°C) entre le liquide, le W et la phase CFC à base de Cu. [24]

Les poudres qui contiennent uniquement le tungstène et le cuivre montrent une frittabilité très médiocre, même par frittage en phase liquide au-dessus du point de fusion du cuivre.

La taille fine et l'état bien mélangé de la poudre de composant améliorent la frittabilité de la poudre compacte, en particulier dans le système de frittage en phase liquide tel que le

système W – Cu, dans lequel le mécanisme de frittage dominant est le réarrangement de particules.

II.4.4. Les liants métalliques

Pour améliorer les performances des outils, l'utilisation des liants métalliques est primordiale.

Les infiltrant utilisés sont des alliages à base de Cuivre, associés aux éléments tels que le Manganèse, le Nickel, le Fer, l'Etain, le Zinc, l'Argent, pour ainsi former des Bronzes et des Laitons spéciaux.

Les liants répondent souvent à d'innombrables critères, d'où la nécessité de leur utilisation ;

- Leur température de fusion doit être plus basse que les poudres de base, c'est ce qui lui permet de pénétrer au cœur du mélange des poudres libres.
- Il possède des propriétés telles que la dureté, la ténacité, l'anticorrosion, la conductivité thermique...etc.
- Les particules de poudre doivent être parfaitement mouillées pour éviter les phénomènes de ségrégation liant-poudre qui pourraient faire apparaître des hétérogénéités de densité dans les crus.

Nous énumérons les liants utilisés dans l'industrie :

II.4.4.1. Alliage Cu-Mn

L'ajout du Manganèse au Cuivre, confère à l'alliage formé de bonnes propriétés mécaniques.

La présence du Manganèse durcit le Cuivre même en faible teneur et augmente la résistance à la traction de l'alliage Cu-Mn à température ambiante.

Selon le digramme d'équilibre (Cu-Mn), le Cuivre est très peu soluble dans les phases α Mn et β Mn.

- Dans la région riche en Manganèse, la phase α (Cu, γ Mn) s'appelle γ .
- Il existe deux phases ordonnées : Cu₅Mn et Cu₃Mn.

- Le diagramme présente un point de fusion, correspondant à 873°C et 34.6 % poids de Mn.

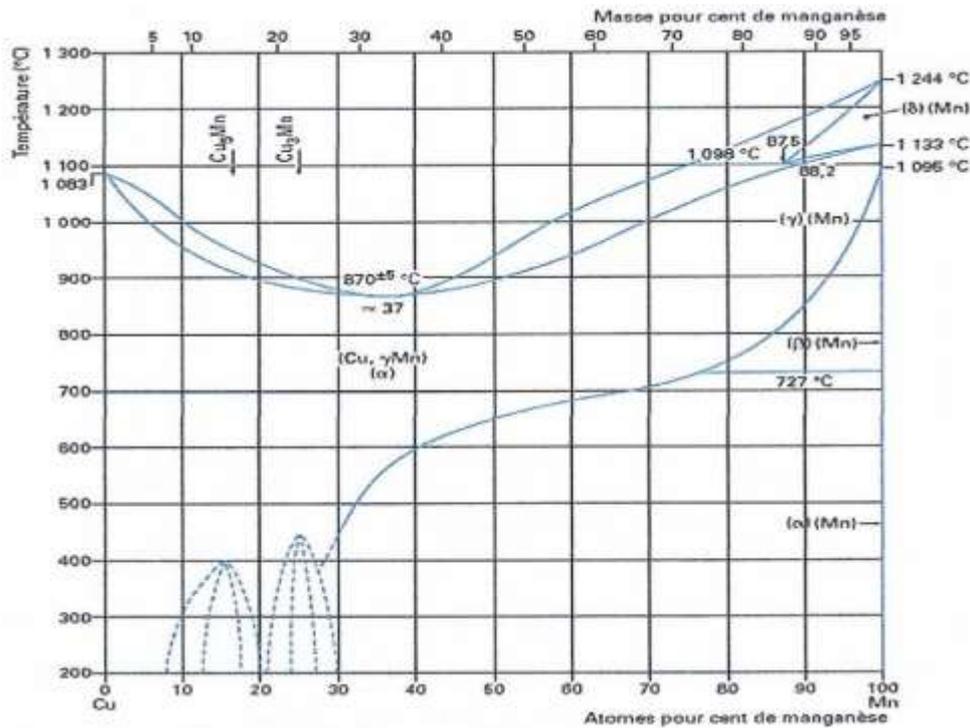


Figure II.8. Diagramme Cu-Mn. [25]

II.4.4. 2. Alliage Cu-Zn (Laitons)

Il y a présence d'une seule phase jusqu'à environ 33% et de deux phases au-delà.

- En ajoutant le Plomb, il se prête à la mise en forme et à l'usinage de précision.
- Les propriétés mécaniques s'accroissent avec la teneur en Zinc (Cu-Zn40).

- En ajoutant l'Étain (Sn) ou l'Aluminium (Al), sa résistance à la corrosion dans différents milieux augmente.

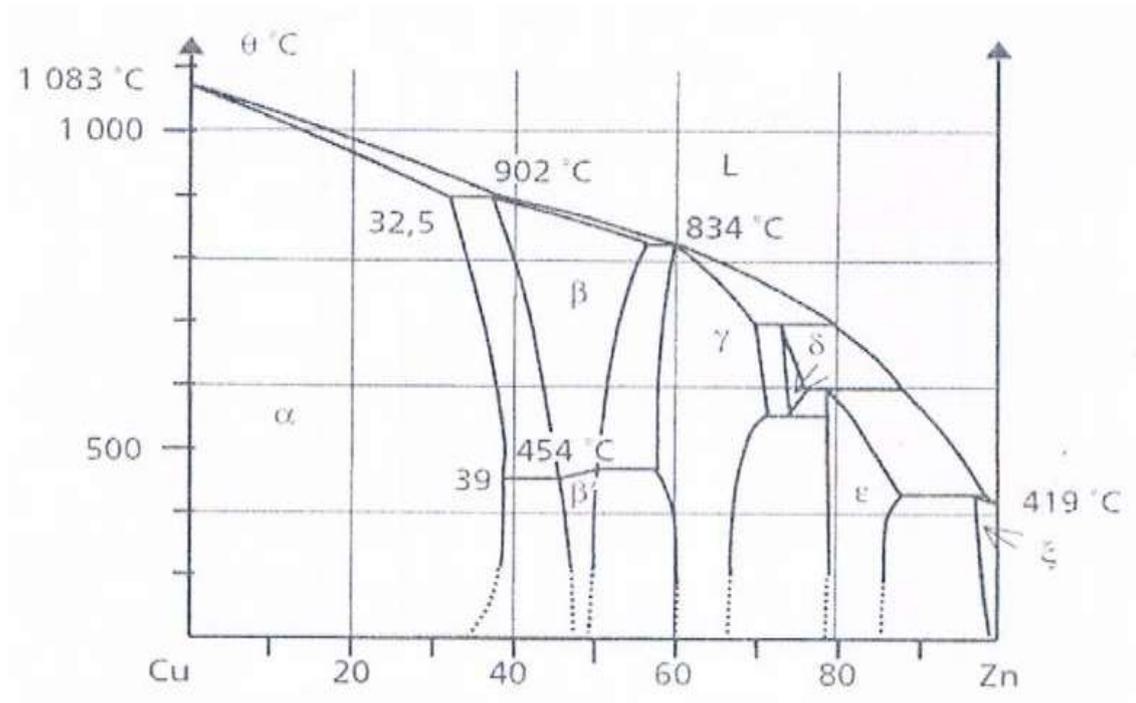


Figure II.9. Diagramme de phase Cu-Zn [26]

II.4.4. 3. Alliage Cu-Sn (Bronze)

Les Bronzes sont employés en mécanique pour leur bonne qualité de frottement notamment pour la réalisation des coussinets (ils contiennent 10 à 12% d'étain), ainsi que leur résistance à la corrosion.

Le diagramme nous indique que le Bronze est constitué soit d'une solution solide α , soit d'un mélange de la phase α et de l'eutectoïde $\alpha + \delta$, cela dépend de leur teneur en étain et de la vitesse de refroidissement

- La phase α est riche en Cuivre, ses caractéristiques mécaniques peuvent atteindre des valeurs importantes, et ce selon la composition en Cuivre.
- La phase δ est dure et fragile.
- En raison de sa richesse en δ , l'eutectoïde $\alpha + \delta$ est aussi appelé (composé δ).

Dans l'industrie, les teneurs en Sn sont comprises entre 4 et 22%.
Le moulage des Bronzes est plus facile que celui des laitons, tandis que leur usinage s'avère plus difficile.

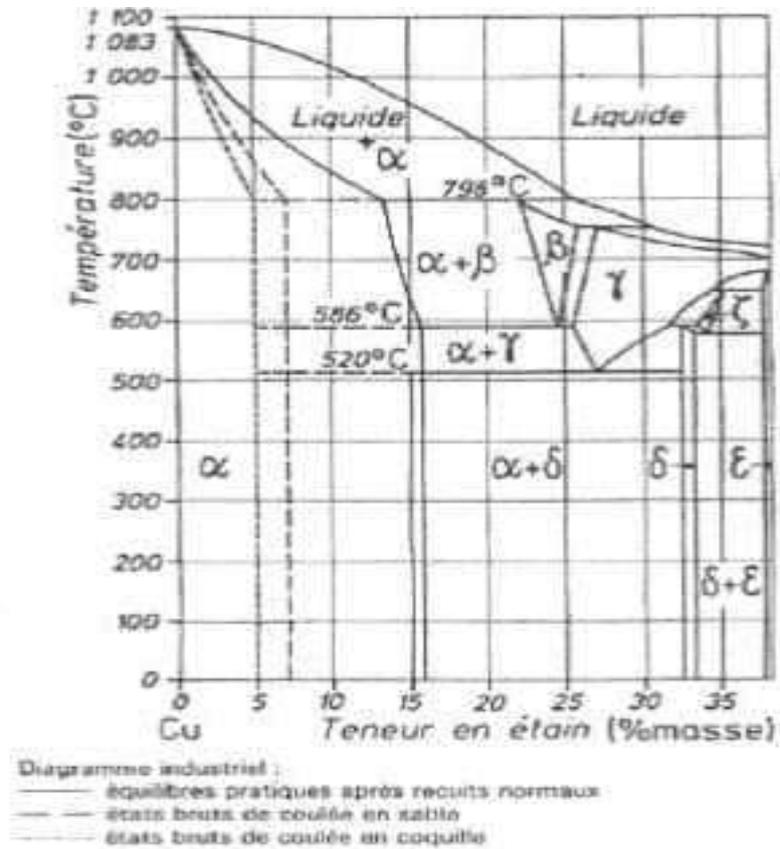


Figure II.10. Diagramme d'équilibre (Cu-Sn). [27]

Chapitre III:
La métallurgie des poudres et
l'infiltration

CHAPITRE III : *La métallurgie des poudres et l'infiltration*

III.1. Introduction

La métallurgie des poudres est le procédé phare dans l'industrie de mise en forme des matériaux métalliques ou céramiques, en raison des innombrables avantages qu'elle présente.

Pour la fabrication des outils PDC (Polycristalline Diamond Compact) dont le corps est une matrice (Matrix body), qui ont une géométrie complexe, le procédé utilisé est celui de l'infiltration suivi d'une densification par frittage en phase liquide.

III.2. La métallurgie des poudres

III.2.1. Définition

Elle englobe les procédés technologiques qui permettent d'élaborer des composants de formes prédéterminées en utilisant des poudres (métalliques, céramiques...etc.) ayant une granulométrie et une constitution maîtrisées.

Les procédés spécifiques de la MDP sont développés depuis quelques décennies. Ils se sont positionnés comme des solutions techniques conventionnelles ou innovantes dans divers secteurs industriels. Par comparaison aux autres procédés de mise en forme, les techniques de la MDP se sont ainsi imposées pour certaines applications.

L'un des principaux procédés qui font de la métallurgie des poudres une prérogative dans le secteur industriel est le frittage.

III.2.2. Avantages de la MDP

La métallurgie des poudres offre d'innombrables avantages comparée aux autres procédés technologiques de mise en forme des matériaux, dont 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.

III.3. L'infiltration

Le procédé d'infiltration a une grande importance, car il permet la production de pièces très denses en notifiant un changement de dimension minime.

L'infiltration peut s'effectuer sous pression ou sous vide. Dans le premier cas, une pression est appliquée sur le métal liquide qui est forcé à infiltrer une préforme. La pression externe fournie par un gaz ou un dispositif mécanique utilisé pour obtenir la densité totale du composite.

Dans l'infiltration spontanée (sous vide), l'écoulement du liquide entre les particules est favorisé par la gravité et le phénomène de capillarité. [28]

III.3.1. Infiltration conventionnelle

Afin de développer la technologie d'infiltration plusieurs techniques ont été utilisées dont ;

(a) Infiltration par immersion partielle

Dans un creuset qui contient un bain de métal en fusion, on immerge partiellement un corps squelettique. Le matériau aspire le liquide, ce dernier s'élève sous l'action des forces capillaires. Ce qui tend à expulser les gaz contenus dans les pores.

(b) Infiltration par immersion totale

Dans le métal liquide on immerge complètement le corps squelettique. Le liquide pénètre le matériau de tous les côtés jusqu'au cœur.

L'immersion doit être effectuée lentement ou bien par étapes pour éviter qu'il y ait des gaz dans le corps infiltré, ainsi pour faciliter le dégazage l'infiltration peut être réalisée sous vide.

(c) Infiltration par contact

On place l'infiltrant en contact avec le matériau à infiltrer. Après la fusion de l'infiltrant, le liquide se forme et pénètre dans les pores. Lorsqu'on place l'infiltrant au-dessus du corps squelettique, le liquide se répand sur toutes les faces du squelette avant qu'il pénètre à l'intérieur du corps.

Pour évacuer les gaz contenus dans le corps, l'infiltrant doit être placé sous le squelette ou sous un vide. La quantité du liquide qui doit infiltrer les pores peut être calculée, en utilisant un réservoir qui contient le métal liquide. C'est une méthode semblable au frittage en phase liquide.

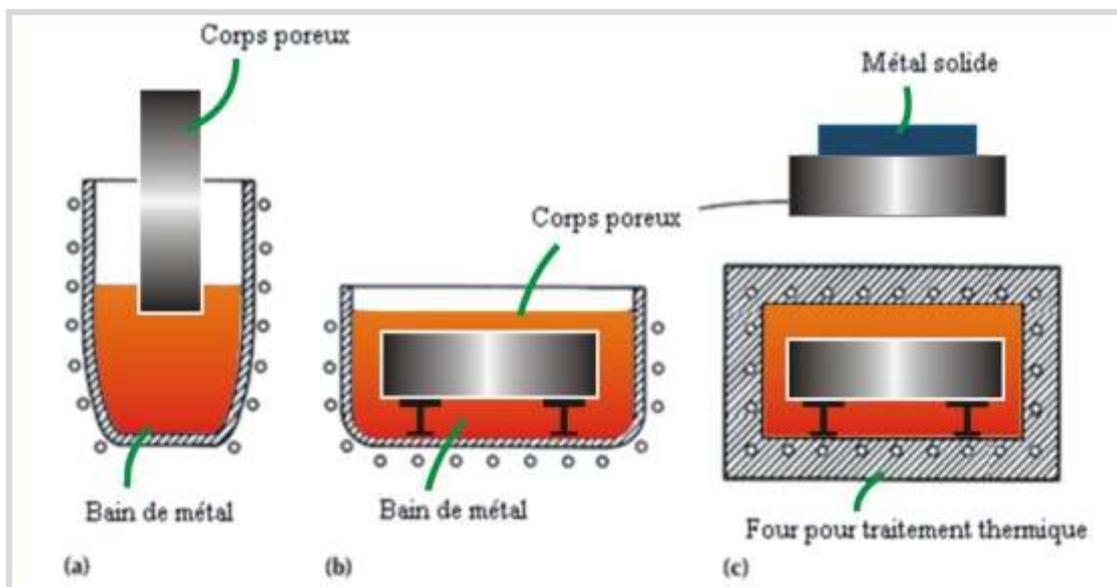


Figure III.1. Différentes méthodes d'infiltration. [29]

III.3.2. Infiltration de poudres libres

Contrairement à l'infiltration conventionnelle, les poudres ne forment pas initialement un squelette, leur comportement diffère au contact de l'infiltrant. Le chauffage de l'ensemble des poudres et de l'infiltrant s'effectue en même temps.

Ce procédé est le plus utilisé pour la fabrication des outils diamantés destinés au forage.

III.3.2.1. Processus

Le métal ou alliage possédant un bas point de fusion remplit les pores interconnectés des poudres libres. La force motrice de l'infiltration est l'attraction capillaire qui réduit l'énergie surfacique interfaciale.

Ainsi, les poudres de la matrice sont recouvertes par le liquide.

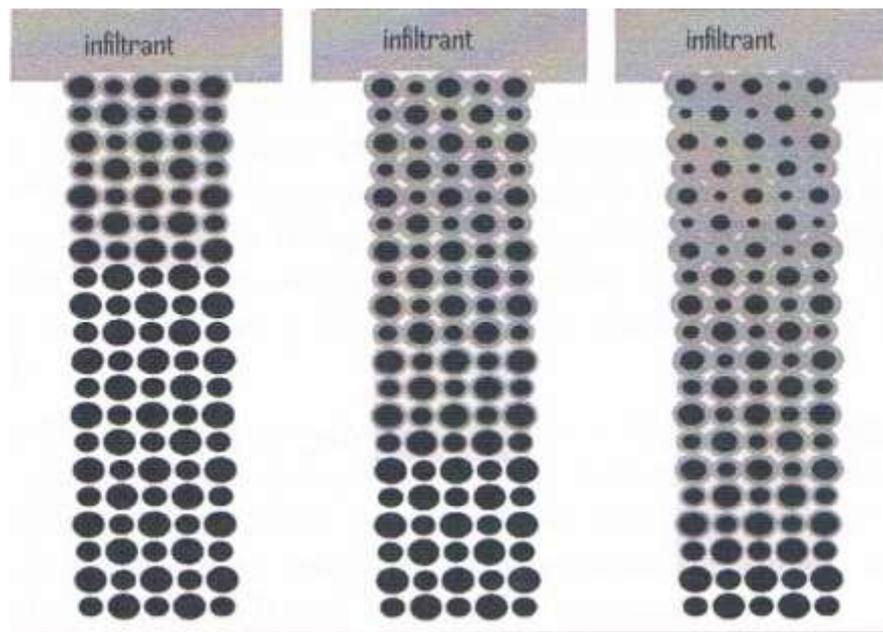


Figure III.2. Infiltration des poudres par un métal en fusion.

La quantité de l'infiltrant et le volume des pores interconnectés sont importants. L'excès de porosité peut freiner l'infiltration, engendrer des imperfections et réduire l'angle de contact et la viscosité de l'infiltrant.

Le processus d'infiltration s'installe exclusivement par le phénomène de capillarité si les granulés de l'infiltrant (liant) fusionnent doucement [30]

A des taux de fusion élevés, les granulés de l'infiltrant deviennent liquide rapidement, ceci est traduit par un écoulement rapide où apparaît des forces dynamiques pouvant déplacer les particules des poudres entre elles. Ce phénomène est mis en évidence dans l'infiltration de mélange de poudres libres en WC-W-Ni par un alliage en Cu-Sn- Ni avec un taux de chauffage élevé ($\approx 100^\circ\text{C}/\text{min}$). [31]

III.3.2.2. Conditions et paramètres d'infiltration

L'obtention d'un matériau ayant une grande voire une complète densification implique un bon déroulement du procédé d'infiltration. Les conditions pour avoir un bon flux capillaire sont :

○ La porosité

Ce procédé requiert la plus faible porosité du mélange de poudres. Pour cela, il faut une distribution granulométrique appropriée, qui nécessite des vibrations lors du remplissage du moule.

○ Durée d'infiltration

Cette dernière doit être courte. Elle est définie par la forme des particules ainsi que par leur surface spécifique. Bien que les particules sphérique correspondent à une valeur faible, mais du point de vue activité de poudres il est plus favorable d'utiliser des poudres de formes irrégulières, auxquelles correspondent des énergies surfaciques élevées, pouvant favoriser la consolidation à l'état solide avant l'arrivée de l'infiltrant liquide. [31]

○ Mouillabilité

Plus la mouillabilité du solide par l'infiltrant est grande, mieux c'est. Elle prend place lorsque l'énergie surfacique de la nouvelle interface qui se forme (solide-liquide et liquide-vapeur) est plus faible que celle d'origine (solide-vapeur).

Elle est déterminée par la nature des particules solides du mélange des poudres, des caractéristiques physico-chimiques du liant et de l'atmosphère du traitement. Une infiltration réussie implique une mouillabilité complète. Comme dans le cas de l'infiltration conventionnelle de corps poreux, elle est en générale favorable si le solide et le liquide sont

chimiquement compatibles. Cette compatibilité existe lorsque le liquide est capable de fournir une solution avec le mélange solide où des composés sont formés à l'interface. [32]

III.3.3. Domaines d'application de l'infiltration

L'utilisation du procédé d'infiltration dans l'industrie s'est accentuée.

Même si des conditions essentielles d'infiltration sont strictement remplies, les systèmes binaires possibles dans lesquels un métal de base de point de fusion élevé ou un composé peut être infiltré par un autre métal de point de fusion inférieur sont considérables.

Dans le présent tableau, on distingue plusieurs systèmes qui sont partiellement ou totalement non-miscibles dans l'état liquide, ce qui complique l'infiltration entre eux. Tandis qu'il existe des systèmes éventuels qui forment des solutions totalement miscibles.

- Les cercles en noir indiquent les alliages produits par infiltration qui sont actuellement en service dans l'industrie.
- Les cercles en blanc représentent des systèmes pouvant être infiltrés dans le laboratoire ou des systèmes qui possèdent le potentiel d'infiltration sur la base des critères établis.

Tableau III.1. Systèmes pour lesquels l'infiltration est possible.

Skeleton	Infiltrant(s)																		
	Aluminum	Antimony	Bismuth	Cadmium	Calcium	Cobalt	Copper	Gold	Iridium	Lead	Magnesium	Manganese	Mercury	Nickel	Silver	Sodium	Thallium	Tin	Zinc
Aluminum			○	○						●						○	○		
Beryllium	○										○								
Chromium	○		○	○		○	●			○			○		○		○	○	
Cobalt			○				○			○			○		○		○	○	
Copper		○	●							●			○				○	●	○
Iridium								○							○				
Iron	○	○	○	○	○		●			●	○		○		○	○	○	○	○
Lead																○		○	
Magnesium																○			○
Manganese			○							○							○		
Molybdenum	○		○	○	○		●	○		○		○	○	○	●			○	○
Nickel			○				○			○	○		●		●		○	○	
Niobium				○						○			○		○				○
Platinum								○							○				
Rhodium								○							○				
Silicon		○	○	○						○							○	○	
Silver			●										○						
Tantalum				○				○		○			○		○				○
Titanium	○						○											○	
Titanium carbide						●	○		●					●					
Tungsten	○	○	○	○	○	○	●	○		●		○	○	●	●				○
Tungsten carbide						●	○	○						●	●				
Vanadium							○								○				
Zinc			○							○						○	○	○	
Zirconium							○			○					○				

(a) Open circle (○) indicates experimental and potential combinations; closed circle (●) indicates industrially significant combinations. Source: Ref 8

III.4. Le frittage

Bien qu'il n'est pas facile de donner une définition simple et complète du frittage, il peut être défini comme le processus de traitement thermique qui permet à un système pulvérulent d'évoluer vers un état de compacité maximale, c'est-à-dire vers un état de porosité presque nulle et de conférer ainsi au compact des propriétés mécaniques convenables. Au cours du frittage, la forme de la pièce est conservée contrairement à son volume qui diminue en général (phénomène du retrait). [33]

III.4.1. Différents types de frittage

Le frittage peut se dérouler de deux (2) façons distinctes : le premier à l'état solide, et le second met en jeu la formation du liquide, qui résulte de la fusion de l'un des constituants.

III.4.1.1. Frittage en phase solide

Au cours de ce type de frittage tous les constituants restent à l'état solide. La température de frittage dans ce cas est inférieure à celle de fusion des deux constituants.

Les premiers travaux sur le frittage ont été développés à l'échelle de grain par Frenkel (1945), Coble (1961). Leurs travaux ont permis de le décomposer d'une manière phénoménologique en trois (3) étapes : [34]

- Formation des ponts entre les particules, la densité relative atteint une valeur de 0,65.
- Elimination de la porosité ouverte, la densification se poursuit et les valeurs de la densité relative se situent entre 0,65 et 0,92.
- L'étape qui s'avère la plus lente et la plus difficile, au cours de laquelle la porosité fermée est éliminée.

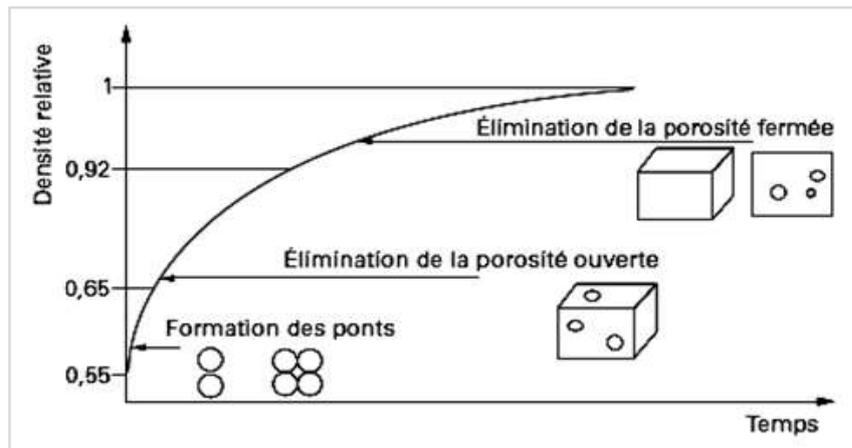


Figure III.3. Stades de densification. [35]

III.4.1.2. Frittage en phase liquide

Dans ce cas, l'un des constituants est susceptible de fondre à la température de frittage, ce qui permet la présence d'une phase liquide qui assure la densification du matériau.

Les avancées techniques importantes de ce procédé, ont commencé dans les années 1930, avec le développement de plusieurs matériaux, tels que les carbures cémentés (WC-Co), les bronzes poreux (Cu-Sn), les alliages lourds au tungstène (W-Ni-Cu), acier cuivreux (Fe-Cu-C), et les cermets au carbure de titane (TiC-Fe). [36]

On distingue trois (3) étapes de frittage en phase liquide :

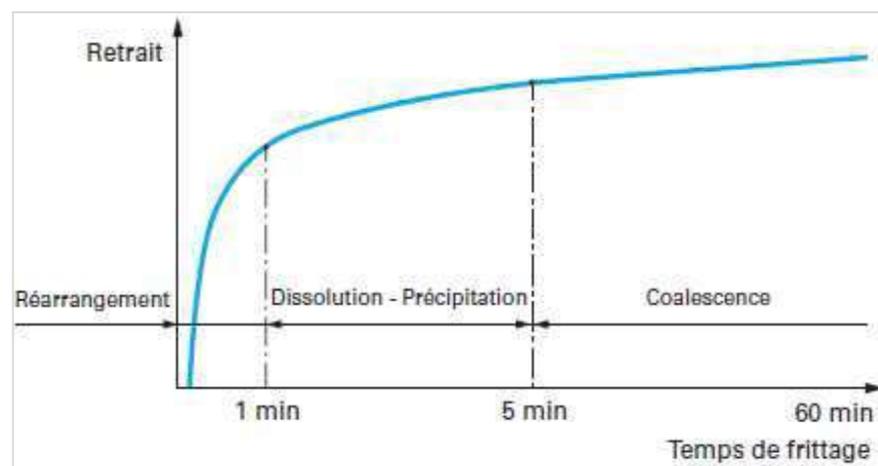


Figure III.4. Etapes du frittage en phase liquide. [37]

- **Réarrangement**

Lors de cette étape, appelée aussi « stade de retrait rapide », la densité apparente du matériau augmente rapidement à l'apparition de la phase liquide.

Le liant liquide qui joue le rôle de lubrifiant permet le glissement des particules les unes sur les autres sous l'effet des différentes contraintes qui existent au sein de l'empilement.

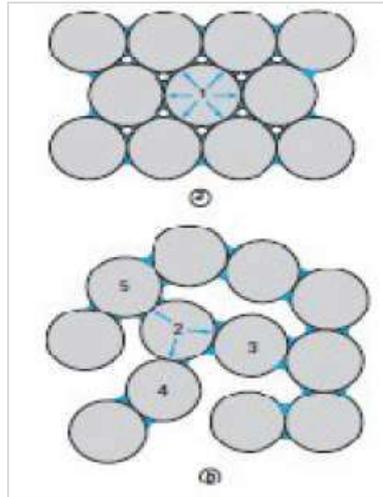


Figure III.5. Réarrangement des particules. [37]

Cette étape est activée par deux (2) principaux facteurs :

- **Mouillabilité** : cette dernière est définie comme l'aptitude d'un liquide à mouiller la surface d'un matériau solide. Les liaisons chimiques fortes qui se forment à l'interface liquide-solide favorisent ce phénomène .

Si on considère une goutte de liquide déposée sur une surface solide plane ;

Les tensions interfaciales γ_{sl} et γ_{sg} correspondent aux interfaces entre le liquide et le solide d'une part, et le gaz d'autre part.

Aux points de contact entre le solide, le liquide et le gaz, l'équilibre entre les forces de tension interfaciale et la tension superficielle du solide (γ_{sg}) est réalisé lorsque cette

égalité est respectée :
$$\gamma_{sg} = \gamma_{sl} + \gamma_{lg} \cdot \cos \theta. \quad (3)$$

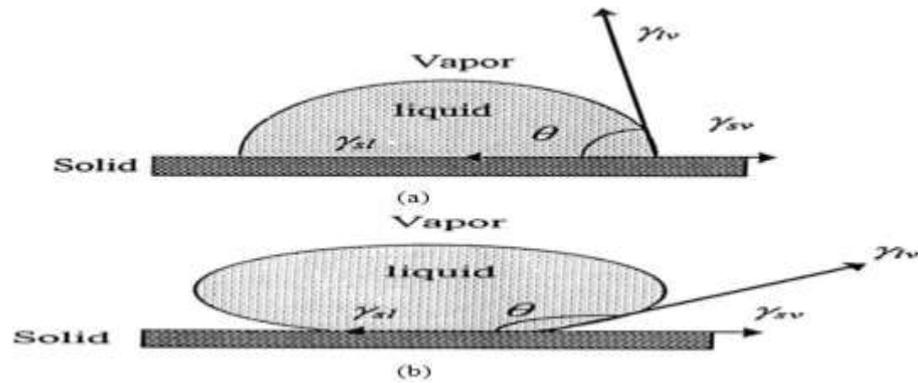


Figure III.6. Angle de contact (raccordement). [38]

θ : Angle de raccordement, il caractérise la mouillabilité.

$\gamma_{sg} < \gamma_{sl}$: θ est supérieur à 90° , le liquide ne mouille pas le solide.

$\gamma_{sg} > \gamma_{sl}$: θ est inférieur à 90° , le liquide est dit mouillant.

*Lorsque θ avoisine 0° , le mouillage est dit parfait.

- **Forces capillaires** : Elles constituent la force motrice locale de cette étape du frittage en phase liquide.

Lors de l'apparition du liquide et de son écoulement entre les particules solides, il y a aussi formation de ménisques. Ces derniers créent une différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur du liquide, et cela est dû aux forces capillaires qui maintiennent les grains au contact du liquide.

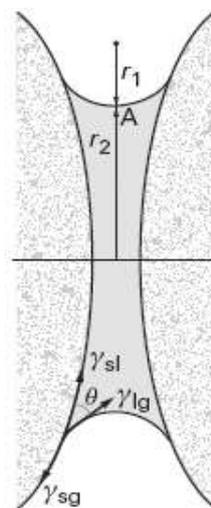


Figure III.7. Ménisque liquide formé au contact entre deux grains. [39]

- **Dissolution-précipitation**

Le réarrangement n'est nullement suffisant pour la densification du matériau. La solubilité de la phase solide dans la phase liquide engendre l'apparition des phénomènes de dissolution et de précipitation qui permettent à la densification de se poursuivre.

Aux points de contact entre les particules, les forces capillaires mettent le solide en compression, de sorte que la solubilité du solide dans le liquide y est plus élevée que dans les parties éloignées des contacts. On observe donc une dissolution du solide aux contacts, une diffusion dans le liquide, et enfin une précipitation sur les surfaces libres.

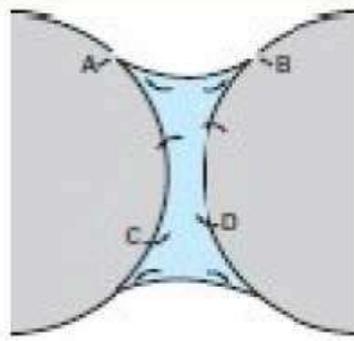


Figure III.8. Dissolution-précipitation. [37]

- **Coalescence**

Cette étape regroupe des processus plus lents que ceux qui ont été décrits précédemment, et n'apporte presque pas de retrait, elle apporte un retrait minime grâce à l'élimination des pores résiduels par diffusion vers la surface.

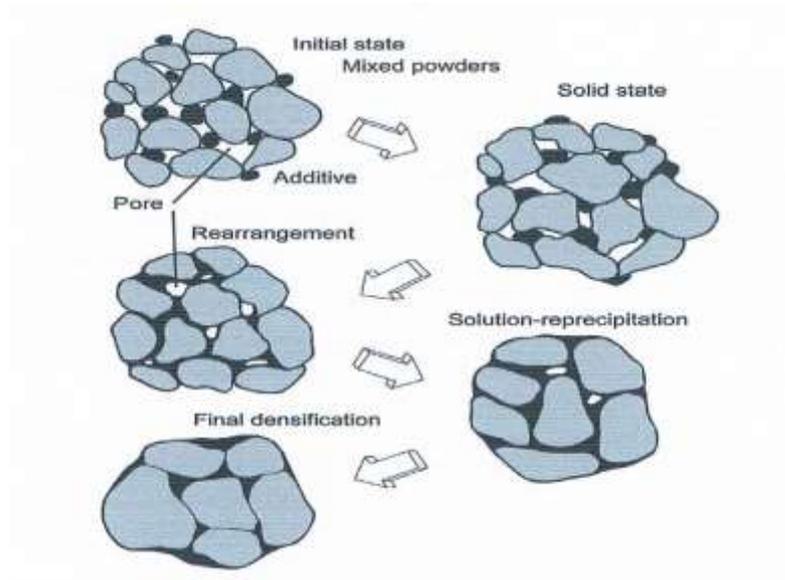


Figure III.9. Schéma des changements de microstructures au cours du Frittage en phase liquide sous l'action des forces capillaires exercées par les ponts de liquide entre particules. [33]

III.4.2. Energies motrices du frittage

L'évolution de tout mécanisme nécessite un apport d'énergie, le transport d'atomes par diffusion est assuré par cette dernière.

- **Energie de surface**

Lors de la formation des ponts entre les granulés de poudre, l'énergie de surface diminue par réduction de la surface globale.

- **Energie liée à l'existence d'un gradient de défauts structuraux**

Notamment les lacunes qui existent dans les grains de poudres, leurs excès dus à l'existence de courbure de surface.

- **Energie liée aux équilibres entre les phases**

Les poudres de base présentent des parties saillantes où les contraintes mécaniques donnent naissance à des dislocations.

III.4.3. Paramètres de frittage

- **Densité à cru**

Une grande densité à cru favorise la formation d'une structure rigide et diminue ainsi l'effet de réarrangement du premier stade.

- **Durée du frittage**

C'est le temps indispensable pour qu'une densification complète soit atteinte. Elle est liée à la température de frittage, lorsque cette dernière augmente la durée du frittage diminue.

Quoique, un long frittage grossit le grain et augmente la taille du pore.

- **Température de frittage**

La température de frittage est 0.7 fois la température de fusion du matériau. L'augmentation de la température fait augmenter rapidement la vitesse de frittage. [40]

- **Atmosphère de frittage**

Au cours du frittage, l'ennemi redoutable est l'oxydation. Afin de prévenir cela, il serait indispensable de travailler sous atmosphère neutre, réductrice ou sous vide.

- **Atmosphère neutre** : Généralement, on utilise l'Argon pour protéger la pièce à fritter contre l'oxydation.
- **Atmosphère réductrice** : On utilise généralement l'Hydrogène ou le monoxyde de Carbone pour éliminer les oxydes susceptibles de se former par réduction, ainsi empêcher toute réaction d'oxydation.
- **Sous vide** : Dans le but d'éliminer les gaz emprisonnés dans la poudre.

Partie II :
Techniques expérimentales et résultats

Chapitre IV :
Techniques expérimentales

CHAPITRE IV : *Techniques expérimentales*

IV.1.Introduction

Ce chapitre présente les techniques expérimentales utilisées dans notre étude pour la caractérisation des matières premières et des produits obtenus par le procédé d'infiltration.

IV.2.Matériaux utilisés

Les matériaux de départ nous sont fournis par l'unité de production ENSP-Direction fabrication (ex-ALDIM) qu'elle utilise pour la fabrication des outils divers en l'occurrence ceux du forage pétrolier et minier.

IV.2.1 Poudres de base

Nous avons travaillé avec deux poudres pré-mélangées distinctes (une poudre dure avec laquelle nous avons confectionné les échantillons, et une autre tendre).

P170 : poudre de Carbure de Tungstène tendre.

P265 : poudre de Carbure de Tungstène dure.

Ces poudres sont fournies par FOXMET S.A. et leurs caractéristiques sont données par le fournisseur et portées dans les tableaux IV1, 2 et 3.

- Poudre WC dure (P265)



Figure IV.1. Poudre dure (P265).

Composition chimique

Le tableau IV.1 représente la composition chimique de la poudre dure, ainsi que sa densité apparente.

Tableau IV.1 : Composition chimique et densité de la poudre dure

Elément	WC	W ₂ C	Ni	CuMnP	Densité apparente
%	36.05	59.40	01.05	03.50	6 à 6.5

- Poudre WC tendre (P170)



Figure IV.2. Poudre tendre (P170).

Composition chimique

Le tableau IV.2 représente la composition chimique et la densité de la poudre tendre

Tableau IV.2 : Composition chimique et densité de la poudre métallique tendre

élément	WC	W ₂ C	Ni	CuMnP	Densité apparente
%	67.05	28.75	01.10	03.10	4 à 5

IV.2.2) Liant (IF 15)

Appelé communément infiltrant, il est destiné à infiltrer les mélanges de poudres qui constituent le corps de l'outil. Il se présente sous forme de morceaux d'alliages de Cuivre-Manganèse, indiqué sur la figure IV.3.



Figure IV.3. Liant Cu-Mn

Composition chimique

Ce liant métallique, composé en majeure partie de Cuivre, est fourni par FOXMET S.A. Ses caractéristiques sont données dans le tableau IV.3.

Tableau IV.3 : La composition chimique du liant

Eléments	Cu	Mn	P	Fe	Pb	Température de fusion (°C)
%	70.16	29.34	0.48	0.01	0.005	890

IV.2.3 : Flux-Borax (Tetraborate de Sodium ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$))

L'ajout du Borax, comme agent réducteur, consiste à minimiser les réactions chimiques qui peuvent avoir lieu entre le liquide et la poudre solide dans le but d'inhiber toute formation d'un composé solide pouvant empêcher la pénétration du liquide avant que l'infiltration ne soit terminée.

**Figure IV.4. Borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$).**

IV.3.Caractérisation des matières premières

IV.3.1. Répartition granulométrique des poudres de départ

Afin d'étudier la granulométrie des poudres nous avons eu recours à un tamiseur électrique de RETSCH représenté sur la figure IV 5.

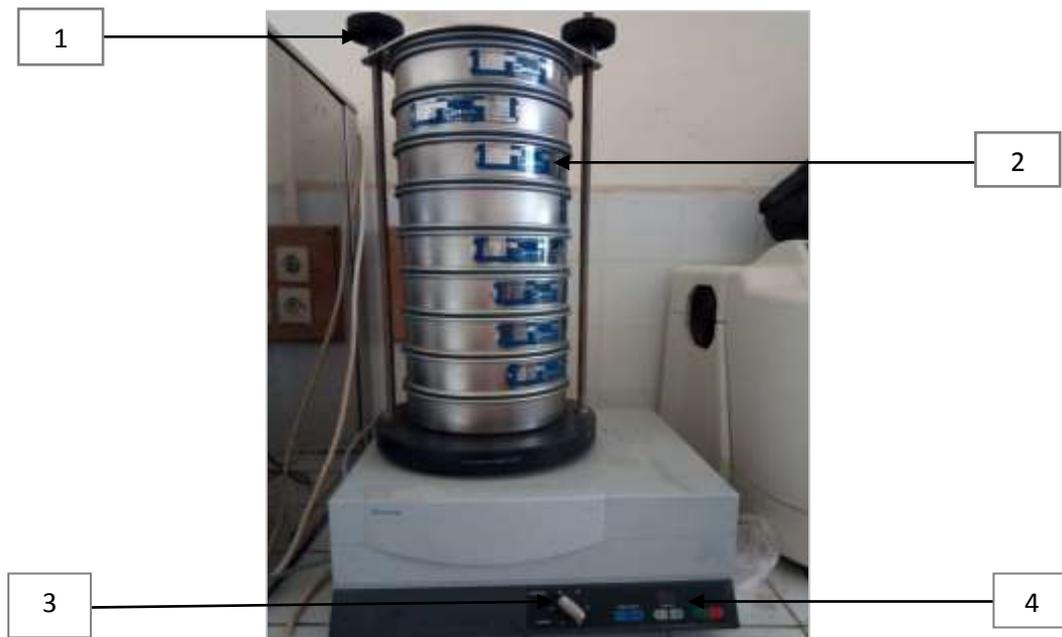


Figure IV.5. Tamiseur RETSCH.

- 1 : Colonne de fixation des tamis.
- 2 : Les tamis de différentes tailles de mailles
- 3 : Régulateur de fréquence.
- 4 : Temporisateur.

Mode opératoire :

La poudre à analyser est pesée à l'aide d'une balance analytique, puis versée dans le tamis supérieur de la colonne. Les tamis sont empilés dans l'ordre décroissant des dimensions de leurs mailles, en allant de haut en bas.

L'ensemble est soumis à un mouvement vibratoire, continu, d'une fréquence de 50 Hertz, et ce pendant 5 minutes.

Après ce temps, les particules sont récupérées dans chaque tamis, en fonctions de leurs granulométries et pesées dans le but de déterminer leurs fractions massiques ainsi que la distribution granulométrique. Les pesées sont effectuées sur une balance analytique (figure IV 6) avec une précision de 10^{-4} g.

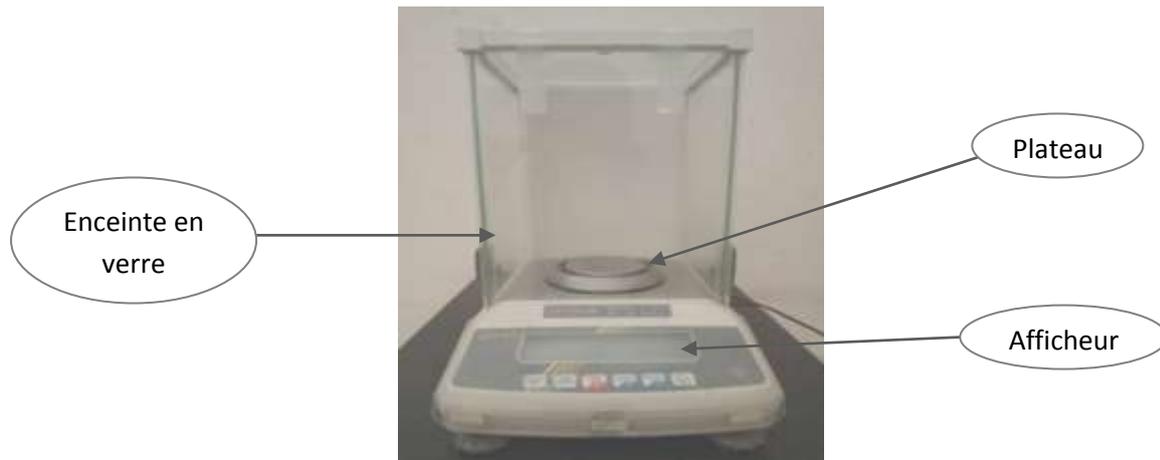


Figure IV.6. Balance analytique.

IV.3.2. Diffraction des rayons X (DRX)

La méthode DRX est utilisée pour l'identification des phases des matières premières et des matériaux élaborés par infiltration.

Cette technique repose sur l'interaction élastique d'un faisceau monochromatique de photons X avec la matière cristallisée. Les rayons diffusés qui sont cohérents arrivent à diffracter suivant des directions discrètes à des angles de diffraction (θ) bien déterminés. L'angle de diffraction est lié à la longueur d'onde ainsi que la distance interréticulaire (d_{hkl}) de la famille des plans diffractant d'indice de Miller (hkl) par la relation de Bragg :

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (4)$$

L'appareillage utilisé est un diffractomètre XPERT PRO qui est couplé à un ordinateur pour le pilotage et l'enregistrement. La source de rayon X est un tube à anticathode de cuivre ($\lambda=1.5405\text{\AA}$). La figure IV.7 montre le schéma de principe de l'analyse.

Les paramètres utilisés sont les suivants :

- L'intervalle de balayage : 30 à 100 °.
- Le pas de balayage est de : 0,01671
- Le temps d'exposition par pas est de 16,51s

Le dépouillement du spectre et l'analyse des résultats est effectué à l'aide du logiciel DIFFRACT PLUS - EVA.

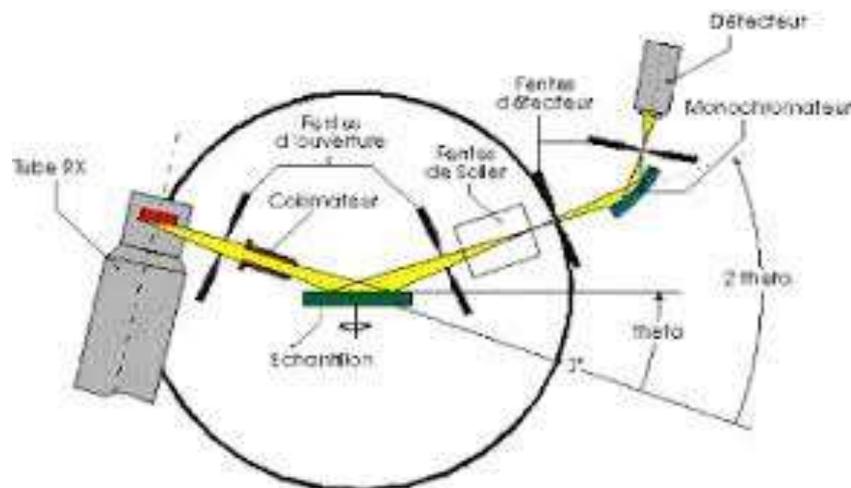


Figure IV.7. Schéma du principe du diffractomètre à rayons X

IV.4. Elaboration des échantillons par infiltration dans le four à hydrogène

IV.4.1. Eprouvettes pour l'essai de traction

Pour l'élaboration de nos échantillons (éprouvettes de traction), nous avons confectionné des moules en graphite, par tournage d'une galette ronde de 200 mm de diamètre et d'une épaisseur de 20 mm.

Ensuite, à l'aide d'une fraiseuse, nous avons réalisé trois (3) rainures rectangulaires identiques de largeur 23mm, de longueur 151mm et de profondeur de 7mm.

Les compartiments de dimensions (23x151x7 mm³) vont contenir les éprouvettes de traction après infiltration (Figure IV.10).

Le graphite

Le graphite utilisé pour la confection des moules pour la fabrication des outils de forage pétrolier et minier est fourni par l'entreprise ENSP.

Le graphite est l'une des formes allotropiques naturelles du carbone. Il possède une température de fusion qui dépasse les 3600°C, et il est insoluble dans l'eau.



Figure IV.8. Le graphite à l'état natif.



Figure IV.9. Galette de graphite usinée.

La figure IV.10 représente la galette contenant les empreintes pour infiltration des éprouvettes de traction.

Compartiments
qui contiendront
les éprouvettes.

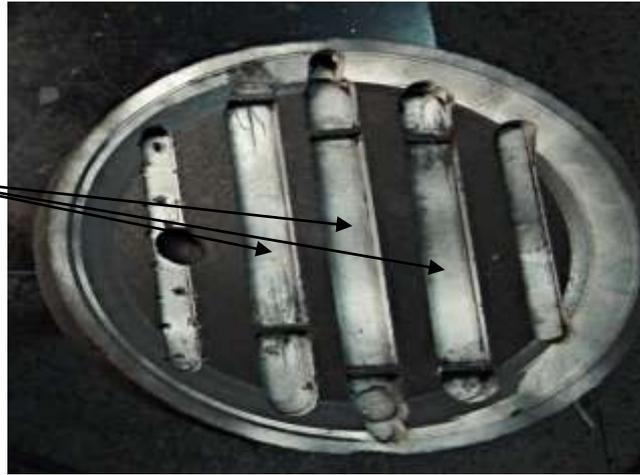


Figure IV.10. Moule pour les éprouvettes de traction.

Pesée et remplissage du moule

La poudre à infiltrer est pesée et légèrement tassée dans l’empreinte du moule après quoi, on étale l’infiltrant sur la poudre. La masse de poudre utilisée pour l’éprouvette de traction est de 125 grammes tandis que celle de l’infiltrant représente 45 % de la masse de poudre, soit 56 grammes. Une fois le moule rempli, il est placé dans le four chauffé à la température de 980°C qui permet la fusion et l’écoulement de l’infiltrant.



Figure IV.11. Moule rempli

IV.4.2. Eprouvettes de compression

Sur une galette en graphite, de 100 mm de diamètre et d'une épaisseur de 50 mm, sont percés des trous de 32 mm de profondeur et 20 mm de diamètre, à l'aide d'une fraiseuse. Ces trous serviront d'empreintes d'infiltration des poudres sous forme d'éprouvettes cylindriques.



Figure IV.12. Moule pour éprouvettes de compression.

Pesée et remplissage du moule :

Des pesées de poudres de 81 grammes sont tassées dans ces empreintes en plaçant au dessus des couches de liant de 36,45 grammes chacune. Les poudres sont infiltrées d'une manière analogue à celle décrite plus haut. Les moules remplis sont surmontés de masselottes en graphite comme le montre la figure IV.13

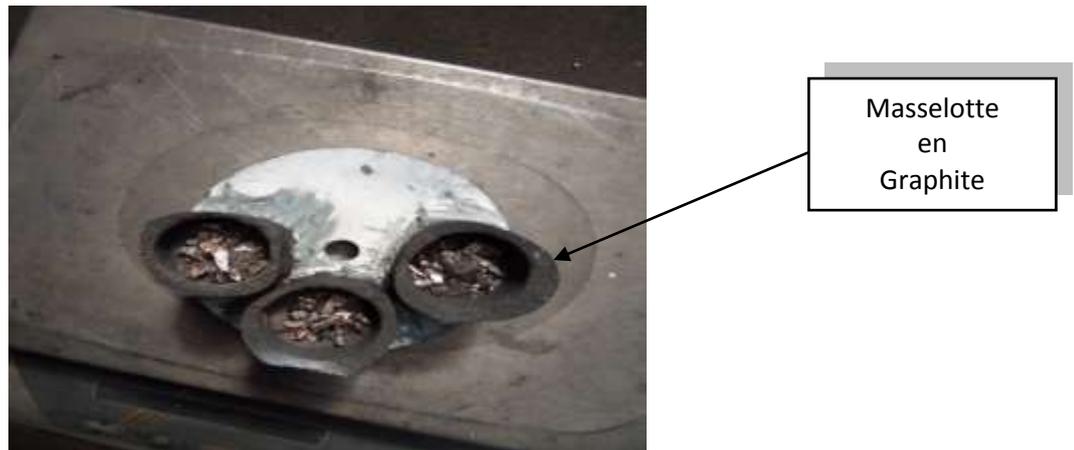


Figure IV.13. Moule rempli.

IV.4.3 Opération d'infiltration

Cette opération consiste à chauffer les moules remplis dans le four après avoir rajouté une quantité de borax afin d'empêcher toute réaction chimique.

IV.4.3.1. Four utilisé

L'infiltration de nos échantillons a été effectuée dans un four à hydrogène de marque NEW BOREL, qui se trouve au niveau de l'unité de production de l'entreprise. C'est le même four utilisé pour l'infiltration des outils de forage PDC.

La spécificité de ce four réside dans son atmosphère réductrice. En effet, le gaz hydrogène (H_2) permet la réduction des oxydes métalliques (MO) en métal primaire (M) par la réaction suivante :



De plus la présence d'un système de régulation de la température dans ce four, commandé par un logiciel (Programmeur UMC 800), permet un meilleur contrôle du cycle thermique. L'installation de l'infiltration est représentée sur la figure IV.14.



Figure IV.14. Installation de l'infiltration sous hydrogène.

A: Armoire de commande ;

B: Panneaux des circuits des gaz ;

C: Base de chargement ;

D: Cloche ;

E: Four

F: Enfournement de la cloche.

Données techniques

Température max : 1050°C ;

Tension/Fréquence : 3x400V/50Hz ;

Puissance de raccordement : 50kW ;

Eau de refroidissement : débit max= 0.4m³/h.

Azote : Pression min= 2bars ; Pression max= 10bars. Débit min= 10litres/min ;

Débit max= 50 litres/min.

Hydrogène : Pression min= 2bars ; Pression max= 10bars. Débit min= 10litres/min ;

Débit max= 50litres/min.

IV.4.3.2. Cycle d'élaboration

Le but de notre travail est de se placer dans les conditions réelles d'élaboration des outils. Le cycle d'élaboration de nos échantillons correspond au cycle de réalisation de l'outil de forage PDC utilisé par l'entreprise.

Il comprend trois (3) paliers de température, 500, 820 et 985°C, s'étalant sur 15, 20 et 25 minutes chacun.

Dans le premier palier les liants organiques et les colles s'évacuent. L'homogénéisation de la température s'effectue au cours du deuxième, et l'infiltration se fait dans le dernier palier.

Tableau IV.4 : Cycle thermique du four.

Numéro du palier	Température de maintien (°C)	Durée de maintien (min)
1	500	15
2	820	20
3	985	25

- **L'infiltration**

A la température de 985 °C, le liant à base de cuivre passe complètement à l'état liquide et s'écoule dans les pores laissées par les particules du carbure de tungstène. Ce qui permet une bonne densification du matériau.

Après que le matériau ait été refroidi et démoulé, on obtient un cermet à base de carbure de tungstène et d'alliage de Cuivre (Cu-Mn), comme indiqué sur la figure IV.15.



Figure IV.15. Moules des éprouvettes de compression et de traction après infiltration.

- **Après le démoulage**

Après le démoulage, les échantillons subissent un sablage et une opération d'ébavurage.



Figure IV.16. Eprouvette de compression après sablage et meulage.

IV. 5 Infiltration sous air

Après avoir effectué l'infiltration des échantillons dans le four sous hydrogène, on procède à la confection des moules en graphite qui vont contenir les éprouvettes de traction et de compression, de la même manière que celle décrite plus haut.

La différence réside dans le four utilisé et les dimensions des éprouvettes de compression qu'on a diminué.

On a percé des trous de forme cylindrique de 18 mm de profondeur et de 12 mm de diamètre. Puis, on tasse des pesées de poudre de 15 grammes dans les trous en plaçant au-dessus des couches de liant de 6.75 gramme.

IV.5.1.Four utilisé

L'infiltration de ces échantillons a été effectuée dans un four conventionnel de marque ELINO, qui se trouve au sein de l'unité de production de l'entreprise.

C'est un four à chambre travaillant sous air. Afin de limiter l'oxydation pendant l'infiltration, une couche de poudre de graphite est étalée au-dessus du liant pour couvrir le bain du métal en fusion et l'empêcher de rentrer en contact direct avec l'air.

Données techniques :

Température max : 1350 °C ; Puissance : 72 KW ; Tension d'alimentation : 380 V ;
Fréquence : 50 Hz.



Figure IV.19. Four conventionnel.

Moules après infiltration sous air



Figure IV.20. Moules après infiltration dans le four conventionnel

IV.6. Caractérisation structurale

IV.6.1. Préparation des échantillons

On prélève les échantillons à analyser à l'aide d'une tronçonneuse à partir des matériaux infiltrés. Puis, on procède à leur enrobage et leur polissage dans le but d'examiner leur microstructure par microscopie.

IV.6.1.1. Enrobage

L'enrobage des échantillons est effectué dans une enrobeuse (figure IV.21) à l'aide d'une résine thermodurcissable phénolique : la Bakélite. Le durcissement est obtenu sous pression à 180°C sous à un refroidissement de l'enceinte sous courant d'eau. A la fin de l'opération l'échantillon enrobé de backélite (figure IV.22) est éjecté en dehors de l'enrobeuse.



Figure IV.21. Enrobeuse à chaud

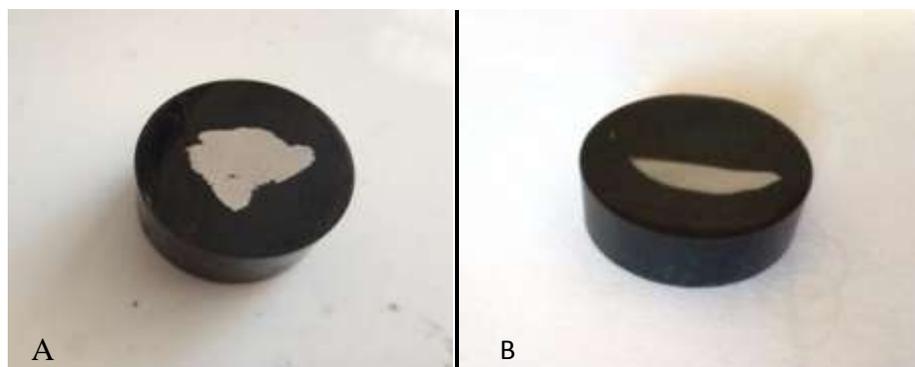


Figure IV.22. Échantillons enrobés

(A : infiltré sous air, B : infiltré sous Hydrogène)

IV.6.1.2. Polissage

Afin d'observer nos échantillons au microscope, il est indispensable d'effectuer un polissage. La surface à examiner doit être plane et exempte de toute rayure qui pourrait entraver cette observation.

Pour cela, nous avons utilisé une polisseuse dont les disques supportent des papiers émeri. Nous avons utilisé la série de papier SiC de granulométries 400, 500, 800, 1200 et 4000.

Le polissage s'effectue sous arrosage d'eau, afin d'éviter l'échauffement de nos échantillons. L'échantillon est tourné à chaque fois de 90 degrés afin de croiser à chaque fois les rayures produites par le papier précédent.



Figure IV.23. Polisseuse électrique à deux disques.

Le polissage de finition consiste à frotter l'échantillon sur un feutre humidifié sur lequel on dépose une pate diamantée de granulométrie allant de 9 à $\frac{1}{4}$ de micron.



Figure IV.24. Polisseuse de finition.

IV.6.2. Microscope optique (MO)

Le microscope utilisé est un microscope métallographique qui fonctionne sous une tension de 220 Volts et qui permet une observation directe de la microstructure grâce aux oculaires. Pour les prises de photos, cet appareil est doté d'une caméra reliée à un ordinateur permettant d'enregistrer directement les micrographies et les traiter en utilisant un logiciel approprié. L'échantillon est posé sur la platine avec une orientation vers l'objectif qui va focaliser un faisceau lumineux sur la zone à examiner. La lumière est réfléchiée par la surface du métal puis transmise à travers l'objectif pour être déviée vers l'oculaire par un miroir semi transparent. Il est possible de changer l'objectif afin de varier le grandissement de 40 à 1000 fois.



Figure IV.25. Microscope optique.

- 1 : Emplacement pour la camera.
- 2 : Source de lumière
- 3 : Bouton de mise au point de l'échantillon
- 4 : Oculaire avec grandissement de G x10
- 5 : porte objectifs, libre en rotation,
- 6 : platine

IV.6.3. Microscope électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique de microscopie reposant sur les diverses interactions électrons-matière. Un faisceau d'électrons, produit par un filament en tungstène, balaie la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet des électrons et des

rayons X. Différents détecteurs permettent l'analyse des électrons et de reconstruire une image de la surface.

- **Les électrons secondaires (SE)**

Ils ont une faible énergie et résultent de l'interaction inélastique des électrons primaires et les électrons des atomes de l'échantillon.

Du fait qu'ils proviennent des couches superficielles, ces électrons sont utilisés pour révéler la topographie et la morphologie de la surface de l'échantillon.

- **Les électrons rétrodiffusés (BSE)**

Leur énergie est plus importante et résultent de l'interaction élastique des électrons primaires avec les noyaux des atomes. Ils sont utilisés pour produire le contraste chimique entre les éléments constitutifs de la matière du fait que le coefficient de rétrodiffusion dépend du numéro atomique. En effet, contrairement aux éléments légers, les éléments chimiques lourds rétrodiffusent plus d'électrons du fait de leur nombre atomique élevé, ce qui produit des zones claires sur la micrographie, contrairement aux éléments légers qui s'y présentent en zones sombres.

- **Rayons X**

Provenant de l'excitation des atomes aux niveaux électroniques profonds. Le retour à l'équilibre par transition des électrons des niveaux supérieurs vers les niveaux excités provoque l'émission des rayons X. L'analyse de ces rayons permet d'obtenir des informations sur la nature chimique de l'atome. Car le rayonnement X produit possède une énergie caractéristique qui correspond à une désexcitation spécifique de l'atome.

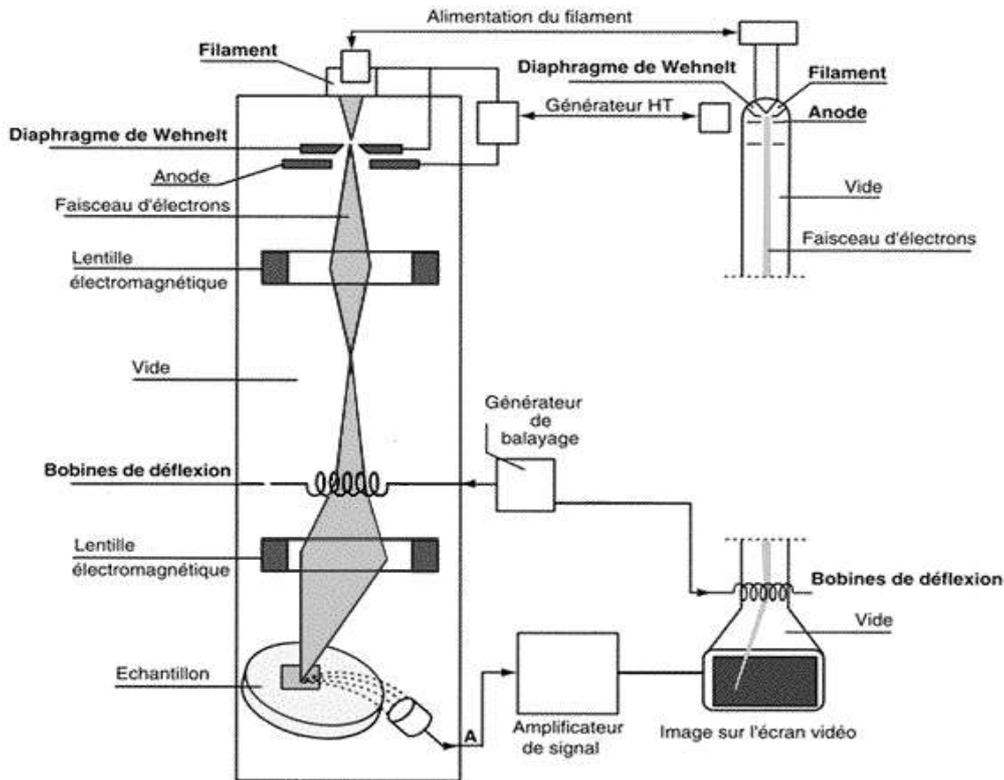


Figure IV.26. Principe du MEB.

IV.7. Caractérisation mécanique

IV.7.1. Essai de dureté Vickers

Le but de cet essai est d'imprimer dans la pièce à étudier un pénétrateur en forme de pyramide droite, en diamant, à base carrée, d'angle au sommet 136° sous une charge F d'une valeur de 30 Kg.

La valeur de la dureté Vickers se définit comme étant le rapport de la charge appliquée à la surface de l'empreinte S ; soit :

$$HV = \frac{F}{S} \quad (6)$$

La surface est calculée en fonction des diagonales de l'empreinte mesurées grâce à un dispositif optique. On mesure la première diagonale d_1 , puis la seconde d_2 et on calcule la valeur moyenne de d ; soit :

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (7)$$

La valeur de la surface est donc :

$$S = \frac{d^2}{2 \sin(\gamma/2)} = \frac{d^2}{1.8544} \quad (8)$$

(γ : Angle de la pyramide)

Ainsi :

$$HV = 1.8544 \frac{F}{d^2} \quad (9)$$

L'essai de dureté est réalisé au sein du laboratoire SDM du département de Génie Mécanique, en utilisant un duromètre de Frank modèle 38500.

IV.7.2. Essai de traction

Parmi tous les essais mécaniques, l'essai de traction est le plus fondamental. Il sert à déterminer les caractéristiques mécaniques telles que le module de Young, la limite élastique, la contrainte et l'allongement à la rupture...etc.

L'éprouvette est placée entre les mors de la machine et l'essai ne se termine qu'à la rupture.

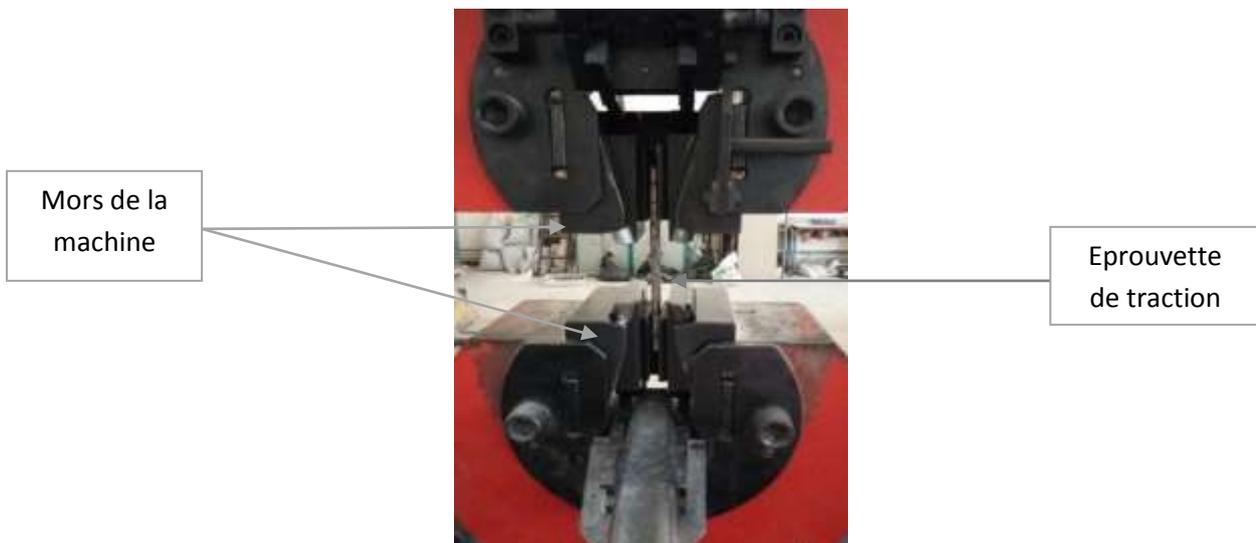


Figure IV.27. Mors de la machine pour l'essai de traction.

L'essai de traction a été réalisé au niveau du laboratoire de résistance des matériaux du département de Génie Civil. Nous avons utilisé une machine de traction/compression de type Ibertest modèle UIB-100/W, ayant une capacité de 100KN.

Cette machine est pilotée par un ordinateur utilisant un logiciel d'acquisition et de traitement des données. Les dimensions des échantillons sont enregistrées dans le logiciel pour chaque éprouvette à tester.



Figure IV.28. Machine de traction/compression.

IV.7.3. Essai de compression

L'essai de compression est effectué sur la même machine que celle de la traction (Figure IV.28).

La vitesse fixée est la suivante : $v = 0.5 \text{ kN/s}$.

Pour les éprouvettes ayant été élaborées dans le four à hydrogène, la rupture n'a pas pu être atteinte sur la première machine en raison de la résistance élevée de l'échantillon. Sur la première machine nous n'avons pu enregistrer que la partie élastique du diagramme. Pour atteindre la rupture, nous avons eu recours à une seconde machine de compression qui a une capacité relativement supérieure à la précédente. Cette machine est de type Autotest montrée sur la figure IV.28.

Elle nous a permis de déterminer l'effort maximal après lequel la rupture de l'éprouvette survient, et la contrainte correspondante. La vitesse est fixée à 0.5KN/s pour tous les essais effectués.



Figure IV.29.Machine de compression Autotest.

Chapitre V : Résultats et discussions

CHAPITRE V : *Résultats et discussions*

V.1. Caractérisation des poudres de base

V.1.1. Granulométrie des poudres

Les poudres initiales ont été soumises aux tests de répartition granulométrique. Les résultats sont portés dans les tableaux V.1 et V.2

V.1.1.1. Poudre dure

Les résultats obtenus montrent que la poudre WC dure présente une fraction massique de 60,91 % dont les tailles des particules sont inférieures à 50 μm . La plus grande fraction correspond au diamètre inférieur à 50 μm tandis que les grosses tailles, comprises entre 250 et 315 μm ne représentent que 6,65 % de la masse. Ce résultat nous permet de dire que la poudre dure est formée de grosses particules et d'une grande quantité de fines particules. Cette répartition granulométrique permet un taux de remplissage important des moules comme le montre le schéma de la figure V.1. En effet, les petites particules remplissent les gros pores laissés par les grosses particules, ce qui donne une compacité importante.

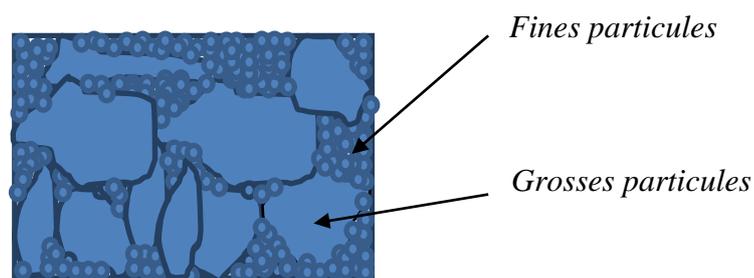


Figure V.1 Taux de remplissage élevé

Les résultats de la répartition granulométrique de la poudre WC dure sont présentés dans le tableau V.1.

Tableau V.1. Répartition granulométrique de la poudre WC dure

Diamètre des particules (μm)	Masse des poudres (g)	Fraction massique (%)
$d \leq 50$	9.1462	60.91
$50 < d \leq 80$	1.841	12.26
$80 < d \leq 125$	2.4891	16.57
$125 < d \leq 160$	0.3384	2.25
$160 < d \leq 250$	0.0176	0.12
$250 < d \leq 315$	0.0398	6.65
$315 < d \leq 500$	0.0187	0.12
$500 < d \leq 630$	0.0136	0.09
$d > 630$	0.0811	0.54

La figure V.2. montre un histogramme traduisant la répartition granulométrique de la poudre dure.

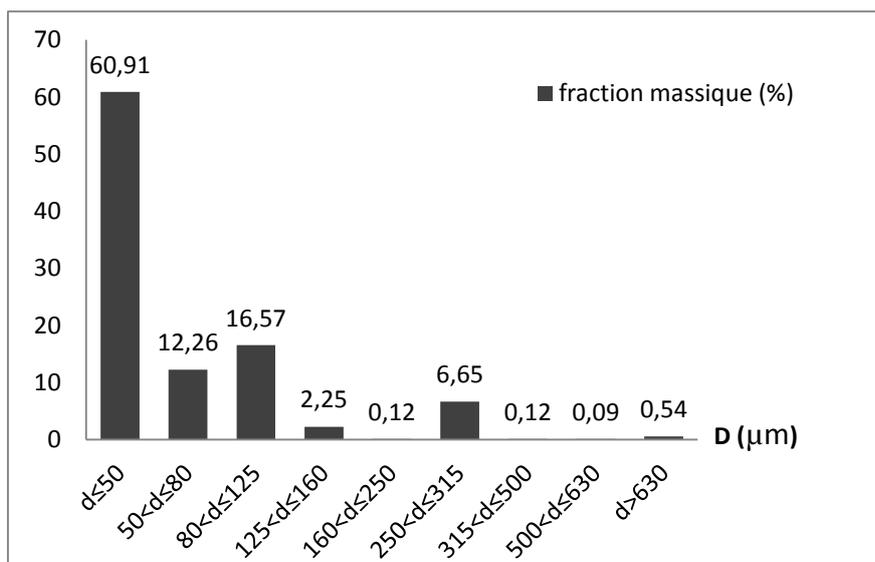


Figure V.2. Répartition granulométrique de la poudre WC dure.

V.1.1.2. Poudre tendre

Les résultats de la répartition granulométrique de la poudre WC tendre sont présentés dans le tableau V.2.

Tableau V.2. Répartition granulométrique de la poudre WC tendre

Diamètre des particules (μm)	Masse des poudres (g)	Fraction massique (%)
$d \leq 50$	5.4622	36.37
$50 < d \leq 80$	2.2583	15.04
$80 < d \leq 125$	5.1882	34.55
$125 < d \leq 160$	1.5104	10.06
$160 < d \leq 250$	0.0357	0.24
$250 < d \leq 315$	0.0003	0.02
$315 < d \leq 500$	0.0114	0.08
$500 < d \leq 630$	0.0035	0.02
$d > 630$	0	0

La figure V.2. montre un histogramme traduisant la répartition granulométrique de la poudre dure.

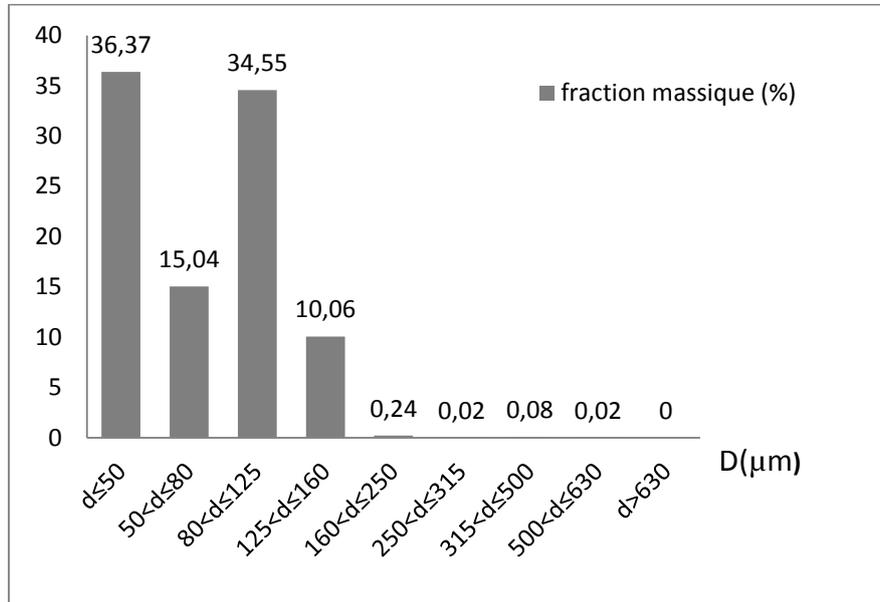


Figure V.3. Répartition granulométrique de la poudre WC tendre

La figure V.3 montre que la poudre tendre a des tailles de particules comprises entre 10 et 36 μm. Elle renferme deux populations de particules à forts pourcentages massiques ($d < 50 \mu\text{m}$ et $80 < d < 125 \mu\text{m}$) et deux autres à pourcentage relativement plus faible (5 et 10%) pour des tailles comprises relativement entre $50-80 \mu\text{m}$ et $125-160 \mu\text{m}$.

La figure V.4 regroupe les répartitions granulométriques des deux poudres.

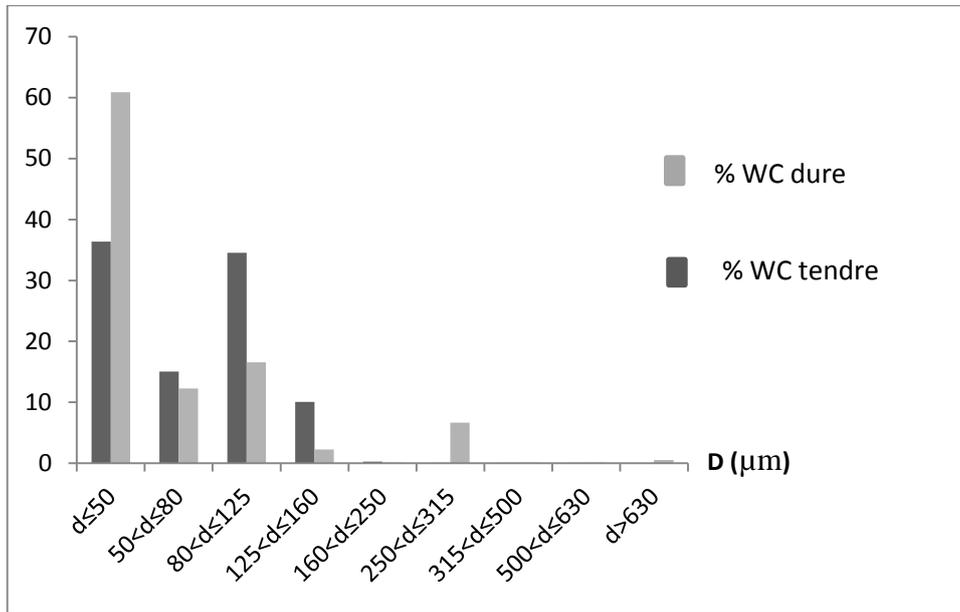


Figure V.4. Répartition granulométrique des deux poudres.

La différence réside dans la répartition granulométrique de la poudre WC dure qui est plus étalée que celle de la poudre WC tendre.

Ceci est très avantageux car elle permet une meilleure répartition de la poudre à l'intérieur du moule. Ainsi, lors du procédé d'infiltration, le liant pénètre entre les particules et constitue des films minces qui consolident le squelette des particules de WC. Les forces capillaires contribuent à l'infiltration ce qui permet d'atteindre une meilleure densité et une homogénéité acceptable des constituants.

V.1.2. Analyse par diffraction des rayons X

Les poudres initiales ont été analysées par diffraction de rayons X afin d'identifier les différentes phases qui les constituent. Les figures V.5 et V.6 montrent respectivement les diffractogrammes des poudres dures et tendres. Ces figures mettent en évidence les intensités des raies de diffraction en fonction des angles de diffraction. Les phases sont identifiées en utilisant le logiciel Diffract-Plus Eva. qui nous permet de noter les structures cristallines de ces différentes phases à travers leurs fiches JCPDS correspondantes.

V.1.2.1. Poudre dure :

L'Analyse par DRX révèle l'existence d'une phase majoritaire de monocarbure de tungstène WC (indiquée par le chiffre 1 sur le graphe) qui a une structure hexagonale simple selon sa fiche JCPDS N°00-025-1047.

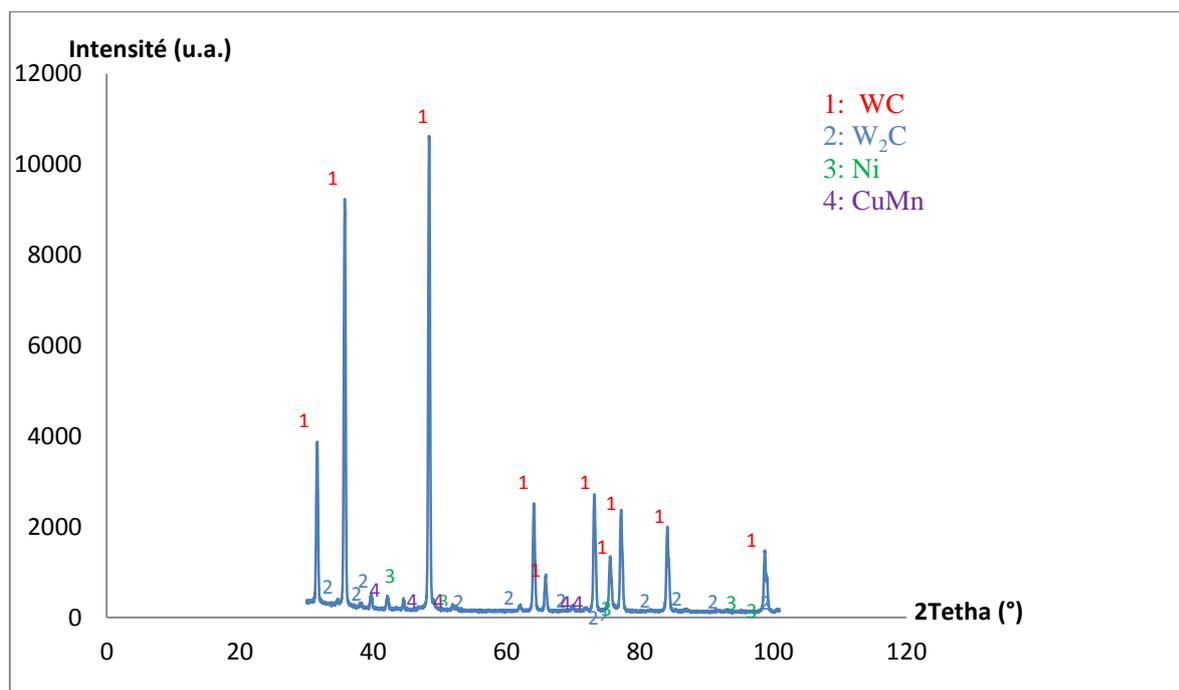


Figure V.4. Analyse de la DRX de la poudre WC dure.

Une seconde phase qui est l'hémi-carbure de tungstène W₂C a été identifiée et notée par le chiffre 2. Sa structure cristalline est hexagonale compact selon sa fiche JCPDS N° 00-035-0776

On remarque également la présence de pics de faibles intensités qui correspondent au Nickel. Cela indique la présence de ce dernier dans la poudre en infime quantité. Sa fiche JCPDS N° 00-004-0850

La présence d'un alliage Cu-Mn est également révélée et indiquée par le chiffre 3 sur le graphe. Sa fiche JCPDS N° 00-004-0824

V.1.2.2. Poudre tendre

Il apparait donc que les deux poudres (dure et tendre) sont constituées des mêmes phases. Leurs différences résident dans la composition et la répartition granulométriques.

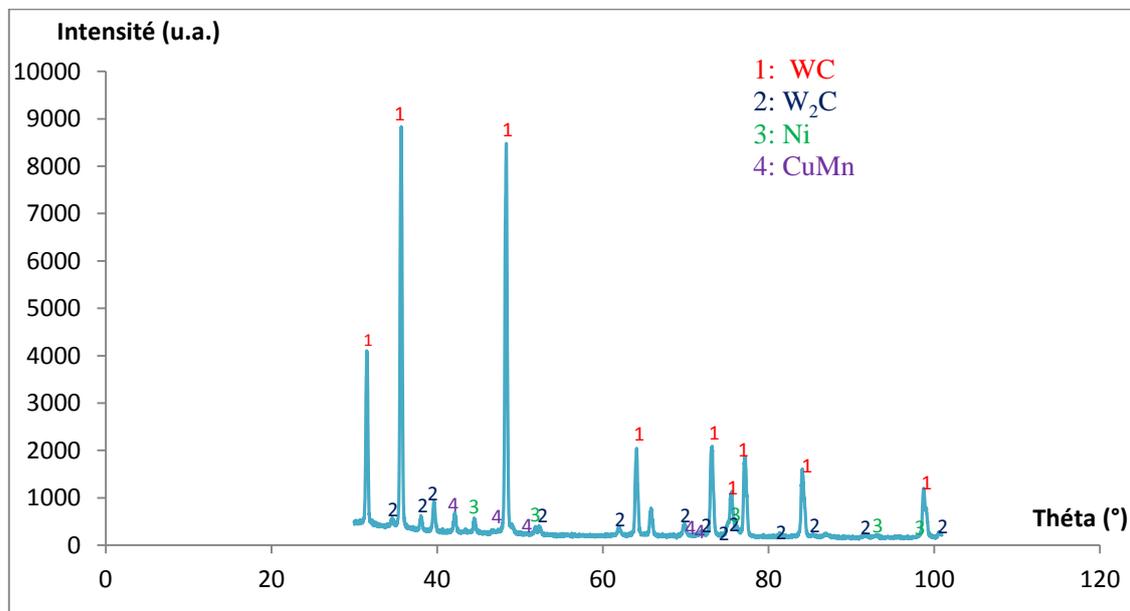


Figure V.5. Analyse de la DRX de la poudre WC tendre.

V.2. Caractérisation mécanique des échantillons

Des éprouvettes de traction et de compression ont été élaborées par infiltration dans un four à atmosphère d'hydrogène et dans un four à chambre sous air. Ces éprouvettes ont été soumises à des essais mécaniques de traction, compression et dureté.

V.2.1. Essai de compression

V.2.1.1. Eprouvette infiltrée sous hydrogène

La figure V.6 représente la courbe de variation de la contrainte en fonction de la déformation au cours de l'essai de compression. La contrainte de compression correspond au rapport de l'effort appliqué au cours de l'essai tandis que la déformation est calculée comme le rapport du déplacement à la hauteur initiale de l'échantillon.

Il est à préciser que lors de cet essai, il ne nous a pas été possible d'atteindre la rupture de l'échantillon en raison de la capacité de la machine qui ne doit pas dépasser 100kN. Cette courbe, nous a servi à calculer seulement le module d'élasticité E.

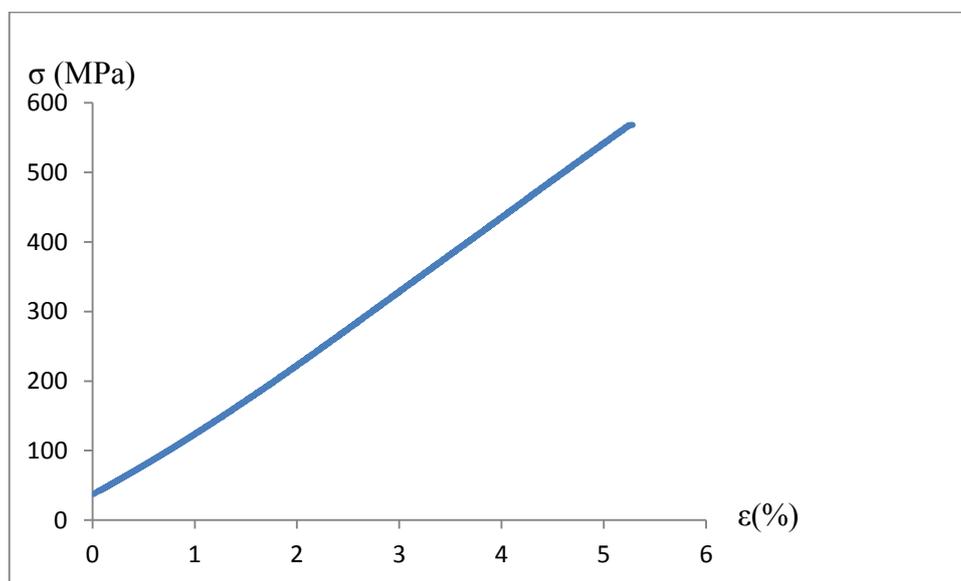


Figure V.6. Courbe de compression (σ - ϵ) de l'éprouvette infiltrée sous H₂.

Le module de Young a été déterminé comme la pente de la droite qui correspond à la partie élastique du matériau.

Pour déterminer ce module, on a eu recours à la méthode de régression linéaire qui consiste à superposer à la courbe expérimentale une droite (courbe de tendance) et ce avec un coefficient de corrélation proche de l'unité ($R^2 \approx 1$). La figure V.7 montre la droite de régression déterminée avec un coefficient de corrélation de 0,999.

L'équation de la droite est la suivante : $Y = 10528X + 14,285$

Le coefficient directeur de cette droite qui représente sa pente, correspond au module de Young qui est de : 10528 MPa.

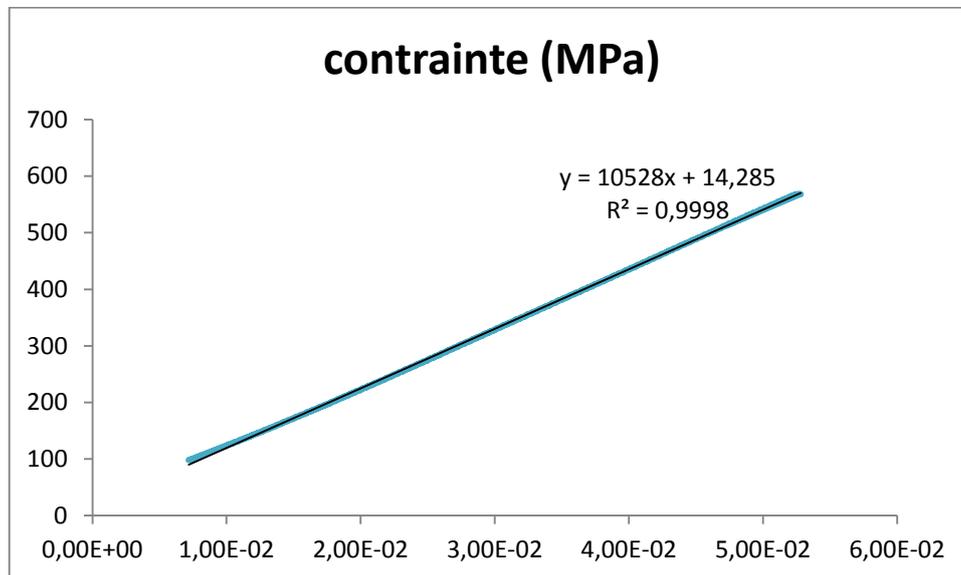


Figure V.7. Détermination du module de Young.

Pour atteindre la rupture de l'échantillon et déterminer la résistance à la rupture une machine plus performante a été utilisée. Sa capacité est de 2000kN. La contrainte de rupture obtenue est de 1052 MPa

V.2.1.2. Eprouvette infiltrée sous air

L'éprouvette infiltrée sous air est également soumise à une compression jusqu'à la rupture. Cette fois, pour atteindre la rupture, nous avons réduit la section des éprouvettes.

Cette figure représente la courbe (contrainte-déformation) de l'essai de compression effectué sur l'éprouvette qui a été infiltrée sous air. La figure V.8 donne la courbe de compression d'une éprouvette infiltrée sous air. Nous remarquons que le comportement de l'éprouvette est élasto-plastique.

En effet, le diagramme présente une partie rectiligne correspondant au comportement élastique du matériau et une partie non linéaire qui traduit une déformation plastique de l'éprouvette (figure V.8).

Cette courbe nous a permis de déterminer les caractéristiques mécaniques de l'éprouvette qui sont :

- Module d'Young : $E= 10504$ MPa.
- Limite élastique : $\sigma_e= 703.417$ MPa.
- Résistance à la rupture : $\sigma_r= 928.047$ MPa
- Déformation à rupture : $\varepsilon_r=13.4\%$

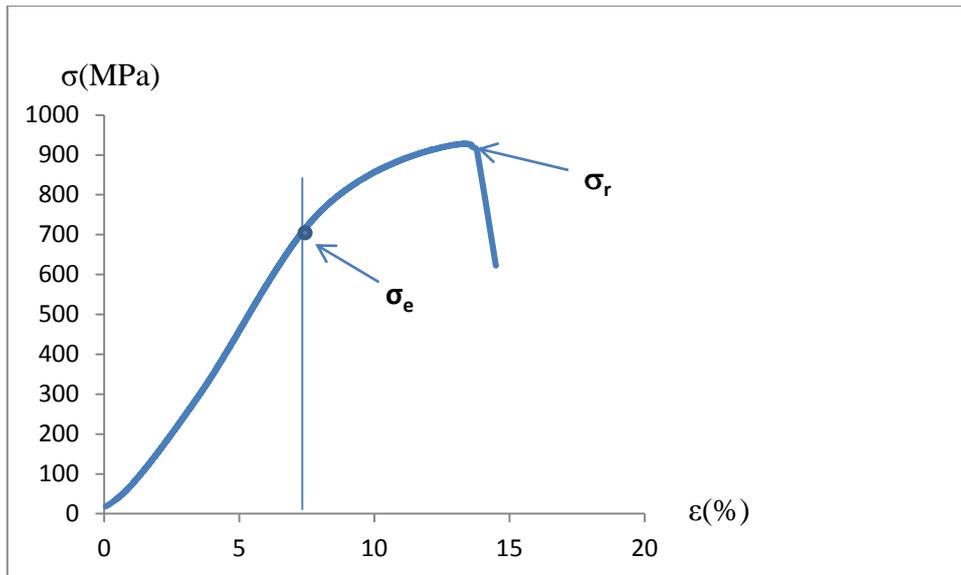
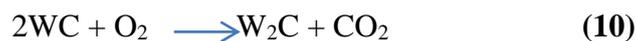


Figure V.8. Courbe de compression (σ - ε) de l'éprouvette infiltrée sous air.

On constate que le module d'Young du matériau infiltré sous hydrogène est supérieur à celui infiltré sous air. Ceci pourrait s'expliquer par l'action de l'oxygène de l'air qui oxyde non seulement les métaux contenus dans le matériau infiltré mais aussi le carbone qui quitte le matériau sous forme de monoxyde de carbone CO ou du dioxyde CO₂.

L'oxydation du carbone donne naissance à un accroissement de la quantité de l'hémicarbure W₂C qui est un composé relativement dur et fragile.

La décarburation partielle peut se dérouler selon la réaction :



L'oxydation des métaux est également possible sous l'action de l'oxygène de l'air :



V.2.2. Essai de traction

V.2.2.1. Eprouvette infiltrée sous hydrogène

La figure V.9 représente la courbe de traction (contrainte en fonction de la déformation) de l'éprouvette infiltrée sous hydrogène.

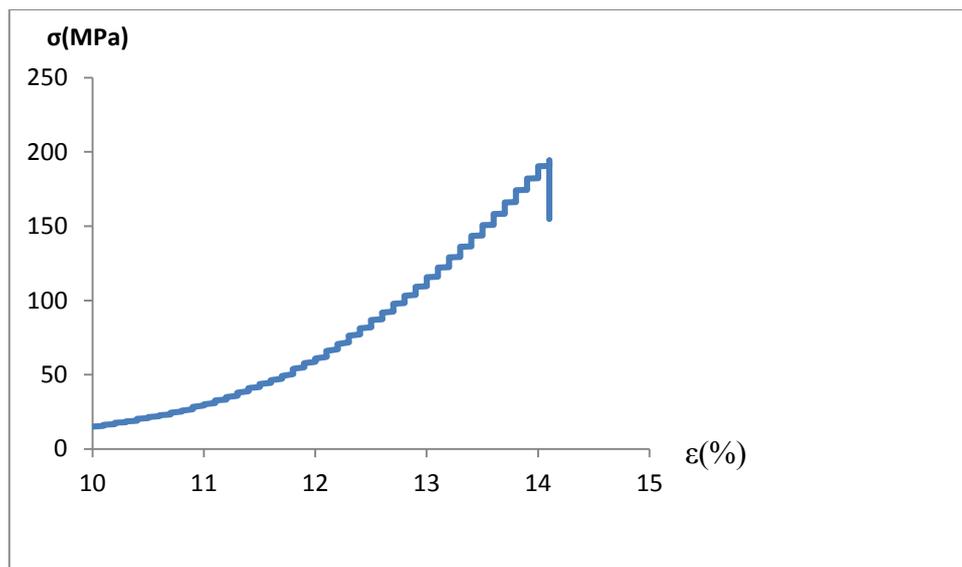


Figure V.9. Courbe de traction (σ - ϵ) de l'éprouvette infiltrée sous H₂.

V.2.2.2. Eprouvette infiltrée sous air

La figure V.10 représente la courbe de traction (contrainte en fonction de la déformation) de l'éprouvette infiltrée sous air.

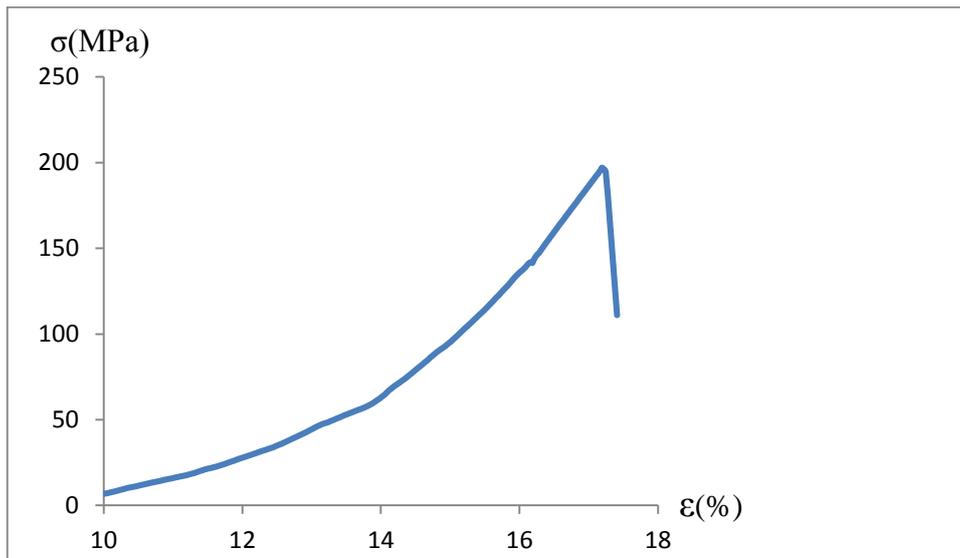


Figure V.10. Courbe de traction (σ - ϵ) de l'éprouvette infiltrée sous air.

Les caractéristiques mécaniques obtenues sont présentées dans le tableau V.3.

Tableau V.3. Caractéristiques mécaniques obtenues lors de l'essai de traction.

	σ_e (MPa)	σ_r (MPa)	E(MPa)	ϵ_{rup}
Eprouvette infiltrée sous H2	194.324	194.324	7005.7	14.1
Eprouvette infiltrée sous air	189.957	197.050	4052	17.2

Les courbes de traction du matériau infiltré sous hydrogène et sous air (fig.V9 et V.10) révèlent un comportement quasi-fragile dans les deux cas. Le matériau infiltré est composé en grande partie de carbures de tungstène (WC et W₂C) qui sont des produits durs et fragiles et de l'infiltrant qui est un alliage Cu-Mn. Il apparaît que l'influence du carbure domine dans le comportement du composite carbure- (Cu-Mn). On note une déformation à rupture des deux composites (infiltrés sous hydrogène et sous air) est relativement basse.

L'exploitation de courbes de traction nous ont permis de déduire les caractéristiques mécaniques des deux composites. Le tableau V.3 regroupe l'ensemble de ces caractéristiques qui mettent en évidence l'apport de l'atmosphère d'hydrogène lors de l'infiltration. En effet, il apparaît que les propriétés du matériau infiltré sous hydrogène sont améliorées par rapport à celle de l'infiltré sous air. On constate particulièrement une augmentation remarquable du module de Young qui passe de 4052 à 7005,7 MPa (Tableau V.3)

V.2.3. Mesure de dureté

Les échantillons élaborés sous hydrogène et sous air ont été soumis à des essais de dureté Vickers. Une valeur moyenne de la dureté a été calculée sur trois mesures effectuées sur chaque échantillon.

V.2.3.1. Echantillon infiltré sous H₂

Les valeurs de la dureté Vickers ont été calculées sur la base de la moyenne des diagonales des empreintes obtenues sous une charge de 30 kg. Les résultats sont portés dans le tableau V.4 pour l'infiltré sous hydrogène.

Tableau V.4. Dureté de l'échantillon infiltré sous H₂.

Essai	1	2	3
Diagonale de l'empreinte (µm)	0.42	0.48	0.47
Dureté (HV)	315.37	241.45	251.84

La moyenne des valeurs qu'on a obtenu lors des trois essais est : 269.55 HV

V.2.3.2. Echantillon infiltré sous air

Les résultats de dureté HV pour l'infiltré sous air sont portés dans le tableau V.5

Tableau V.5. Dureté de l'échantillon infiltré sous air.

Essai	1	2	3
Diagonale de l'empreinte (µm)	0.47	0.48	0.44
Dureté (HV)	251.84	241.46	287.36

La moyenne des valeurs qu'on a obtenu lors des trois essais est: 260.22

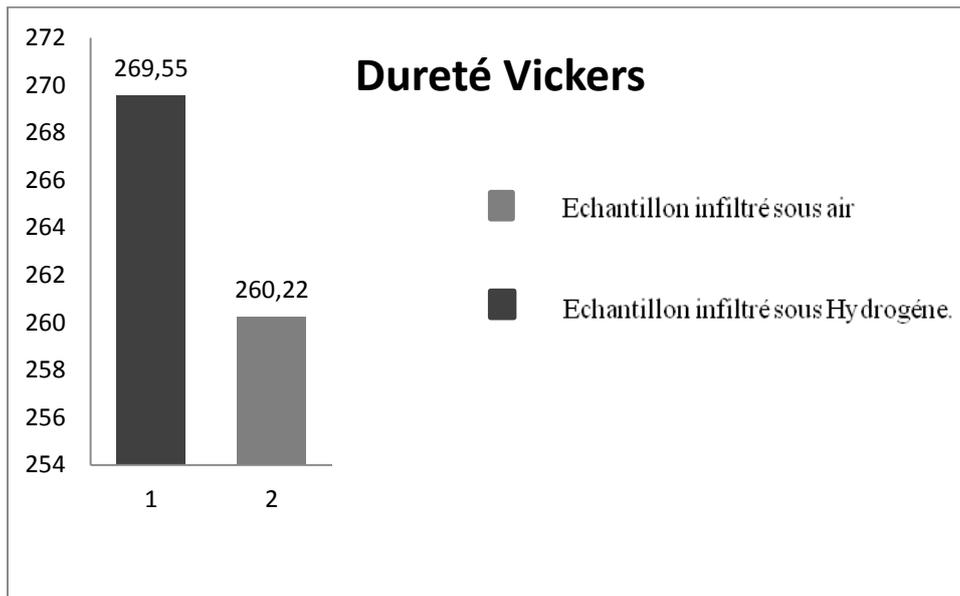


Figure V.11. Duretés des deux échantillons.

L'une des caractéristiques des carbures de tungstène, est leur grande dureté. Le WC peut atteindre une dureté de 2200 HV, et le W_2C à une dureté égale à 3000 HV.

Le métal de base W possède une dureté de 360 HV.

Les valeurs qu'on a obtenues sont intermédiaires entre celles du carbure de tungstène qui est très dur et le liant métallique qui est au contraire plus ductile.

Elles pourraient être aussi le résultat de la présence de porosité ou des oxydes.

V.3. Observations métallographiques

V.3.1. Microscopie optique

Les microstructures des matériaux infiltrés sous air et sous hydrogène, obtenues par microscope optique sont représentées sur la figure V.12.

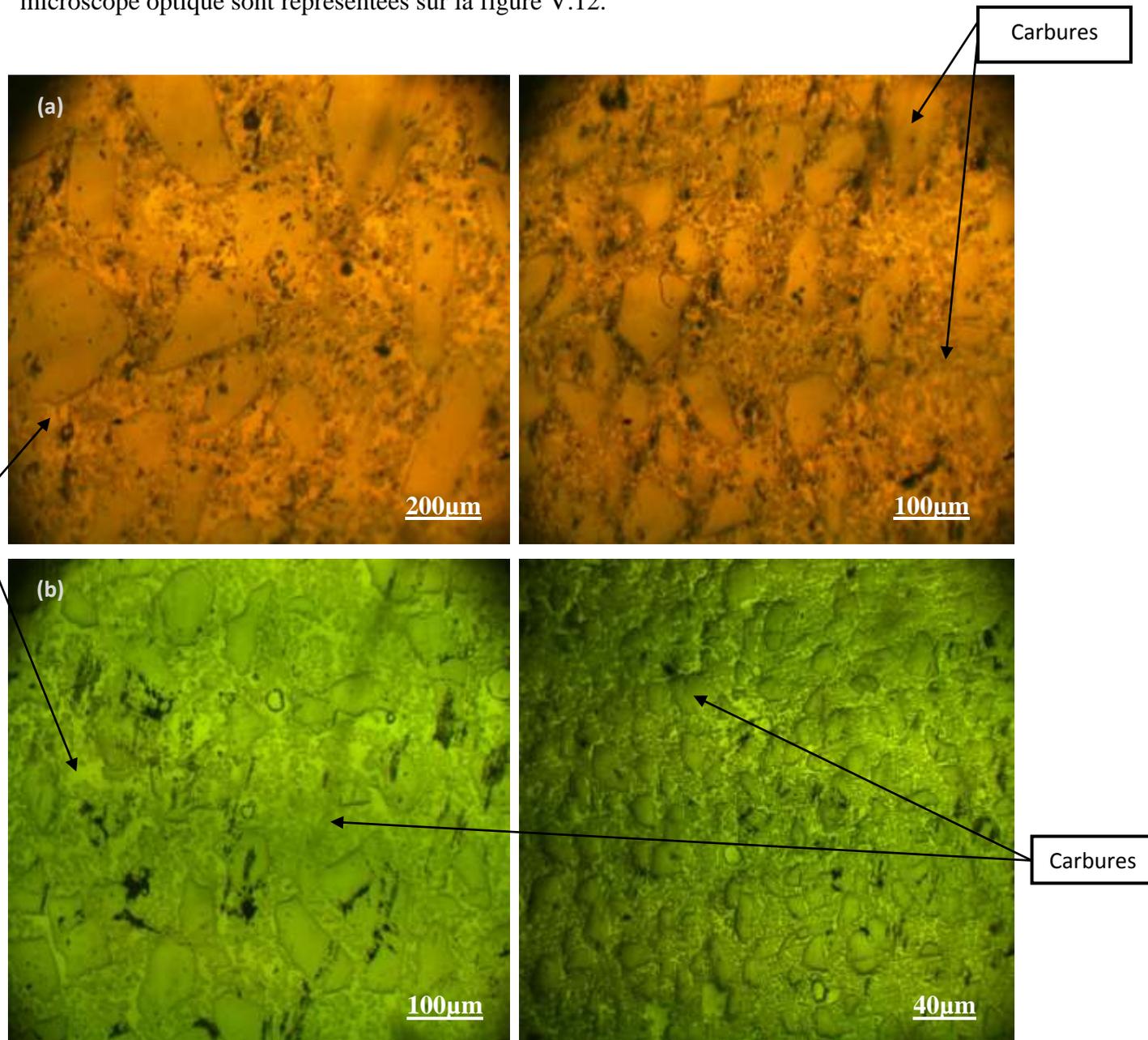


Figure V.12. Microstructures obtenues par Microscopie Optique de l'infiltré sous air (a), et celui sous H₂ (b).

Les zones claires représentent le liant, et les zones moins claires correspondent aux particules de carbures.

Les taches noires qui apparaissent sont probablement dues au feutre utilisé lors du polissage de finition. Par contre, les plus petites sont des pores qui apparaissent en plus grande quantité pour le matériau infiltré sous air.

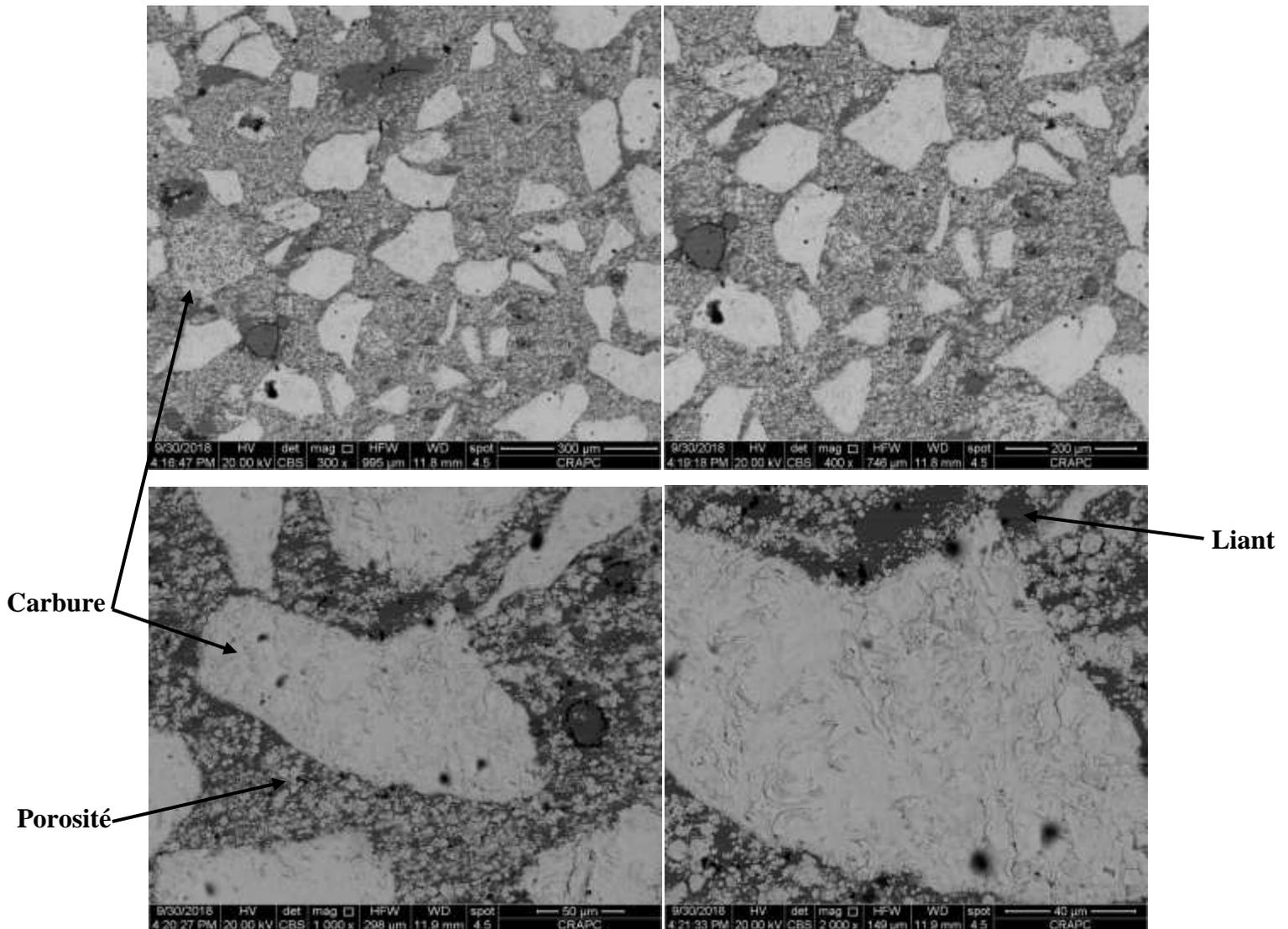
En observant les microstructures, nous remarquons que les particules des carbures ont divers aspects, les plus grosses particules ont une forme irrégulière tandis que les plus petites remplissent l'espace entre les grosses particules. Nous constatons également des ménisques de l'infiltrant qui a coulé entre les particules de carbures. Ceci est en faveur d'une bonne densité notamment pour l'infiltré sous hydrogène.

V.3.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)

V.3.2.1. Les surface des échantillons

- **Infiltré sous hydrogène**

La figure V.13 montre les micrographies du matériau infiltré sous H_2 , obtenues par MEB en électrons rétrodiffusés. Cette figure met en évidence les carbures de tungstène de deux morphologies différentes, de grosses et de fines particules. Les grosses particules qui apparaissent en clair sont de forme facettée tandis que les fines particules sont noyées dans le liant métallique qui apparait avec une couleur relativement sombre. On remarque des micro-domaines de couleur sombre, de petites tailles et qui ne renferment quasiment pas de carbures. Ces zones présentent donc une certaine inhomogénéité qui peut influencer sur les propriétés du composite.



**Figure V.13. Micrographies obtenues par MEB
Du matériau infiltré sous H₂.**

Le matériau infiltré présente également une très faible quantité de porosité, ce qui explique une bonne mouillabilité des carbures par l'infiltrant en présence d'une atmosphère d'hydrogène ayant un caractère réducteur.

La figure V.13 présente également des grandissements à 1000 et 2000 fois qui mettent bien en évidence les surfaces rugueuses des grosses particules de carbures ainsi que les interfaces Carbure-liant qui sont continus et sans porosité. Les carbures sont ainsi bien incrustés dans le liant ce qui limite leur déchaussement pendant l'opération de forage.

Sur la figure V.14 nous présentons un grandissement d'une particule de carbure à 10 000 fois. Il s'avère que le grain de carbure est en fait composé de deux phases qui apparaissent avec un contraste chimique obtenu par électrons rétrodiffusés. En effet, la micrographie montre une phase claire et une phase lamellaire dans le même grain. Le

contraste chimique nous permet d'identifier deux types de carbures : le monocarbure WC en gris et l'hémi-carbure W_2C en clair.

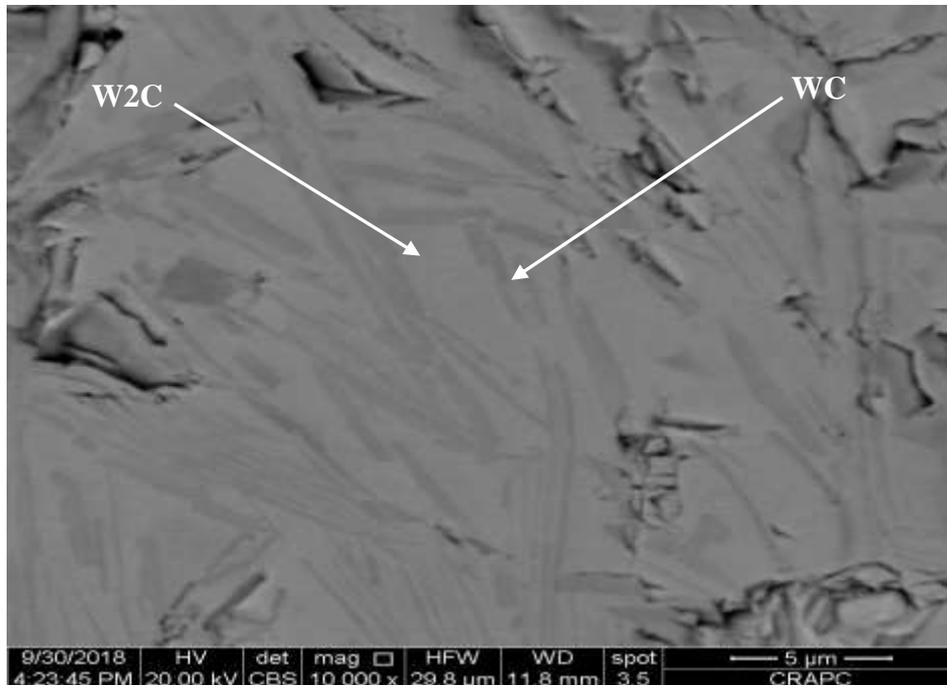
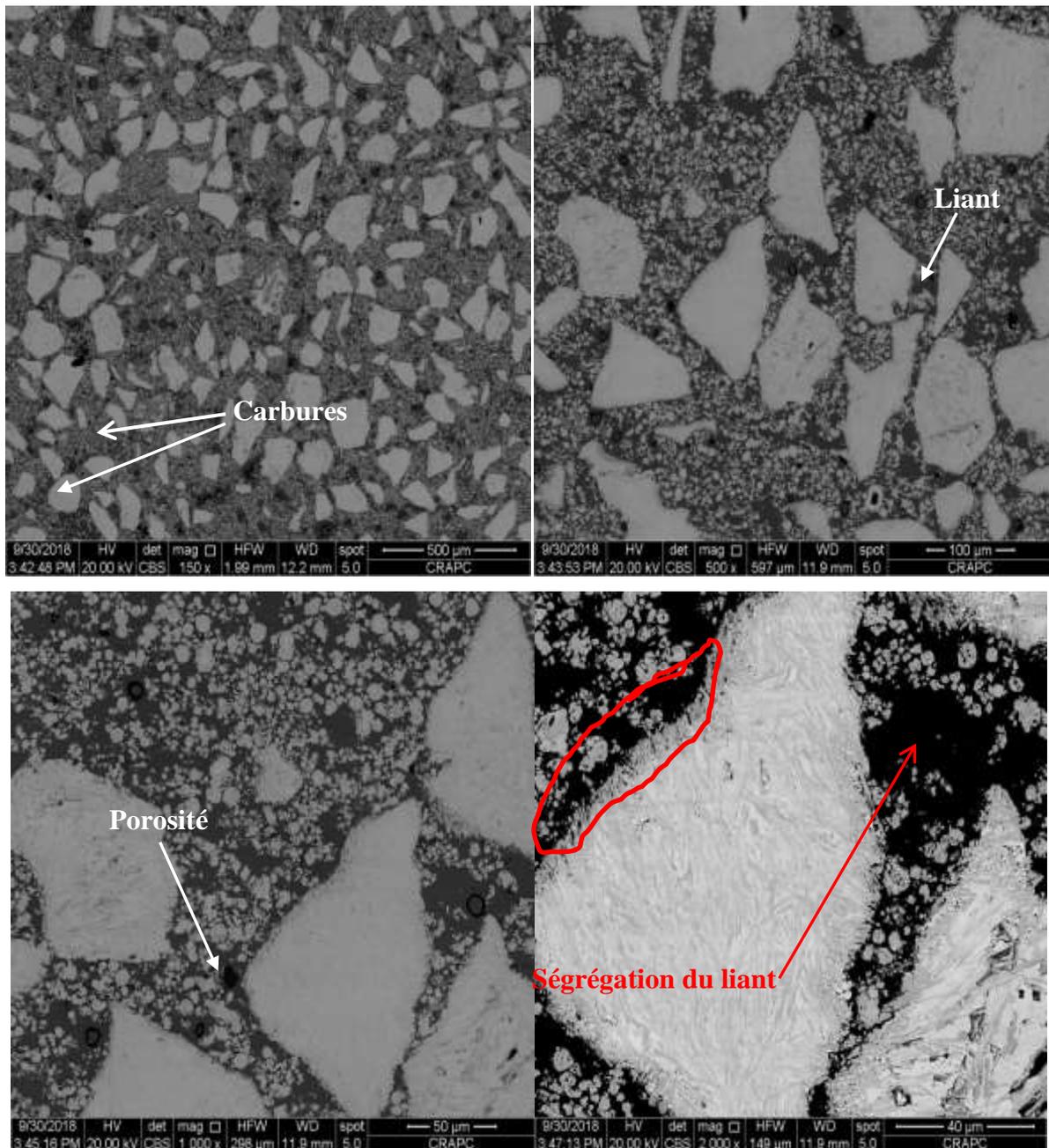


Figure V.14. Mise en évidence des carbures WC et W_2C .

- **Infiltré sous air**

La figure V.15 montre la microstructure du matériau infiltré sous air obtenue par microscopie électronique à balayage. Cette figure montre les gros carbures qui sont incrustés dans le liant à base d'alliage Cu-Mn. Les petites particules se concentrent dans les zones inter-particules grossières. Nous constatons que dans ces zones des ségrégations de liant dues à une mauvaise homogénéité et probablement à un mauvais mouillage en raison de l'atmosphère oxydante.



**Figure V.15. Micrographies obtenues par MEB
du matériau infiltré sous air**

En effet, bien que du borax, censé protéger l'infiltration et les carbures d'une oxydation, a été étalé sur le lit de poudres dans le moule, il semble qu'une légère oxydation a eu lieu. Ceci justifie la présence de plusieurs sites de ségrégation du liant, qui contiennent probablement des oxydes qui freinent le mouillage.

Des grossissements à 1000 et 2000 fois (figure V.15), mettent en évidence des agglomérats de petites particules de carbures dont les contacts carbure/carbure constitueraient

des zones de moindre résistance. De plus, il apparaît sur ces micrographies que la ségrégation du liant occupe des plages relativement larges, ce qui diminue la tenue à l'usure du composite. Nous remarquons en surface des grosses particules de carbure, une diminution de l'hémi-carbure (zone entouré en rouge) probablement par réaction d'interface (dissolution ou réaction avec l'oxygène). Ce phénomène est absent dans le composite infiltré sous hydrogène (figure V.14)

V.3.2.2. Les faciès de rupture des échantillons

Les faciès de rupture ont été examinés au microscope électronique à balayage sur des échantillons ayant subi des essais de compression. Ces observations ont été effectuées en mode d'électrons secondaires permettant une mise en évidence de tous les défauts engendrés à l'endroit de la rupture. Ces observations ont été consacrées au composite infiltré sous hydrogène et sous air.

- **Infiltré sous hydrogène**

La figure V.16 montre les micrographies du faciès de rupture du composite infiltré sous atmosphère d'hydrogène.

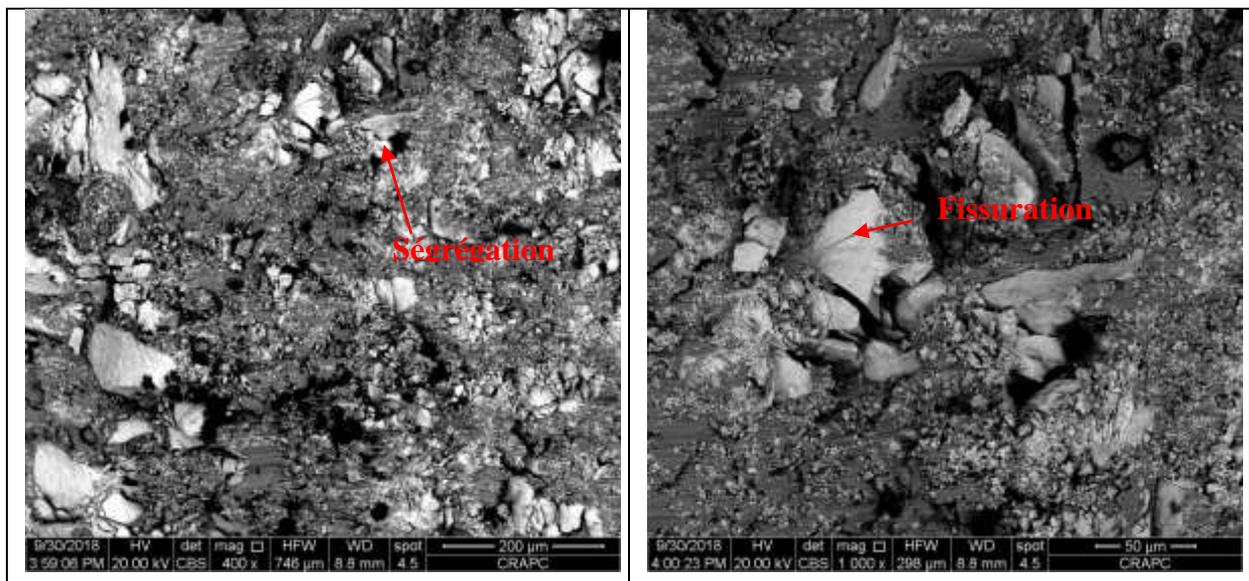


Figure V.16. Micrographies du faciès de rupture de l'infiltré sous H₂

La figure V.16 révèle une ségrégation des carbures en raison d'une inhomogénéité insuffisante du mélange de poudres de départ. Ceci constitue des zones d'initiation des fissures surtout quand elles sont mal infiltrées par le liant. Nous remarquons aussi des fissures transgranulaires qui expliquent des ruptures des gros carbures. La présence de crevasses, apparaissant en noir notamment au voisinage des carbures, justifie une mauvaise infiltration ou un décollement à l'interface carbure/liant.

Des grossissements à 2000 et 4000 fois sont obtenus afin de mettre en exergue ces défauts. La figure V.17 montre ces deux micrographies

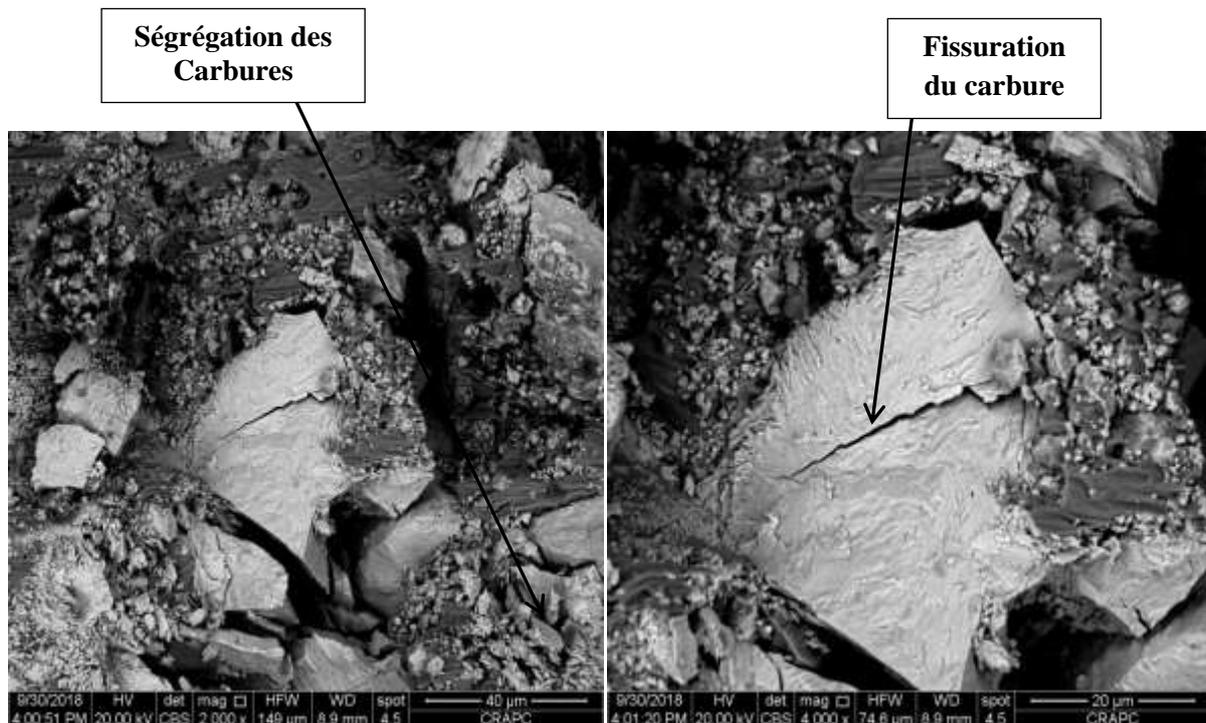


Figure V.17 Faciès de rupture de l'infiltré sous hydrogène zoomé à 2000 et 4000 fois

La figure V.18 est une observation du liant et de l'interface liant/carbure avec un grossissement de 2000 fois qui montre des bandes de cisaillement ainsi que des cavitations au niveau du liant qui est une phase relativement ductile. Par contre, le carbure montre une rupture fragile tandis que l'interface reste quasiment stable. Ainsi, le matériau infiltré conjugue le comportement fragile du carbure et le comportement ductile du liant.

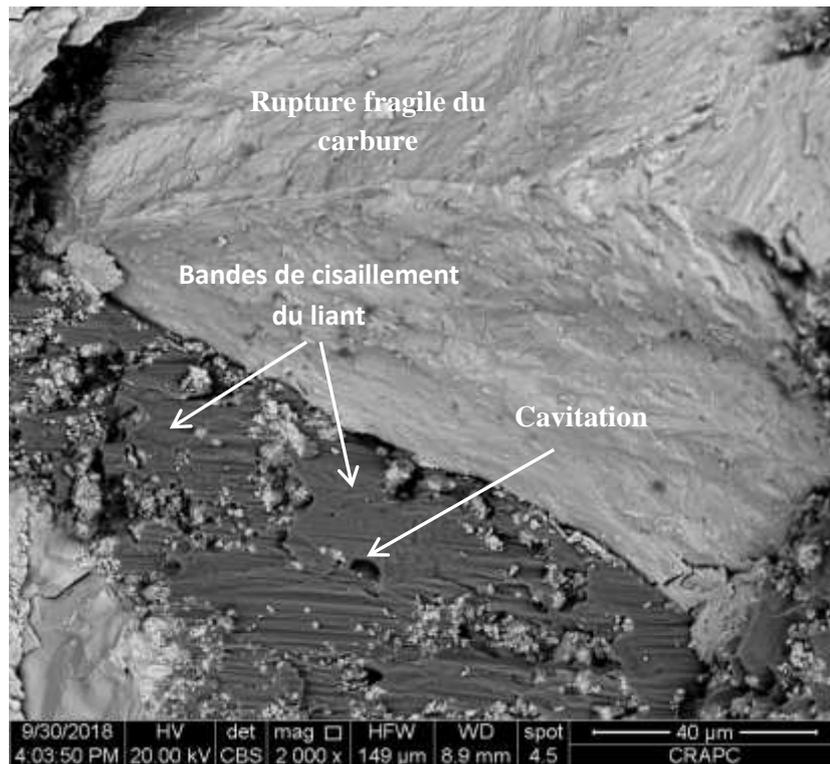


Figure V.18 Zoom de l'interface carbure/liant

- **Infiltré sous air**

La figure V.19 montre deux micrographies du matériau infiltré sous air avec des grossissements respectifs de 800 et 1000 fois. L'observation met en évidence des gros carbures très rapprochés avec des petits carbures noyés dans le liant qui apparaît en gris. La figure met en évidence le comportement fragile des carbures avec une fissuration transgranulaire.

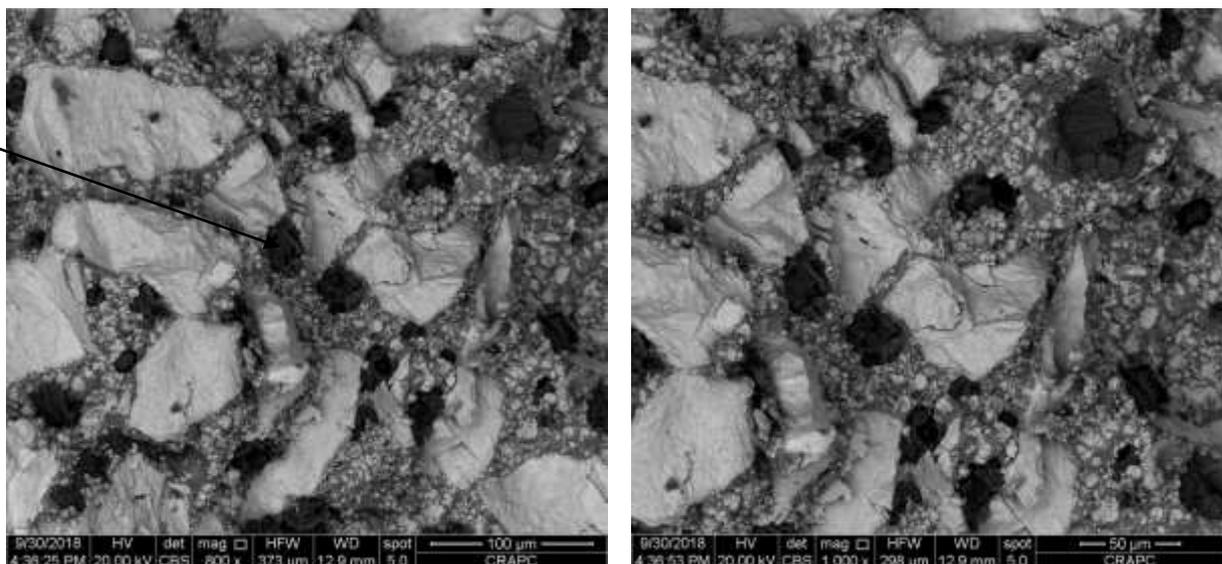


Figure V.19 Faciès de rupture de l'infiltré sous air

Sur ce faciès de rupture on observe une phase de couleur noire qui n'a pas été formée dans le matériau infiltré sous hydrogène. Cette phase représente probablement des oxydes de cuivre qui se sont formés en présence de l'oxygène de l'air malgré l'ajout de borax destiné à limiter la pénétration d'oxygène.

Cette phase serait indésirable dans le matériau infiltré car elle constituerait des plages de moindre résistance qui sont susceptibles d'initier une fissuration. On observe aussi un changement de la morphologie du carbure à l'interface ce qui est dû à une réaction d'interface avec l'atmosphère oxydante. Il apparaît que le carbure devient filamentaire du côté de l'interface ce qui facilite son arrachement ou sa rupture localisée à l'interface.

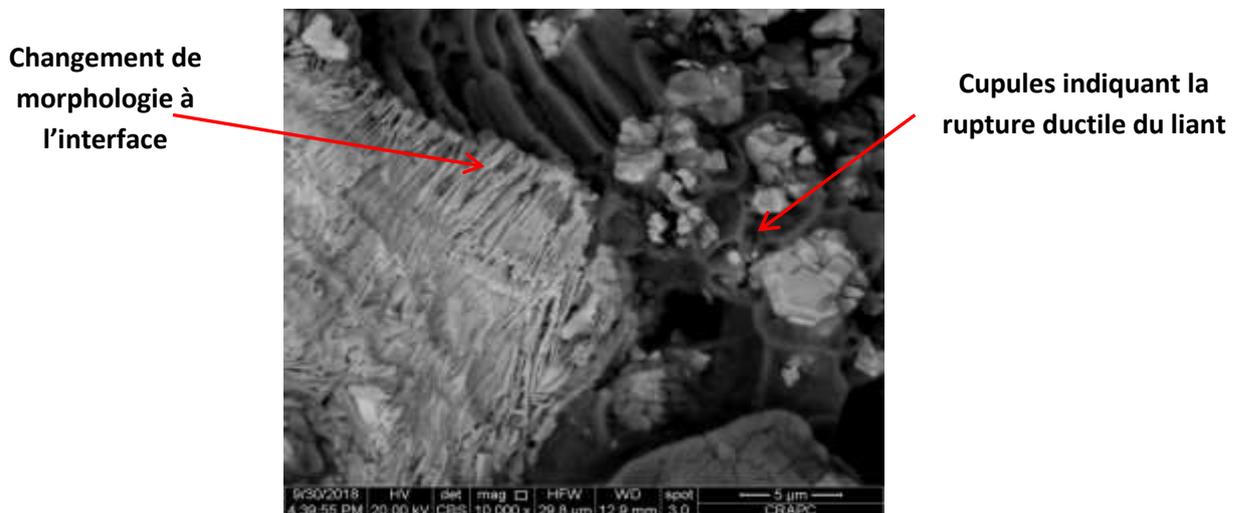


Figure V.21 Zoom (Gx 10000) de l'interface carbure/liant

Les observations du faciès ont permis de mettre en évidence l'inconvénient de l'atmosphère oxydante qui favorise la formation d'oxydes indésirable dans la structure du matériau infiltré.

Conclusion

Conclusion générale

L'objectif de notre travail était l'élaboration des échantillons à base de carbures de tungstène densifiés par un liant métallique constitué par un alliage de cuivre-manganèse.

L'analyse des poudres de départ révèlent que celles-ci sont constituées de mêmes phases, notamment le monocarbure WC et l'hemicarbure W_2C , quoique, leur composition et leur répartition granulométrique diffèrent.

Les matériaux composites élaborés par infiltration sous air et sous hydrogène présentent de bonnes propriétés mécaniques. Leurs comportements en compression et en traction sont différents. Cependant, les caractéristiques du matériau infiltré sous hydrogène sont relativement améliorées par rapport à celles de l'infiltré sous air.

Les duretés des matériaux infiltrés sont intermédiaires entre celles du carbure de tungstène qui est très dur et le liant métallique qui est au contraire plus ductile.

Les microstructures obtenues par microscopie optique révèlent que les particules des carbures ont divers aspects sur le plan morphologique et granulométrique. Ceci est favorable à une meilleure densification du matériau. Il apparaît également que la porosité est plus accrue dans le matériau infiltré sous hydrogène probablement en raison d'un mauvais mouillage lors de l'infiltration sous air.

L'observation au MEB révèle, pour l'infiltré sous H_2 , que les carbures sont bien incrustés dans le liant, et en dépit de la présence de certaines zones d'inhomogénéité, la quantité de porosité est très faible, ce qui indique que l'infiltrant a bien mouillé les carbures.

Pour l'infiltré sous air, il y a présence de phénomènes qui n'ont pas été observés dans l'infiltré sous H_2 , notamment la ségrégation du liant dans plusieurs zones et la ségrégation des carbures non mouillés en raison probablement de la présence d'oxydes.

Les observations du faciès de rupture nous ont permis de mettre en évidence la formation d'oxydes dans l'infiltré sous air ce qui influe négativement sur la densification et les propriétés mécaniques. Ainsi, on peut donc conclure que le matériau infiltré sous hydrogène présente de meilleures caractéristiques que celui de l'infiltré sous air.

Références bibliographiques

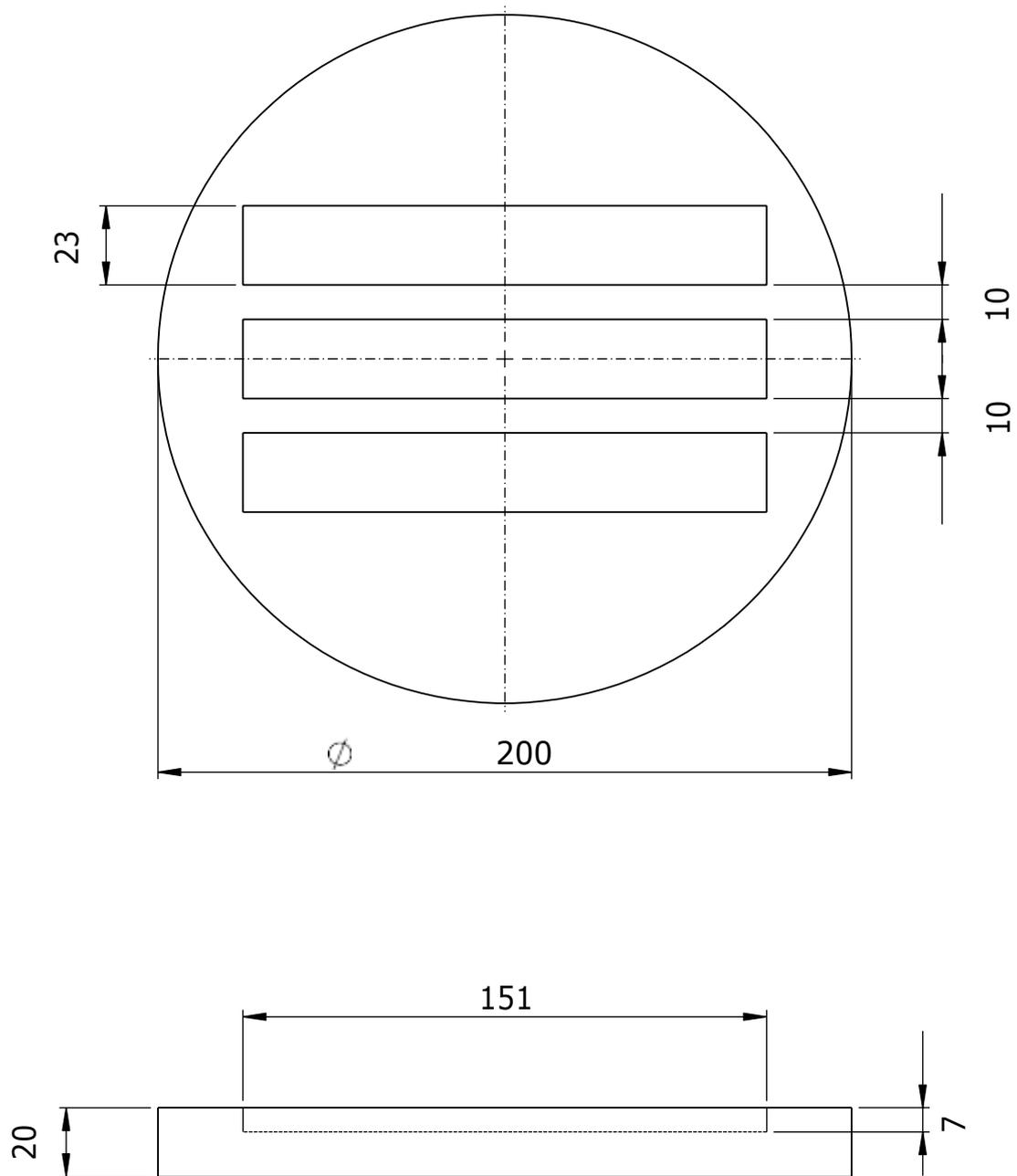
Références bibliographiques :

- [1] MEHDI METAICHE. Forage techniques et procédés. Université Bouira, Octobre 2013, P1
- [2] Energies fossiles ; Formation du pétrole :
<https://www.connaissancedesenergies.org/fiche-pedagogique/formation-du-petrole>
- [3] NGUYEN, J.P., Le forage, Editions TECHNIP, 1993.
- [4] ABDOULAYE, A. Contribution à la surveillance d'un processus de forage pétrolier, Thèse de doctorat, ParisTech-Institut de sciences et technologies, 2010.
- [5] Documentation de l'ENSP.
- [6] ENSP formation industrie-IFP training, 2006.
- [7] NACEF.A. Modélisation de la vitesse d'avancement d'un outil de forage, Mémoire magister, Université Hmed Bougera Boumerdes, faculté d'hydrocarbure et de la chimie, 2015
- [8] F.GRONDIN ; Les outils de forage, SONATRACH Division Forage, Janvier 2004.
- [9] ENSPM, Les outils de forage, Formation Industrie, 1999.
- [10] R. M. GERMAN, "Liquid Phase Sintering", Plenum press, 1985.
- [11] R. M. GERMAN, PAVAN SURI, SEONG JIN PARK, "Review: liquid phase sintering", J Mater Sci44, 2009, pp. 31–39.
- [12] D. BERNACHE-ASSOLANT, "Chimie physique du frittage", HERMES, 1993.
- [13] GAY.D : Matériaux composites. 3e édition. Paris. Hermès. 1991.
- [14] A. EVANS, C. SAN MARCHI, A. MORTENSEN, Metal Matrix Composites in Industry: An Introduction and a Survey, Kluwer Academic Publishers, 2003.
- [15] PHILIP BOCH, Propriétés et applications des céramique, matériaux pour la coupe le forage et la tribologie, p76. Mécanique et ingénierie des matériaux.
- [16] H.PASTOR : Propriétés du tungstène et de ses alliages. M570. Technique de l'ingénieur

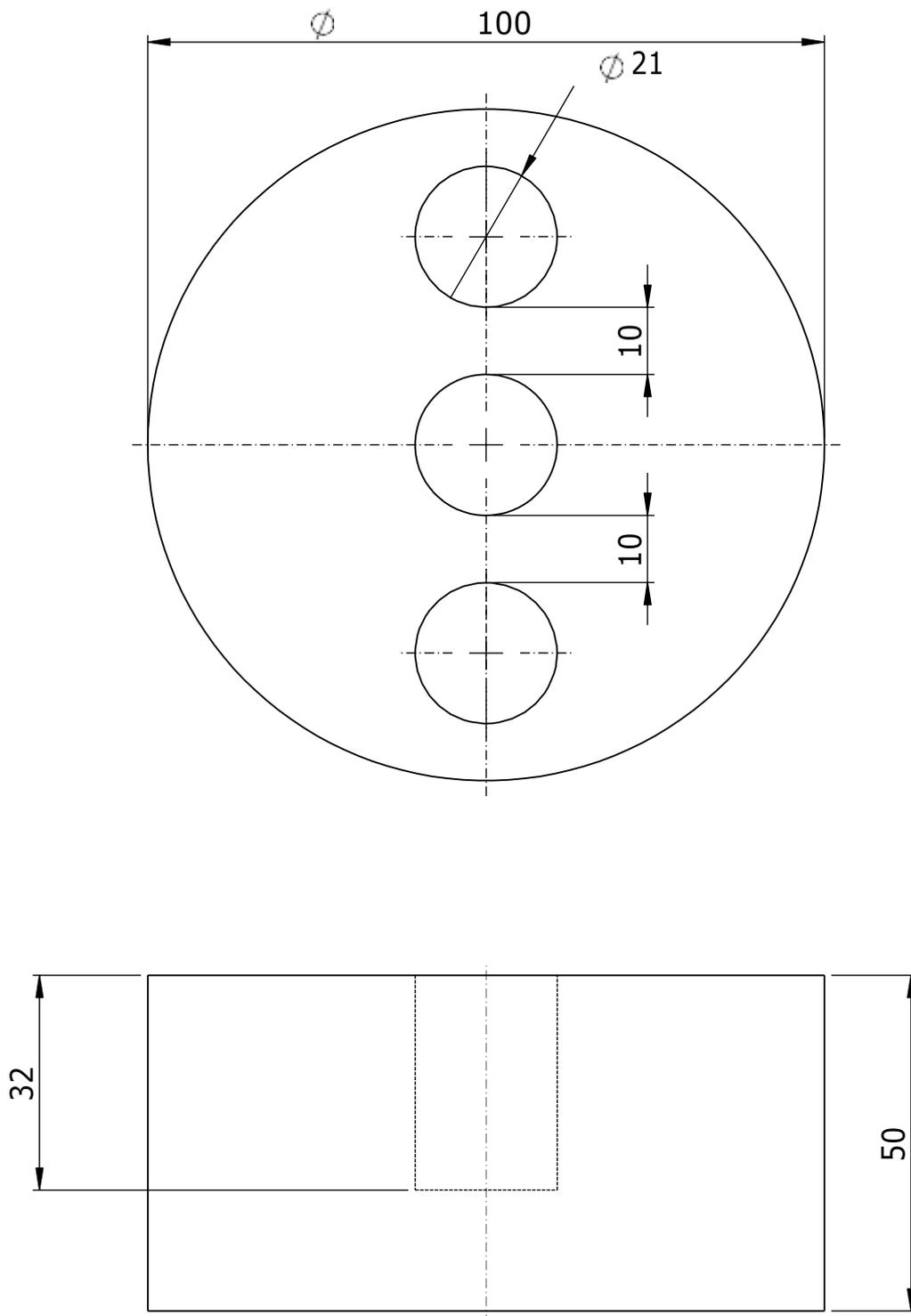
- [17] H.PASTOR ; métallurgie des poudres, fabrication et propriétés des cermets carbure de tungstène-cobalt. Prospective dans le domaine de la coupe. Matériaux et techniques. 433-443. Décembre (1984).
- [18] HENRI PASTORA, propriété du tungstène et de ses alliages, Technique de l'ingénieur, M570
- [19] Propriétés du tungstène et de ses alliages, ibid, M570, ibid, 1985.
- [20] H. OKAMOTO, "C-W (Carbon-Tungsten)," *J. Phase Equilibria Diffus.*, vol. 29, no. 6, pp. 1-2, 2008.
- [21] HENRI PASTORA, propriétés du tungstène et de ses alliages, Technique de l'ingénieur, M 570
- [22] R. SUBRAMANIAN, J.H. SCHNEIBEL : FeAl-TiC and FeAl-WC composites-melt infiltration processing, microstructure and mechanical properties. *Materials Science and Engineering A244*, pp.103-112 : 1998.
- [23] P. R. SUBRAMANIAN AND D. E. LAUGHLIN, "Copper-Tungsten," *Phase Diagrams of Binary Tungsten Alloys*. pp. 76-79, 1991
- [24] CAIN-AN QUI, ZHAN-PENG J, PEI-YUN HUANG, *Metallkunde Z*, Bd. 79 H. 11, p708-711, 1988; et Bd. 79 H.12, p767-769, 1988.
- [25] PHILIPPE POUPEAU, Diagrammes d'équilibre d'alliages binaires, techniques de l'ingénieur, M 70p1, 2005.
- [26] CH. BOUCHY, F. GOBIN, « Métallurgie, 1- Métallurgie Structurale", ARMAND COLIN 109]
- [27] Métallurgie des poudres, poudres et produits frittés, échantillonnage, NF, A95-101, édition AFNOR (tome 1), 1990. Pp63.
- [28] S.AZEM, M.NECHICHE, M.HAKKOUM : élaboration et caractérisation d'un composite céramique-métal (WC-Bronze) par la méthode d'infiltration. Laboratoire d'Elaboration, caractérisation et modélisation des matériaux (LEC2M). Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, Algérie.
- [29] C.G. GOETZEL, Infiltration, *ASTM Handbook*, VOL. 3, p266-280, 1996.

- [30] V. CONSTANTINESCU, R. ORBAN, H. COLAN, Journal de Physique IV, vol. 3, p1781-1786, 1994.
- [31] BOUTAGHOU.Z, Elaboration et caractérisation d'un matériau multi-phasé WC-W-Ni obtenu par le procédé d'infiltration spontané de poudres libres. Application : Matrice des outils de forage brasée au taillant PDC, mémoire de Magister, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene, Faculté de Génie Mécanique et de Génie des Procédés, 2011.
- [32] R. ORBAN, S. DOMSA, Metallic binder for diamond tool production using synthetic diamond, Proceedings, Euro PM 99 European conference on advances in hard materials production, Italie, 65-70, nov 1999.
- [33] D. B. ASSOLLANT, M. SOUSTELLE, C. MONTY, H. PASTOR, J.M. CHAIX : Chimiephysique du frittage. Hermes, Paris 1993.
- [34] DAMIEN GENDRON : Etude numérique et expérimentale du frittage à l'échelle du grain. Thèse de doctorat de l'université de Bordeaux I, (2001)
- [35] DIDIER BERNACHE-ASSOLLANT, JEAN-PIERRE BONNET, Frittage : aspect physico-chimiques, Partie 1 : frittage en phase solide, techniques de l'ingénieur, AF6620, 2005.
- [36] RANDALL M. GERMAN, PAVAN SURI, SEONG JIN PARK, Review: liquid phase sintering, J Mater Sci 44 : p31-39, 2009
- [37] DIDIER BERNACHE-ASSOLLANT : Frittage en phase liquide technique de l'ingénieur AF 6621
- [38] M.I. PECH-CANUL, R.N. KATZ, AND M.M. MAKHLOUF: Optimum Parameters for Wetting Silicon Carbide by Aluminum Alloys. Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 31A, 565-572, February 2000.
- [39] DIDIER BERNACHE-ASSOLLANT, JEAN-PIERRE BONNET, Frittage : aspect physico-chimiques, Partie 2 : frittage en phase liquide, techniques de l'ingénieur, AF6621, 2005.
- [40] MICHEL EUDIER. Fabrication des produits frittés. M864 Techniques de l'ingénieur, traité matériaux métalliques.

Annexes



Moule pour éprouvette de traction



Moule pour éprouvette de compression

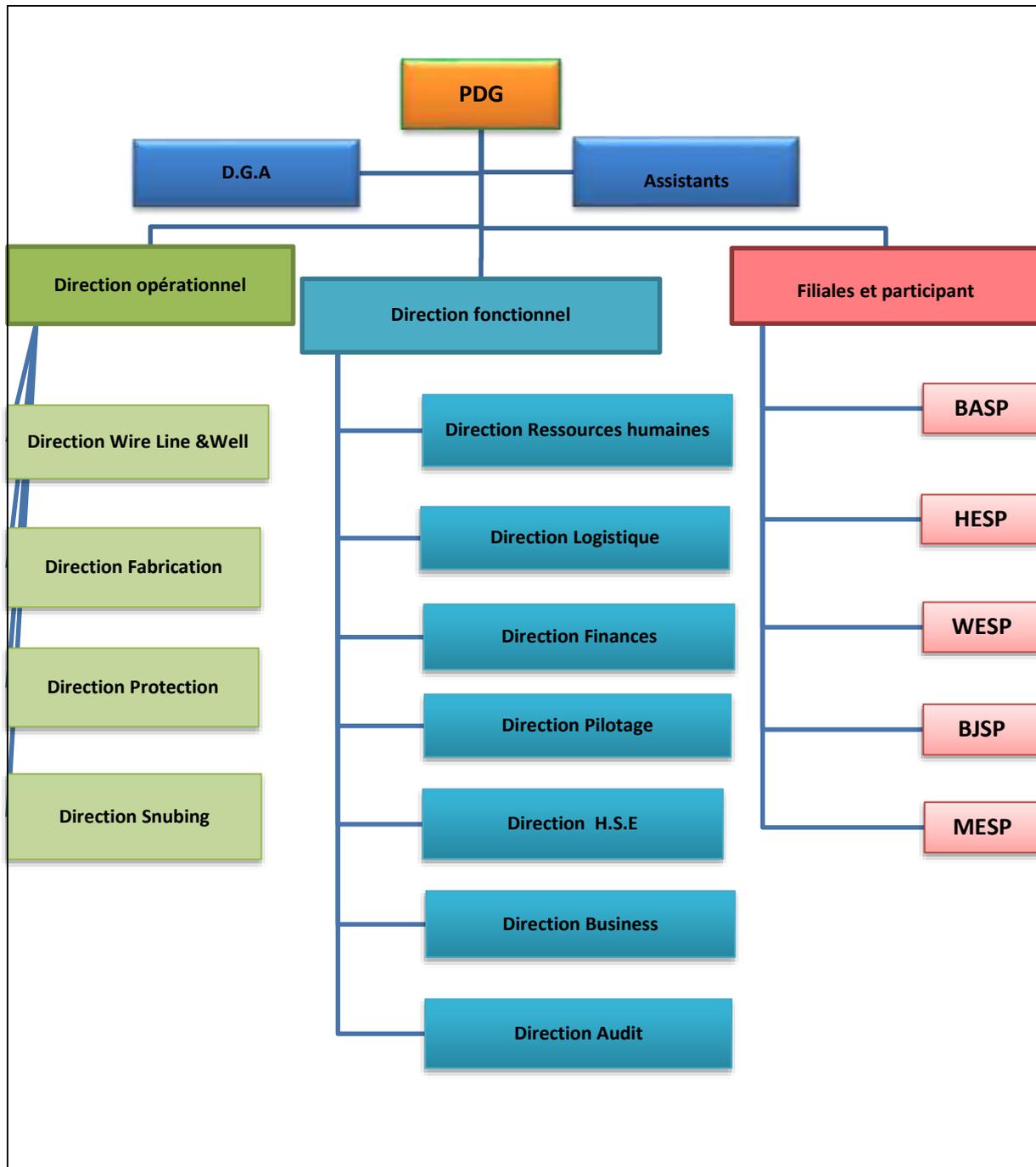
Les fiches JCPDS des constituants des poudres de base

Pattern : 00-025-1047		Radiation = 1.540600		Quality : High		
WC		2 θ	i	h	k	l
Tungsten Carbide		31.475	45	0	0	1
Unnamed mineral, syn [NR]		35.627	100	1	0	0
		48.267	100	1	0	1
		63.981	20	1	1	0
		65.703	6	0	0	2
		73.066	25	1	1	1
		75.445	14	2	0	0
		77.103	30	1	0	2
		84.018	20	2	0	1
		98.737	14	1	1	2
		108.190	10	2	1	0
		109.031	1	0	0	3
		109.716	10	2	0	2
		117.297	20	2	1	1
Lattice : Hexagonal S.G. : P-6m2 (187)		Mol. weight = 195.86 Volume [CD] = 20.76 Dx = 15.669		a = 2.90620 c = 2.83780 Z = 1		
Sample source or locality : Sample obtained from General Electric, type KB, lot no. 131412. Additional pattern : To replace 5-728. Sample source or locality : Described as a mineral from Mengyin, Shandong and Danba, Sichuan, China. Zianhong, Z., Guojie, Y., Zhaohui, L., <i>Acta Mineral. Sinica</i> , 6 344-349 (1986). Data collection flag : Ambient.						
Bind, McCarthy, G., Penn State Univ, University Park, PA, USA., ICDD Grant-in-Aid (1973) CAS Number: 12070-12-1						
Radiation : CuK α 1 Lambda : 1.54056 SS/FOM : F14= 29(0.0350,14)		Filter : Monochromator crystal d-sp : Not given				

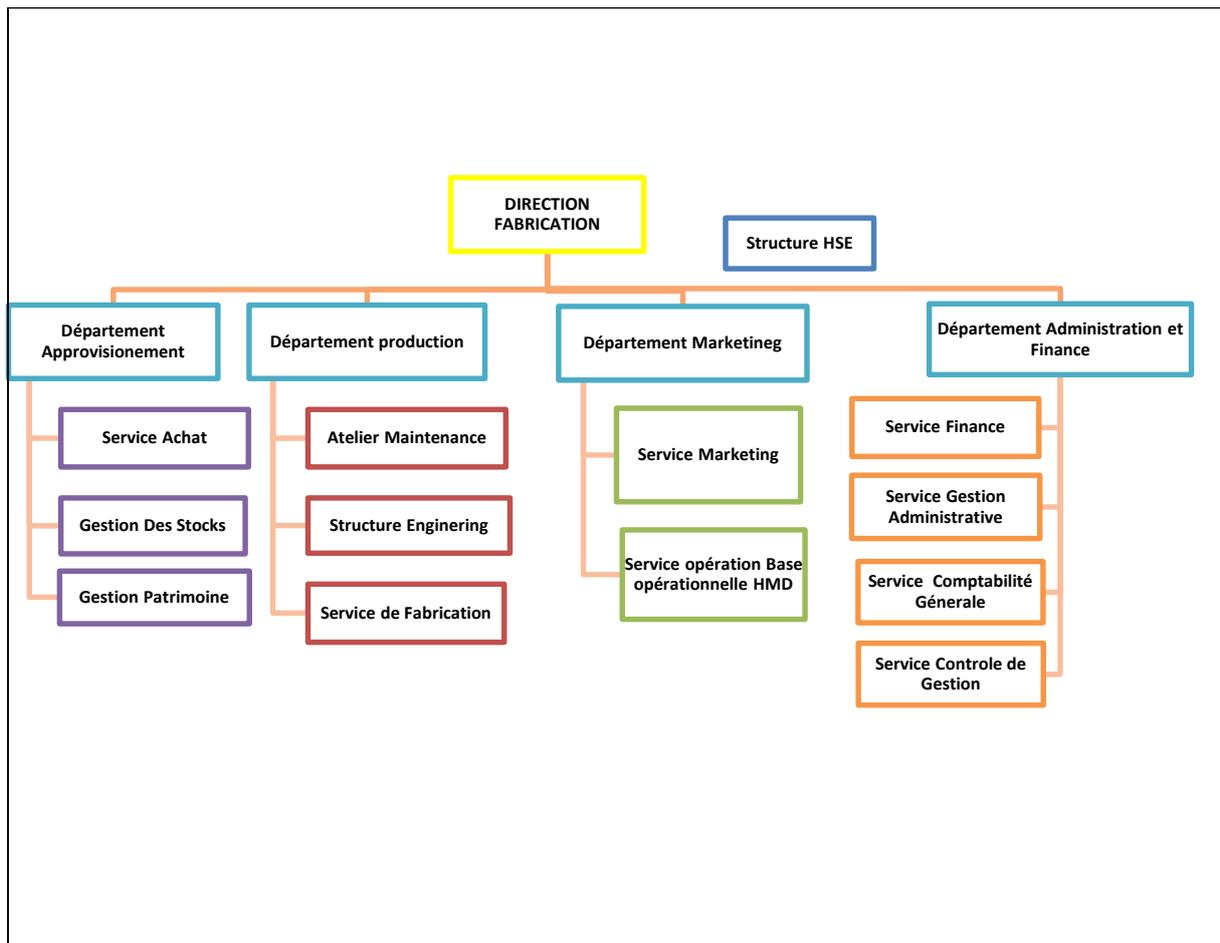
Pattern : 00-035-0776		Radiation = 1.540600		Quality : High		
α -W ₂ C		2th	l	h	k	l
Tungsten Carbide		34.524	25	1	0	0
		38.029	22	0	0	2
		39.569	100	1	0	1
		52.300	17	1	0	2
		61.861	14	1	1	0
		69.769	14	1	0	3
		72.839	2	2	0	0
		74.979	12	1	1	2
		75.984	10	2	0	1
		81.328	2	0	0	4
		85.228	3	2	0	2
		91.472	2	1	0	4
		100.511	3	2	0	3
		103.472	1	2	1	0
		106.614	5	2	1	1
		112.189	3	1	1	4
		116.452	1	2	1	2
		120.239	2	1	0	5
		123.650	1	2	0	4
		125.841	1	3	0	0
		135.299	3	2	1	3
		142.932	2	3	0	2
Lattice : Hexagonal		Mol. weight = 379.71				
S.G. : P-3m1 (164)		Volume [CD] = 36.78				
a = 2.99704		Dx = 17.144				
c = 4.72790		Z = 1				
<p>Sample source or locality: The sample was obtained from CERAC, Incorporated, Milwaukee, WI, USA.</p> <p>Temperature of data collection: The mean temperature of data collection was 23.5 C.</p> <p>Additional pattern: To replace 2-1134.</p> <p>Color: Dark gray</p> <p>Data collection flag: Ambient.</p>						
<p>Metcalfe, A., J. Inst. Met., volume 73, page 591 (1947)</p> <p>Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 21, page 128 (1984)</p> <p>CAS Number: 12070-13-2</p>						
Radiation : CuK α 1		Filter : Monochromator crystal				
Lambda : 1.54060		d-sp : Diffractometer				
SS/FOM : F22= 93(0.0085,28)		Internal standard : W				

Pattern : 00-004-0850		Radiation = 1.540600		Quality : High		
Ni		2th	i	h	k	l
Nickel		44.508	100	1	1	1
Nickel, syn		51.847	42	2	0	0
		76.372	21	2	2	0
		92.947	20	3	1	1
		98.449	7	2	2	2
		121.936	4	4	0	0
		144.679	14	3	3	1
		155.666	15	4	2	0
Lattice : Face-centered cubic		Mol. weight = 58.70				
S.G. : Fm3m (225)		Volume [CD] = 43.76				
a = 3.52380		Dx = 8.911				
	Z = 4					
<p>Color: White Sample source or locality: Sample obtained from Johnson Matthey Company, Ltd. Analysis: Spectrographic analysis show <0.01% each of Mg, Si and Ca. Temperature of data collection: Pattern taken at 26 C. Data collection flag: Ambient.</p>						
Swanson, Tatge., Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume I, page 13 (1953)						
CAS Number: 7440-02-0						
Radiation : CuKα1		Filter : Beta				
Lambda : 1.54050		d-sp : Not given				
SS/FOM : F8= 87(0.0115,8)						

Pattern : 00-004-0824		Radiation = 1.540600		Quality : Deleted		
Cu-Mn		2th	i	h	k	l
Copper Manganese		42.195	100			
		48.104	80			
		51.285	60			
		70.178	80			
		72.675	80			
Lattice : Not assigned		Mol. weight = 118.48				
S.G. : (0)						
Deleted and rejected by: Delete: see Weissmann January 31, 1954.						
Temperature of data collection: Pattern taken at 1040 C.						
General comments: Reference reports tetragonal.						
Data collection flag: Ambient.						
Pearson., Z. Phys. Chem., volume 9, page 25 (1930)						
Radiation : CrKa		Filter : Not specified				
Lambda : 2.29090		d-sp : Not given				



Organigramme de l'ENSP groupe.



Organigramme de la direction de fabrication et travaux (ex ALDIM).