

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

UNIVERSITE HADJ LAKHDAR DE BATNA
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

THESE DE DOCTORAT EN SCIENCES

Présentée à l'Université Hadj Lakhdar de Batna par

BOUTEGHMES Djamel

Pour l'obtention du grade de DOCTEUR EN SCIENCES
Option : CONSTRUCTION MECANIQUE

Thème

ETUDE DES MECANISMES DE FISSURATION DES CERMETS WC-Co

Soutenue publiquement le 05/06/2013 devant le jury composé de :

Pr. A. BELGACEM-BOUZIDA	(Pr. Université Batna)	Président du jury
Pr. N. BOUAOUADJA	(Pr. Université Sétif)	Rapporteur
Pr. K. ZIDANI	(Pr. Université Batna)	Examineur
Pr. S. BENZAADA	(Pr. Université Biskra)	Examineur
Pr. M. HAMIDOUCHE	(Pr. Université Sétif)	Examineur
Dr. R. MANAA	(M.C. Université Batna)	Examineur

Remerciements

REMERCIEMENTS

Cette thèse s'est déroulée au laboratoire « Matériaux Non Métalliques, Institut d'OMP, Université F. Abbas de Sétif et au Laboratoire « Matériaux », Département de Mécanique, Faculté de Technologie, Université H. Lakhdar, Batna.

Mes plus grands remerciements s'adressent à mon encadreur Mr. **BOUAOUADJA Nouredine**, Professeur à l'Institut d'Optique et Mécanique de Précision de l'université de Sétif. Je lui suis très reconnaissant d'avoir accepté de m'encadrer et de m'avoir conseillé lors du déroulement du travail de cette thèse. J'espère de tout cœur, pouvoir encore travailler de nombreuses années à ses côtés pour sa grande expérience.

Je remercie également et de manière sincère les membres du jury, Messieurs :

Pr. A. BELGACEM-BOUZIDA (Pr. Université Batna)

Pr. K. ZIDANI (Pr. Université Batna)

Pr. S. BENZAADA (Pr. Université Biskra)

Pr. M. HAMIDOUCHE (Pr. Université Sétif)

Dr. R. MANAA (M.C. Université Batna)

Qui ont bien voulu accepter de faire partie du jury de ma thèse.

Je tiens à remercier également Monsieur **LOUCIF Kamel**, Professeur à l'Institut d'Optique et Mécanique de Précision de l'université de Sétif, pour sa disponibilité, pour son amitié, pour son aide tout au long de ce travail.

Je suis également très reconnaissant à Monsieur **OSMANI Hocine**, Professeur à l'Institut d'Optique et Mécanique de Précision de l'université de Sétif, pour son aide et ses précieux conseils.

Je suis également très reconnaissant à Messieurs **BAHRI Hacène**, technicien au laboratoire « Matériaux » à l'Institut d'optique et mécanique de précision université de Sétif, et Monsieur **BENNAOUF Moussa**, technicien au laboratoire « matériaux » à l'Université H. Lakhdar, Batna., qui ont bien voulu m'aider à préparer les échantillons et réaliser des essais dans les meilleures conditions possibles. Je les remercie pour leur accueil au laboratoire, pour leurs aides, leurs disponibilités et leurs soutiens continuels.

Mes vifs remerciements s'adressent également à mes collègues du département de mécanique qui m'ont encouragés, et tous ceux qui m'ont apportés leur soutien.

Dédicaces

Dédicaces

À MES PARENTS

À MA FEMME ET MES DEUX FILS

HANI- AMINE ET WASSIM

Résumé

Les cermets WC-Co sont largement utilisés dans des applications nécessitant une bonne résistance à l'usure (outils de coupe, équipements miniers, forage ...). Cette qualité est le résultat de la combinaison d'une grande dureté de la phase WC et une résistance à la rupture modérée de la phase liante Co. L'endommagement des outils de coupe WC-Co commence à partir de la surface, et la technique d'indentation est un moyen approprié pour l'étude des mécanismes de résistance à la rupture de ces matériaux. Les systèmes de fissurations générées par indentation Vickers dépendent principalement de la ténacité à la rupture des matériaux. Pour les matériaux à haute ténacité, nous avons généralement un profil de fissuration «Palmqvist», tandis que pour les matériaux à faible ténacité, un profil de fissuration «médián/radial» est plus fréquent. Dans la pratique, plusieurs équations IFT ont été proposées et appliquées pour les matériaux céramiques pour évaluer la résistance à la fracture en utilisant l'indentation Vickers. Selon la littérature, seuls quelques-unes de ces équations donnent une estimation fiable de la ténacité à la rupture, ces valeurs sont comparées à celles obtenues par les méthodes conventionnelles. Dans ce travail, nous avons étudié la résistance à la rupture d'un cermet WC-6,5% Co à l'aide de la technique par indentation Vickers. Pour cela, des tests d'indentation ont été effectués en utilisant différentes charges (100-500 N). Le système de fissuration obtenu est de type «Palmqvist». Cinq formules «Palmqvist» et trois formules obtenues empiriquement par ajustement ont été sélectionnées à partir de la littérature et appliquée pour obtenir la ténacité. Les résultats montrent qu'il existe une grande dispersion des valeurs K_C (3 à 19 MPa.m^{1/2}). Certaines formules (Schetty et al. Lankford et partiellement l'équation d'Evans) donnent des valeurs acceptables par rapport aux valeurs de référence données dans la littérature et basées sur les méthodes classiques de ténacité. Les autres équations donnent des valeurs de K_C , assez différentes de la référence. Enfin à partir de ce travail, nous avons conclu que le modèle de Schetty semble être le plus approprié pour les charges appliquées, parce que les valeurs correspondantes de ténacité sont indépendantes de la charge et sont comparables à ceux obtenus par les méthodes classiques. Cela confirme également que le profil de fissuration est «Palmqvist». Les autres formules sont dépendantes de la charge. L'analyse de Weibull est introduite pour montrer comment la dispersion des paramètres $2c$ affecte la dispersion de K_C . L'étude tribologique a permis de suivre l'évolution du coefficient de frottement. Ce dernier varie selon deux périodes : la première est transitoire et caractérisée par une augmentation brusque du coefficient de frottement et la seconde est quasi-stationnaire et caractérisée par un coefficient de frottement presque régulier.

Mots clés: WC- 6,5% Co, Indentation Vickers, Interaction, Ténacité, Analyse de Weibull, Usure.

Abstract

WC-Co cermets are widely used in applications that require good wear resistance (cutting tools, mining equipments, drilling...). This good quality is the result of the combination of high hardness and moderate fracture toughness. The damage of WC-Co cutting tools begins from the surface, and indentation technique is an adequate mean for studying the fracture toughness mechanisms of these materials. The crack systems generated by Vickers indentation depends mainly on the materials fracture toughness. On materials with a high toughness values, we generally have a "Palmqvist" cracking profile, whereas on low toughness materials, a "Median/Radial" cracking system is more common. In practice, several IFT equations were proposed and applied for ceramic materials to evaluate the fracture toughness using Vickers indentation. According to literature, only few of these equations give reliable estimation of the fracture toughness if the values are compared to those obtained by conventional methods. In this work, we studied the fracture toughness of a WC-6.5%Co cermet using Vickers indentation technique. For that, indentation tests were carried out using different loads (100-500 N). The cracking system obtained is of Palmqvist type. Five Palmqvist formula and three formula obtained empirically by fitting curves were selected from literature and applied for obtaining the indentation fracture toughness. The results show that there is a large K_C values scattering (3 to 19 MPa.m^{1/2}). Some formulas (Schetty et al. Lankford and partially equation of Evans) give acceptable values in comparison to the reference values given in the literature and based on conventional fracture toughness methods. The other equations give K_C values, different enough from the reference. Finally from this work, we concluded that Schetty's model seems to be the most appropriate for the applied loads domain studied, because the corresponding fracture toughness values are load independent and are comparable to those obtained by conventional methods. This also confirms the Palmqvist cracking profile. The other formulas are load dependant. Weibull analysis is introduced to show how the $2c$ parameter scatter affects the K_C dispersion. Tribologic study allows determining the evolution of the friction coefficient which varies according to two periods: the first is transitory and is characterized by a sudden increase of the friction coefficient, while the second is quasi-stationary and is characterized by a friction coefficient nearly regular.

Key words: WC-6.5%Co, Vickers indentation, Interaction, fracture toughness, Weibull analysis.

Wear.

ملخص

وتستخدم على نطاق واسع WC المشارك سيرميت في التطبيقات التي تتطلب مقاومة جيدة للارتداء (أدوات القطع، معدات التعدين والحفر ...). هذه النوعية هو نتيجة لمزيج من صلابة عالية للمرحلة WC ومقاومة الكسر من الضرر المرحلة الموثق شركة متوسطة إلى قطع WC المشارك يبدأ من السطح، وتقنية المسافة البادئة هو وسيلة مناسبة لدراسة آليات مقاومة الكسر لهذه المواد. نظم الشقوق الناتجة عن المسافة البادئة فيركز يعتمد بشكل رئيسي على المتانة كسر المواد. للمواد مع المتانة العالية، ونحن عموماً الملف الشخصي تكسير "Palmqvist"، في حين المواد مع صلابة منخفضة، تكسير الشخصي "الوسيط / شعاعي" أكثر شيوعاً. في الممارسة العملية، تم اقتراح عدة معادلات و IFT تطبيقها على المواد الخزفية لتقييم مقاومة الكسر باستخدام المسافة البادئة فيركز. وفقاً للأدب، سوى عدد قليل من هذه المعادلات تعطي تقدير موثوق لكسر صلابة، ومقارنة هذه القيم مع تلك التي تم الحصول عليها بالطرق التقليدية. في هذا العمل، درسنا قوة الشد من شركة WC-6.5% Co cermet المسافة البادئة باستخدام تقنية فيركز. للقيام بذلك، وأجريت اختبارات المسافة البادئة باستخدام الأحمال المختلفة (100-500 N). النظام يتهاوى الحصول على نوع "Palmqvist" وقد تم اختيار خمسة الصيغ "Palmqvist" وثلاثة الصيغ التجريبية التي حصل عليها المناسب من الأدب وتقدم بطلب للحصول المتانة. فقد بينت النتائج أن هناك تشتت واسعة من القيم. (3-19 MPa.m^{1/2}) KC بعض الصيغ Schetty وآخرون. انكفورد والمعادلة جزئياً إيفانز) تعطي القيم المقبولة مقارنة مرجع القيم في الأدب يعتمد على الطرق التقليدية في مثابة. معادلات أخرى تعطي قيم كيه سي، مختلفة تماماً عن المرجع. وأخيراً، من هذه الدراسة، استنتجنا أن Schetty نموذج ويبدو أن الأنسب لتطبيق الأحمال، وذلك لأن القيم المناظرة من المتانة تكون مستقلة عن الحمل وقابلة للمقارنة مع تلك التي تم الحصول عليها بالطرق التقليدية. كما يؤكد أن نمط تكسير هو "Palmqvist" الصيغ الأخرى تعتمد على الحمل. وقدم تحليل لبيول لظهار كيف تشتتت 2c المعلمة يؤثر على تشتت KC. وقد تتبعت الدراسة tribological تطور معامل الاحتكاك. هذا يختلف وفقاً لفترتين: الأولى هي عابرة وتتميز بزيادة مفاجئة لمعامل الاحتكاك، والثاني هو شبه ثابتة وتتميز بمعامل الاحتكاك العادية تقريباً.

كلمات البحث : WC-6.5% Co شركة، فيركز المسافة البادئة، التفاعل، والمتانة، أيبول التحليل، ارتداء

TABLE DES MATIERES

TABLE DES MATIERES

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

PARTIE I : CARBURES CEMENTES WC-Co

I.1. HISTORIQUE	2
I.2. INTRODUCTION GENERALE	3
I.3. ELABORATION DES CARBURES CEMENTES WC-Co	4
I.4. STRUCTURE DES CARBURES CEMENTES WC-Co	6
I.5. PROPRIETES MECANQUES USUELLES	9
I.5.1. EFFET DE LA TAILLE DES GRAINS DE LA PHASE WC	10
I.5.2. EFFET DE LA FRACTION VOLUMIQUE DE CO	11
I.5.3. DEFORMATION PLASTIQUE DES CARBURES CEMENTES	12
I.5.4. COURBES CONTRAINTE-DEFORMATION DES CARBURES CEMENTES WC-Co	12
I.5.5. ESSAIS DE COMPRESSION	13
I.5.6. EFFET DE LA TENEUR EN COBALT A TEMPERATURE AMBIANTE	14
I.6. RAPPELS DE LA MECANIQUE LINEAIRE DE LA RUPTURE	17
I.6.1. ANALYSES DE GRIFFITH ET D'IRWIN	17
I.6.2. TENACITE DES CARBURES CEMENTES WC-Co	21
I.6.3. METHODES EXPERIMENTALES DE MESURE DU K_{IC}	22
I.6.1.2. Méthodes expérimentales de fissuration des éprouvettes S.E.N.B	24
I.7. INDENTATION VICKERS	27
I.7.1. PRINCIPE DE L'INDENTATION VICKERS	27
I.7.2. CHAMPS DE CONTRAINTE	28
I.7.3. CARACTERISTIQUES ESSENTIELLES D'UN CHAMP DE CONTRAINTE	29

TABLE DES MATIERES

I.8. TENACITE DES CERMETS WC-Co	30
I.8.1. INTRODUCTION	30
I.8.2. FORMES DES FISSURES	30
I.8.3. EXPRESSIONS DE LA TENACITE K_C	33
I.8.4. SEQUENCES DE FISSURATION	34
I.9. ANALYSE STATISTIQUE DES RESULTATS	35
I.10. NOTIONS SUR LE COMPORTEMENT A L'USURE DES CERMETS	36
I.10.1. INTRODUCTION.	36
I.10.2. PRINCIPE DE LA TRIBOLOGIE	36
I.10.3. SYSTEME TRIBOLOGIQUE	37
I.11. FROTTEMENT	38
I.11.1. LOIS EMPIRIQUES DU FROTTEMENT	38
I.11.2. ORIGINE DE FROTTEMENT	40
I.11.3. CLASSIFICATION DES PHENOMENES DE FROTTEMENT	40
I.11.3.1. Frottement sec	40
I.11.3.2. Frottement hydrodynamique	40
I.11.3.3. Frottement onctueux	40
I.12. EFFETS OBSERVABLES	41
I.12.1. RESISTANCE AU DEPLACEMENT	41
I.12.2. VIBRATIONS	41
I.12.3. TEMPERATURE	
I.13. USURE	42
I.13.1. DEFINITIONS	42
I.13.2. ORIGINE DE L'USURE	42
I.13.3. USURE ABRASIVE	43
I.13.4. USURE PAR ADHESION	44
I.13.5. USURE PAR FATIGUE (PITTING)	44
I.13.6. USURE TRIBO-CHIMIQUE	44
I.14. PARAMETRES INFLUENÇANT LA VITESSE D'USURE	44
I.15. RELATION ENTRE FROTTEMENT ET USURE	44

TABLE DES MATIERES

PARTIE II : ETUDE EXPERIMENTALE ET ESULTATS

II.1. RAPPEL DE L'OBJECTIF DU TRAVAIL	46
II.2. MATÉRIAUX UTILISÉS	46
II.3. DISPOSITIFS UTILISÉS	47
II.3.1. RODEUSE	47
II.3.2. POLISSEUSE	47
II.3.3. APPAREIL D'ANALYSE AUX RAYONS X	47
II.3.4. MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB)	47
II.3.5. MICRODUROMETRE	47
II.3.6. TRIBOMETRE	48
II.4. CARACTERISATION DES ECHANTILLONS	49
II.4.1. PREPARATION DES ECHANTILLONS	49
II.4.2. OBSERVATION PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE	49
II.4.3. ANALYSE PAR DIFFRACTION DES RAYONS X	50
II.4.4. CARACTERISTIQUES MECANIKES USUELLES	52
II.5. ESSAIS D'INDENTATION VICKERS	52
II.5.1. RESULTATS OBTENUS	52
II.5.2. EFFET DE LA CHARGE P SUR LES PARAMETRES 2a ET 2c DE L'EMPREINTE	53
II.5.3. EFFET DE LA CHARGE SUR LA DURETE HV	54
II.5.4. ESSAIS D'INDENTATION INSTRUMENTEE	55
II.6. DETERMINATION DU FACTEUR K_c EN FONCTION DE LA CHARGE PAR DIFFERENTES FORMULES	56
II.6.1. RÉSULTATS ET DISCUSSION	57
II.6.1.1. Ténacité à la rupture	57
II.7. APPROCHE STATISTIQUE DE LA TENACITE	61
II.7.1. PROCEDURE EXPERIMENTALE	61
II.7.2. RESULTATS OBTENUS	62

TABLE DES MATIERES

II.8.INTERACTIONS ENTRE FISSURES D'INDENTATION	64
II.8.1. RESULTATS OBTENUS ET DISCUSSIONS	65
II.8.1.1. ORIENTATION SOMMET-SOMMET	65
II.8.1.2. ORIENTATION COTÉ-COTÉ	68
II.8.1.3. ORIENTATION SOMMET-COTÉ	71
II.9. ESSAIS D'USURE	74
II.9.1. PROCEDURE EXPERIMENTALE	74
II.9.2. RESULTATS OBTENUS ET DISCUSSIONS	75
CONCLUSION	
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	

LISTE DES FIGURES

PARTIE I : CARBURES CEMENTES WC-Co.

Figure 1.1 : Schéma de la microstructure de WC-(Co,Ti,Ni). Les contrastes entre les différentes phases sur la figure correspondent à ceux observés en microscopie électronique à balayage.....	7
Figure 1.2 : Représentation schématique de l'imbrication des deux squelettes continus de carbures (phase γ et phase β) dans le cas TiCN-Mo-Co (sans WC).....	7
Figure 1.3 : Structure cristalline d'un carbure cubique et celle de carbone formant chacun un sous réseau de structure CFC.....	8
Figure 1.4 : Variation du module de Young en fonction de la taille des grains de WC dans un alliage WC-10%wt Co.....	9
Figure 1.5 : Variation du module de Young en fonction de la teneur en Co (20 μm de taille de grains de WC).....	10
Figure 1.6 : Variation des courbes contrainte-déformation de WC-10%wt Co déformé en compression en fonction de la taille des grains de WC	10
Figure 1.7 : Variation des courbes contrainte-déformation de WC-Co déformé en compression en fonction de la teneur en Co (taille des grains de WC 20 μm)	11
Figure 1.8 : Variation des caractéristiques mécaniques des cermets WC-Co en fonction de Co avec $D_{WC} = 1.6 \mu\text{m}$	12
Figure 1.9 : Courbes contrainte-déformation de WC-Co déformé en traction.	13
Figure 1.10 : Courbes contrainte-déformation de WC-Co déformé en compression.....	13
Figure 1.11 : Variation de la résilience et de la dureté en fonction de la teneur en cobalt.....	15
Figure 1.12 : Variation des contraintes σ_f , σ_y et de la flèche f en fonction de la teneur en cobalt.....	16

LISTE DES FIGURES

Figure 1.13 : Fissure elliptique dans une plaque infinie soumise à des contraintes de traction	18
Figure 1.14 : Les différents modes de rupture.....	19
Figure 1.15 : Schématisation des contraintes appliquées à un élément volumique au voisinage du front de fissure, b) illustration de la dépendance de σ_R à la taille des défauts pour les matériaux fragiles	21
Figure 1.16 : Epreuve S.E.N.B.....	22
Figure 1.17 : Géométries des éprouvettes C.T. et D.C.B.....	23
Figure 1.18 : Epreuve D.T.....	24
Figure 1.19 : Epreuves à entailles chevron	24
Figure 1.20 : Configuration "Short Rod"	24
Figure 1.21 : Variation de la ténacité avec $\sqrt{\rho}$ d'après A. IOST	25
Figure 1.22 : Types de fissurations engendrées par :..... a) un indenteur sphérique (fissuration Hertzienne) b) un indenteur pointu (fissuration Vickers)	27
Figure 1.23 : Empreintes laissées par les trois types d'indenteurs pointus.....	28
Figure 1.24 : Trajectoires et contours des contraintes principales..... a) Trajectoire en surface b) Trajectoires en profondeur	29
Figure 1.25 : Fissures obtenues par indentation Vickers	30
Figure 1.26 : Fissures obtenues par indentation instrumenté	31
Figure 1.27 : Fissures sous indentation : (a) de type Median ou Half-penny (type M) (b) de type Palmqvist (type P).....	31
Figure 1.28 : Fissures observées par Lube en utilisant la méthode de décoration.	32
Figure 1.29 : Vues schématiques d'une empreinte Vickers et de la fissure associée Montrant une zone neutre située juste sous l'empreinte	33

LISTE DES FIGURES

Figure 1.30: Développement d'une fissure Vickers sous une charge croissante P et après déchargement.....	35
Figure 1.31 : Les composants d'un système tribologique.....	37
Figure 1.32 : Circuit tribologique : les divers flux de matière dans un contact.....	37
Figure 1.33 : La variation du coefficient de frottement μ avec la force normale d'un glissement sec d'un acier sur de l'aluminium dans l'air	39
Figure 1.34 : La variation du coefficient de frottement μ avec l'aire de d'un contact apparente glissement sec d'un bois sur une surface en acier.....	39
Figure 1.35 : Courbe d'enregistrement du coefficient de frottement μ en fonction de la distance de glissement L. Essai de frottement alterné pion – plaque 316L/316L (acier inoxydable).....	41
Figure 1.36 : Illustration schématique des différents modes de déplacement de la matière en abrasion pour un rayage par une protubérance dure (a) microsillon de labourage ;(b) microcoupe ;(c) microfractures.....	44
 PARTIE II : ETUDE EXPERIMENTALE ET RESULTATS.	
Figure 2.1 : Photographie du microduromètre Zwick Roell utilisé	48
Figure 2.2 : Tribomètre de type TE91.....	49
Figure 2.3 : Micrographies obtenues par MEB sur le cermet WC- 6.5%Co. Montrant une vue générale (a, x3000) avec la répartition des deux principales phases (WC et Co) et une vue détaillée (b, x8000) montrant la forme anguleuse des grains WC.....	50
Figure 2.4 : diagramme de diffraction des rayons X de l'échantillon WC-6.5%Co.	51
Figure 2.5 : Micrographie prise sur un vermet WC-6%Co montrant l'empreinte Vickers et les fissures radiales initiées à partir des sommets.....	52
Figure 2.6 : Micrographies montrant les empreintes Vickers et Les fissures radiales correspondantes.....	53

LISTE DES FIGURES

Figure 2.7 : Empreinte Vickers réalisée sur WC-6.5% Co (P = 500 N) montrant l'émergence de deux écailles non encore détachées (x120).	53
Figure 2.8 : Variation de 2a et 2c en fonction de la charge appliquée.....	54
Figure 2.9 : Variation de HV en fonction de la charge P.....	55
Figure 2.10 : Variation de la force en fonction de la profondeur pour P=500 N	56
Figure 2.11 : Les types de profils de fissures formées par indentation Vickers...	57
Figure 2.12 : Valeurs de K_C données par les différentes formules pour WC-6,5% Co	60
Figure 2.13 : Variation des valeurs P_i par rapport à K_C obtenue par l'équation de Schetty et de Lankford dans le cas de WC-6,5% Co.....	63
Figure 2.14 : Droites de Weibull.....	64
Figure 2.15 : Types d'orientation des empreintes.....	65
Figure 2.16 : Interaction entre fissures radiales avec orientation.....	66
Figure 2.17 : Variation de 2c en fonction de la distance d.....	68
Figure 2.18 : Variation de θ en fonction de la distance d.....	68
Figure 2.19 : Empreintes et fissures radiales dans l'orientation cotée-coté.....	69
Figure 2.20 : variation de 2c en fonction de d.....	70
Figure 2.21 : Variation de θ en fonction de la distance d.....	71
Figure 2.22 : Orientation sommet-coté, P = 500N.....	72
Figure 2.23 : Variation de 2c en fonction de la distance d.....	73
Figure 2.24 : Variation de θ en fonction de la distance d.....	74
Figure 2.25 : Evolution du coefficient de frottement en fonction du temps pour différentes forces normales et vitesses de glissement.....	76
Figure 2.26 : Variation du coefficient de frottement en fonction de la force normale pour différentes vitesses de glissement.....	77
Figure 2.27 : Variation du coefficient de frottement en fonction de la vitesse de glissement pour différentes forces normales.....	77

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES TABLEAUX

PARTIE I : CARBURES CEMENTES WC-Co

Tableau I. 1 : Caractéristiques des éprouvettes entaillées et non entaillées.....	15
Tableau I. 2 : Modèles utilisés pour le calcul de la ténacité par indentation Vickers.....	34

PARTIE II : ETUDE EXPERIMENTALE ET RESULTATS

Tableau II.1 : Conditions d'élaboration du cermet WC-6,5%Co	46
Tableau II.2 : Caractéristiques mécaniques du cermet WC-6,5% Co obtenues en flexion 4 points.....	52
Tableau II.3 : Valeurs des longueurs 2a et 2c en fonction de la charge.....	54
Tableau II.4 : Variation de HV en fonction de la charge P.....	55
Tableau II.5 : Equations de calcul de la ténacité à partir des systèmes de fissuration.....	59
Tableau II.6 : Valeurs de K_{IC} rapportées dans la littérature et servant de référence.....	59
Tableau II.7 : Valeurs de 2c et θ mesurées en fonction de d.....	67
Tableau II.8 : valeurs de 2c et θ obtenue dans le cas de la position coté-coté.....	70
Tableau II.9 : Valeurs de 2c et θ mesurées en fonction des distances d.....	73

PARTIE I : CARBURES CEMENTES WC-Co

1.1 - HISTORIQUE

1.2 - INTRODUCTION GENERALE

1.3 - ELABORATION DES CARBURES CEMENTES WC-Co

1.4. STRUCTURE DES CARBURES CEMENTES WC-Co

1.5. PROPRIETES MECANIQUES USUELLES

I.5.1. Effet de la taille des grains de la phase WC

I.5.2. Effet de la fraction volumique de Co

I.5.3. Déformation plastique des carbures cémentés WC-Co

I.5.4. Courbes contrainte-déformation des carbures cémentés WC-Co

I.5.5. Essais de compression.

I.5.6. Effet de la teneur en cobalt à température ambiante.

1.6. RAPPELS DE LA MECANIQUE LINEAIRE DE LA RUPTURE

I.6.1. Analyses de Griffith et d'Irwin

I.6.2 Ténacité des carbures cémentés WC-CO

I.6.3. Méthodes expérimentales de mesure du K_{IC}

1.7. INDENTATION VICKERS

I.7.1. Principe de l'indentation Vickers

I.7.2. Champs de contraintes

I.7.3. Caractéristiques essentielles du champ de contraintes

1.8. TENACITE DES CERMETS WC-Co

I.8.1. Introduction

I.8.2. Formes des fissures

I.8.3. Expressions de la ténacité K_C .

I.8.4. Séquences de fissuration

1.9. ANALYSE STATISTIQUE DES RESULTATS

I.10. NOTIONS SUR LE COMPORTEMENT A L'USURE DES CERMETS**I.10.1. Introduction.****I.10.2. Principe de la tribologie****I.10.3. Système tribologique****I.11. FROTTEMENT****I.11.1. Lois empiriques du frottement****I.11.2. Origine de frottement****I.11.3. Classification des phénomènes de frottement****I.12. EFFETS OBSERVABLES****I.12.1. RESISTANCE AU DEPLACEMENT****I.12.2. Vibrations****I.12.3. Température****I.13. USURE****I.13.1. Définition****I.13.2. Origine de l'usure****I.13.3. Usure abrasive****I.13.4. Usure adhésive****I.13.5. Usure par fatigue (pitting)****I.13.6. Usure tribo-chimique****I.14. PARAMETRES INFLUENCANT LA VITESSE D'USURE****I.15. RELATION ENTRE FROTTEMENT ET USURE**

PARTIE I : CARBURES CEMENTES WC-Co**I.1 - HISTORIQUE :**

Les termes utilisés pour nommer les matériaux pour outils de coupe sont nombreux et diverses nomenclatures coexistent. La terminologie "carbure cimenté" est apparue avec les premiers outils de coupe en carbure de tungstène. En général, ce terme est réservé pour les nuances pures de WC-Co exclusivement (sans présence d'autres carbures).

Le mot "cermet" provient quant à lui de la combinaison des mots "céramique" et "métal".

En définissant une céramique comme un matériau isolant, on comprend l'usage de l'expression utilisée pour d'autres carbures de métaux de transition, à part le tungstène qui est moins bon conducteur que le carbure de tungstène. Ainsi, les carbures cimentés, sont regroupés sous la nomenclature "métaux durs".

Vers la fin du XIX^{ème} siècle, alors que les aciers rapides sont utilisés pour les applications de coupe, les premiers métaux durs apparaissent. Il s'agit de carbures de métaux de transition, difficiles à élaborer à cause de leur température de fusion très élevée (env. 3050°K pour le WC). Il faut attendre 1922 pour que Schröder [1] découvre que l'adjonction de certains métaux comme le cobalt, le fer ou le nickel abaissent la température de frittage de ces matériaux tout en augmentant leur ténacité.

Le cobalt s'avère être celui qui confère à ces matériaux la meilleure ténacité pour une dureté donnée. Ainsi, en 1927, la firme Fred Krupp A. G. met sur le marché sous le nom de "Widia" ("wie Diamant") le premier carbure cimenté utilisé pour des applications de coupe. Des nuances relativement proches de la nuance originale WC - 6% Co en poids sont encore commercialisées aujourd'hui.

Dès leur apparition, les carbures cimentés supplantent les aciers rapides pour l'usinage de la fonte et de l'aluminium, mais ne parviennent pas à s'imposer pour le travail de l'acier, à cause de la grande solubilité du WC dans l'acier qui crée une importante usure. Des ajouts de nouveaux carbures (TiC, TaC, NbC) entrent alors dans la composition des carbures cimentés afin d'améliorer la résistance à l'usure des outils de coupe.

La résistance à l'usure chimique et physique des carbures cimentés reste néanmoins limitée. Actuellement, la ténacité élevée ainsi que la résistance importante aux chocs thermiques et mécaniques désignent les carbures cimentés comme les outils d'ébauche idéaux. Toutefois, leur faible résistance à la déformation à haute température empêche une augmentation significative des vitesses de coupe. Les outils à base de carbure de titane supportent mieux de telles sollicitations, mais présentent une fragilité importante. Ils sont ainsi plutôt utilisés comme outils de finition pour la coupe à haute vitesse. Dans le but d'obtenir un seul outil pour l'ébauche et la finition, des outils de coupe avec un cœur résistant à la déformation et

une zone de surface plus tenace sont utilisés afin d'éviter la création de fissures. Dans cette optique, de nouveaux matériaux à gradient de composition ayant la structure et les propriétés mécaniques des métaux durs sont introduits sur le marché des outils de coupe [2].

I.2 - INTRODUCTION GENERALE :

Les outils en métal dur, essentiellement destinés à l'usinage des métaux, sont également utilisés dans d'autres secteurs comme l'industrie minière, celle du bois ou celle du papier. Le marché mondial de l'outillage en métaux durs est ainsi immense. L'usinage des métaux concerne de nombreux secteurs comme l'industrie automobile, le domaine spatial ou l'aéronautique. Pour économiser du temps et donc de l'argent, on cherche à augmenter les vitesses de coupe et les épaisseurs enlevées à chaque passage, sans pour autant nuire à la précision ou à l'état de surface. Les enjeux financiers considérables guident ainsi la recherche vers de nouveaux outils de coupe plus performants afin de supporter des conditions de coupe plus sévères. En vue de satisfaire ces exigences, un outil de coupe doit être tenace pour résister aux chocs rencontrés lors de l'usinage, il ne doit pas se déformer plastiquement et sa déformation élastique doit être minimale afin de garantir une bonne précision de coupe. Il doit être dur pour résister à l'usure et doit supporter les hautes températures atteintes durant les opérations de coupe. Malheureusement, ces propriétés ne vont en général pas de pair, et l'amélioration de l'une d'entre elles se fait au détriment des autres. L'association de ces qualités au sein d'un seul matériau est ainsi difficile à obtenir, d'où l'utilisation de matériaux composites tels que les carbures cémentés.

Les matériaux pour outils de coupe sont ainsi formés d'une partie réfractaire, qui assure la bonne tenue à haute température et la bonne résistance à la déformation, et d'une partie métallique liante qui confère à l'outil sa ténacité. Les composites utilisés pour les outils de coupe peuvent être regroupés dans la classe des métaux durs. Les carbures cémentés présentent une dureté et une ténacité qui leur permettent une large plage d'utilisation. Toutefois, leur résistance à la déformation médiocre à haute température les oriente plutôt vers des applications d'ébauches. Les cermets présentent une meilleure résistance à la déformation à haute température que les carbures cémentés, mais leur ténacité reste plus faible. Ces matériaux sont ainsi surtout utilisés dans des applications d'usinage de finition, où les vitesses de coupe sont élevées et les chocs mécaniques faibles.

Les carbures cémentés "WC-Co" sont des matériaux durs. Ils sont très utilisés dans les industries d'usinage, de forage..., car ils présentent de bonnes propriétés mécaniques à froid et à chaud. Depuis leurs découvertes en 1921, ces matériaux ont fait l'objet d'un nombre de travaux dont la plupart sont réalisés à température ambiante, ainsi les propriétés mécaniques usuelles (module d'élasticité, contrainte à la rupture, dureté...) et la ténacité (K_{IC}) sont bien connues, ainsi que leurs variations avec la teneur en cobalt. Ces propriétés mécaniques ont

étés corrélées aux paramètres microstructuraux et un certain nombre de modèles ont été proposés pour expliquer les mécanismes de rupture.

Il existe une classification internationale des outils de coupe (Norme ISO R 513) qui définit les types d'utilisation des outils. La composition chimique, toute seule, ne peut prédire les performances d'une nuance de coupe car les propriétés peuvent être modifiées de façon notable par des facteurs tels que la microstructure, la porosité, la taille moyenne des grains de carbure et la fraction de liant.

Le but de ce travail est d'étudier le comportement mécanique de la nuance WC-6.5%Co. On détermine d'une part les différentes propriétés mécaniques usuelles et d'autre part la ténacité. Il sera question de mettre en évidence le choix de l'un des nombreux modèles de ténacité qui existent actuellement. Enfin, on termine le présent travail par une étude statistique de la ténacité par indentation Vickers et des tests d'usure abrasive.

I.3 - ELABORATION DES CARBURES CEMENTES WC-Co :

Les carbures cémentés ainsi que les cermets sont élaborés selon un processus classique de métallurgie des poudres. Les constituants de base sont introduits sous forme de poudres fines (de l'ordre du micron) et le tungstène sous forme de carbure WC ou de carbure W_2C (selon le taux de C souhaité) et le cobalt ou le nickel sous forme de liant métallique. Ces constituants sont mélangés et broyés, puis compactés par pressage, enfin densifiés par un frittage à des températures généralement comprises entre 1500 et 1600°C sous vide ou sous atmosphère d'un gaz neutre (frittage). Il est possible de fritter sous atmosphère d'azote pour permettre une nitruration supplémentaire.

Pendant le frittage, les grains les plus fins de WC sont mis en solution dans le liant métallique. Les premiers échanges se font par diffusion en phase solide. L'existence d'un eutectique entre le cobalt et les carbures permet de former une phase liquide. Dans le cas d'un carbure de tungstène, la température de l'eutectique est de 1670°C pour le cobalt [3]. La présence d'une phase liquide accélère les échanges et permet d'obtenir un équilibre entre les phases en présence.

A) Masse volumique : La masse volumique est la propriété qui caractérise le mieux la qualité du produit fritté. Les caractéristiques mécaniques augmentent généralement avec la masse volumique. Cette dernière croît avec la température de frittage pour des pressions élevées. La masse volumique croît aussi avec la finesse des poudres et avec la durée de frittage.

B) Refroidissement : Au cours du refroidissement, il semble que les carbures dissous précipitent sur les grains qui subsistent. Il ne se forme pas de nouveaux germes. Selon certains auteurs, il semble que la vitesse de refroidissement semble avoir une action sur la composition et la structure de la phase liante, mais qui n'est pas encore bien comprise jusqu'à présent [3].

C) Influence de l'environnement sur le frittage : Nous indiquons seulement l'influence des facteurs temps, température et atmosphère de frittage :

-Influence de la durée de frittage : Le frittage en présence d'une phase liquide est un processus rapide. L'augmentation de la durée de frittage, ne fait que conduire à un grossissement de grains qui est généralement néfaste aux propriétés mécaniques. Il faut donc respecter les consignes de frittage. Il a été observé [4], que la taille moyenne des grains WC augmente avec la durée de frittage.

-Influence de la température de frittage : La température de frittage doit évidemment être supérieure à la température de l'eutectique (1280°C). Mais elle ne doit pas être trop élevée, sous peine de favoriser certaines réactions créatrices de produits gazeux, donc de pores ou une perte de métal cobalt par vaporisation.

Les pores dans les produits frittés sont des vides résiduels qui ne sont pas éliminés durant le frittage. Il y a plusieurs causes de la porosité :

- * Teneur en carbone basse.
- * Inhomogénéité du produit (Mélange insuffisant ou densité irrégulière de la poudre).
- * Gaz emmagasinés.
- * Impuretés.

La porosité dans les carbures cimentés produit des vides, des fentes ou des fissures. Pour assurer la fermeture de ces pores, on utilise généralement un mélange de billes en cire de paraffine (0,5% en poids) dans la poudre de carbure. La taille moyenne des grains de paraffine est environ de 0,15 mm. Après pré-frittage et frittage, la porosité peut atteindre dans certains cas environ 8 à 9% en volume [4].

-Influence de l'atmosphère de frittage : L'un des problèmes du frittage des carbures cimentés est de préserver la composition de l'alliage et particulièrement sa teneur en carbone. Une chute de la teneur en carbone entraîne une baisse de la résistance mécanique [5].

D- Frittage sous pression : Ce procédé consiste à réaliser simultanément les deux étapes de la métallurgie des poudres : compression et frittage. Il conduit à des produits sans porosités

(ou ayant une porosité très limitée) présentant ainsi d'excellentes caractéristiques mécaniques. Mais il est peu utilisé en raison de sa complexité technique. On obtient également une amélioration des produits frittés par matriçage après frittage, ou par des cycles alternés de compression et de frittage successifs [6].

E-Traitements ultérieurs : Les pièces frittées subissent parfois un calibrage à froid par compression si les tolérances demandées sont très sévères (quelques centièmes de millimètres). Ces dernières peuvent être soumises à des traitements anticorrosifs. On peut d'ailleurs employer la plupart des procédés de revêtements et de protection contre la corrosion. On peut également réaliser une oxydation par vapeur d'eau vers 550°C, qui peut aboutir à un colmatage total des pores superficiels, rendant ainsi les pièces étanches à la pénétration des fluides jusqu'à des pressions très élevées.

F- Propriétés des produits frittés : Les propriétés des produits frittés dépendent des principaux facteurs suivants :

- Nature chimique et caractéristiques de la poudre (formes des particules, granulométrie).
- Pression de compactage (compression).
- Température et durée de frittage.
- Décomposition de l'atmosphère lors du frittage.

I.4. STRUCTURE DES CARBURES CEMENTES WC-Co :

Les matériaux biphasés WC-Co sont morphologiquement constitués d'une phase dure de carbure de tungstène WC de structure hexagonale et d'une phase molle métallique liante de Co de structure CFC. Le Co a une structure hexagonale compacte à température ambiante et passe à la structure CFC vers 405°C [7].

Trois phases principales sont présentées dans les métaux durs (figure 1.1):

- la phase α composée de grains monophasés de carbure de tungstène;
- la phase β (ou phase métallique liante) principalement composée de cobalt et/ou de nickel additionné de molybdène, titane et/ou tungstène provenant de la dissolution des grains de carbure et de carbonitride;
- la phase γ (ou phase cubique) qui regroupe tous les grains de carbure et carbonitride à base de titane. Ces grains, contrairement à ceux de WC, sont biphasés; ils présentent chacun une structure cœur-coquille.

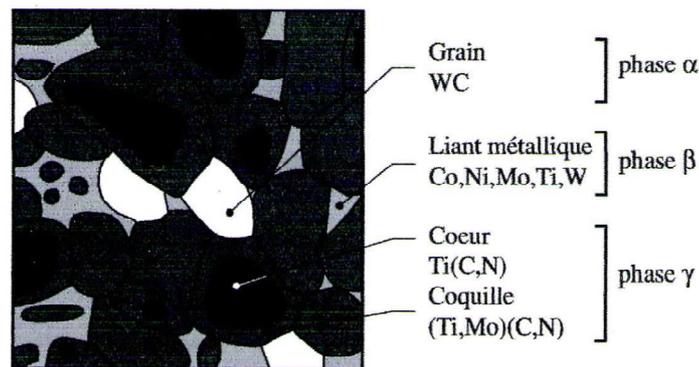


Figure 1.1 : Schéma de la microstructure WC-(Co, Ti, Ni...). Les contrastes entre les différentes phases sur la figure correspondent à ceux observés en microscopie électronique à balayage.

Les phases α et γ forment le squelette carbure-carbonitride du matériau alors que la phase β compose le squelette métallique. Ces deux squelettes sont continus et imbriqués l'un dans l'autre (Figure 1.2). Suivant le type de métaux durs, l'une ou l'autre des phases α ou γ peut être absente.

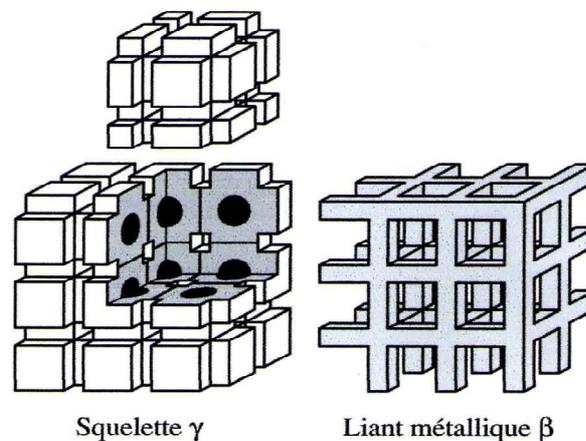


Figure 1.2 : Représentation schématique de l'imbrication des deux squelettes continus carbure (phase γ) et métallique (phase β) dans le cas TiC-N-Mo-Co (sans WC).

a) Le carbure de tungstène, phase α : La phase α est l'une des deux phases dures que l'on rencontre dans les métaux durs. La structure cristalline du WC est hexagonale simple avec empilement de plans de W et de C alternativement selon la direction [001] dans la position de la structure compacte (figure 1-3a). Celle-ci donne aux monocristaux de WC leur forme caractéristique facettée (figure 1-3b). Les grains de carbure de tungstène apparaissent ainsi de forme triangulaire ou rectangulaire lors d'observations en microscopie à balayage.

Pendant le frittage, un phénomène de dissolution-reprécipitation des grains de carbure de tungstène est observé, conduisant à la croissance des plus gros grains et à la disparition des plus petits [8]. La croissance des grains peut être limitée par addition de chrome ou de vanadium [9] sous forme de carbure alors qu'elle est favorisée par la présence de TiN [10].

Durant le frittage, les grains de WC entrent en contact entre eux et avec les grains de carbonitride de titane (si ceux-ci sont présents) pour former le squelette carbure/carbonitride. Une légère perte de WC est observée au cours du frittage à cause de dissolution du tungstène dans le liant métallique et à la diffusion du carbone sous forme de CO ou de CO₂ dans l'atmosphère de frittage. Toutefois, la solubilité des autres métaux en présence est très faible dans le WC qui reste stœchiométrique à l'issue du frittage.

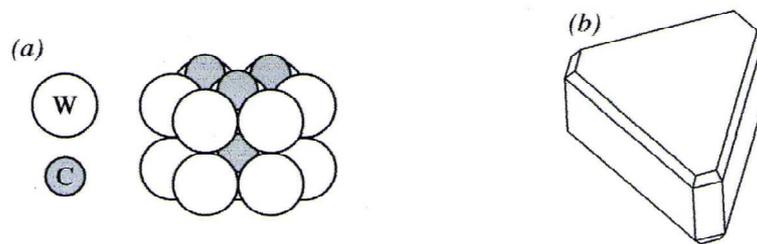


Figure 1.3 : Structure cristalline d'un carbure cubique et les atomes de carbone forment chacun un sous réseau de structure CFC.

b) **Le liant métallique, phase β** : Le cobalt pur présente une transformation allotropique à 690°C. La structure cristalline stable en dessous de cette température est la phase ϵ qui est hexagonale compacte (HC). Au-dessus de la température de transformation, c'est la phase α du cobalt qui est stable avec une structure cristalline cubique face centrée (CFC). La structure CFC est plus ductile que la structure HC à cause du plus grand nombre de systèmes de glissement qu'elle présente. A 1394°C, le cobalt subit une transformation d'un état ferromagnétique à un état paramagnétique. Le liant des métaux durs n'est toutefois pas composé de cobalt pur. Pendant le frittage, le cobalt est en phase liquide et divers éléments diffusent dans le liant: tungstène, carbone.

Le fait que le cobalt soit associé à d'autres phases dans des matériaux composites modifie fortement ses propriétés. Ainsi, à cause des contraintes internes importantes [11] et de la taille submicronique des plages de liant [12], le cobalt reste dans sa structure CFC à température ambiante. Il contient néanmoins une grande densité de fautes d'empilement qui se réduisent partiellement à haute température [13]. La phase β est la phase qui est responsable de la ténacité des métaux durs.

I.5. PROPRIETES MECANQUES USUELLES :

Les carbures cémentés sont des matériaux fragiles, par conséquent leur résistance à la rupture dépend non seulement des défauts d'élaboration, mais également elle est sensible à l'état de surface des pièces obtenues. La plupart des matériaux structuraux importants sont constitués de deux ou plusieurs phases, avec des propriétés mécaniques largement différentes. Parmi ces matériaux, on peut citer les carbures cémentés, les cermets, les aciers à outils, les aciers à deux phases (dual-phase steels), la plupart des alliages sont destinés aux outils de coupe et les céramiques. Les matériaux WC-Co sont classés dans la catégorie des carbures cémentés et ils sont considérés comme les matériaux les plus importants dans cette catégorie à cause de leur température de fusion très élevée (2785°C) et leurs importantes duretés Vickers 16-22 GPa [14]. La caractéristique la plus importante de ces matériaux est la combinaison entre une dureté élevée désirable et une contrainte de rupture élevée, ceci est dû aux contributions respectives des phases de carbure WC (phase dure) et de la phase métallique Co (phase ductile), d'où l'intérêt pratique de ce type de matériaux. Il représente donc un matériau type pour l'étude théorique de prévision et d'optimisation du comportement mécanique de ces matériaux.

Les propriétés mécaniques des matériaux WC-Co dépendent essentiellement de leur composition (fraction volumique de Co) et microstructure (plus particulièrement de la taille des grains de la phase WC). En général, la diminution de la taille des grains de la phase WC augmente les propriétés mécaniques de ces matériaux telles que la dureté, la résistance à la rupture et le durcissement. L'augmentation de la fraction volumique du Co augmente la contrainte de rupture au détriment de la dureté [15]. Le carbure WC a une limite élastique de 970 MPa et un module de Young de 703 GPa, alors que le Co a une limite élastique de 270 MPa et un module de Young de 207 GPa [16]. La limite élastique et le module de Young du matériau biphasé WC-Co dépendent de la taille des grains de la phase WC et de la fraction volumique de Co [17].

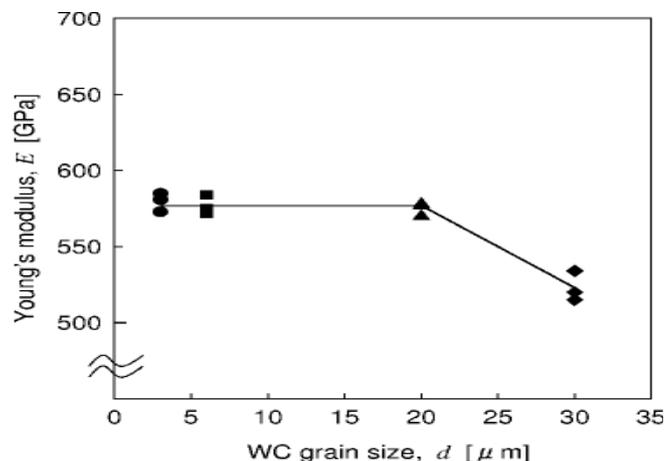


Figure 1.4 : Variation du module de Young en fonction de la taille des grains de WC dans le cas de la nuance WC-10%wt Co [17].

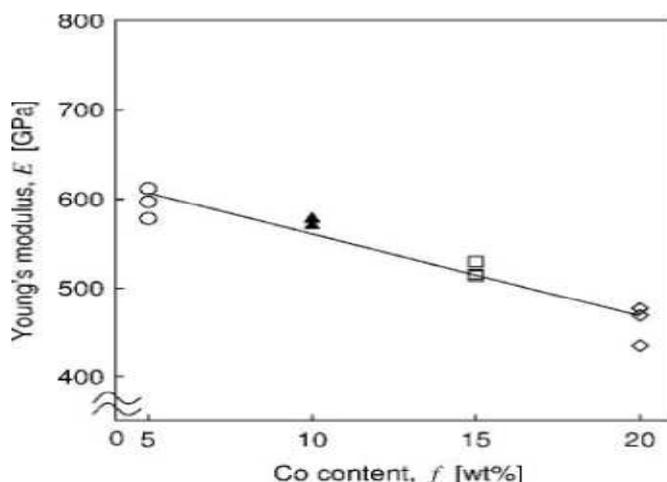


Figure 1.5 : Variation du module de Young en fonction de la teneur en Co (20 μm de taille de grains de WC) [17].

I.5.1. Effet de la taille des grains de la phase WC.

Les propriétés mécaniques des matériaux WC-Co sont fortement liées à la taille des grains de la phase WC. Elles augmentent avec sa diminution. Les résultats expérimentaux indiquent que les matériaux avec des tailles de grains de WC petites ($D_w = 3\text{-}6 \mu\text{m}$) sont fragiles, ceux avec des tailles de grains plus grandes ($D_w = 20\text{-}30 \mu\text{m}$) sont ductiles [17]. La figure 1.6 montre la variation des propriétés mécaniques (contrainte-déformation) en fonction de la taille des grains de WC [17].

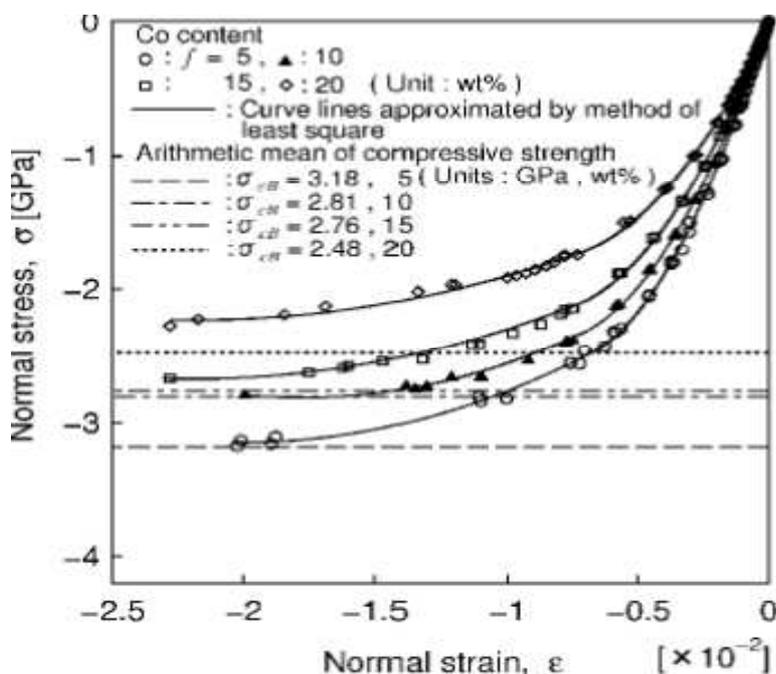


Figure 1.6 : Variation des courbes contrainte-déformation de WC-10%wt Co testé en compression en fonction de la taille des grains de WC [17].

I.5.2. Effet de la fraction volumique de Co.

L'effet de la fraction volumique de Co apparaît essentiellement dans la diminution de la contrainte d'écoulement plastique avec l'augmentation de la fraction volumique de Co. La déformation du matériau biphasé de WC-Co est contrôlée en grande partie par la matrice de la phase molle de Co. C'est cette dernière qui détermine le module et la limite élastiques ainsi que la contrainte de rupture. La figure 1.7 montre la variation des propriétés mécaniques (contrainte-déformation) en fonction de la fraction volumique de Co [17].

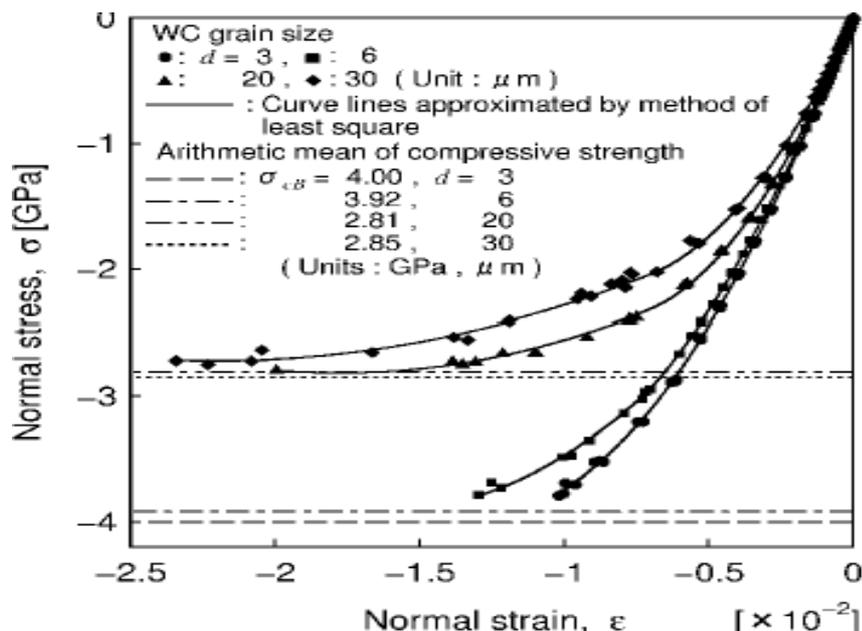


Figure 1.7 : Variation des courbes contrainte-déformation de WC-Co testé en compression en fonction de la teneur en Co (taille des grains de WC = 20 μm) [17].

La teneur en cobalt définit le type de nuance utilisée dans un domaine d'application donné. L'accroissement de la phase cobalt ne fait qu'augmenter la ductilité globale de l'alliage WC-Co, et par conséquent améliore la ténacité et la résistance aux chocs mécaniques. La figure 1.8 montre l'influence de la teneur en cobalt sur les caractéristiques mécaniques des cermets WC-Co pour une granulométrie moyenne de carbure de tungstène de 1.6 μm [5].

On observe aussi que la dureté H_v décroît linéairement lorsque la teneur en cobalt augmente, tandis que la résistance à la compression R_c passe par 5% en poids Co, et décroît ensuite sensiblement. Ce maximum de R_c est attribué à une épaisseur optimale du film de cobalt. La résistance en flexion R_t est nettement inférieure à R_c et marque un faible maximum pour la teneur de 18%Co. Si le cobalt est introduit en quantité importante (> 20 %), les caractéristiques mécaniques tendent à se joindre. Autrement dit, la phase de carbure est complètement couverte de cobalt, ce qui fait que la résistance du cermet diminue car le liant est autant plus résistant qu'il est mince. S'il n'y a pas suffisamment de liant dans les

cermets pour pouvoir recouvrir totalement les grains de carbure, cela entraîne la formation de points de contact entre les grains de carbure, et par conséquent un affaiblissement du matériau (chute de R_f et de R_c pour les faibles teneurs en Co) .Le maximum de résistance dépend également d'autres paramètres, comme le diamètre moyen de grain de carbure W .

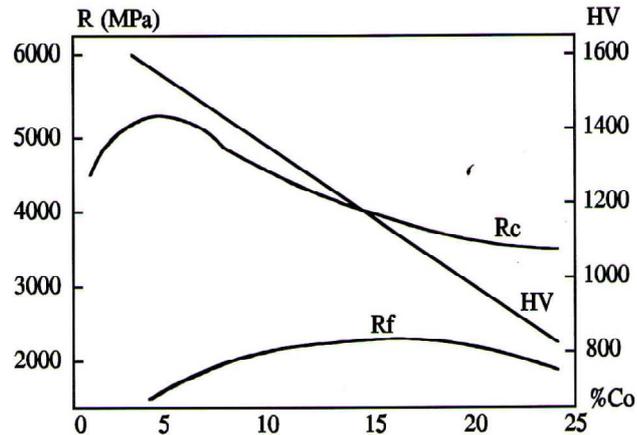


Figure 1.8 : Variation des caractéristiques mécaniques des cermets WC-Co en fonction de Co avec $D_{(WC)} = 1.6 \mu\text{m}$ [5].

I.5.3. Déformation plastique des carbures cimentés WC-Co.

Pour l'étude de la déformation plastique des matériaux biphasés WC-Co, des essais de déformation à vitesse constante et des courbes de contrainte-déformation sont nécessaires pour avoir accès aux paramètres physiques comme la limite élastique, le module élastique et le taux de durcissement ; ils permettent également de reconnaître les différents stades de déformation. Ils sont importants comme mesures comparatives de la résistance à la déformation des différents alliages WC-Co, dont les paramètres critiques comme la taille des grains WC et la fraction volumique de la phase Co sont différents. Ces essais montrent que la phase Co est responsable de la déformation plastique du matériau biphasé.

I.5.4. Courbes contrainte-déformation des carbures cimentés WC-Co.

Dans toute notre étude nous avons choisi d'étudier le système WC-Co, ce choix trouve sa justification d'une part parce qu'on dispose d'une évolution complète du comportement mécanique de ce système en fonction de la fraction volumique de Co, en traction et en compression, d'autre part il est constitué de deux phases mécaniquement largement différentes, une dure (WC) et l'autre molle (Co).

La figure 1.9 montre l'évolution expérimentale des courbes contrainte-déformation de WC-Co déformé en traction. Ces essais ont été effectués par Nishimatsu et Gurland [18]. On voit que le niveau des contraintes évolue graduellement jusqu'à une teneur de 50%Co. Au-delà, les courbes chutent fortement.

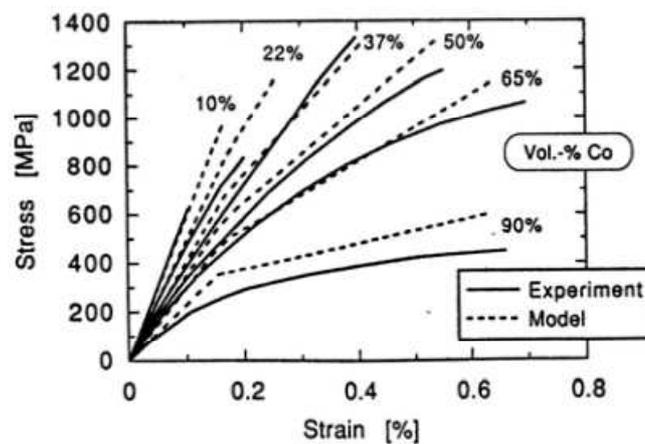


Figure 1.9 : Courbes contrainte-déformation de WC-Co déformé en traction [18].

I.5.5. Essais de compression.

La figure 1.10 montre l'évolution expérimentale des courbes contrainte-déformation de WC-Co déformé en compression. Ces essais ont été effectués par Doi et al [19].

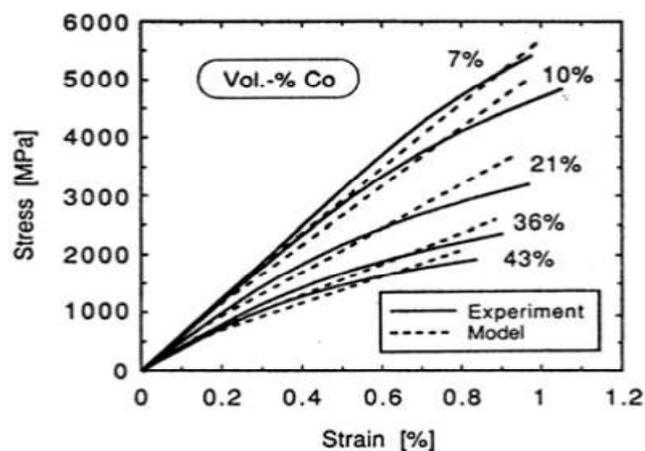


Figure 1.10 : Courbes contrainte-déformation de WC-Co déformé en compression [19].

Ces résultats ont été obtenus à température ambiante et à vitesse de déformation constante. Les matériaux WC-Co se comportent différemment en compression et en traction, le meilleur comportement mécanique de ces matériaux est observé en compression: c'est dans ce dernier cas qu'on a un domaine élastique-plastique suivi par la rupture ; c'est ce que nous avons également remarqué.

I.5.6. Effet de la teneur en cobalt à température ambiante.

A-Dureté : Les carbures cimentés sont des matériaux assez durs surtout pour les faibles teneurs en cobalt, dont la nuance WC-6.5%Co où la dureté Hv50 est de 1600 . La variation de la dureté avec la teneur en cobalt est sensiblement voisine de celle rapportée dans la littérature (1, 2, 3, 4....) bien que les charges appliquées soient différentes . Les auteurs utilisent des charges élevées pour avoir une meilleure précision sur la lecture des diagonales des empreintes et surtout pour que le nombre important de grains indentés traduisent bien la dureté du composite WC-Co. Pour vérifier l'ordre de grandeur de la dureté obtenue, ils l'ont comparé à celui proposé par le modèle de LEE et GURLAND [20]. En effet ces derniers proposent une expression de la dureté du composite noté " Hc " qui tient compte de la fraction volumique des grains WC "f_{wc}", de la continuité "C" de la taille des grains WC " D_{wc}" et enfin du libre parcours moyen dans la phase cobalt " L_{co}.

$$H_c = H_{wc} \cdot C \cdot f_{wc} + (1 - C \cdot f_{wc}) \cdot H_{CO} \quad (1.1)$$

Pour déterminer H_{wc} et H_{co}, DAHWIL et FRISH [21] proposent les expressions :

$$H_{WC} = 1362 + 23.1 \cdot (D_{WC})^{-1/2} \quad \text{soit } 1844 \text{ kg/mm}^2$$

$$\text{et } H_{CO} = 304 + 12.7 \cdot (L_{CO})^{-1/2} \quad \text{soit } 822 \text{ kg/mm}^2$$

Il a été montré que d'une manière générale, la dureté décroît lorsque la porosité du matériau augmente.

B) Résilience : Certains auteurs [22], travaillant sur la résilience des cermets montrent que les mécanismes de rupture par essai de choc sont très complexes et les résultats sont assez contradictoires. Ceci est probablement lié à la technique utilisée et surtout à la diversité des paramètres qui interviennent. STERDING et LEHNINGH [23], rapportent qu'en augmentant la vitesse de sollicitation des éprouvettes, la contrainte à la rupture augmente. Par contre, H. DOI [24], montre, en utilisant une large gamme de vitesses (de 0.05 à 400 mm/mn), que "σ_f" n'évolue pas. De même que R. C. LUETH [25] en travaillant sur des essais de choc instrumentés trouve que la charge à la rupture est de même amplitude que celle d'un essai quasi-statique. Quant aux essais de choc des éprouvettes entaillées, ils sont attribués à l'entaille réalisée sur la nuance WC-6.5%Co, les faibles valeurs de la résilience des éprouvettes entaillées à l'entaille qui a un effet fragilisant sur le matériau. Néanmoins il semble que la résilience diminue avec la teneur en cobalt des cermets.

Tableau I.1 : Caractéristiques des éprouvettes entaillées et non entaillées.

Caractéristiques	Eprouvettes non entaillées	Eprouvettes entaillées
Energie totale (J)	0.147	0.0615
Energie de rupture (J)	0.032	0.0203
Résilience surfacique (KJ/m ²)	18.59	7.716
Résilience volumique (KJ/m ³)	467.4	192.9
Flèche à la rupture (mm)	0.76	0.57
Module E (GPa)	117	73.17
Contrainte σ_f (MPa)	481	218

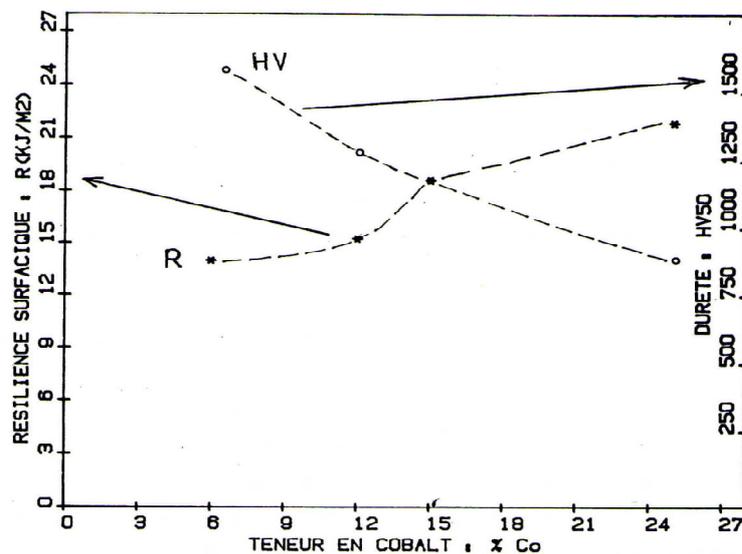


Figure 1.11 : Variation de la résilience R et de la dureté HV50 en fonction de la teneur en cobalt.

C) **Module d'élasticité** : Il a été rapporté que le module d'élasticité E des cermets diminue lorsque la teneur en cobalt augmente. Les méthodes dynamiques à haute et moyenne fréquence sont les mieux adaptées pour mesurer de façon précise le module d'élasticité [26]. Les mesures réalisées par la méthode dynamique cadrent avec celles obtenues par essai de flexion quasi-statique. Le module d'élasticité est proportionnel à la fraction de grains WC qui assure la résistance de ces matériaux. Par ailleurs NISHAMATSU et GURLAND [27] ont proposés une expression du module E en fonction de la teneur en cobalt :

$$E = E^{Co} \cdot f_v^{Co} + E^{WC} (1 - f_v^{Co}) \quad (1.2)$$

Où : f_V^{CO} = fraction volumique de cobalt

En prenant : $E_{WC} = 705$ GPa et $E_{CO} = 210$ GPa, on trouve pour la nuance WC-6.5%Co :

$$E_{exp} = 565 \text{ GPa} \quad \text{et} \quad E_{cal} = 656 \text{ GPa.}$$

Les valeurs obtenues montrent que les valeurs calculées sont supérieures aux valeurs expérimentales. Ceci est expliqué par le fait que ce modèle très simpliste ne tient pas compte de la microstructure du matériau (répartition des phases WC et Co). Il faut signaler aussi que le module d'élasticité, comme la dureté chute lorsque la porosité augmente. Les données bibliographiques montrent que trois types de lois (linéaire, parabolique ou exponentielle) peuvent être adaptés à la description du comportement $E = f(P)$ pour des valeurs de P (porosité) ne dépassant pas 30% [26].

D) **Limite élastique et contrainte à la rupture :** La variation de la contrainte à la rupture avec la teneur en cobalt à température ambiante montre que les valeurs tendent vers un maximum aux environ de 25%Co (voir figure 1.12) pour une taille des grains WC de 2,5 μm . Ce comportement concorde bien avec la courbe présentée par GURLAND et BARDZIL [5]. L'augmentation sensible de σ_f jusqu'à environ 15%Co correspond aux mécanismes de ruptures se produisant dans des conditions purement élastique et sont probablement gouvernés par les défauts d'élaboration tels que les pores, les inclusions et peut-être les gros grains de WC (mécanisme de rupture de type GRIFFITH). La figure montre aussi que la limite élastique diminue à mesure que la teneur en cobalt augmente. Ceci est lié directement à la nature plastique de la phase cobalt.

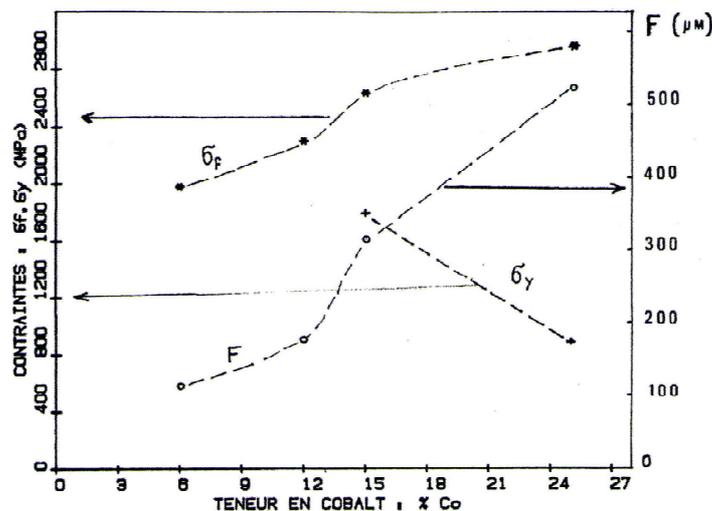


Figure 1.12 : Variation des contraintes σ_f , σ_y et de la flèche F en fonction de la teneur en cobalt.

I.6. RAPPELS DE LA MECANIQUE LINEAIRE DE LA RUPTURE :

A température ambiante, les carbures cémentés ont un comportement fragile. Cette fragilité est caractérisée par une faible ténacité et une grande sensibilité de la résistance à la rupture aux défauts microstructuraux. La mécanique linéaire de la rupture est applicable dans le cas des matériaux ayant un comportement quasi-linéaire avec une plasticité limitée en fond de fissure.

I.6.1. Analyses de Griffith et d'Irwin :

A) Comportement fragile : La ténacité est définie comme étant la capacité d'un matériau à résister à la fissuration. Les fissures sont, en général, initiées à partir de défauts préexistant dans le matériau. Ces défauts jouent le rôle de concentrateurs de contraintes. Par conséquent, pour améliorer la ténacité d'un matériau, il est nécessaire de bien maîtriser tout le processus d'élaboration depuis le choix et le mélange des poudres jusqu'au frittage.

L'influence des hétérogénéités de structure sur les propriétés du matériau a été mise en évidence par N. B. LUYCKS [28] qui a remarqué que l'origine de la rupture est généralement associée aussi à la présence d'impuretés ou d'inclusions.

On peut utiliser deux approches d'évaluation de la ténacité : soit en termes de bilan énergétique, soit en termes de concentration de contrainte. Ces deux aspects permettent d'élaborer des critères de rupture, et sont d'une importance fondamentale pour l'optimisation de la ténacité des matériaux, ainsi que pour les prévisions du comportement des pièces dans des conditions réelles d'emploi. Le problème du comportement d'une fissure soumise à un système de contraintes a été étudié par A. A. GRIFITH [29] et par la suite complété par G. R. IRWIN [30]. Le premier a abordé ce problème en terme de bilan énergétique, le second en termes de concentration de contraintes.

B) Analyse de Griffith : E. OROWAN [31] à présenté un premier modèle de mécanique de la rupture des matériaux fragiles. Ce modèle permet de calculer la résistance à la rupture d'un matériau homogène, monophasé et sans défauts. La résistance théorique σ_{th} du matériau est donnée par la relation suivante.

$$\sigma_{th} = \sqrt{\frac{E \cdot \gamma_0}{r}} \quad (1.3)$$

Où E est le module d'élasticité

γ_0 est l'énergie de surface

r est la distance interatomique à l'équilibre

En réalité, la résistance à la rupture réelle σ_R des matériaux fragiles est inférieure d'au moins deux ordres de grandeur par rapport à la résistance théorique. Ceci est dû à la présence de défauts (fissures, pores, inclusions....) dans le matériau. Les défauts agissent dans ces cas comme concentrateurs de contraintes. Selon GRIFFITH, la fissure initiale peut se propager à condition que le système composé de forces extérieures et du corps fissuré fournisse de l'énergie nécessaire à un accroissement de fissures.

En se basant sur les travaux de INGLIS [32], GRIFFITH a constaté que pour une plaque infinie contenant un défaut elliptique, la répartition des contraintes est plus intense autour du grand axe du défaut (figure 1.13).

Le bilan énergétique est défini par l'énergie totale U du système, tel que :

$$U = U_A + U_S + U_D - W_t \quad (1.4)$$

U_A : est l'énergie de déformation du corps sans fissures (indépendant de la taille de la fissure)

U_S : est l'énergie de surface introduite par la fissuration.

U_D : est la variation d'énergie de déformation élastique due à l'introduction de la fissure.

W_t : est le travail des charges extérieures par suite de l'introduction de la fissure.

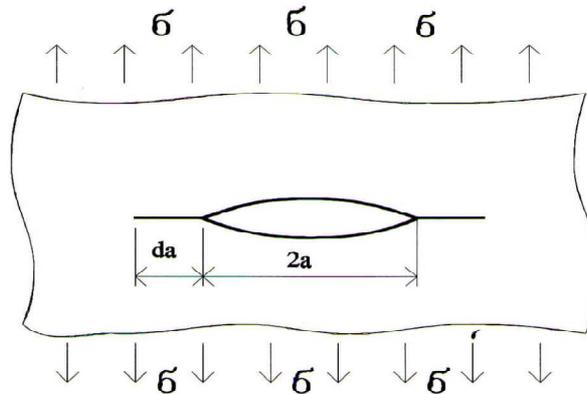


Figure 1.13 : Fissure elliptique dans une plaque infinie soumise à des contraintes de traction [32].

C) Analyse d'Irwin : G. R. IRWIN [31] a présenté une approche basée sur l'analyse du champ de contrainte entourant une fissure contenue dans un matériau soumis à une contrainte nominale σ . Contrairement à l'étude de GRIFFITH qui limite l'énergie nécessaire pour refermer une fissure à la seule énergie thermodynamique, IRWIN considère tous les autres mécanismes qui interviennent dans la propagation de la fissure (changement de phase, déplacement des dislocations...).

Avant de passer à l'expression du facteur d'intensité de contrainte K_{IC} , il convient de présenter d'abord les trois modes de propagation de la fissure sous l'effet de contraintes extérieures (Figure 1.14).

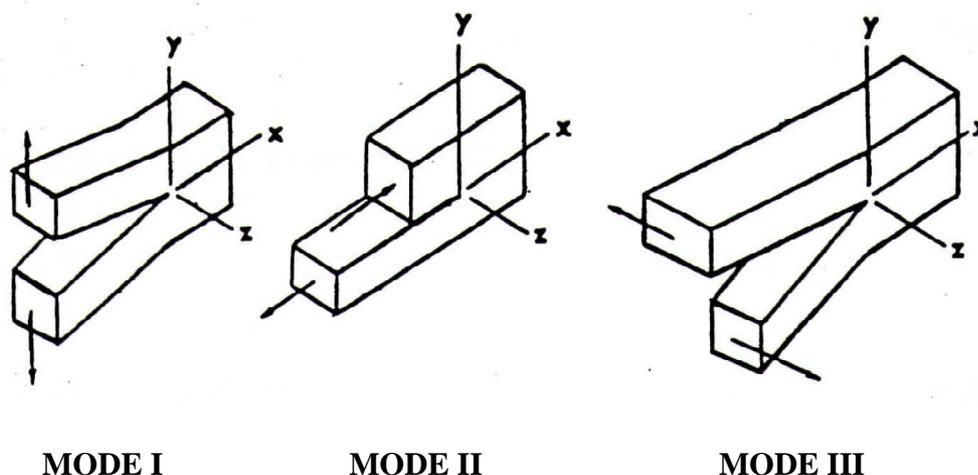


Figure 1.14 : Différents modes de rupture.

Le mode I correspond à une sollicitation par traction perpendiculaire au plan de la fissure.

Le mode II correspond à un cisaillement parallèle au plan de la fissure et perpendiculaire au front de fissure.

Le mode III correspond aussi à un cisaillement parallèle au plan de la fissure.

NB/ Lorsque deux ou trois modes sont simultanément présents, on dit qu'il s'agit d'un mode mixte de rupture.

Le mode I (mode d'ouverture) est considéré comme le mode d'ouverture le plus dangereux dans le cas d'une rupture brutale des matériaux fragiles, et c'est pour cette raison qu'il est le plus considéré

Pour déterminer la ténacité des matériaux et définir les modes de rupture, on peut utiliser différentes approches qui permettent d'élaborer des critères de ruptures. Ces approches sont définies en termes de bilan énergétique ou en termes de concentration de contraintes.

GRIFFITH limite l'énergie nécessaire pour refermer une fissure à la seule énergie thermodynamique en se servant des relations de WESTERGAARD [33]. IRWIN a introduit un facteur qui permet de décrire l'état des contraintes au point $M(x, y)$ située à une distance r du front de fissure de longueur a (avec $r < a$). L'expression obtenue est de la forme suivante :

$$\sigma_{ij} = \left[\frac{K_I}{(2\pi r)^{1/2}} \right] \cdot f_{ij}(\theta) \quad (1.5)$$

Où K_{IC} est le facteur d'intensité de contrainte en mode I
 σ_{ij} Sont les éléments du tenseur des contraintes
 r et θ sont les coordonnées polaires du point considéré

Le facteur K_I mesure l'amplitude des contraintes appliquées. Il est fonction de la géométrie de la pièce, de la taille de la fissure existante et du mode de chargement.

En mode I, l'expression généralisée du champ de contraintes fait intervenir un nouveau paramètre, le coefficient d'intensité de contrainte noté K_I

$$K_I = \sigma_{ap} \cdot Y \cdot \sqrt{a} \quad (1.6)$$

Où Y est un facteur de forme qui dépend de la géométrie de l'éprouvette, du type de sollicitation et de la longueur de la fissure a . La rupture du matériau intervient lorsque K_I atteint la valeur critique K_{IC} , paramètre appelé ténacité ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$) qui traduit son aptitude à s'opposer à la propagation brutale d'une fissure.

A partir de cette expression, IRWIN a déterminé l'énergie unitaire de propagation de la fissure G_I en déformation plane. La rupture se produit quand les paramètres K_I et G_I atteignent une valeur critique, propriété intrinsèque du matériau.

$$K_{IC} = \sigma_R \cdot Y \cdot \sqrt{a_R} \quad (1.7)$$

σ_R est la contrainte à la rupture.

Par suite

$$G_{IC} = \frac{K_{IC}^2}{E \cdot (1 - \nu^2)} \quad (1.8)$$

La contrainte à la rupture dépend de la taille des défauts existant dans le matériau. Dans le cas des matériaux fragiles, la densité des défauts et leur taille jouent un rôle prépondérant dans la résistance de ces matériaux.

Irwin formalise ce résultat en introduisant le concept de ténacité, au terme d'une analyse théorique du champ de contraintes au voisinage d'un défaut (Figure 1.15a). Pour des raisons de commodité de calcul, il superpose les contributions individuelles de chacune des composantes du vecteur contrainte en un point d'une surface, ce qui le conduit à introduire la notion de mode de rupture : mode I pour la composante normale, mode 2 et 3 pour les composantes tangentielles.

Dans le cas des matériaux fragiles, la rupture s'initie en mode I (critère de Caquot) [34], puis la propagation s'effectue par mixité des trois modes. La figure 1.15a illustre une représentation schématisée d'un élément de volume situé à la pointe de la fissure et soumis à un système de contraintes, alors que la figure 1.15b illustre la dépendance de σ_R à la taille des défauts pour les matériaux fragiles [30].

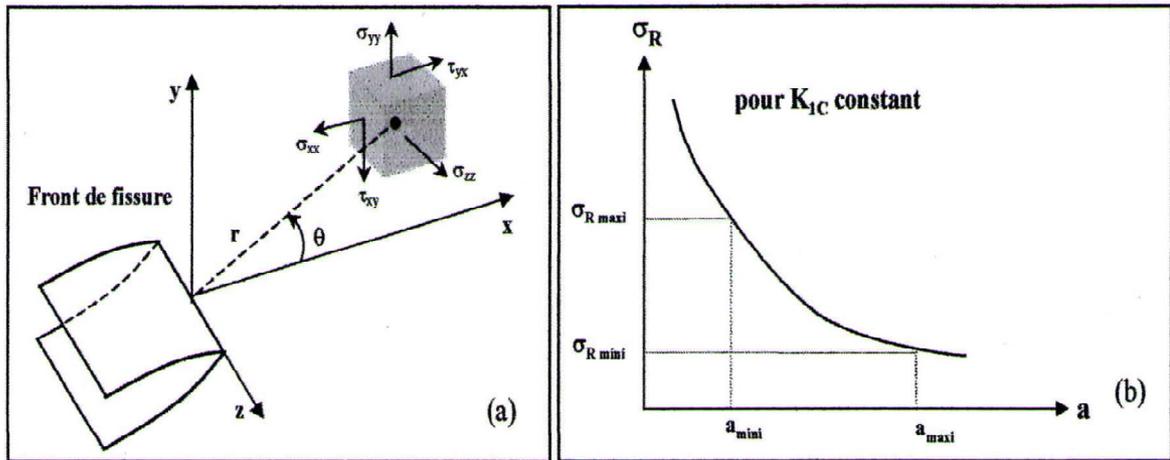


Figure 1.15 : a) Schématisation des contraintes appliquées à un élément volumique au voisinage du front de fissure, b) Illustration de la dépendance de σ_R à la taille des défauts pour les matériaux fragiles [30].

I.6.2 Ténacité des carbures cémentés WC-Co :

Le comportement fragile à température ambiante des cermets WC-Co est attribué à une faible ténacité et une grande sensibilité de la résistance à la rupture aux défauts microstructuraux. Des observations micrographiques effectuées sur des faciès de rupture d'échantillons WC-Co montrent que la rupture est généralement initiée à partir de défauts de frittage (pores et inclusions).

La mécanique linéaire de la rupture appliquée aux matériaux fragiles permet de relier la contrainte de rupture " σ_f " à la taille du défaut critique " $2a$ " contenu dans un corps. L'expression est donnée par :

$$\sigma_f = Y \cdot K_{IC} \cdot \sqrt{a} \quad (1.9)$$

Où Y est une constante qui dépend de la géométrie de l'éprouvette et de l'essai adopté, K_{IC} est le facteur critique d'intensité de contrainte.

D'après cette relation, on constate que la contrainte de rupture peut-être améliorée en réduisant la taille des défauts critiques.

I.6.3. Méthodes expérimentales de mesure du K_{IC} .

I.6.3.1. Types d'éprouvettes utilisées : Nous avons déjà mentionné que les carbures cimentés sont des matériaux durs et fragiles. Il est évident que les techniques conventionnelles de fissuration pour mesurer la ténacité ne conviennent pas. C'est pour palier ce problème que plusieurs géométries d'éprouvettes ont été proposées. Nous citons les plus couramment utilisées.

A- Eprouvettes à fond d'entaille droit.

1- Eprouvettes S.E.N.B. (Single Edge Notched Beam) : La configuration sous forme de barreaux à section rectangulaire est facile à réaliser. Les échantillons présentent l'avantage d'être facile à tester même à haute température. La longueur de la fissure est en général mesurée au microscope optique après avoir effectué l'essai mécanique. Beaucoup d'auteurs ont utilisés ce type d'éprouvettes. Nous citons parmi eux J. R. PICKENS [35], S. S. YEN [36], P. KENNY [37], A. IOST [38], F. OSTERSTOCK [39], H. SI MOHAND [40].....

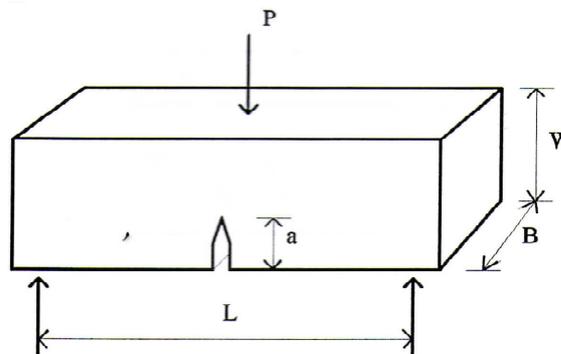


Figure 1.16 : Eprouvette S.E.N.B.

B) Eprouvettes C.T. (Compact tension) et D.C.B. (Double Cantilever Beam)

Ces deux géométries (C.T. et D.C.B.) traduisent le mode I d'ouverture tel qu'il a été décrit par IRWIN dans le cas des matériaux fragiles. L'inconvénient de ces géométries reste la difficulté de réaliser les éprouvettes. La configuration C. T. (NORBERG et INGELSTRON [41]) et D.C.B. permettent d'obtenir des longueurs de fissures importantes ce qui fait que les mesures de "a" n'affectent pratiquement pas les valeurs du facteur " K_{IC} ".

Il est à noter que toutes ces éprouvettes : S.E.N.B., C.T. et D.C.B. posent le problème de fissuration par rapport aux éprouvettes ayant des entailles en "V".

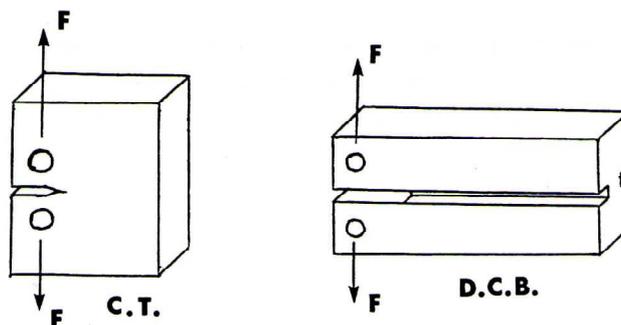


Figure 1.17 : Géométries des éprouvettes C.T. et D.C.B.

C) Eprouvettes D.T. (Double Torsion)

Cette méthode permet de contrôler la propagation de la fissure durant les essais mécaniques. La forme des échantillons est plate avec une rainure longitudinale qui permet de guider la fissure. Avec cette méthode, on obtient le diagramme $K_I(V)$ qui représente la variation du facteur d'intensité de contrainte K_I en fonction de la vitesse de propagation de la fissure « v ». L'avantage de cette méthode est que le facteur K_{IC} est indépendant de la longueur de la fissure « a » et que d'autre part les éprouvettes sont faciles à tester en température (voir travaux de MURRAY et PERROT [42], et EVANS [43]). Néanmoins, la géométrie des échantillons présente l'inconvénient des contraintes de surface à cause de la faible épaisseur et le problème de mesure de la longueur de la fissure dont le front n'est souvent pas droit. A haute température et à cause de la durée des essais, il existe un problème de fluage.

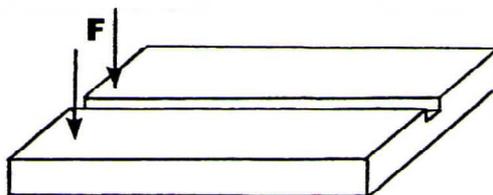
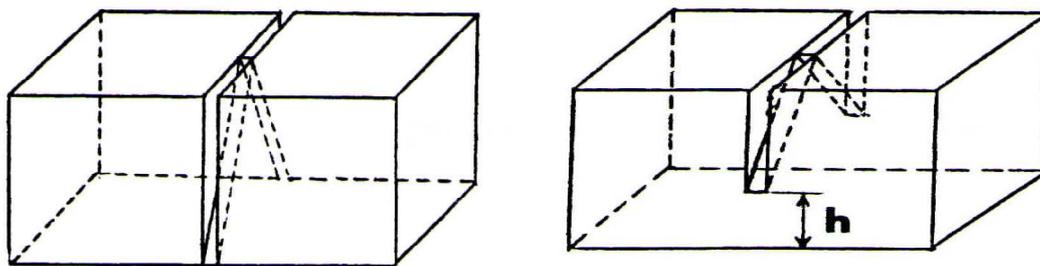


Figure 1.18 : Eprouvette D.T.

D) Eprouvettes à entailles chevron

a) Barreaux à section rectangulaire : Deux types d'entaille chevron sont utilisés : les entailles qui partent de la base des échantillons (figure 1.19 a) et qui ont été utilisées par TATTERSHAL-TAPPIN [44] et le second type avec des entailles qui commencent à une certaine hauteur « h » (figure 1.19b) ont été utilisées par MUNZ et al. [45].



a) TATTERSHAL-TAPPIN

b) CHEVRON

Figure 1.19 : Schémas d'éprouvettes à entaille en « V ».

b) **Barreaux cylindrique** : Cette configuration appelée "Short rod" a été utilisée par BARKER [46] et R. T. BUBSEY [47]. Il s'agit d'un barreau rond et entaillé vers le fond de l'échantillon.

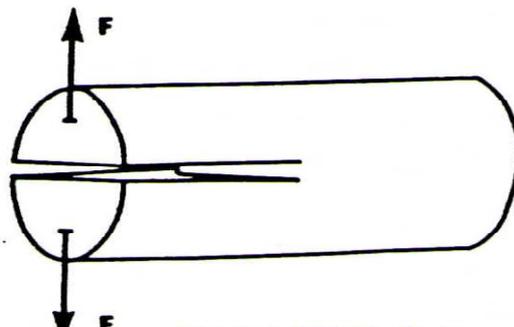


Figure 1.20 : Configuration "Short Rod".

Les éprouvette à entaille chevron présentent l'avantage de se fissurer dès les premiers stades du chargement, mais les essais sont difficiles à réaliser surtout à haute température.

I.6.3.2. Méthodes expérimentales de fissuration des éprouvettes S.E.N.B.

Le principe de la mesure des valeurs de la ténacité d'un matériau consiste à introduire dans l'échantillon une fissure de longueur connue et de faire l'essai mécanique. Les caractéristiques du défaut créé (fissure) doivent être les plus proches possible de celles d'un défaut naturel. Les types d'éprouvettes les plus utilisées sont :

Les éprouvettes S.E.N.B. (Single Edge Notch Beam)

Les éprouvettes C.T (compact tension)

Les éprouvette S.R (Short Rod)

Les éprouvettes S.E.N.B. sont recommandées pour les essais mécaniques en flexion à haute température. Pour les essais de ténacité, la nature de la fissure introduite artificiellement est très importante pour les carbures cémentés. Différentes méthodes ont été réalisées pour introduire des fissures appropriées.

A) Fissuration par électroérosion : Les échantillons entaillés par meule diamantée sont ensuite préfissurés par électroérosion à l'aide de feuilles métalliques (W) très fines [39] donnant un rayon en fond d'entaille de (20-60 μm). Les préfissures obtenues sont considérées comme équivalentes aux fissures naturelles. A. IOST [38] a introduit des fissures par électroérosion à l'aide d'un fil de tungstène très fin. Les résultats obtenus montrent une bonne concordance avec les données bibliographiques. Il a aussi établi la variation du facteur " K_I " en fonction de la racine carrée du rayon de courbure en fond d'entaille (voir figure 1.21). Il montre que pour les faibles valeurs de $\sqrt{\rho}$, les valeurs de " K_I " tendent vers une valeur limite qui correspond au facteur critique d'intensité de contrainte " K_{IC} ".

Les valeurs de " K_{IC} " obtenues par meulage augmentent avec $\sqrt{\rho}$, tandis que celles obtenues par électroérosion restent constantes quel que soit le rayon. Cette technique a été reprise et améliorée par F. OSTERSTOCK.

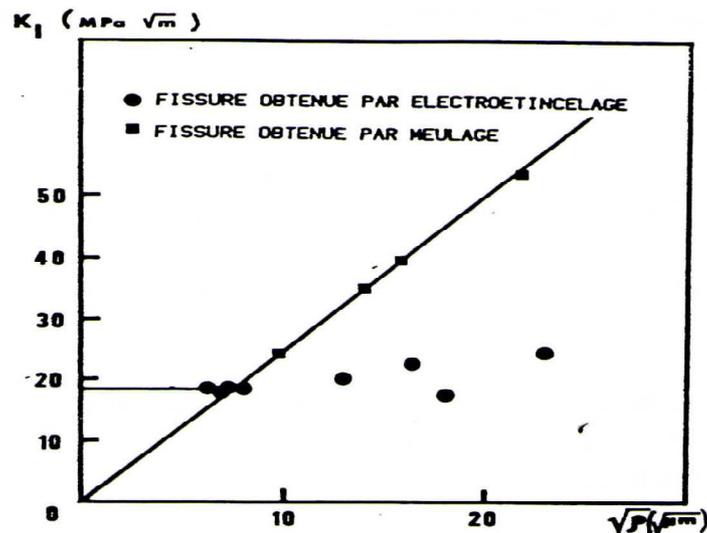


Figure 1.21 : Variation de la ténacité avec $\sqrt{\rho}$ d'après A. IOST [38].

La méthode est facile à mettre en œuvre pour les nuances à faible teneur en cobalt et permet d'obtenir des mesures de " K_{IC} " convenables. Mais pour des teneurs élevées (en général au-delà de 10%), la fissuration par électroérosion devient très difficile en raison de la ductilité du cobalt qui colmate le fond de fissure.

B) Croissance stable des fissures : Cette méthode a été réalisée par K. KROMPT et R. F. PABST [48] pour déterminer la ténacité de l'alumine. Elle nécessite une machine d'essai très sensible et asservie avec des charges et déplacements contrôlés. Une complaisance est imposée à l'échantillon jusqu'à création d'une fissure de longueur donnée ; après quoi on passe en mode normale de chargement. La méthode semble donner d'excellents résultats.

C) Recouvrement fragile : STJERNBERG [49] a utilisé la méthode de recouvrement du matériau par des couches de carbures TiC très fragiles à l'aide de technique "C.V.D". Une théorie basée sur la mécanique de rupture a été développée pour expliquer la décroissance de la contrainte à la rupture lorsque l'épaisseur de recouvrement et de la phase riche en carbone " η " augmente. Quand les échantillons sont chargés, les couches de recouvrement et de phase " η " se rompent à un niveau de contraintes plus faible que celui du substrat à cause de leur grande fragilité. Ceci entraîne la création de microfissures dans l'échantillon.

D) Fissuration par dureté KNOOP : Des fissures formées aux angles d'empreintes de dureté KNOOP sont utilisées comme pré-fissures [29]. Les valeurs de " K_C " obtenues sont inférieures aux valeurs trouvées par d'autres auteurs. Ceci est attribué à l'effet de contraintes de compression concentrées autour de l'empreinte de dureté. Cette méthode peut s'appliquer aux carbures cémentés WC-Co les plus fragiles (faible % Co).

E) Fissuration par enfoncement d'un coin : La méthode consiste à faire une entaille mécanique dans l'échantillon et d'y enfoncer un coin qui engendre des fissures naturelles. Cette méthode a été appliquée par R. C. LUETH [50] sur les éprouvettes W.D.C.B. (Wedge load double cantilever Beam).

Une autre méthode a été appliquée par N. INGELSTRON et H. NORDBERG [41] sur les éprouvettes C.T. entaillées en forme de chevron. On crée la fissure en lâchant une masse sur un coin en carbure placé dans l'entaille. La longueur de la fissure est contrôlée par une zone de compression créée dans le sens de propagation de la fissure par le serrage de l'éprouvette sur les face à l'aide de pistons hydrauliques. Cette méthode a été appliquée par G. BERRY [51] sur des éprouvettes S.E.N.B. entaillées.

F) Fissuration des barreaux courts à entailles en chevron : R. T. BUBSEY et al. [47] ont utilisés cette méthode et ont constatés qu'à l'extrémité de l'entaille en chevron, une fissure se forme et se développe dès les premiers stades de la mise en charge. Cependant le calcul de " K_{IC} " correspondant à la charge maximale pose des problèmes. En effet, la détermination analytique du facteur de forme " Y " qui dépend de la géométrie de l'éprouvette et du mode de sollicitation est fort complexe.

En somme tous ces modes permettent de déterminer le facteur critique d'intensité de contrainte " K_{IC} ". Les résultats montrent qu'il ya une dispersion des valeurs obtenues. A part la procédure expérimentale, cette dispersion est due :

- à la technique d'élaboration des carbures
- à la microstructure obtenue
- et aux conditions d'essais qui varient d'un laboratoire à un autre.

I.7. INDENTATION VICKERS :

I.7.1. Principe de l'indentation Vickers.

Pour étudier le comportement de petits défauts en surface, on produit artificiellement un défaut de petite taille par contact et on utilise, comme moyen d'étude, la mécanique de l'indentation. La procédure expérimentale consiste à appliquer par contact un indenteur de forme bien définie sur la surface des échantillons. Dans le cas des matériaux fragiles, il apparaît alors une empreinte avec naissance d'un système de fissures qui dépend du type d'indenteur utilisé et du niveau de la charge appliquée.

Avant d'aborder l'indentation Vickers, il convient de distinguer entre l'indentation Vickers et l'indentation Hertzienne :

- Dans le cas de l'indentation Hertzienne, le chargement d'une bille contre la surface d'un matériau fragile engendre une fissure circulaire en surface autour de l'indenteur. Cette fissure évolue sous forme conique en profondeur (Figure 1.22a). Pour initier des fissures par indentation Hertiennes, le niveau de charge doit être assez élevé.
- Par contre l'indenteur du type Vickers qui demande généralement des charges assez faibles, provoque un système de fissures émanant des coins de l'empreinte (médiann/radial ou un système de fissure radial de type Palmqvist suivant le matériau indenté et la charge appliquée, accompagné de fissures latérales), (figure 1.22b).

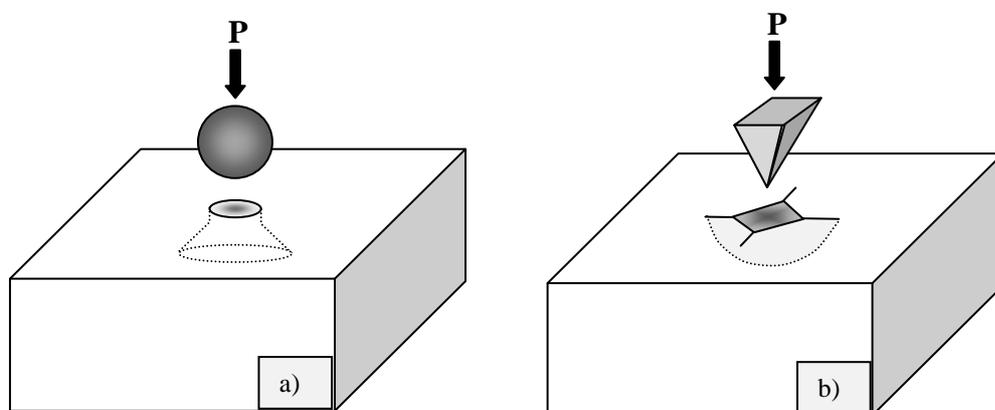


Figure 1.22 : Types de fissurations engendrées par :

- a) un indenteur sphérique (fissuration Hertzienne)
- b) un indenteur pointu (fissuration Vickers).

En général, les moyens utilisés dans ce type d'essai se limitent à un appareil de dureté ou de micro dureté équipé d'un système optique de visualisation. Dans le cas des matériaux fragiles, il y a formation d'un système de fissures qui est généré à partir de l'empreinte laissée par l'indenteur. Si l'indenteur est de forme sphérique (bille), on parle de l'indentation

Hertzienne. Il y a dans ce cas, formation d'une ou de plusieurs fissures circulaires en surface (selon la charge appliquée) et d'une fissure conique en profondeur. Dans le cas des indenteurs pointus (Vickers, Knoop, Berkovitch), il y a formation d'un système de fissures aux coins de l'empreinte laissée par l'indenteur (Figure 1. 23). Dans tous les cas, on peut remonter à la détermination de la ténacité du matériau indenté à partir du système de fissures formé [52].

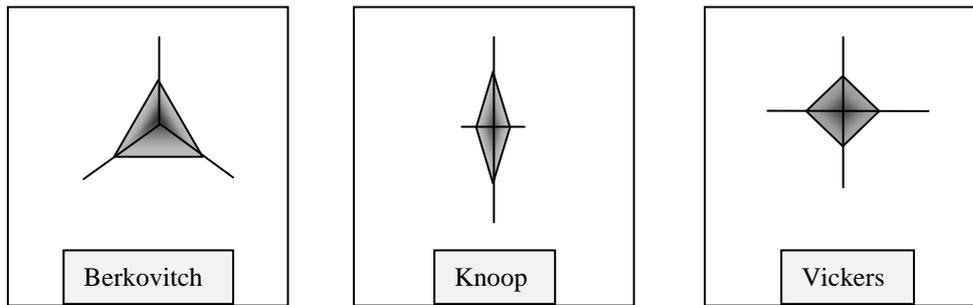


Figure 1.23 : Empreintes laissées par les trois types d'indenteurs pointus.

1.7.2. Champs de contraintes.

La différence de morphologie des fissures obtenues par indentation Hertzienne et Vickers est due essentiellement à la différence des champs de contraintes liés à ces deux types d'indenteurs. Il existe une distinction fondamentale entre les deux champs de contraintes :

- Un contact émoussé tel que celui produit par l'indentation Hertzienne est caractérisé par champ de contraintes élastique jusqu'à la rupture.
- Un contact engendré par un indenteur pointu (indentation Vickers) est de type élasto-plastique. Ainsi un indenteur pointu induit une singularité de contrainte provoquant une déformation irréversible observable à l'aide d'un microscope. Les contraintes résiduelles engendrées par cette zone jouent un rôle important dans l'évolution des systèmes de fissures [53].

Les solutions du champ élastique des contraintes de la zone indentée d'un matériau isotrope chargée par une force ponctuelle, ont été établies par J. BOUSSINESQ en 1885 [54]. Ce champ reflète l'état de contrainte de la partie en dehors de la zone irréversible, induite par un indenteur pointu (Vickers ou Knoop) en coordonnées sphériques, normalisées par rapport à la pression moyenne P_0 . L'équation générale de contrainte est donnée par :

$$\frac{\sigma_{ij}}{P_0} = \alpha \left(\frac{a}{P}\right)^2 \cdot [F_{ij}(\theta)] \quad (1.10)$$

$f_{ij}(\theta)$ est la fonction de distribution de contraintes. Elle est dépendante de l'angle θ et du coefficient de Poisson. Dans le cas de l'indentation Vickers, $\alpha = 2/\pi$.

La figure 1.24 représente les schémas des trajectoires et des contours des isovaleurs des contraintes principales représentées pour un coefficient de Poisson $\nu = 0,25$ établi par B. R. LAWN [55].

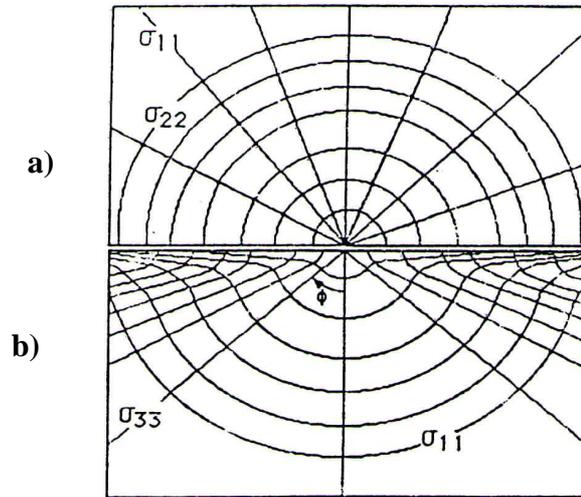


Figure 1.24 : Trajectoires et contours des contraintes principales.

a) Trajectoire en surface

b) Trajectoires en profondeur

I.7.3. Caractéristiques essentielles d'un champ de contraintes : Le champ de contrainte est caractérisé par les trajectoires suivantes [52] :

- σ_{11} est une contrainte de tension en tout point du champ avec des maximums à la surface ($\theta = 0$) et suivant l'axe de contact ($\theta = \frac{\pi}{2}$).
- σ_{22} est une contrainte dont les trajectoires sont circulaires. Elle est de tension à l'intérieur d'une région conique sous l'indenteur ($\theta < 51,8^\circ$) et compressive en dehors.
- σ_{33} est compressive partout.

L'analyse de ces contraintes dans la zone anélastique sous un indenteur pointu est complexe. Chaque mode de déformation est caractérisé par un seuil de contraintes d'écoulement ou pression de densification. Cette zone de plasticité est soumise à des contraintes élastiques tout autour. Après déchargement, les contraintes résiduelles dues à cette zone irréversible exercent des tensions sur le milieu élastique, jouant ainsi un rôle important sur l'évolution des fissures.

I.8. TENACITE DES CERMETS WC-Co :

I.8.1. Introduction.

Pour déterminer la résistance à la fissuration des matériaux fragiles, l'indentation Vickers est une des méthodes les plus utilisées si on se rapporte au nombre de travaux qui portent sur cette technique [56-57]. Comparées aux techniques plus conventionnelles comme la flexion

des échantillons SENB [58-59], ISB [60], la poutre entaillée en chevron (CNB) [61-62], la poutre double cantilever (DCB) [63], la technique d'indentation présente plusieurs avantages. En effet, la méthode par indentation Vickers nécessite seulement une surface plane bien polie et un équipement d'indentation. Le principe de cette méthode est d'appliquer l'indenteur sous une charge donnée et de mesurer la longueur de fissures correspondante générées aux extrémités de l'empreinte. Le calcul de la ténacité prenant en compte les deux paramètres, charge et longueur de fissures, va dépendre de la forme de la fissure.

I.8.2. Formes des fissures.

L'observation de la surface polie sur laquelle est appliquée l'indenteur Vickers montre généralement en surface quatre fissures aux extrémités de l'empreinte qui se propagent dans la plupart des cas selon l'axe des diagonales (figure 1.25). La longueur des fissures dites radiales dépendent de la charge appliquée. Dans le plan médian, il se forme une fissure dite médiane perpendiculairement à la surface. Enfin à la base de la zone de déformation plastique s'initie une fissure presque parallèlement à la surface et tend à déboucher en surface. Cette fissure dite latérale est responsable de l'écaillage.

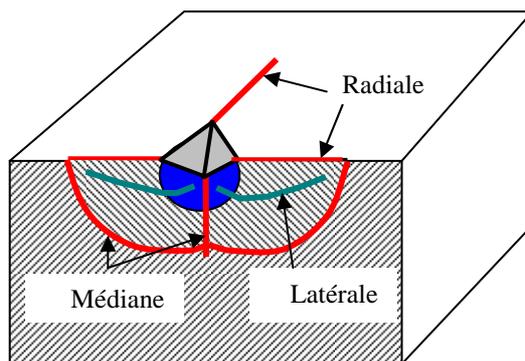


Figure 1.25 : Fissures obtenues par indentation Vickers.

Ci-dessous est représentée une empreinte Vickers réalisée sur le cermet WC-6%Co sous une forte charge de 292 N. On voit clairement les fissures radiales, mais dont les longueurs sont assez réduites.

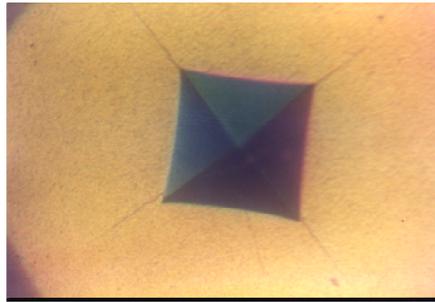
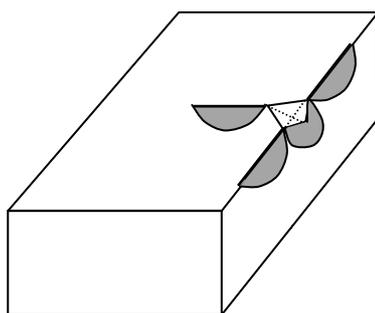


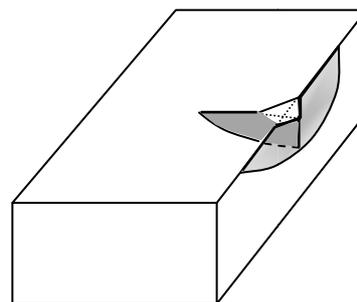
Figure 1.26 : Fissures obtenues par indentation Vickers.

Cependant sous la surface, la fissure peut prendre différentes formes :

- Lorsque la fissure est seulement développées aux extrémités de l'empreinte, elle est appelée de type Palmqvist [64]. Dans la suite, on emploiera souvent le terme type P pour distinguer cette forme de fissure.
- Lorsque l'indentation génère une fissure en demi-disque sous l'empreinte, on lui donne le nom de Half Penny (fissure en demi-penny). On dit aussi qu'elle est de type médian que l'on désigne par Type M. La figure 1.27 schématise les deux formes de fissures rencontrées dans les matériaux fragiles.



a) Système de fissures Palmqvist



b) Système de fissures Médian/radial

Figure 1.27: Fissures sous indentation : (a) de type Median ou Half-penny (type M)
(b) de type Palmqvist (type P) [64].

Le même matériau peut subir les deux types de fissuration sous indentation. Ce comportement est dépendant du niveau de charge appliquée et des propriétés mécaniques du matériau. Dans le cas de l'indentation Vickers, il y a formation de fissures aux angles de l'empreinte laissées par l'indenteur. A partir de la taille moyenne de l'empreinte et de la longueur moyenne des fissures, on détermine la ténacité du matériau.

Si les fissures restent en contact avec les extrémités des empreintes, alors la fissure est de type M. Dans le cas contraire, les fissures n'apparaissent donc pas en dessous de l'empreinte, la fissure est de type P. Longtemps, on a suivi expérimentalement cette démarche mais des études récentes ont montrées que le chemin de la fissure pouvait suivre d'autres voies. En effet, Lube [65] a étudié les profils des fissures obtenues par indentation Vickers en utilisant une méthode basée sur la décoration à l'acétate de plomb sur le nitrure

de silicium. La figure 1.28 montre trois indentations effectuées sous des charges différentes et la forme des profils de fissuration sous l’empreinte. Il semble que la révélation par décoration peut-être partielle comme dans le cas des faibles charges. Lube [65] conclue qu’une partie de fissures observées répond à la définition donnée par Cook et Pharr [66].

Cependant sur la figure 1.28, on observe juste sous l’empreinte une zone sombre. Pour Lube, il s’agit d’une zone centrale qui prend une forme hémisphérique adjacente à l’empreinte qui n’a pas été mise en évidence par la décoration. Dans cette zone, des contraintes de compression existent au cours de l’indentation. L’auteur conclue que les fissures ne peuvent croître dans cette zone. Cependant, comme on peut le voir sur cette figure pour les charges élevées, les deux segments de fissures se rejoignent pour former une fissure qui prend la forme générale d’une fissure de type M.

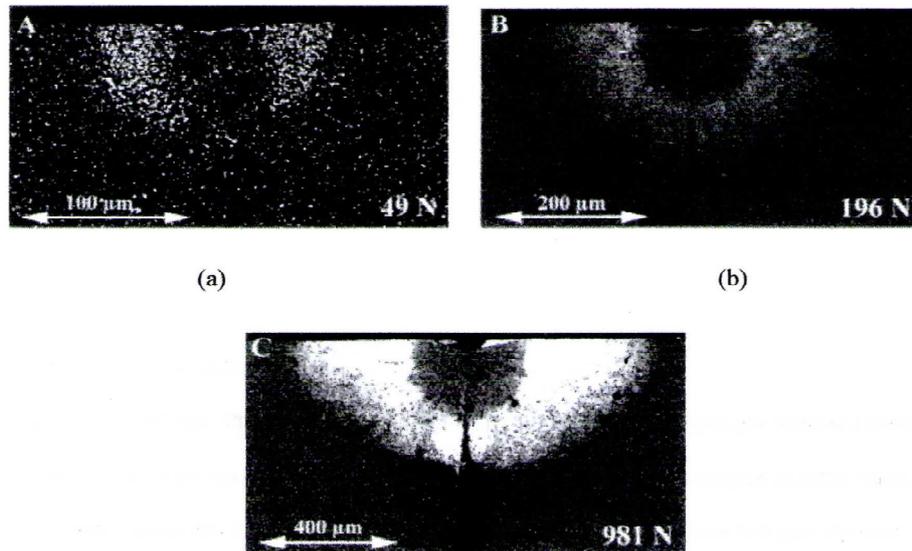


Figure 1.28 : Fissures observées par Lube [65] en utilisant la méthode de décoration.

Ce comportement étant dépendant du niveau de la charge appliquée. Ce résultat est en accord avec de nombreuses observations expérimentales. Par exemple, Matsumoto [67] a observé une fissuration de type P à des faibles valeurs de charges, alors que les fissures de type M apparaissent pour les charges plus élevées. Il a aussi indiqué une valeur limite de charge comprise entre 500 et 600 N. D’un autre coté, Glandus et al [68] ont trouvés une valeur limite de 625 N pour la charge lorsque la ténacité du matériau est de l’ordre de $8 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

Des études systématiques réalisées par Cook et al. [69] et Kaliszewski [70], ont confirmées que des fissures de type Palmqvist sont formées aux faibles charges d’indentation et que leur morphologie change en fissures de type M au delà d’une valeur limite qui dépend du

matériau. Ainsi pour expliciter cette transition, Lube [65] propose l'existence d'une zone centrale qu'il a schématisée sur la Figure 1.29.

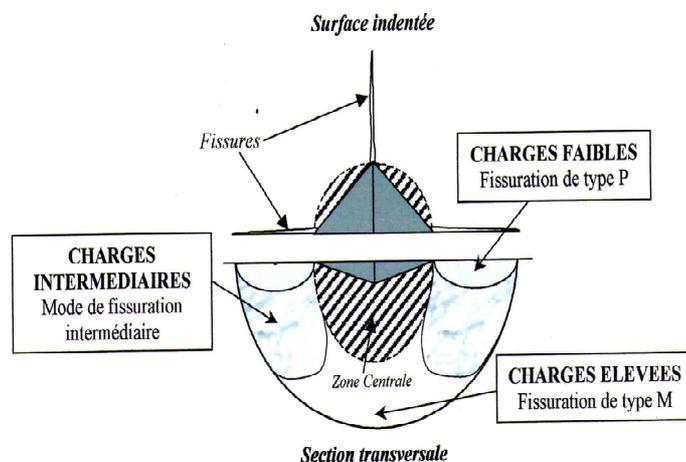


Figure 1.29 : Vues schématiques d'une empreinte Vickers et de la fissure associée
Montrant une zone neutre située juste sous l'empreinte [65].

I.8.3. Expressions de la ténacité K_C .

Plusieurs auteurs [56-57] ont proposées différentes relations pour exprimer la ténacité (K_C) en fonction du type de la fissure :

- Lorsque la fissure est de type Palmqvist (type P), les expressions de la ténacité relient la charge appliquée (P) à la demi-diagonale de l'empreinte (a) et la longueur de la fissure mesurée à partir de l'extrémité de l'empreinte (l).
- Quand la fissure est de type médian (type M), les relations montrent une dépendance de la charge appliquée (P) avec une longueur de fissure mesurée à partir du centre de l'empreinte (c). Certaines de ces relations font aussi intervenir les propriétés élasto-plastique du matériau, c'est-à-dire le module d'élasticité (E) et la dureté (H).

Ponton et Rawlings [66] ont recensés 13 modèles pour un système de fissuration de type M et 04 modèles pour un système de fissuration de type P. Les expressions de la ténacité, différentes selon leurs origines plus ou moins empiriques et selon la zone de déformation plastique considérée sous l'empreinte sont rassemblées dans le tableau I. 2. Tous ces modèles s'appuient soit sur le type P, soit sur le type M de la fissure.

Ténacité K_C (fissures de type M)	Références	N° formule
$0.0101 P/ac^{1/2}$	[56]	1.11
$0.0515 P/ac^{3/2}$	[71]	1.12
$0.078 P/a^{3/2} \log 4.5a/c$	[72]	1.13
$0.0824 P/c^{3/2}$	[73]	1.14
$0.4636 P/a^{3/2} (E/H)^{2/5} 10^F$ (*)	[74]	1.15
$0.0141 P/a^{3/2} (E/H)^{2/5} \log (8.4a/c)$	[75]	1.16
$0.0134 P/c^{3/2} (E/H)^{1/2}$	[55]	1.17
$0.0154 P/c^{3/2} (E/H)^{1/2}$	[76]	1.18
$0.033 P/c^{3/2} (E/H)^{2/5}$	[77]	1.19
$0.0363 (E/H)^{2/5} P/a^{3/2} (a/c)^{1.56}$	[78]	1.20
$0.0095 (E/H)^{2/3} P/c^{3/2}$	[79]	1.21
$0.022 (E/H)^{2/5} P/c^{3/2}$	[80]	1.22
$0.035 (E/H)^{1/4} P/c^{3/2}$	[81]	1.23
(*) $F = -1.59 - 0.34B - 2.02B^2 + 11.23B^3 - 24.97B^4 + 16.32B^5$ et $B = \log(c/a)$		

Ténacité K_C (fissures de type P)	Références	N° formule
$0.0089 (E/H)^{2/5} P/al^{1/2}$	[77]	1.24
pour $0.25 \leq l/a \leq 2.5$	[81]	1.25
$0.0122 (E/H)^{2/5} P/al^{1/2}$	[82]	1.26
$0.0089 (E/H)^{2/3} \cdot (a/l)^{1/2} \cdot P/c^{1/2}$	[57]	1.27
avec $c = a+l$		

Tableau I.2 : Modèles utilisés pour le calcul de la ténacité par indentation Vickers
c) correspond à la longueur de fissures mesurées à partir du centre de l’empreinte)
(a) correspond à la demi-longueur de la diagonale de l’empreinte d’indentation.

I.8.4. Séquences de fissuration.

La façon dont la fissure s’amorce et se propage sous une charge d’indentation Vickers est d’une grande importance pour le calcul de la ténacité. D’après Lawn [83] et Binner [84], une fissure de type médian se développe selon les étapes suivantes :

(a) Pendant l’application de la charge, une zone de déformation élasto-plastique se développe au dessous de la pyramide Vickers, ce qui génère une distribution de contraintes. Le champ de contrainte dans l’échantillon est engendré par les efforts dus à l’indentation dans un matériau entièrement élastique, et au champ de contraintes résiduel produit par la zone de déformation plastique.

- (b) Lorsque la charge atteint un niveau suffisamment élevé, deux fissures perpendiculaires s'amorcent en commençant par l'endroit le plus profond de la zone de déformation.
- (c) Ces fissures se propagent vers la surface de l'échantillon.
- (d) Lors du déchargement, les fissures se renferment en dessous de la surface mais simultanément s'ouvrent à la surface puisque les contraintes élastiques sont supprimées. Lorsque le champ de contrainte résiduel devient dominant, vers la fin du cycle d'indentation, elles se propagent un peu plus loin. La fissure finale, entièrement développée après le déchargement, est presque semi-circulaire.

Ce processus de formation de fissure est illustré dans la figure 1.30. La figure 1.30(c) montre la vue supérieure des fissures en forme d'étoile, et elle permet de définir la longueur de fissure $2l$ (selon le schéma) et la longueur de diagonal $2a$.

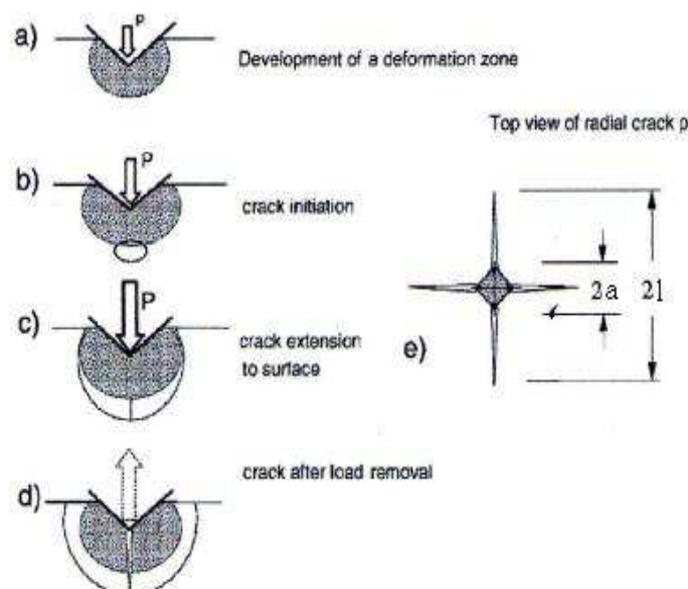


Figure 1.30 : Développement d'une fissure Vickers sous une charge croissante P et après déchargement [85].

I.9. ANALYSE STATISTIQUE DES RESULTATS :

La méthode directe d'indentation a été utilisée depuis longtemps pour mesurer la ténacité des carbures cémentés. L'aspect statistique de la ténacité par indentation a été alors analysé, et on a constaté que pour une charge d'indentation donnée, il ya un grand éparpillement des valeurs qui peut être décrit en fonction de la distribution de Weibull. Les analyses statistiques basées sur les observations des interactions « fissures/microstructure » ont montré la variabilité dans la mesure de la ténacité par indentation Vickers. Il y a un intérêt considérable en déterminant la ténacité K_C d'un matériau fragile, pour mesurer l'ampleur

de la fissure liée à l'indentation Vickers, et comparée à d'autres méthodes de ruptures conventionnelles.

D'un point de vue de la statistique, un grand éparpillement dans un petit ensemble de données résulteraient une variabilité statistique inhérente en valeurs moyennes obtenu à partir de différentes données. Noter que différentes conclusions ont été tirées par différents auteurs dans leurs études sur les comparaisons entre différentes ruptures par indentation et différentes équations [86-87]. Dans la plupart des applications de base, il a été généralement supposé que des techniques d'indentation puissent fournir des moyens de présenter des fissures de tailles et de formes prédéterminées dans la surface du matériau, qui permettent de donner une incertitude liée aux statistiques dans les essais de ténacité.

Les auteurs proposent un nombre de 5 à 40 indentations Vickers qui produisent des fissures en mesurant les longueurs $2a$ et $2c$ des différentes empreintes. Cela est dû au fait qu'il existe toujours une certaine dispersion dans les longueurs de fissures induites par indentation pour une charge donnée. Des données rapportées par Ritter et autres [88] pour un matériau fragile, ont montrées que le coefficient de la variation des longueurs de fissures mesurées expérimentalement peut être plus grand que 10% dans certains cas.

I.10. NOTIONS SUR LE COMPORTEMENT A L'USURE DES CERMETS.

I.10.1. Introduction.

Nous présentons dans cette partie quelques généralités sur la tribologie (frottement et usure). Cette dernière utilise les toutes dernières techniques de la physique, de la chimie, de la mécanique et de l'informatique. Même une usure très faible peut nuire significativement aux systèmes mécaniques. Le comportement des matériaux apparaît comme un élément essentiel, selon leur ductilité ou leur fragilité, la nature de leur contact diffère et les comportements en frottement et usure en sont affectés.

I.10.2. Principe de la tribologie.

Définie par la science et la technique des frottements, la tribologie comprend trois domaines la lubrification, le frottement et l'usure [89]. Si la mécanique qui est la science du mouvement, la tribologie est la science qui permet le mouvement. On peut citer quelques définitions :

- La tribologie est le domaine de la science et de la technologie qui concerne l'interaction de surfaces animées d'un mouvement relatif, qui embrasse l'étude du frottement de l'usure et la lubrification [90].
- La tribologie est la science des contacts en mouvement qui présente un champ de recherche de caractère interdisciplinaire, qui requiert l'expérience et les connaissances des chimistes, des ingénieurs, des métallurgistes et des physiciens [91].

L'usure et le frottement ne sont pas des propriétés intrinsèques des matériaux mais des propriétés d'un système tribologique selon la référence [92].

I.10.3. Système tribologique.

Un système tribologique est constitué de la surface de deux composants en contact et en mouvement relatif et leur environnement. Le type, la progression et l'ampleur de l'usure sont déterminés à la fois par les matériaux des composants, leurs état de surface, les films intermédiaires, les influences du milieu et les conditions de fonctionnement. Ceux-ci forment le triplet tribologique [93] (Figure 1.31).

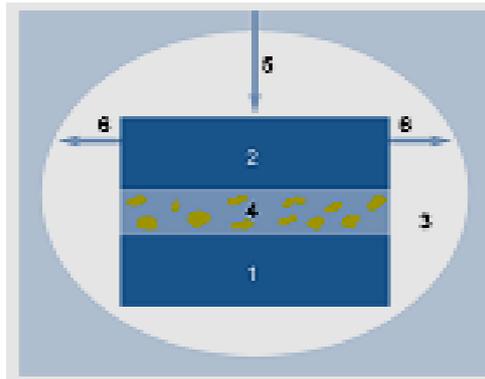


Figure 1.31 : Les composants d'un système tribologique [94]

- 1 Composant de base - 2 Composant opposé -
- 3 milieu : température, humidité relative, pression -
- 4 Matières intermédiaires : huile, graisse, eau, particules, contaminant
- 5 forces normales - 6 Déplacement.

Les particules de troisième corps peuvent emprunter différents trajets, suivant leur comportement. L'ensemble de ces parcours possibles est défini sous le terme de circuit tribologique (Figure 1.32) [93]. Ce circuit se manifeste par différents débits de matière au sein du contact.

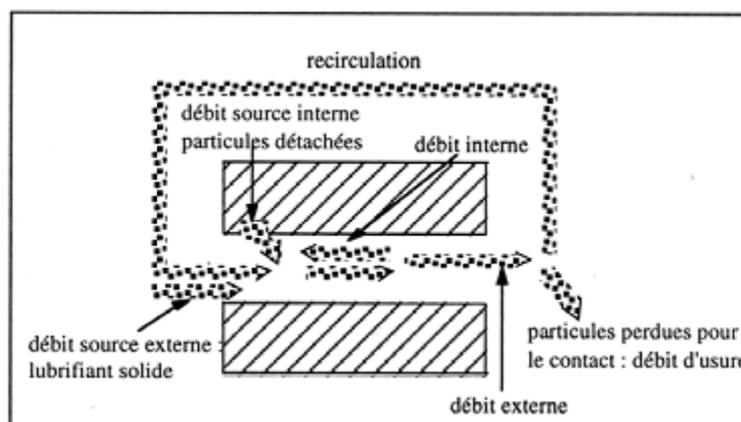


Figure 1.32 : Circuit tribologique, les divers flux de matière dans un contact [93].

Un débit de matière donnant naissance au troisième corps correspond au détachement de particules des premiers corps, il s'agit d'une source interne. Ce débit source peut également correspondre à l'introduction d'un lubrifiant solide dans le contact, cas d'un corps artificiel, la source devient externe. Ces particules de troisième corps peuvent rester dans le contact ou bien être évacuées. Dans ce dernier cas, le contact est le siège d'un débit externe qui correspond à deux phénomènes distincts :

I.11. FROTTEMENT.

Le frottement est un phénomène multiforme et complexe. Cette complexité découle de sa dépendance vis-à-vis d'un nombre remarquablement élevé de facteurs; eux-mêmes sont des notions fluctuantes dépendant de plusieurs variables et s'imbriquant les unes dans les autres [95]. Le frottement peut être défini comme la résistance au mouvement qui existe lorsqu'un objet solide est déplacé tangentiellement par rapport à la surface d'un autre qu'il touche, ou lorsque l'on essaie de provoquer un autre déplacement [96].

Le frottement est aussi défini comme la force résistante tangentielle à l'interface commune entre deux corps lorsque, sous l'action d'une force externe, un corps se déplace ou tend à se déplacer relativement à la surface de l'autre [97]. Tout mouvement est freiné par une résistance.

Cette résistance, qui limite toutes formes connues de mouvement, est appelée frottement [98]. Les normes ne définissent pas le frottement mais la force de frottement qui est la force résistante tangentielle à l'interface entre deux corps lorsque, sous l'action d'une force extérieure, un corps se déplace ou tend à se déplacer relativement à l'autre [99]. Le frottement sec, entre deux surfaces non lubrifiées est un phénomène complexe pour lequel il n'existe pas de théorie fondamentale. L'expérience permet d'établir certains faits concernant ce phénomène [100].

I.11.1. Lois empiriques du frottement.

Depuis les travaux de Léonard De Vinci, la formulation d'une loi de frottement a été établie empiriquement. Ainsi, les différents travaux, qui se sont succédé, ont conduit aux lois fondamentales de la force de frottement :

- la force de frottement est proportionnelle à la force normale (Figure 1.33),
- la force de frottement ne dépend pas de l'aire apparente de contact (Figure 1.34),
- le coefficient de frottement est indépendant de la vitesse de glissement.

D'où la définition du coefficient de frottement : $\mu = \frac{F}{P}$ (1.28)

Où P et F sont respectivement : la force normale (Charge appliquée à une vitesse de glissement donnée) et la force de frottement tangentielle.

A ce point, il faut souligner que μ n'est qu'une constante que pour un couple de matériaux donnés en glissement relatif dans un milieu environnant donné. Cette loi est trop générale pour rendre bien compte du frottement.

La démarche de construction d'une loi de frottement consiste à isoler une ou deux variables en général une des variables mécaniques ou cinématiques dont l'effet est jugé primordial et décrire son influence sous une certaine forme mathématique [101].

La première loi est justifiée dans le cas des glissements secs, la figure 1.33 montre des résultats types d'un glissement sec dans l'air d'un acier sur de l'aluminium.

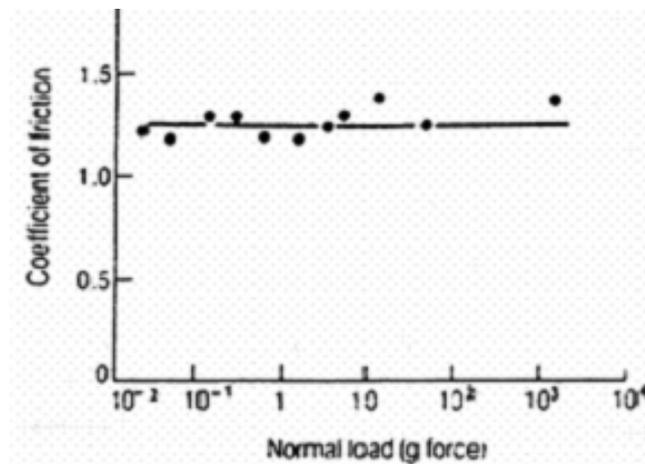


Figure 1.33 : La variation du coefficient de frottement μ avec la force normale d'un glissement sec d'un acier sur de l'aluminium dans l'air [102].

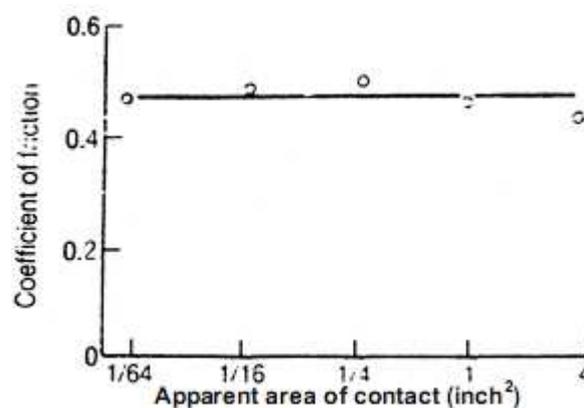


Figure 1.34 : La variation du coefficient de frottement μ avec l'aire de contact apparente d'un glissement sec d'un bois sur une surface en acier [96].

I.11.2. Origine de frottement.

Le frottement sec est dû surtout aux irrégularités des surfaces en contact. Il est généralement plus grand pour des surfaces rugueuses que pour des surfaces polies, il dépend en outre de la nature des pièces en contact. Le frottement est un phénomène dissipatif qui augmente la température des pièces, tout se passe comme, si les aspérités des deux corps se heurtent le long de l'interface, ce qui peut produire des arrachements et se traduit à terme par une perte de matière, l'usure. On diminue le frottement en interposant entre les deux pièces un lubrifiant (frottement humide).

I.11.3. Classification des phénomènes de frottement.

Il existe trois types de frottement :

I.11.3.1. Frottement sec : Les études expérimentales des interfaces montrent que les aspérités en contact se déforment plastiquement et peuvent se souder ; ainsi la force de frottement est directement reliée aux contraintes de cisaillement des jonctions formées. Bowden et Tabor précisent cette notion en faisant intervenir la dureté du matériau le plus mou [103]. D'autres auteurs montrent que les déformations des aspérités et l'effet de labourage doivent être pris en compte pour le calcul du frottement.

En effet les surfaces réelles d'un contact ne sont jamais géométriquement parfaites et la force appliquée se répartit sur un grand nombre de micro-contacts soumis à des déformations plastiques. La surface réelle de contact est alors directement fonction de la charge appliquée et indépendante de la surface apparente de contact.

I.11.3.2. Frottement hydrodynamique : Les surfaces en mouvement relatif ne sont pas en contact par leurs aspérités parce qu'elles sont séparées par un épais film de lubrifiant. Le coefficient de frottement est faible et ce type de frottement est indiqué pour l'utilisation à haute vitesse ou lorsque la force normale est élevée.

I.11.3.3. Frottement onctueux : C'est un frottement de niveau intermédiaire entre le frottement sec et hydrodynamique : le film du liquide absorbé en surface ou formé par réaction chimique est de faible épaisseur. Le degré d'adhérence de ce film avec la surface détermine son efficacité. Ce régime offre un coefficient de frottement plus faible que le régime sec.

I.12. EFFETS OBSERVABLES.

I.12.1. Résistance au déplacement.

Le système tribologique est généralement soumis à des couples de roulement, de pivotement ou des forces de frottement. Dans le cas de glissement, les forces de frottement sont traduites

en coefficient de frottement. Nous distinguons trois types d'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps :

- Un coefficient de frottement constant dans le temps, avec des valeurs faibles ou élevées, qui donne souvent des dégradations superficielles faibles [104].
- Une forte évolution monotone ou aléatoire du coefficient de frottement traduit souvent des dégradations importantes [104].
- Si le coefficient de frottement fluctue avec une période et une amplitude constante, on est dans le cas d'un glissement saccadé. Ce phénomène peut être induit par une différence entre les coefficients de frottement statique μ_s et le coefficient de frottement dynamique μ_d [96], ou si le temps de contact a une influence sur le frottement [105].

I.12.2. Vibrations :

Les vibrations sont parallèles ou perpendiculaires aux surfaces de frottement. La proximité de leur fréquence donne naissance à de fortes variations de la force de frottement lors d'un contact entre deux corps antagonistes. Ces variations peuvent engendrer des vibrations du système tribologique [106]. On constate une forte corrélation entre ces vibrations et l'endommagement des parties frottantes. Le régime d'usure dépend de certaines instabilités vibratoires (Figure 1.35). Les variations de l'enregistrement montrent l'effet de la rigidité du montage d'essai et du glissement saccadé des surfaces en contact phénomène particulièrement actif pour l'acier inoxydable. Conditions d'essai $P=40N$, mouvement alterné sur distance $D=10\text{ mm}$, rayon du pion $R=16\text{ mm}$, H [107].

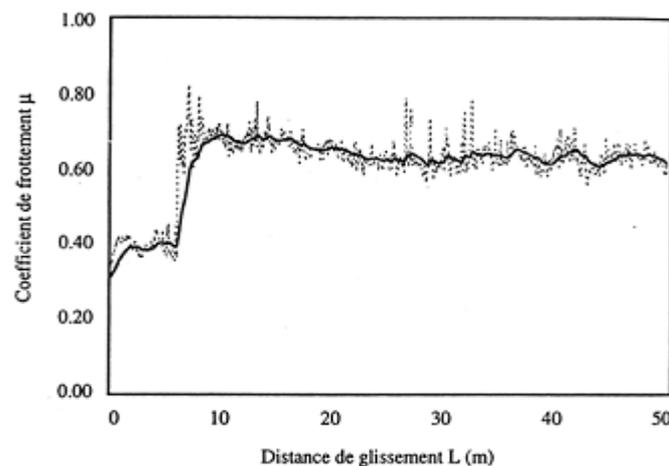


Figure 1.35 : Courbe d'enregistrement du coefficient de frottement μ en fonction de la distance de glissement L (pion – plaque 316L/316L).

I.12.3. Température : La zone de contact est fonction à la fois de la température du milieu ambiant et de l'énergie dissipée par frottement. La température moyenne de contact est donc plus élevée que l'ambiante, Un accroissement brutal de la température se produit en un point de la surface en mouvement lorsqu'il rentre en contact avec la surface antagoniste, cet

accroissement brutal peut s'expliquer par le fait que toute l'énergie de frottement est dissipée dans un très faible volume. La valeur de cette température peut atteindre la température de fusion du matériau possédant la plus basse température de fusion.

I.13. USURE.

Les phénomènes d'usure qui naturellement, ont un lien direct avec la dégradation des matériaux ont été classés d'après la nature physique du processus mis en jeu. On distingue :

- quatre types principaux : abrasion, adhésion, corrosion et fatigue [98].
- quatre types d'usure secondaires : érosion, fretting, impact et cavitation.

Les définitions de ces types d'usure sont toujours discutées et elles n'ont jamais été l'objet de normes. On ne sait prédire avec précision l'usure en frottement sec [93].

I.13.1. Définitions : Larousse définit l'usure comme détérioration d'un objet par suite d'usage qu'on en fait. L'usure est la perte progressive de matériau due à l'interaction de surfaces en mouvement relatif (l'une par rapport à l'autre) [98].

- L'usure est la perte de matériau d'une surface qui frotte sur une autre.
- L'usure est la perte de la matière subie par chaque surface frottante [108].

I.13.2. Origine de l'usure : L'usure peut provenir de diverses origines. Ces origines peuvent être mécaniques, physiques, chimiques ou thermiques. De nombreux phénomènes indépendants participent à l'usure d'un matériau : Le tableau I.3 résume les origines de l'usure et leurs effets fréquemment rencontrés.

Origine	Effets observables
Mécanique	<ul style="list-style-type: none"> - Modification des contraintes macroscopiques, souvent diminution (rodage des surfaces par arasement des « points durs ») - Déformation plastique : évolution de dureté, changement micro-structural, création et/ou déplacement de dislocations, cisaillement, rayures, impacts, bourrelet ... - Fissuration : Initiation, propagation
Chimique (fort couplage avec thermique)	<ul style="list-style-type: none"> - Changement de composition chimique - Réactions chimiques, oxydation...
Physique	<ul style="list-style-type: none"> - Transformations de phases, amorphisation - Transferts par adhésion, augmentation de masse - Evolution micro grippage, grippage, micro-soudage - Transformation micro et macro- géométrique
Thermique	<ul style="list-style-type: none"> - Elévation de température, dilatation, fusion superficielle

Tableau I.3 : Origine et effets observables de l'usure

- usure par abrasion: "cisaillement" provoqué par des aspérités ou particules dures sur la contre-surface.
- usure par fatigue: rupture du matériau due à des contraintes répétées exercées par des aspérités dures sur la contre-surface.
- usure par adhérence: perte de matériau par transmission et adhérence à la contre-surface dont le volume augmente.

I.13.3. Usure abrasive : Elle se caractérise par la présence dans le contact d'un état de surface rugueux ou par pénétration de particule dure, aigüe ou orientée, dans le matériau le plus. Cette forme d'usure se manifeste par des polissages, des griffures, des micro-labourages, des arrachements de particules, des rayures, des stries, des micro-copeaux, des modifications dimensionnelles et des taches brillantes sur les parties utiles des outils. Ainsi, on distingue quatre modes principaux d'abrasion :

- Le micro-labourage des matériaux ductiles : Si la particule abrasive est une protubérance ou aspérité de forme régulière et que sa pénétration est suffisamment faible, l'abrasion consiste alors en une déformation plastique sans enlèvement de matière (Figure 1.36a).
- Le micro-usinage des matériaux ductiles : l'abrasion sera analogue à un processus de coupe et la trace laissée sera désignée comme une rayure de coupe (Figure 1.36 b).
- L'apparition des éclats, des arrachements et des fractures caractérisent une abrasion par micro-fractures (Figure 1.36c) ;
- La décohésion de la matière par suite de ses déplacements alternés et répétés est signe d'abrasion par fatigue et s'accompagne de microsillons de labourage.

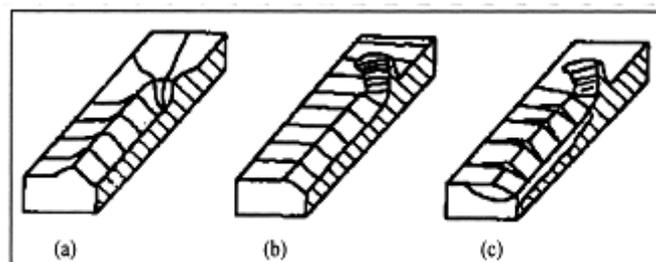


Figure 1.36 : Illustration schématique des différents modes de déplacement de la matière en abrasion pour un rayage par une protubérance dure (a) microsillon de labourage ;(b) microcoupe ;(c) microfractures [91].

I.13.4. Usure par adhésion : Elle se caractérise par un transfert de débris entre les pièces antagonistes soit par un mécanisme mécanique ou physico-chimique. Dans des conditions de contact et de lubrification défavorables ou à sec, les deux pièces en frottement se collent entre elles. Ceci est plus particulièrement le cas pour des matériaux avec des compositions similaires ou avec une affinité particulière entre eux [109].

I.13.5. Usure par fatigue (pitting) : Elle est liée à l'action d'un mouvement cyclique et à la capacité des matériaux à absorber les énergies de déformation et les contraintes thermiques générées par frottement. L'usure par fatigue se manifeste par des fissures, des écailles et des changements de structure métallurgique. Plusieurs approches ont été avancées pour décrire l'usure par fatigue. La plus plausible est basée sur l'analyse des effets des contraintes sur la microstructure (déplacement des lacunes, des dislocations, des plans de glissement, l'effet des joints de grains...).

I.13.6. Usure tribo-chimique : Ce type de dégradation résulte d'une seule ou de plusieurs réactions chimiques sous l'effet d'agent corrosif (environnement, lubrifiant). Suivant l'état structural et la composition chimique superficiels, il se crée des composés réactionnels dépendant de l'environnement et des matériaux en présence [110].

I.14. PARAMETRES INFLUENÇANT LA VITESSE D'USURE :

Les paramètres significatifs peuvent être regroupés en trois grandes familles distinctes :

- paramètres liés aux pièces antagonistes : nature des matériaux, état géométrique (écart de forme, rugosité) et physico-chimique des surfaces (viscosité, conductivité thermique, couches d'oxydes), type de contact, propriétés mécaniques, structure cristallographique,
- paramètres mécaniques : force normale, vitesse, température
- paramètres liés à l'environnement : gaz présents, lubrification, agents actifs.

I.15. RELATION ENTRE FROTTEMENT ET USURE :

L'usure et le frottement étant deux manifestations des interactions mécaniques entre deux corps. La bibliographie montre qu'il n'existe pas de relation universelle entre deux grandeurs un frottement plus élevé peut s'accompagner d'une croissance ou d'une diminution de la vitesse d'usure [111]. Par ailleurs, la vitesse d'usure n'est pas inversement proportionnelle à la dureté du matériau H_v comme le prévoient les modèles mécaniques simples d'usure pour lesquels le volume d'usure est proportionnel à l'aire réelle de contact.

Partie II : ETUDE EXPERIMENTALE ET RESULTATS**II.1. RAPPEL DE L'OBJECTIF DU TRAVAIL****II.2. MATÉRIAUX UTILISÉS****II.3. DISPOSITIFS UTILISÉS****II.3.1. RODEUSE****II.4.1. POLISSEUSE****II.3.3. APPAREIL D'ANALYSE AUX RAYONS X****II.3.4. MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB)****II.3.5. MICRODUROMETRE****II.3.6. TRIBOMETRE****II.4. CARACTERISATION DES ECHANTILLONS****II.4.1. PREPARATION DES ECHANTILLONS****II.4.2. OBSERVATION PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A
BALAYAGE****II.4.3. ANALYSE PAR DIFFRACTION DES RAYONS X****II.5. ESSAIS D'INDENTATION VICKERS****II.5.1. RESULTATS OBTENUS****II.5.2. EFFET DE LA CHARGE P SUR LES PARAMETRES 2a ET 2c
DE L'EMPREINTE****II.5.3. EFFET DE LA CHARGE SUR LA DURETE HV****II.5.4. ESSAIS D'INDENTATION INSTRUMENTEE****II.6. DETERMINATION DU FACTEUR K_C EN FONCTION DE
LA CHARGE PAR DIFFERENTES FORMULES****II.6.1. RÉSULTATS ET DISCUSSION****II.7. APPROCHE STATISTIQUE DE LA TENACITE****II.7.1. PROCEDURE EXPERIMENTALE****II.7.2. RESULTATS OBTENUS****II.8. INTERACTIONS ENTRE FISSURES D'INDENTATION****II.8.1. RESULTATS OBTENUS ET DISCUSSIONS****II.9. ESSAIS D'USURE****II.9.1. PROCEDURE EXPERIMENTALE****II.9.2. RESULTATS OBTENUS ET DISCUSSIONS**

Partie II : ETUDE EXPERIMENTALE ET RESULTATS

II.1. RAPPEL DE L'OBJECTIF DU TRAVAIL :

Les carbures WC-6,5%Co ou cermets sont des matériaux durs et tenaces et comme dans tous les matériaux destinés à résister à l'usure, la dégradation des carbures cimentés commence essentiellement par la surface. Il ya formation de microfissures dans les couches superficielles qui vont se développer et s'interconnecter au fil du temps. Comme conséquence, il ya dégradation du matériau. Dans notre travail, nous avons étudié la résistance de ces matériaux à la fissuration, ainsi l'interaction des fissures radiales dans différentes positions des empreintes, en utilisant la mécanique de l'indentation Vickers. On a également utilisé l'analyse statistique de Weibull pour évaluer la dispersion des valeurs de Kc et le comportement tribologique (frottement et usure) en régime sec, en utilisant un tribomètre de type pion-disque disponible au sein du Laboratoire de Génie Mécanique à l'Université de Constantine.

II.2. MATÉRIAUX UTILISÉS :

La nuance que nous avons étudiée est un carbure cimenté WC-6,5% Co de provenance industrielle et destinée à l'usinage des pièces mécaniques [112]. La grosseur moyenne des grains WC est 2,5 μm .

L'élaboration de ce matériau a été obtenue par frittage à 1440°C pendant 40 min sous atmosphère contrôlée ($\text{N}_2 + \text{H}_2$). Ci-dessous, on donne quelques paramètres de l'élaboration de cette nuance.

Tableau II.1 : Conditions d'élaboration du cermet WC-6,5%Co [112].

Nuance		WC-6,5% Co
Temps de Broyage		48 H
Paraffine (lubrifiant)		2%
Pressage		1500 b
Pré-frittage	Température	600°C
	Temps	1 H
Frittage	Température	1440°C
	Temps	40 min
Densité (g/cm^3)		14,80

II.3. DISPOSITIFS UTILISÉS :

Les dispositifs que nous avons utilisés au cours de nos essais expérimentaux sont disponibles au niveau du laboratoire de science des matériaux (Institut d'Optique et de Mécanique de Précision - Université de Sétif), au niveau du laboratoire « Matériaux », université de Batna, et à l'Institut de Mécanique, université de Constantine.

II.3.1. Rodeuse :

C'est un dispositif destiné au rodage des matériaux. Il est constitué de deux disques rotatifs (vitesse maximale de rotation 300 tr/min) sur lesquels on place les échantillons à roder. Il est équipé d'un système d'arrosage à l'eau courante.

II.3.2. Polisseuse :

Nous avons utilisé une polisseuse qui comporte un plateau tournant sur lequel est placé un feutre. L'agent de polissage fin est une pate diamantée de très faible granulométrie (3 μm).

II.3.3. Appareil d'analyse aux rayons X :

C'est un appareil de type Bruker D8 Advance "diffractomètre à rayons X". Les essais ont été réalisés à l'unité des matériaux émergents (Université de Sétif). Le principe consiste à déterminer la nature du matériau à travers la détermination de sa structure atomique. Il comprend un tube générateur de rayons X muni d'une anticathode en cuivre de longueur d'onde $\lambda = 1,524 \text{ \AA}$ alimentée avec un générateur de 40 KV, 40 mA. La vitesse de balayage est de $2^\circ/\text{min}$.

II.3.4. Microscope électronique à balayage (MEB) :

Le microscope électronique à balayage utilisé est de type HITACHI SC2500 disponible à l'ex-laboratoire GEMPPM, actuellement MATEIS de l'INSA de Lyon France. Avant de faire les observations, les poudres non conductrices sont métallisées avec un film d'or ou de graphite dans un évaporateur sous vide de façon à assurer la conduction électronique lorsqu'elles sont soumises au bombardement du faisceau électronique. La tension d'accélération peut varier de 10 à 30 kV et les grossissements utilisés sont compris entre 100 et 500.000. A ce microscope électronique est associée une sonde de microanalyse EDAX 9100/60. Elle permet d'obtenir la répartition pondérale ou atomique des éléments présents sur la surface observée et ainsi de réaliser des cartographies de ces éléments.

II.3.5. Microduromètre :

C'est un appareil d'essais de dureté de type Zwick Roell ZHU 2,5 (fig. 2.1). Il dispose d'une gamme de force qui varie de 1 à 2450 N. Le choix de la force se fait par l'intermédiaire de boutons poussoirs. Il est équipé d'un système pour mesurer les dimensions des diagonales des empreintes à l'aide d'une règle graduée et d'une vis micrométrique. La projection des empreintes formées est transmise par un système optique.

La partie optique du microduromètre est un microscope intégré de type Zwick Roell (fig. 2.1). Il peut travailler par réflexion ou par transmission, selon la nature des échantillons. Le grossissement maximal qu'on peut atteindre est de 200x. A l'aide d'une caméra CCD, on peut prendre des photos et exploiter les informations correspondantes.



Figure 2.1 : Photographie du microduromètre Zwick Roell utilisé.

II.3.6. Tribomètre :

Le tribomètre que nous avons utilisé est de type (TE91) disponible au niveau du Laboratoire de Mécanique de l'Université de Constantine. Il est constitué d'un ensemble d'organes comme l'indique la figure 2.2. Le pion utilisé est de forme cylindrique contient un méplat, qui permet de le fixer dans un trou à l'aide d'une vis de blocage sur un bras de charge en aluminium. Il est chargé contre un disque par des masses de poids variable. Le pion est aisément échangé par un autre échantillon, ou peut être enlevé pour permettre la mesure de la perte de masse ou du changement dimensionnel du à l'usure.

Le disque est un plateau circulaire d'usure fixé sur un support qui tourne à des vitesses de rotation variables. La transmission de la puissance du moteur électrique au disque se fait à l'aide d'un réducteur de vitesses de rapport 1:20. La variation de la vitesse de rotation est effectuée par un variateur de fréquence, qui permet d'avoir une gamme de vitesses de rotation allant de 10 à 200 tr.mn⁻¹. Sachant que le rayon de la piste d'usure est 0.02 m, la vitesse linéaire varie donc entre 0.020 m/sec et 0,418 m/sec. La force normale est transmise au support d'échantillon à l'aide des masses reposant sur l'extrémité du bras de charge. Le capteur de force retient le bras de charge dans le plan horizontal et ceci enregistre la force de frottement produite dans le contact entre les deux échantillons. Le capteur d'usure contrôle l'usure entre pion et disque pendant l'essai.



Figure 2.2 : Tribomètre de type TE91.

II.4. CARACTERISATION DES ECHANTILLONS :

II.4.1. Préparations des échantillons :

La technique d'indentation Vickers nécessite une petite surface bien polie pour bien voir les empreintes et les fissures causées par l'indenteur Vickers. Pour cela, on a procédé à un polissage des éprouvettes qui se déroule comme suit :

A- **Rodage** : Le rodage s'est fait par frottement des échantillons sur du papier abrasif de granulométrie de plus en plus fine, c'est-à-dire 280 puis 400 et enfin 600 μm , sous arrosage à l'eau. Le contrôle se fait de manière visuelle au fur et à mesure jusqu'à l'observation d'un état de surface satisfaisant.

B- **Polissage de finition** : Il a été effectué à l'aide d'une pâte diamantée qui a été étalée sur un disque en feutre, imbibé d'un diluant approprié. Le polissage s'est fait manuellement c'est-à-dire en frottant le matériau sur le disque en feutre qui tourne à une vitesse variable. Le contrôle pendant l'opération de l'état de surface se fait à l'œil nu ou sur microscope (aspect miroir).

C- **Attaque chimique** : on a utilisé l'agent de Murakami pour obtenir une surface bien polie et exploitable au microscope.

II.4.2. Observation par microscopie électronique à balayage (MEB) :

La microstructure d'un cermet varie en fonction de la composition chimique et selon l'usage auquel est destiné le matériau. Pour obtenir les propriétés optimales d'un cermet, il faudrait que la structure soit composée d'une phase dure et très fine uniformément dispersée dans une matrice métallique convenable. Les propriétés mécaniques dépendent de l'épaisseur du film de cobalt, de la taille moyenne des grains de WC et de la porosité. Pour des applications de coupe des métaux comme dans notre cas, la taille des grains doit être faible (1-3 μm) et la teneur en cobalt aussi. Les deux figures suivantes illustrent deux micrographies de nos échantillons.

Dans la figure 2.3a, on observe que les grains anguleux de WC (en gris) baignent dans une zone de cobalt (en blanc). On voit que les grains de carbures sont repartis à peu près uniformément dans la microstructure et que leurs tailles sont très variables. On peut dire aussi qu'il existe dans cette structure deux populations de grains WC : La famille des grains fins et celle des gros grains. La deuxième micrographie montre un agrandissement des grains de carbures WC avec leurs formes anguleuses. La phase cobalt dans ce cas apparaît en noir.

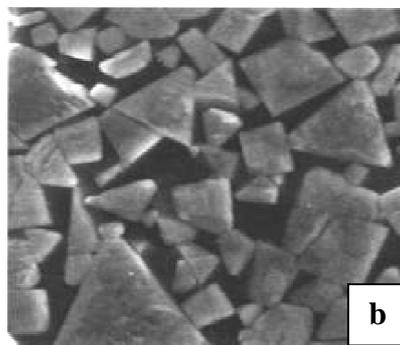
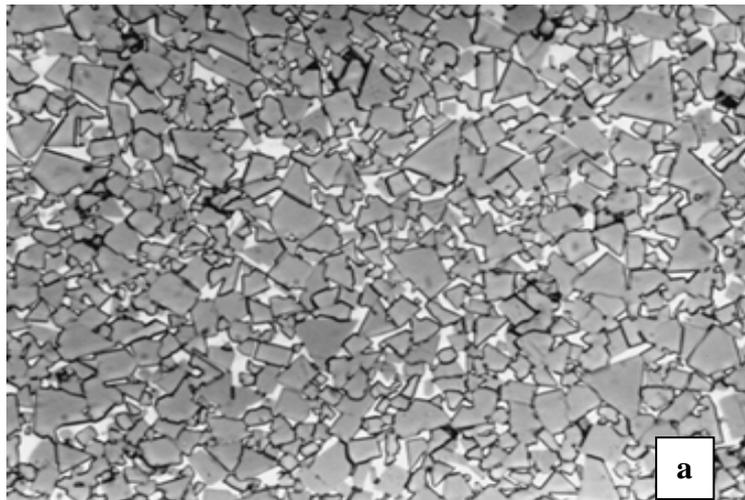


Figure 2.3 : Micrographies obtenues par MEB sur le cermet WC- 6.5%Co. Montrant une vue générale (a, x3000) avec la répartition des deux principales phases (WC et Co) et une vue détaillée (b, x8000) montrant la forme anguleuse des grains WC.

II.4.3. Analyse par diffraction des rayons x :

Nous avons utilisé un échantillon massif de dimensions : $6 \times 6 \times 3 \text{ mm}^3$. Le spectre de diffraction obtenu est représenté sur la figure 2.4 suivante. L'analyse montre que l'échantillon est constitué essentiellement de carbure de tungstène WC, de métal cobalt, dont les pics sont bien définis et bien localisés. Par contre nous avons identifié d'autres pics de faibles intensités et correspondants en partie à des carbures complexes tels que W_2C , $\text{W}_3\text{Co}_3\text{C}$. D'autres pics très petits n'ont pas pu être identifiés.

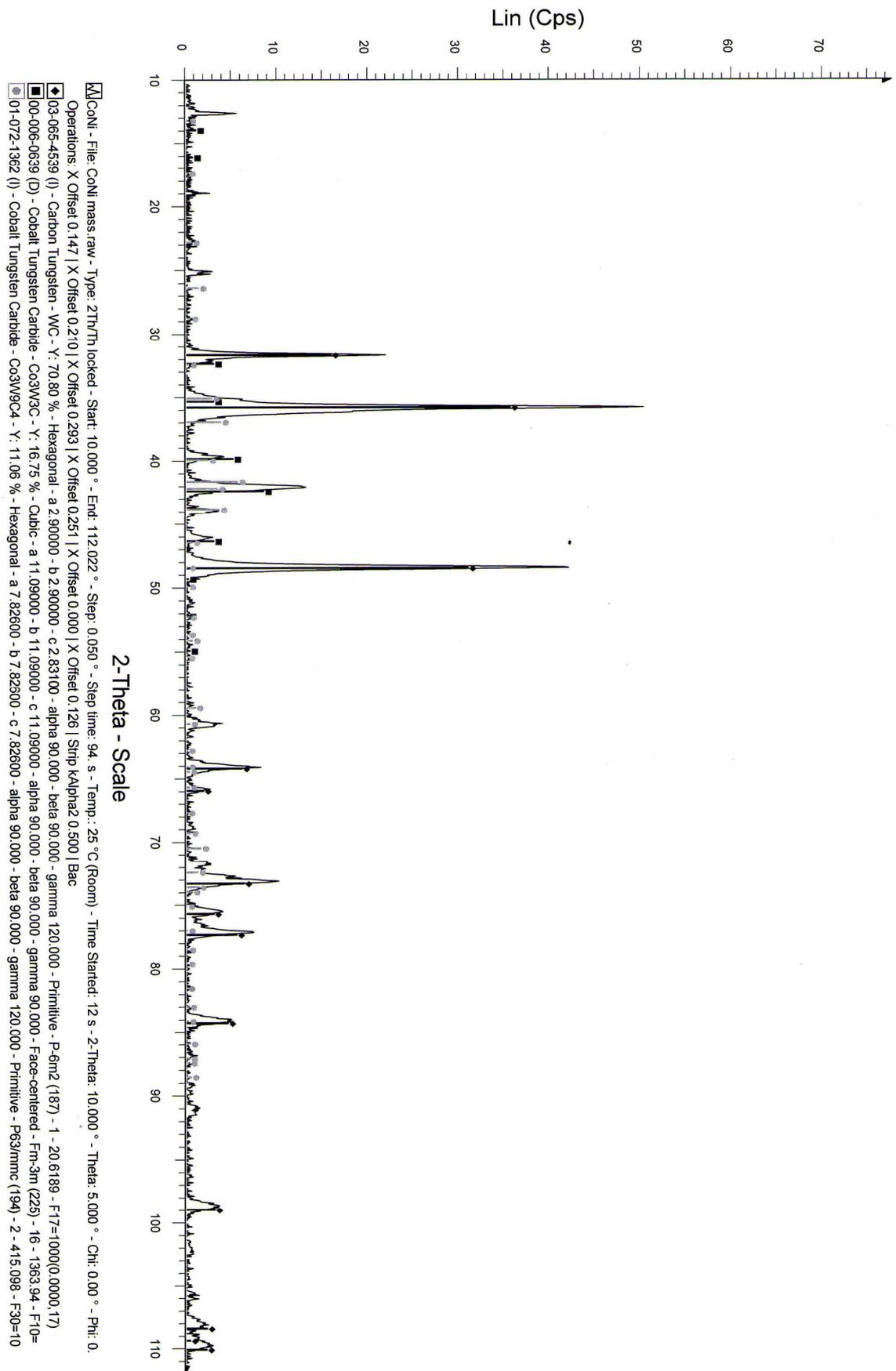


Figure 2.4 : diagramme de diffraction des rayons X de l'échantillon WC-6.5%Co.

II.4.4. Caractéristiques mécaniques usuelles :

A partir d'essais de flexion 04 points sur des éprouvettes de dimensions $4 \times 6 \times 30 \text{ mm}^3$, nous avons déterminé quelques caractéristiques mécaniques usuelles qui sont mentionnées dans le tableau II.2. L'absence de la limite d'élasticité indique que le matériau a un comportement fragile à la température ambiante.

Tableau II.2 : Caractéristiques mécaniques du cermet WC-6,5%Co, obtenues en flexion 4 points.

Paramètres	E (GPa)	σ_f (MPa)	σ_y (MPa)	F^{max} (μm)	ε^{max} (10^{-3})
Valeurs	584	1980	-	114	2,1

II.5. ESSAIS D'INDENTATION VICKERS :

II.5.1. Résultats obtenus :

Une fois l'opération de polissage terminée, et en vue de déterminer la variation de la dureté HV et des paramètres $2a$ et $2c$ en fonction des charges appliquées P , nous avons réalisés des essais d'indentation en sélectionnant cinq charges : 100, 200, 300, 400 et 500 N. Ces charges permettent d'initier des fissures très visibles aux coins de l'empreinte Vickers, à la différence des faibles charges ($< 100 \text{ N}$). Pour chaque charge d'indentation, nous avons effectués trois essais. Le temps de maintien de la charge d'indentation est de l'ordre de 15 secondes. Pour chaque charge, on a mesuré la longueur des diagonales de l'empreinte $2a$ et celle des fissures $2c$ (figure 2.5) dans deux directions et on a pris la valeur moyenne. L'indenteur utilisé de type Vickers est une pyramide diamantée à base carrée. L'angle au sommet 2Ψ est de 136° .

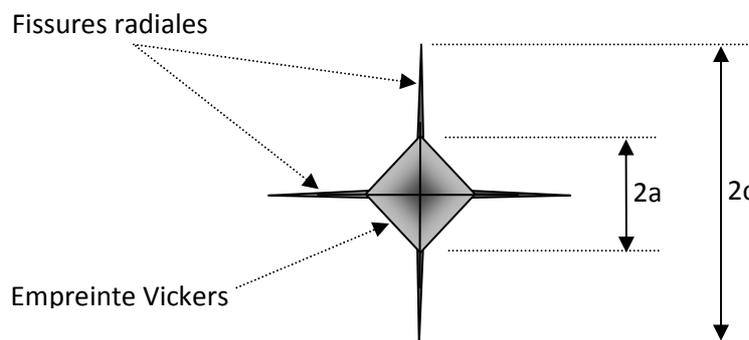


Figure 2.5 : Micrographie prise sur un vermet WC-6%Co montrant l'empreinte Vickers et les fissures radiales initiées à partir des sommets.

II.5.2. Effet de la charge p sur les paramètres $2a$ et $2c$ de l'empreinte :

Après les essais d'indentation, nous avons pris des photos des empreintes en fonction des charges appliquées (figure 2.6). Ci-dessous, on observe clairement les empreintes formées pour 03 charges et les fissures radiales qui apparaissent de plus en plus nettes (aux angles des empreintes) à mesure que la charge augmente. A partir des valeurs de $2c$, on peut déterminer la ténacité du matériau.

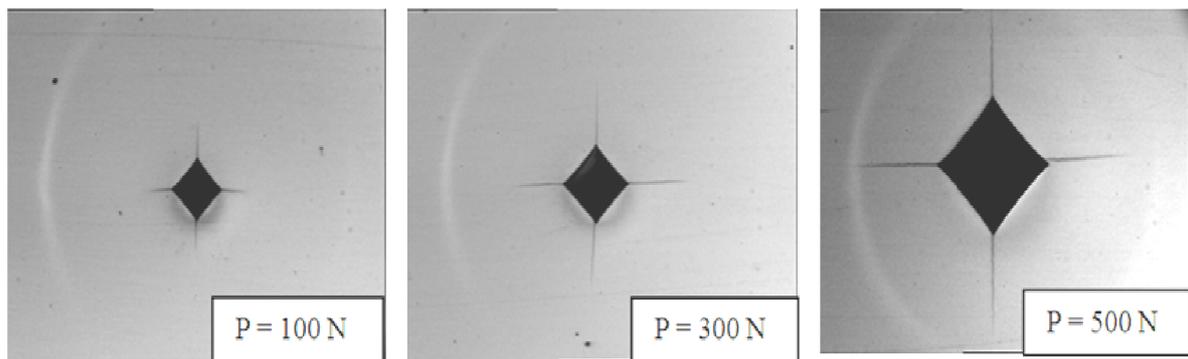


Figure 2.6: Micrographies montrant les empreintes Vickers et les fissures radiales correspondantes.

Soleimanpour [113] en étudiant la ténacité d'une nuance WC-10%Co a reporté récemment que les différences des valeurs peuvent être attribuées à la déformation plastique du matériau sous l'empreinte, aux contraintes résiduelles et aux endommagements générés autour des empreintes. De tels défauts sont parfois observés durant nos essais d'indentation. Par exemple, la figure 2.7 montre une empreinte Vickers réalisée sur notre échantillon WC-6.5% Co sous une charge $P = 500$ N. L'émergence de deux écailles non encore détachées, est due à la propagation des fissures latérales qui débouchent en surface.

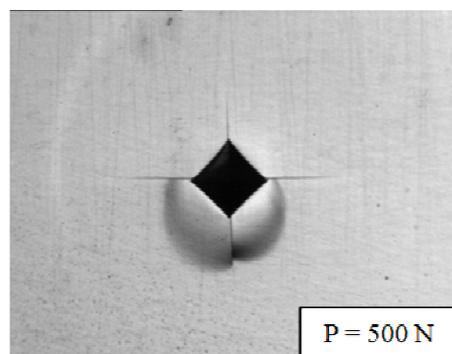


Figure 2.7 : Empreinte Vickers réalisée sur WC-6.5% Co ($P = 500$ N) montrant l'émergence de deux écailles non encore détachées (x120).

Les valeurs des paramètres 2a et 2c sont mentionnées dans le tableau II.3.

Tableau II.3 : Valeurs des longueurs 2a et 2c en fonction de la charge P

P (N)	100	200	300	400	500
2a (μm)	64	68	76	84	98
2c (μm)	$148 \pm 34,3$	$174 \pm 42,6$	$232 \pm 64,9$	$278 \pm 69,6$	$316 \pm 75,1$

Ces résultats sont illustrés dans la figure 2.8 suivante où on observe que les paramètres 2a et 2c augmentent presque linéairement en fonction de la charge appliquée. Les valeurs de 2c présentent une dispersion de plus en plus grande lorsque la charge augmente, traduisant ainsi la grande fragilité du matériau.

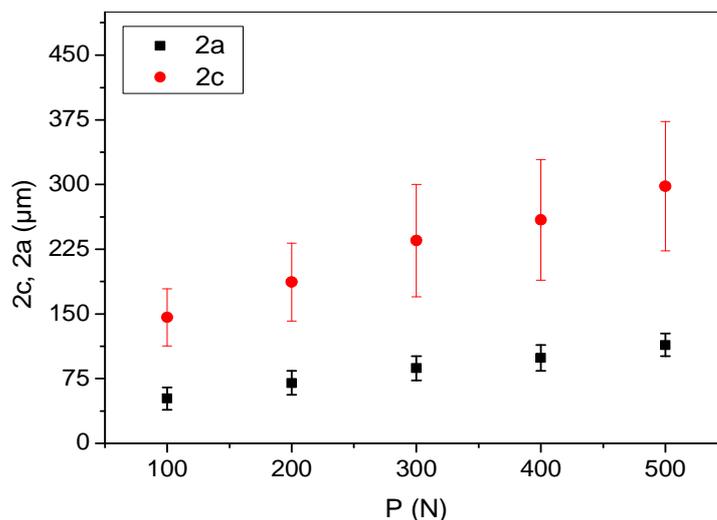


Figure 2.8 : Variation de 2a et 2c en fonction de la charge appliquée.

II.5.3. Effet de la charge sur la dureté HV :

La figure 2.9 illustre l'effet de la charge sur la dureté Vickers. On observe clairement que la dureté reste constante, ce qui concorde avec les données bibliographiques et confirme qu'il s'agit d'une propriété intrinsèque du matériau. L'avantage d'utiliser les grandes charges, c'est que l'indenteur permet de s'appliquer sur un grand nombre de grains, ce qui donne une très bonne estimation des valeurs de la dureté. Ceci dit, l'apparition des fissures radiales pour le niveau des charges choisies permet de sous-estimer légèrement la dureté en raison de l'énergie dissipée par la fissuration. La valeur moyenne obtenue de la dureté est de l'ordre de 17,2 GPa (tableau II.4).

Tableau II.4 : Variation de HV en fonction de la charge P

P (N)	100	200	300	400	500
HV (GPa)	17,5	16,7	17,2	16,9	17.1

La variation de la dureté HV en fonction de la charge est reportée sur la figure 2.9 suivante. On constate que la dureté est pratiquement constante en fonction de la charge. Ceci est normal puisque la dureté est une propriété intrinsèque des matériaux.

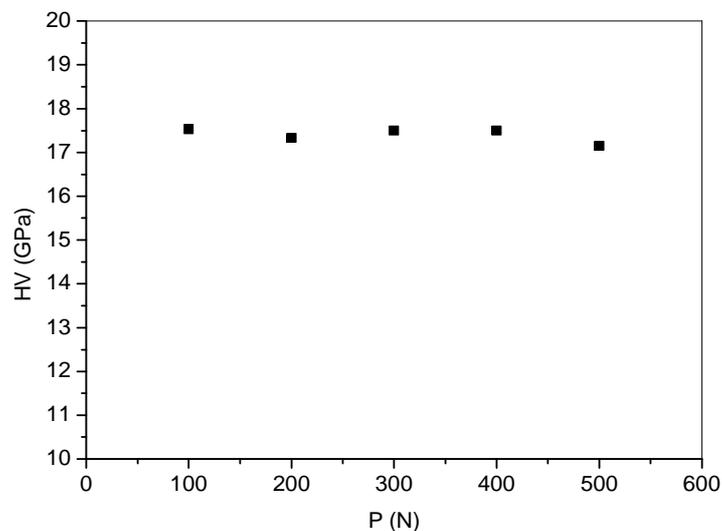


Figure 2.9 : Variation de HV en fonction de la charge P.

II.5.4. Essais d'indentation instrumentée :

Pour déterminer certaines caractéristiques mécaniques en surface (module de Young, dureté Martens et Vickers, profondeur), nous avons réalisé des essais d'indentation instrumentée. Ci-dessous (figure 2.10), nous avons porté, à titre d'indication, les courbes « charge-profondeur » pour un niveau de charge (500 N).

Les caractéristiques mécaniques obtenues sont présentées ci-dessous. On remarque que le module d'élasticité est légèrement sous-estimé, ceci est dû à la faible épaisseur sollicitée :

$$E = 318,45 \text{ GPa}, F_{\max} = 500 \text{ N}, h = 35,62 \text{ }\mu\text{m}, HM = 17,42 \text{ GPa},$$

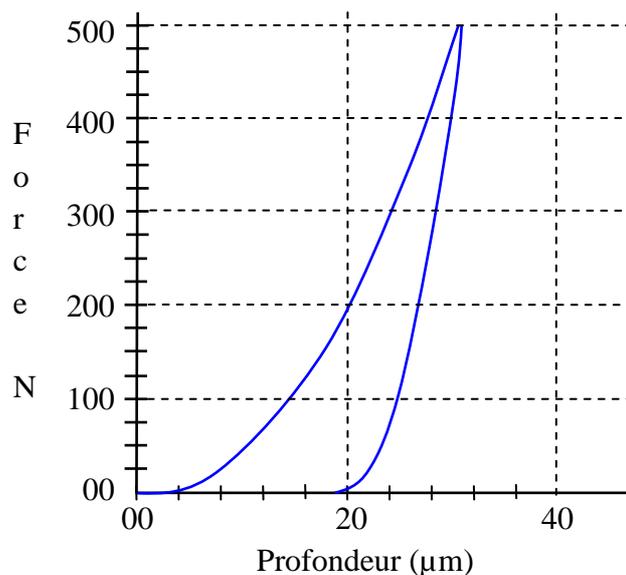


Figure 2.10 : Variation de la force en fonction de la profondeur pour $P=500$ N.

II.6. DETERMINATION DU FACTEUR K_C EN FONCTION DE LA CHARGE PAR DIFFERENTES FORMULES :

Nous avons déjà vu que pour déterminer la ténacité des matériaux fragiles, deux méthodes peuvent être employées : les méthodes conventionnelles et les méthodes d'indentation. Les premières posent les problèmes de création de fissures proches des fissures naturelles et le problème de préparation des échantillons. De plus, le front de fissures n'est pas toujours droit, se pose un problème de mesure des longueurs de fissures qui ont un impact direct sur les valeurs de la ténacité. En revanche, les méthodes d'indentation sont faciles à appliquer et demandent seulement une petite surface bien polie. C'est l'une des raisons qui fait que beaucoup de chercheurs ont utilisés cette méthode. Ainsi, plus d'une vingtaine de formules ont été proposées dans la littérature, malgré certaines complications qui peuvent surgir. Nous citons en particulier :

- La formation de fissures est très difficile dans le cas des cermets WC-Co pour des teneurs élevées en phase liante ($> 15\%$ Co)
- La grande diversité des modèles de ténacité donne des valeurs de K_C très variables
- Avant d'appliquer les modèles, il est nécessaire de définir le système de fissuration (Médian/radial ou Palmqvist, ou basé sur les courbes expérimentales de fittage)
- effet de l'environnement et des contraintes résiduelles sur les mesures de longueur de fissures...

Ces complications sont probablement quelques raisons qui justifient la différence des valeurs de ténacité déterminées par les techniques d'indentation Vickers. Il semble que les difficultés rencontrées durant les applications des différents modèles sont liées à la complexité des champs de contraintes élasto-plastiques, générés sous l'empreinte dans le cas des matériaux polycristallins.

II.6.1. Résultats et discussion :

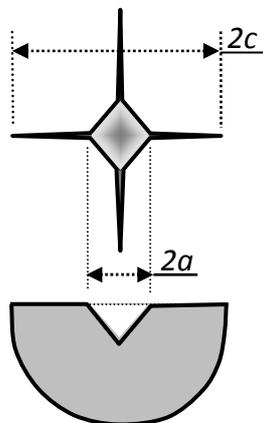
II.6.1.1. Ténacité à la rupture :

Après la découverte de la relation universelle entre la ténacité et la longueur de la fissure qui est indépendante de tous les matériaux, deux modèles théoriques de fissuration par indentation ont été élaborés et appliqués:

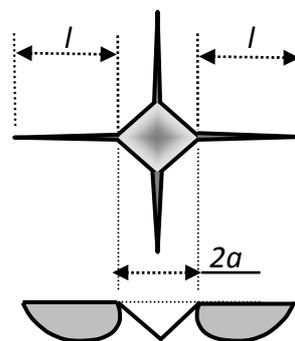
- a- Médian/radial
- b- Modèle Palmqvist

- Le premier modèle (figure 2.11a), est connu sous le nom de Half Penny Crack. On dit aussi qu'elle est de type médian/radial, a été initié par Lawn et Fuller [114], sur le verre sodocalcique. Il se forme des fissures circulaires médianes dans la zone plastique pendant le chargement, puis elles s'étendent comme une fissure semi-circulaire à la surface pendant le déchargement. Les auteurs ont montrés une relation linéaire entre la charge P et la longueur de la fissure médiane $c^{3/2}$.

- Le second modèle a été développé quelque temps après par Ogilvy et al. [115], et a été nommé le modèle de fissure Palmqvist. La géométrie de ce qui est montré dans la figure 2.11b. Quatre fissures radiales évoluent en surface au cours du chargement coïncidant avec les coins de l'empreinte résiduelle et qui se propagent selon les axes des diagonales. Les auteurs ont découverts que les fissures ont tendance à être de type Palmqvist seulement si la pénétration du pénétrateur est aussi profonde que les fissures sont indépendantes les unes des autres. Des Fissures latérales se produisent dans les deux cas au cours de la phase de déchargement



a) Système de fissures Médian/radial



b) Système de fissures Palmqvist

Figure 2. 11 : Les types de profils de fissures formées par indentation Vickers.

Pour distinguer entre les deux systèmes de fissurations, un critère formel basé sur le rapport de la "longueur de la fissure / longueur de la diagonale" a été proposé dans la littérature [86], [116]. Dans notre cas, les longueurs des fissures mesurées (a , l) et le rapport l/a se situent dans l'intervalle $0,25 \leq l/a \leq 2,5$, qui définissent le domaine de validité du modèle de fissuration Palmqvist. Une constatation similaire a été mentionnée par A. M. Silva Dias et al. [117] qui ont étudié la ténacité par indentation du cermet WC-6.5% Co avec des charges élevées (294 à 612,5 N). De même, les valeurs expérimentales de la dureté, obtenues avec les différents niveaux de charge, sont assez proches (valeur moyenne $17,98 \pm 0,35$ GPa). Ce comportement est en bon accord avec les résultats rapportés par K. Jia et al. [118], A. M. Silva Dias et al. [117] et d'autres auteurs.

Le même matériau peut subir les deux types de fissuration sous indentation. Ce comportement est dépendant du niveau de charge appliquée et des propriétés mécaniques du matériau [65], [119], [120].

Les écarts de longueurs des fissures, dans notre cas, atteignent environ 30% et affectent ainsi les valeurs de K_c . Un rapide calcul montre qu'en prenant les deux valeurs extrêmes de $2c$ pour la même charge, donne deux valeurs différentes de K_c . Par exemple pour $P = 400$ N, les valeurs extrêmes de " $2c$ " sont respectivement 604 et 413 μm et les valeurs correspondantes de K_c sont respectivement 12,3 et 8,5 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. C'est la raison pour laquelle nous avons pris seulement les valeurs moyennes de tous les paramètres utilisés dans les formules proposées et nous avons introduit la distribution statistique de K_c en utilisant une analyse de Weibull.

Bien qu'une vingtaine de formules ont été proposées dans la littérature pour la détermination de la ténacité à la rupture des matériaux fragiles par indentation Vickers, nous avons utilisé seulement 8 (tableau II.5) puisque les formules du modèle Médian/radial ne conviennent pas pour notre cas. Les deux autres approches sont appliquées dans notre cas (système Palmqvist et courbes de fittage) en vue de sélectionner la formule appropriée et pour la détermination de la ténacité à la rupture de WC-6,5% Co pour des charges élevées. En général, le système Palmqvist dépend des paramètres " l " et " a ", tandis que les courbes d'ajustement dépendent des paramètres " c " et " a ". Les équations de ténacité proposées par différents auteurs et séparées en deux familles de systèmes de fissurations sont mentionnées dans tableau. II.5. Elles sont désignées par un nombre variable de 1 à 5 pour le système de Palmqvist, et 6 à 8 pour les courbes de fittage.

Tableau II.5 : Equations de calcul de la ténacité à partir des systèmes de fissuration [119].

Equation	Référence	N° éq.
Equations pour le système Palmqvist		
$K_C = 0.035(1/a)^{1/2}(H/E\Phi)^{2/5} \cdot (H \cdot a^{1/2}/\Phi)$	Niihara et al. [77]	2.1
$K_C = 0.0319(P/al^{1/2})$	Schetty et al. [82]	2.2
$K_C = 0.0122 [(E/H)^{2/5} \cdot (P/al^{1/2})]$	Niihara [81]	2.3
$K_C = 0.0515[P/c^{3/2}]$	Lawn/Fuller [114]	2.4
$K_C = 0.079[(P/a^{3/2}) \log(4.5a/c)]$	Evans/Wilshaw [72]	2.5
Equations pour courbes de fittage		
$K_C = 0.055 \text{Log}(8.4a/c) (H/E\Phi)^{-2/5} \cdot (Ha^{1/2}/\Phi)$	Blendell [75]	2.6
$K_C = 0.142(H/E\Phi)^{-2/5} \cdot (Ha^{1/2}/\Phi) \cdot (c/a)^{-1.56}$	Lankford [78]	2.7
$K_C = 0.4636(P/a^{3/2})(E/H)^{2/5} \cdot (10)^F$	Evans [74]	2.8
avec $F = -1.59 - 0.34B - 2.02B^2 + 11.23B^3 - 24.97B^4 + 16.32B^5$		
B = Log (c/a)		
$\Phi \approx 3$		

En général, la ténacité obtenue par indentation Vickers donne des valeurs légèrement différentes en raison des conditions d'essais qui changent d'un laboratoire à un autre, et en raison des paramètres structuraux qui ne sont pas rigoureusement les mêmes (taille des grains de carbure D_{WC} , teneur en cobalt % Co, libre parcours moyen de la phase liante $\lambda_{Co...}$). Dans le but de faire une comparaison des différentes formules, on a choisi à partir de la bibliographie quelques valeurs de K_C comme références. Ces valeurs sont basées sur les méthodes conventionnelles de détermination de K_{IC} (SENB, DCB, VN,...) et concernent des nuances très proches (voir tableau suivant) :

Tableau II.6 Valeurs de K_{IC} rapportées dans la littérature et servant de référence.

Auteurs	Référence	Nuance	K_{IC} (MPa.m ^{1/2})
E. M. Trent	[121]	WC-6%Co	10.1
N. Bouaouadja	[122]	WC-6%Co	09.11
S. F. Scieszka	[123]	WC-7%Co	10.5
K. Jia	[118]	WC-6%Co	10.75
Xin Deng et al.	[124]	WC-6.5%Co	11.2

On observe que ces valeurs sont comprises en moyenne entre 9 et 11 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Les limites 9 et 11 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ servent comme intervalle qui permet de limiter les valeurs acceptables de ténacité et donc comme un bon moyen de validation des modèles utilisés.

Ainsi les valeurs calculées et reportées dans la figure 2.12 montrent une grande dispersion des valeurs de K_c (5.52 à 19.27 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$). Notons qu'une dispersion similaire des valeurs de K_c a été observée récemment par F. Sergeyev et M. Antonov [125] dans le cas d'un cermet WC-10%Co. Les auteurs ont utilisés deux charges (30 et 50 kgf) et ont obtenu des valeurs de K_c variant de 10.24 à 30.39 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$.

Selon la figure 2.13, certaines formules (éq. 2.2, 2.7 et partiellement éq. 2.8) donnent des valeurs acceptables de K_c en comparaison avec les valeurs de référence. On constate clairement que les valeurs basées sur les modèles de Schetty et de Lankford cadrent bien avec l'intervalle de référence. Seulement, on peut remarquer que les valeurs du modèle de Schetty sont pratiquement indépendantes de la charge appliquée, ce qui confirme le caractère intrinsèque de la ténacité. Alors que le modèle de Lankford donne des valeurs de K_c légèrement dépendante des charges appliquées.

Les valeurs données par le modèle de Blendell qui sont basées sur les courbes de fittage sont fortement surestimées et sont clairement dépendantes des charges appliquées.

De même, on observe que les valeurs données par les équations 2.1, 2.4 et 2.5 sont sous-estimées. Finalement à partir de cette étude, on peut dire que la formule de Schetty donne le meilleur résultat pour cette nuance de cermets [126]. Ceci est en bonne concordance avec les valeurs de K_c obtenues par d'autres auteurs sur les cermets WC-Co (Soleimanpour [113], Spiegler [116],...).

Ci-dessous est représentée en figure 2.12 les différentes valeurs de K_c obtenues par les différentes formules pour notre nuance WC-6,5% Co. La bande en gris désigne l'intervalle des valeurs utilisées comme références.

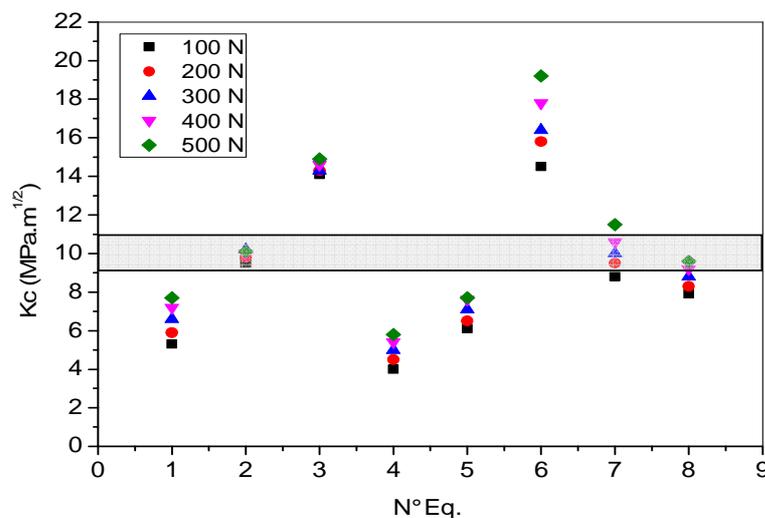


Figure 2.12: Valeurs de K_c données par les différentes formules pour WC-6,5% Co.

II.7. APPROCHE STATISTIQUE DE LA TENACITE :

A- Introduction.

Les matériaux contenant des défauts de tailles très différentes présentent des valeurs du facteur d'intensité de contrainte qui s'étendent sur une large plage. Cette dispersion, empêche de définir une valeur de ténacité autre que statistique. L'analyse de Weibull [127] est souvent utilisée pour interpréter les résultats expérimentaux de mesure de K_{IC} . Cette approche repose sur le modèle du "maillon le plus faible d'une chaîne ». C'est la résistance du maillon le plus faible qui gouverne la résistance de toute la chaîne. Par analogie, dans le cas d'un matériau fragile, c'est l'élément volumique contenant le grand défaut qui gouverne la rupture de l'échantillon. Le module de Weibull "m" est un critère de dispersion des valeurs mesurées de K_{IC} . On admet en général qu'il s'échelonne de 10 à 20 pour les matériaux fragiles à grains fins, et prend des valeurs de 1 à 5 pour des matériaux présentant des défauts de surface qui peuvent résulter de microstructures grossières.

II.7.1. Procédure expérimentale :

Dans cette partie, on a étudié l'analyse statistique de Weibull. On a choisi des échantillons de carbure WC-6.5%Co avec des dimensions de (6x4x30) mm³ comme échantillons d'essais. Après le polissage fin, l'échantillon a été indenté avec un pénétrateur Vickers sur un appareil de dureté de petite charge et assisté par ordinateur. L'échantillon est indenté sous des charges de 100, 300 et 500 N respectivement en conditions ambiantes.

Pour chaque charge, on a fait 30 empreintes symétriques afin de réduire au minimum les effets de la progression de la fissure. L'indentation de toutes les empreintes a été faite avec un même pénétrateur Vickers avec un temps de maintien de 15 s. Après indentation, les valeurs des longueurs de fissures ont été immédiatement mesurées in situ par le dispositif optique de l'appareil avec une incertitude de mesure de $\pm 0,1 \mu\text{m}$.

Pour chaque empreinte, le facteur d'intensité de contrainte K_C est calculé par l'équation Schetty [82].

$$K_C = 0.0319 \left(\frac{P}{al^{1/2}} \right) \quad (2.9)$$

Où H est la dureté du cermet, P charge d'indentation appliquée et l est la longueur de la fissure induite.

Pour la longueur de l'empreinte 2a et celle de la fissure 2c, ont été prises en tant que moyenne des deux directions radiales et orthogonales de chaque système de fissures induites par indentation.

II.7.2. Résultats obtenus :

Auparavant, nous avons observé une grande dispersion des valeurs de $2c$ qui sont directement liées au calcul du facteur K_C . Il est évident qu'en prenant ces valeurs, nous trouvons une dispersion non négligeable sur les valeurs de K_C . Dans la présente étude, une analyse statistique est faite sur le carbure WC-6.5%Co pour trois charges d'indentation. La Figure 2.14 montre les données de K_C à chaque niveau de charge, respectivement. Ceci montre qu'il existe une relation linéaire entre :

$$\ln \ln \left[\left(\frac{1}{1-P_i} \right) \right] \quad \text{et} \quad \ln K_C$$

Dans les données expérimentales rapportées dans certains travaux, il a été démontré qu'il existe toujours une dispersion inhérente aux longueurs mesurées des fissures induites par indentation faites, en particulier pour des charges élevées. Le coefficient de variation des longueurs de fissure mesurées peuvent être plus élevés que 10% dans certaines situations.

Du point de vue des statistiques, la grande dispersion dans les longueurs de fissure mesurées, il serait insuffisant pour caractériser les données de ténacité par indentation avec une valeur moyenne. Par conséquent, les propriétés statistiques de la ténacité par indentation, qui a été abordée dans les études précédentes, devrait être examinée.

Cette dispersion a une influence assez claire sur les valeurs de K_C . La valeur la plus élevée de K_C (12,3 MPa m^{1/2}) est en dehors de la plage de validité définie dans notre cas. Par conséquent, un plus grand nombre de mesures doivent être nécessaires pour réduire l'écart-type des valeurs mesurées. Ainsi, une étude statistique est recommandée pour le choix de la formulation qui sera utilisée.

Parmi les fonctions de distribution statistiques, le modèle de Weibull est le plus largement utilisé pour analyser statistiquement la ténacité et les prédictions de temps de vie des composants des matériaux fragiles. Il est très approprié par sa forme mathématique simple et par son adaptabilité à des données expérimentales.

Depuis sa publication en 1939, l'analyse Weibull a été appliquée par de nombreux chercheurs sur les différents matériaux fragiles sous différentes conditions de chargement [128], [129].

Dans le travail réalisé sur une étude statistique de la ténacité d'un verre sodocalcique déterminée par indentation, J. Gong et al. [130] ont conclu que du point de vue des applications pratiques, il est d'une grande importance à réaliser un nombre minimal de points de données requises pour les mesures de la ténacité par indentation. Ils ont recommandé qu'un nombre d'échantillons de 30 doivent être suffisamment large pour assurer des estimations fiables des paramètres de Weibull pour une quantité physique donnée. En nous appuyant sur cette suggestion, 30 essais d'indentations ($N = 30$) ont été effectués sur la surface du cermet. Les valeurs calculées de ténacité sont attribuées à une probabilité P_i , à chaque valeur i , en utilisant l'estimateur connu [131, 132]:

$$P_i = \frac{i-0.5}{N} \quad (2.10)$$

Les valeurs de K_C sont calculées pour deux cas, en utilisant.

- L'équation de Schetty, parce qu'on a trouvé que c'est la plus appropriée pour la détermination de la ténacité à la rupture de WC-6.5%Co, et les valeurs de K_C sont indépendantes de la charge. Nous avons utilisé un seul ensemble de K_C avec une charge P appliquée noté "S300N".
- L'équation de Lankford à titre de comparaison, parce que les valeurs de K_C sont fonction de la charge et sont proches de la référence. Dans ce cas, nous avons utilisé trois ensembles de K_C en utilisant les charges (100, 300, 500 N), respectivement noté "L100", "L300" et "L500".

La figure 2.13 montre la dispersion de Weibull pour les données de K_C déterminées à chaque niveau de charge, respectivement. Comme on le voit, dans chaque cas, une bonne relation linéaire entre $\ln(1/(1-P_i))$ et $\ln K_C$ a été observée, ce qui implique que les données expérimentales peuvent être bien décrites avec le modèle de distribution de Weibull. Le module de Weibull "m" obtenu, pour chaque ensemble de données de K_C sont indiquées dans la figure 2.14.

Le module de Weibull obtenue avec l'équation de Schetty ($m_{300} = 47.49$) est presque le double de ceux obtenus par l'équation de Lankford ($m_{300} = 22.24$). Ceci reflète les faibles valeurs de dispersion de K_C en fonction de la charge appliquée. On remarque aussi que la distribution des valeurs de K_C est assez homogène dans les différents cas. Les valeurs obtenues par l'équation de Schetty sont moins dispersées que celles pour le cas des valeurs obtenues par l'équation de Lankford. Ceci est normal car nous avons constaté que ce dernier est en fonction de la charge d'indentation.

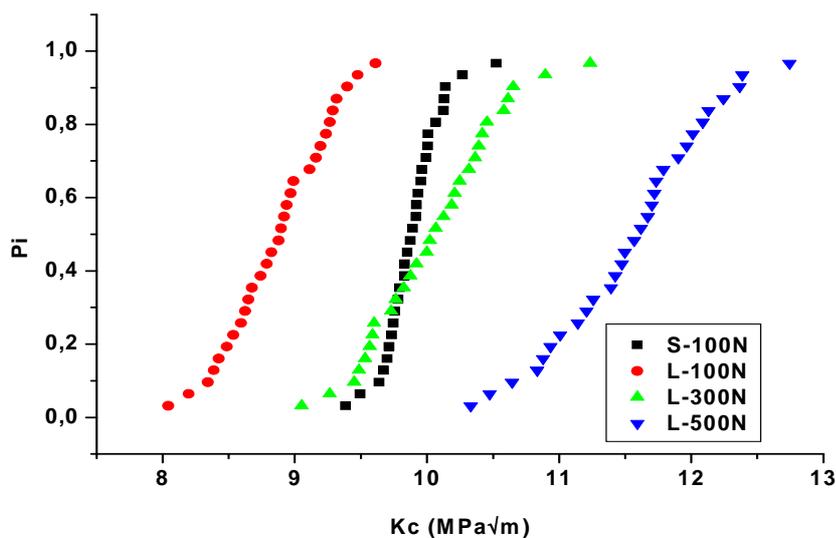


Figure 2.13 : Variation des valeurs P_i par rapport à K_C obtenue par l'équation de Schetty et de Lankford dans le cas de WC-6,5% Co.

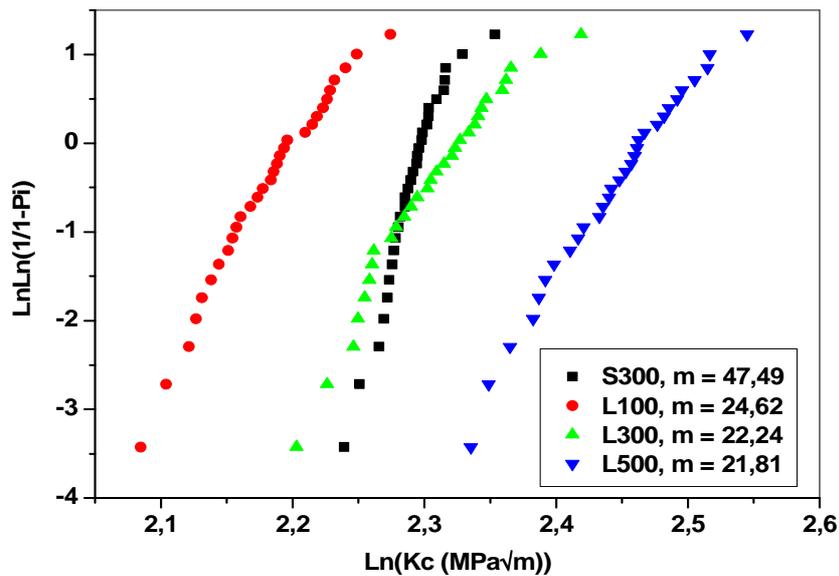


Figure 2.14 : Droites de Weibull.

II.8. INTERACTIONS ENTRE FISSURES D'INDENTATION :

Dans cette deuxième partie, on a étudié l'interaction des fissures radiales en fonction de la charge appliquée et des distances séparant les empreintes. Il est bien connu qu'autour des empreintes, il existe des champs de contraintes qui réagissent entre-eux dans le cas des empreintes voisines. Ces champs de contraintes influencent les longueurs des fissures radiales et leurs orientations relatives.

Une seule charge P a été choisie : 500 N. Après impression, les longueurs des diagonales de l'empreinte « $2a$ » et les longueurs de fissures « $2c$ » sont mesurées par microscope optique dans deux directions, ainsi que l'angle de déviation des fissures « θ ». Trois cas d'orientation des empreintes sont étudiés : sommet-sommet, sommet-coté et coté-coté (fig. 2.15). La procédure consiste à placer une première empreinte $E1$ sous une charge constante $P = 500$ N et en variant les distances « d » entre empreintes, on place la deuxième empreinte $E2$ sous la même charge, mais selon des orientations et des distances de séparation différentes :

- coté-coté, notée CC,
- coté-sommet, notée CS,
- sommet-sommet, notée SS

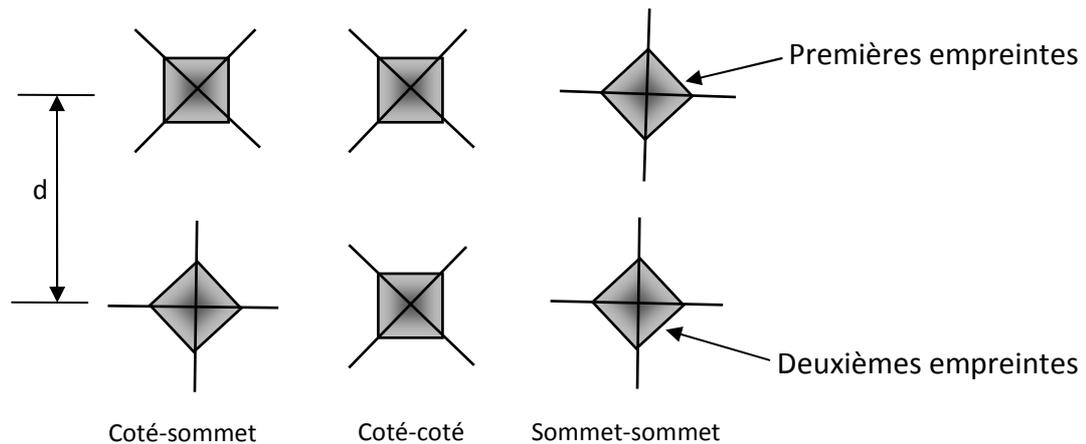


Figure 2.15 : Types d'orientation des empreintes.

II.8.1. Résultats obtenus et discussions :

II.8.1.1. Orientation sommet-sommet:

La figure 2.16, montre les photographies des empreintes Vickers réalisées dans la position sommet-sommet pour différentes distances variant de 400 à 1100 μm . On a utilisé une charge d'indentation de 500 N. On remarque que les fissures radiales sont affectées par les champs de contraintes des deux empreintes. D'une manière générale, tant que les champs de contraintes principales (σ_{11}) sont intenses, l'interaction est nette : les fissures en positions verticales sont réduites, alors que les fissures longitudinales sont assez allongées. Ceci est très clair jusqu'à la distance de séparation $d = 1100 \mu\text{m}$.

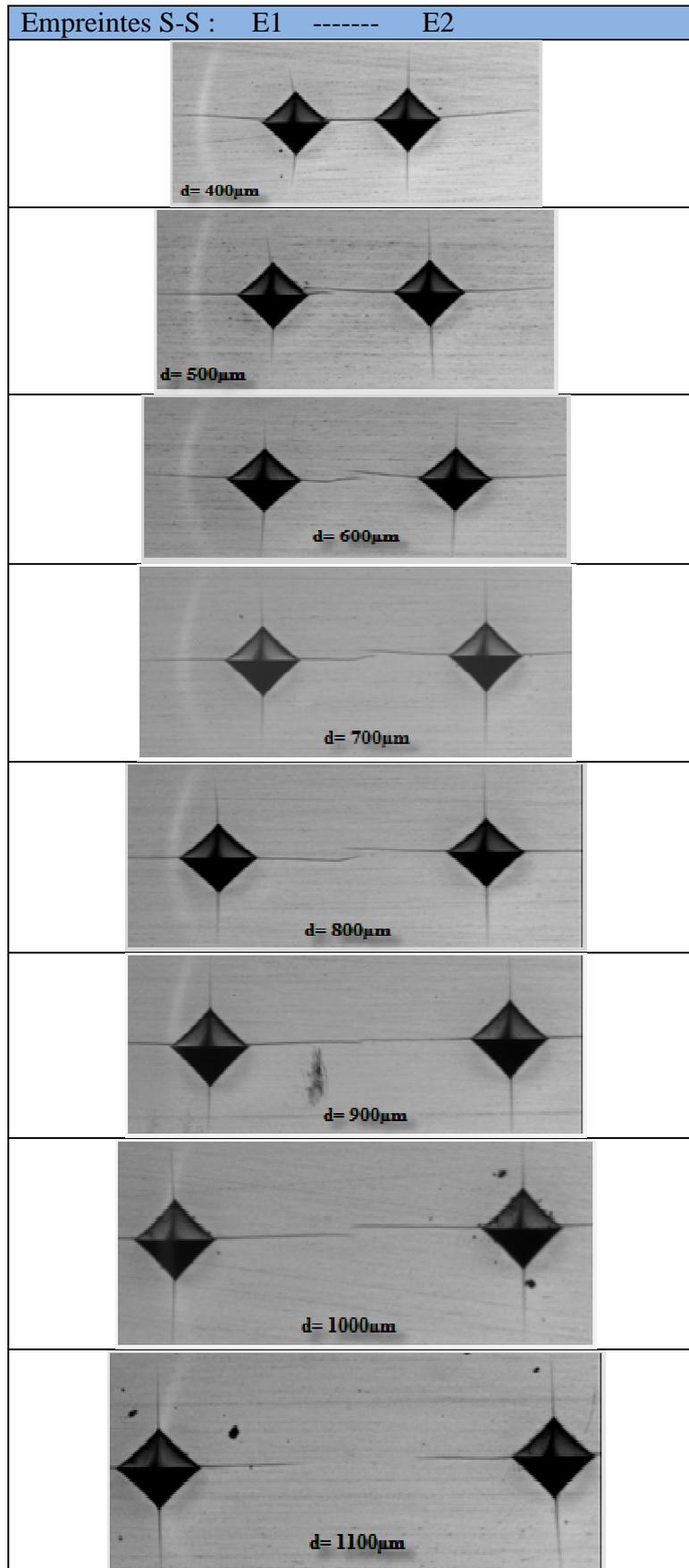


Figure 2.16: Interaction entre fissures radiales avec orientation sommet-sommet pour une charge 500 N.

Le tableau II.7 montre les valeurs de la longueur des fissures $2c$ et l'angle de déviation θ mesurés pour la première empreinte E1 et la deuxième E2. On remarque que les valeurs de $2c$ sont très différentes au début à cause du champ de contrainte qui est assez intense et elles tendent à se rapprocher vers la fin pour les grandes distances où le champ de contrainte s'affaiblit. L'angle de déviation des fissures radiales n'est presque pas affecté par le champ de contrainte car les fissures se trouvent dans le même prolongement.

Tableau II.7: Valeurs de $2c$ et θ mesurées en fonction de d .

Position S-S	d (μm)	P = 500 N	
		E1	E2
2c	100	-	-
	200	-	-
	300	-	-
	400	240	325
	500	294,5	368,5
	600	341,5	387,5
	700	360	386,5
	800	362,5	363,5
	900	353,5	357
	1000	360	370,5
	1100	383,5	392
θ	100	-	-
	200	-	-
	300	-	-
	400	0	3
	500	0	2
	600	0	0
	700	0	0
	800	0	0
	900	0	0
	1000	0	0
	1100	0	0

La figure 2.17, illustre la variation de $2c$ en fonction de la distance d . On observe que la longueur des fissures $2c$ varie en fonction de la distance avec un écart décroissant entre la première et la deuxième empreinte entre les distances 400 et 700 μm . Mais à 800 μm , les deux courbes se chevauchent. Au-delà (800 à 1100 μm), l'écart devient presque négligeable en raison de la faible influence du champ de contraintes. Les longueurs de fissures de E1 sont inférieures à celles de E2 qui est influencée par le champ de contrainte des empreintes initiales E1.

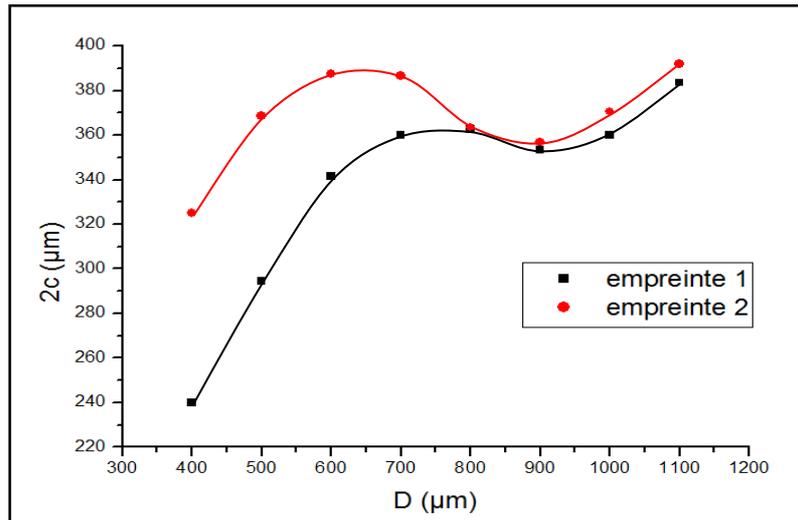


Figure 2.17 : Variation de $2c$ en fonction de la distance d .

La figure 2.18 montre la variation de θ en fonction de la distance d pour une charge de 500 N. On observe pour l'empreinte E2, une très faible variation (3°) de l'angle θ de $400 \mu\text{m}$ jusqu'à $600 \mu\text{m}$ avec un écart par rapport à l'angle de déviation de E2 qui est (0°). A partir de 600 à $1100 \mu\text{m}$ toutes les valeurs sont identiques et nulles.

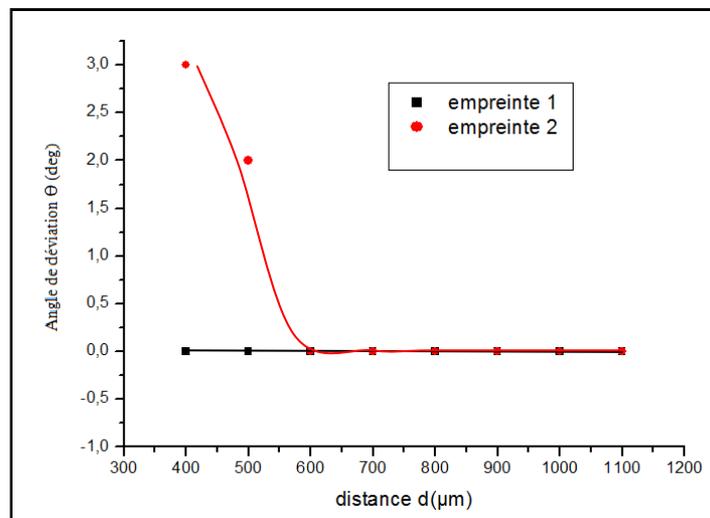


Figure 2.18 : Variation de θ en fonction de la distance d .

II.8.1.2. Orientation coté-coté:

La figure 2.19 montre les empreintes E1 et E2 placées en position coté-coté pour 05 distances de séparation d . On constate que l'interaction est très forte au début avec l'apparition d'une nouvelle fissure radiale sur les côtés de l'empreinte et non pas à partir du sommet. De même, les fissures radiales voisines sont très limitées par rapport aux autres fissures radiales. L'interaction disparaît à la distance $700 \mu\text{m}$.

Les paramètres $2c$ et θ sont établis en fonction de la distance entre les deux empreintes (figure 2.20). Les longueurs des fissures $2c$ et l'angle de déviation θ sont mesurés avec un microscope optique et classés dans le tableau II.8.

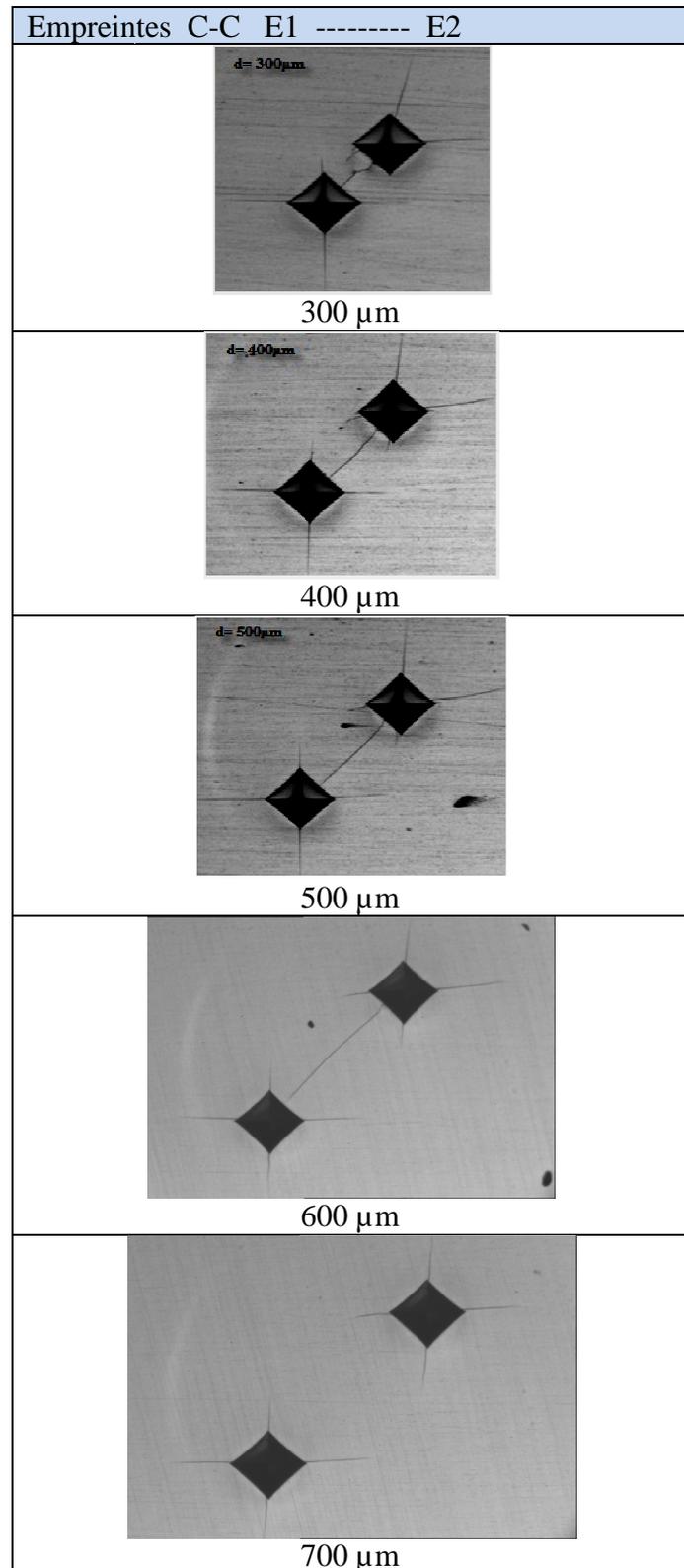
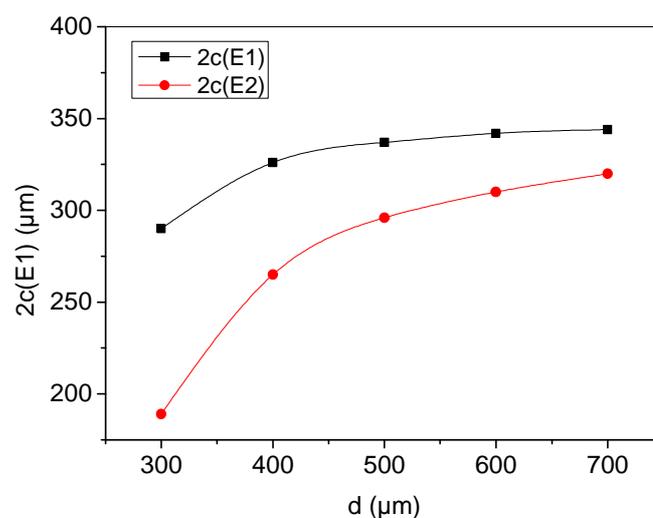


Figure 2.19 : Empreintes et fissures radiales dans l'orientation coté-coté.

Tableau II.8 : valeurs de $2c$ et θ obtenue dans le cas de la position coté-coté.

Position C-C	d (μm)	P = 500 N	
		E1	E2
2c	300	290	188,5
	400	326	265
	500	336,5	295,5
	600	342.5	310.3
	700	344.2	319.8
Θ ($^\circ$)	300	0	28
	400	0	22
	500	0	18
	600	0	16
	700	0	15

La figure 2.20, illustre la variation de $2c$ en fonction de la distance d . On observe que la longueur des fissures $2c$ varie en fonction de la distance d avec un écart décroissant entre la première et la deuxième empreinte entre toutes les distances jusqu'à $700 \mu\text{m}$. Ceci s'explique par la faible influence du champ de contraintes. Contrairement au cas précédent, les longueurs de fissures de E1 sont supérieures à celles de E2 qui est influencée par le champ de contrainte des empreintes initiales E1.

Figure 2.20 : variation de $2c$ en fonction de d .

La figure 2.21 montre la variation de l'angle θ en fonction de la distance d . On observe que la déviation diminue régulièrement à partir de 28° pour l'empreinte E2 et reste constante et nulle pour l'empreinte E1. L'écart entre les deux courbes est régulièrement réduit. Les valeurs de l'angle θ pour l'empreinte E2 tendent vers zéro ; ceci est logique puisque le champ de contraintes pour les grandes distances tend à s'annuler.

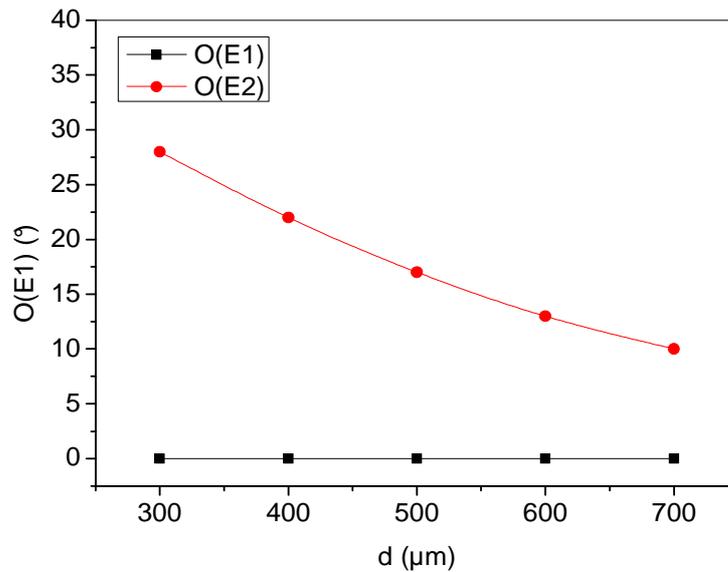


Figure 2.21 : Variation de θ en fonction de la distance d .

II.8.1.3. Orientation sommet-coté :

la figure 2.22 montre les micrographies des empreintes Vickers dans l'orientation sommet-coté faites sous une charge de 500 N pour des distances variant de 400 jusqu'à 800 μm . Comme on peut l'observer, l'influence du champ de contraintes sur les longueurs de fissures $2c$ et la déviation sont très nettes.

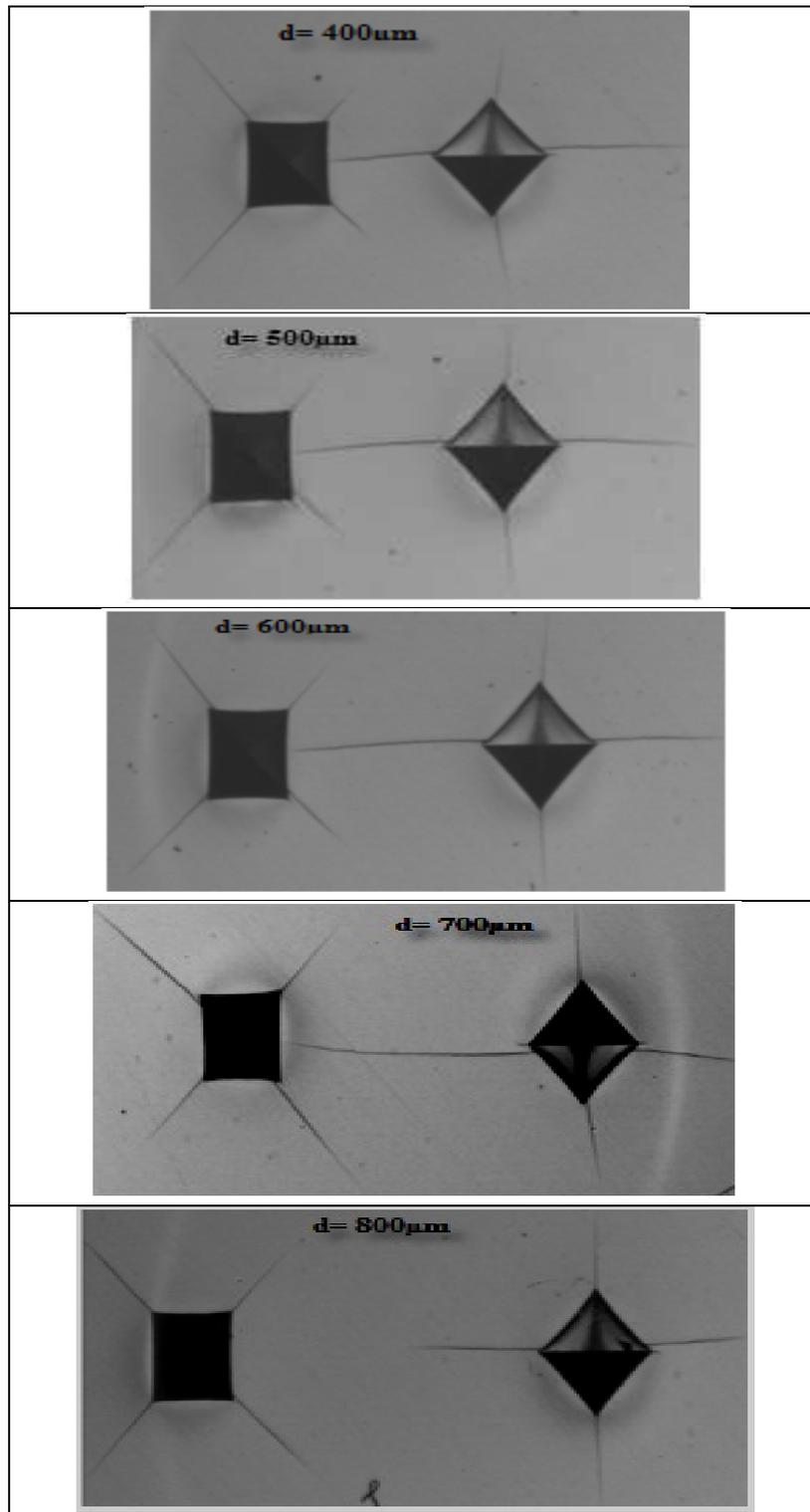


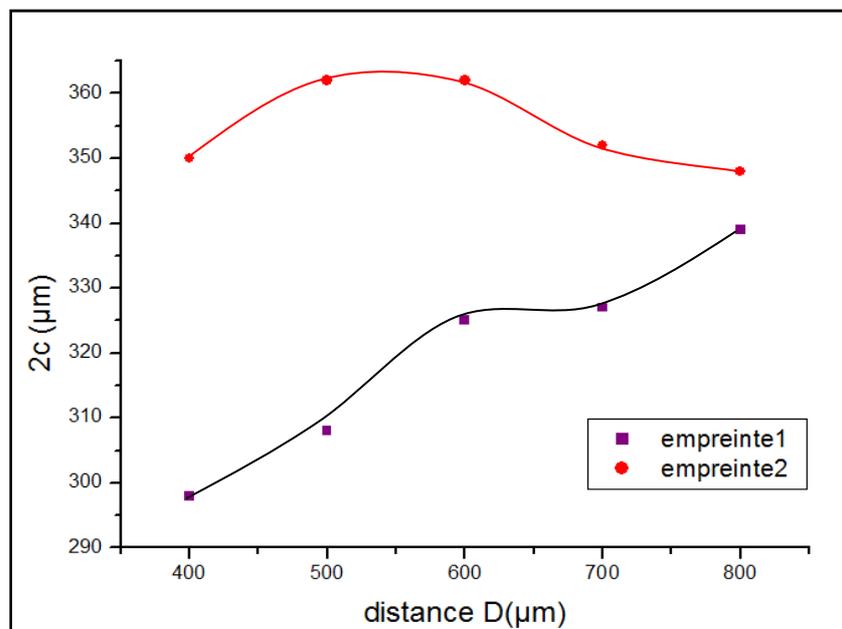
Figure 2.22 : Orientation sommet-coté, $P = 500\text{N}$

Le tableau II.9 rapporte les valeurs de $2c$ et θ obtenus pour une charge de 500 N pour les deux empreintes E1 et E2.

Tableau II.9: Valeurs de $2c$ et θ mesurées en fonction des distances d .

	d (μm)	$P = 500 \text{ N}$	
		E1	E2
$2c$	300	-	-
	400	298	350
	500	308	362
	600	325	362
	700	327	352
	800	339	348
θ	300	-	-
	400	0	12
	500	0	11
	600	0	7
	700	0	5
	800	0	4

La figure 2.23, illustre la variation de $2c$ en fonction de la distance d . On observe que la longueur des fissures $2c$ varie en fonction de la distance d avec un écart entre la première et la deuxième empreinte pour les distances de 400 à 800 N. Cela revient à la variation du champ de contraintes au voisinage des empreintes Vickers. Les écarts ont tendance à se minimiser pour les grandes distances.

Figure 2.23 : Variation de $2c$ en fonction de la distance d .

La figure 2.24 montre que la valeur de θ pour l'empreinte E2 est en diminution presque linéaire en fonction de la distance d à partir de 15° pour l'empreinte E2 par rapport à l'empreinte E1 dont les fissures sont stables et nulles. Ceci est certainement dû au champ de contrainte qui pour les petites distances empêche la création de l'angle de déviation pour E1 qui est déjà faite, et provoque la déviation sur les fissures de E2.

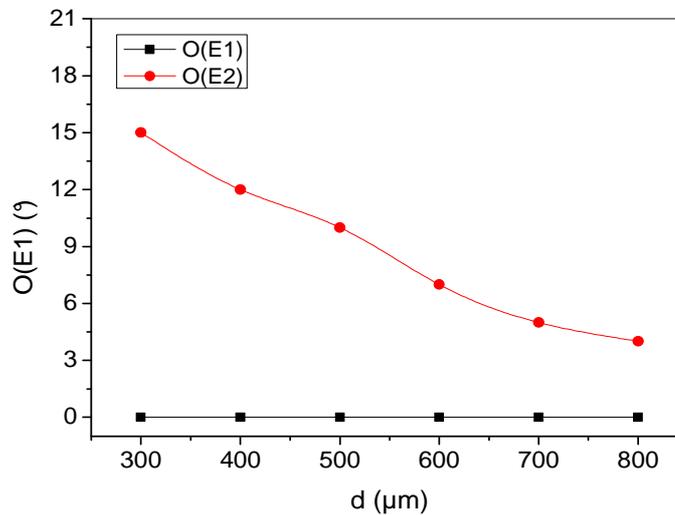


Figure 2.24 : Variation de θ en fonction de la distance d .

II.9. ESSAIS D'USURE :

II.9.1. Procédure expérimentale :

Dans le présent travail, nous avons étudié le comportement tribologique (frottement et usure) en régime sec du cermet WC-6,5% Co destiné à la coupe des métaux. Après préparation des échantillons par affutage, nous avons entrepris des tests d'usure à l'aide d'un tribomètre de type pion-disque disponible au sein du Laboratoire de Génie Mécanique à l'Université de Constantine. L'usure est étudiée en fonction des paramètres suivants : charge, vitesse, temps. Les résultats obtenus montrent que ces paramètres jouent un rôle majeur dans la détermination du comportement à l'usure à sec des couples. Nous avons sélectionné quatre charges 10, 20, 30 et 40 N avec des vitesses du disque variables de 0.1, 0.25 et 0.5 m/s. Ceci permettra d'étudier son influence, et de déterminer l'effet des charges et des vitesses sur l'usure pour une durée qui varie de 60 à 1800 s. Pour cela nous avons choisi d'étudier l'usure à sec du carbure WC-6.5%-Co avec un acier très dur Z200C6 de dureté 58 HRC, soit HV570 environ et ayant subi un polissage fin. Notre travail est basé surtout sur des observations, des analyses et des phénomènes résultants du frottement.

Dans le domaine du frottement à sec les résultats de Coulomb sont encore utilisés. Des progrès ont été réalisés à la suite des travaux de Holm qui montre que les aspérités en contact se déforment plastiquement et peuvent se souder. Ainsi la force de frottement est

directement reliée aux contraintes de cisaillement des jonctions formées [133] en faisant intervenir la dureté du matériau. On sait que le comportement au frottement dépend de la composition chimique, de la microstructure du matériau, des conditions de mesure et du système tribologique.

Un système tribologique se définit comme un système mécanique, formé de deux matériaux antagonistes en contact, animés de mouvements relatifs. Ces deux solides évoluent dans un milieu ambiant et peuvent être séparés par un film intercalaire appelé débris issus de l'usure entraînent la formation d'un troisième corps [134]. En effet, le pion frotte sur la même piste pour tester en général sa résistance à l'usure, donc pour évaluer un coefficient de frottement apparent entre le pion et le disque, il est primordial de ne considérer que les mesures effectuées au début de l'essai, c'est-à-dire avant la dégradation de la surface.

II.9.2. Résultats obtenus et discussions :

A- Caractérisation tribologique.

La figure 2.25 présente la variation du coefficient de frottement en fonction du temps pour différentes forces normales de contact 10-20 N et pour différentes valeurs de la vitesse de glissement 0.1 - 0.5 m/s. Selon l'allure générale des courbes, on remarque que la variation du coefficient de frottement passe par deux périodes. Une période transitoire où le coefficient présente une croissance brusque au début du fonctionnement. La durée de cette période varie entre 200 et 500 secondes selon la force normale de contact, la vitesse de glissement et la nuance de l'échantillon. La deuxième période présente un coefficient de frottement quasi-stationnaire en général malgré l'enregistrement des quelques fluctuations brusques pour certaines conditions $P = 10 \text{ N}$ et $v = 0.5 \text{ m/s}$ (Fig. 1-a) ou $P = 20 \text{ N}$ et $v = 0.25 \text{ m/s}$. Cependant, on doit signaler que le coefficient de frottement devient plus régulier quand la vitesse de glissement augmente.

Ce comportement peut être dû à une instabilité de contact entre le pion en carbure de tungstène et le disque en acier Z200C6. Cette période correspond donc au temps d'accommodation entre les deux pièces antagonistes. Cette durée semble diminuer au fur et à mesure que la vitesse de glissement augmente. Pour la vitesse de glissement 0.5 m/s, la période transitoire est presque absente. Cependant, pour la nuance WC-6, 5%Co on voit que cette période apparaît clairement.

Concernant la deuxième période, le coefficient de frottement ne varie pas significativement qu'au cours de la première période. On enregistre un coefficient moyen de 0.65 à 0.8 pour la force normale de contact 10 N et de 0.35 à 0.4 pour les autres forces normales. Cette diminution du coefficient de frottement peut être expliquée par une fine couche de troisième corps qui s'accroche entre le pion et le disque. Cette couche correspond au débris d'aciers qui se détachent et restent piégés dans la piste d'usure. Les fluctuations du coefficient de frottement observées sous quelques conditions opératoires sont dues certainement à la rhéologie de cette couche.

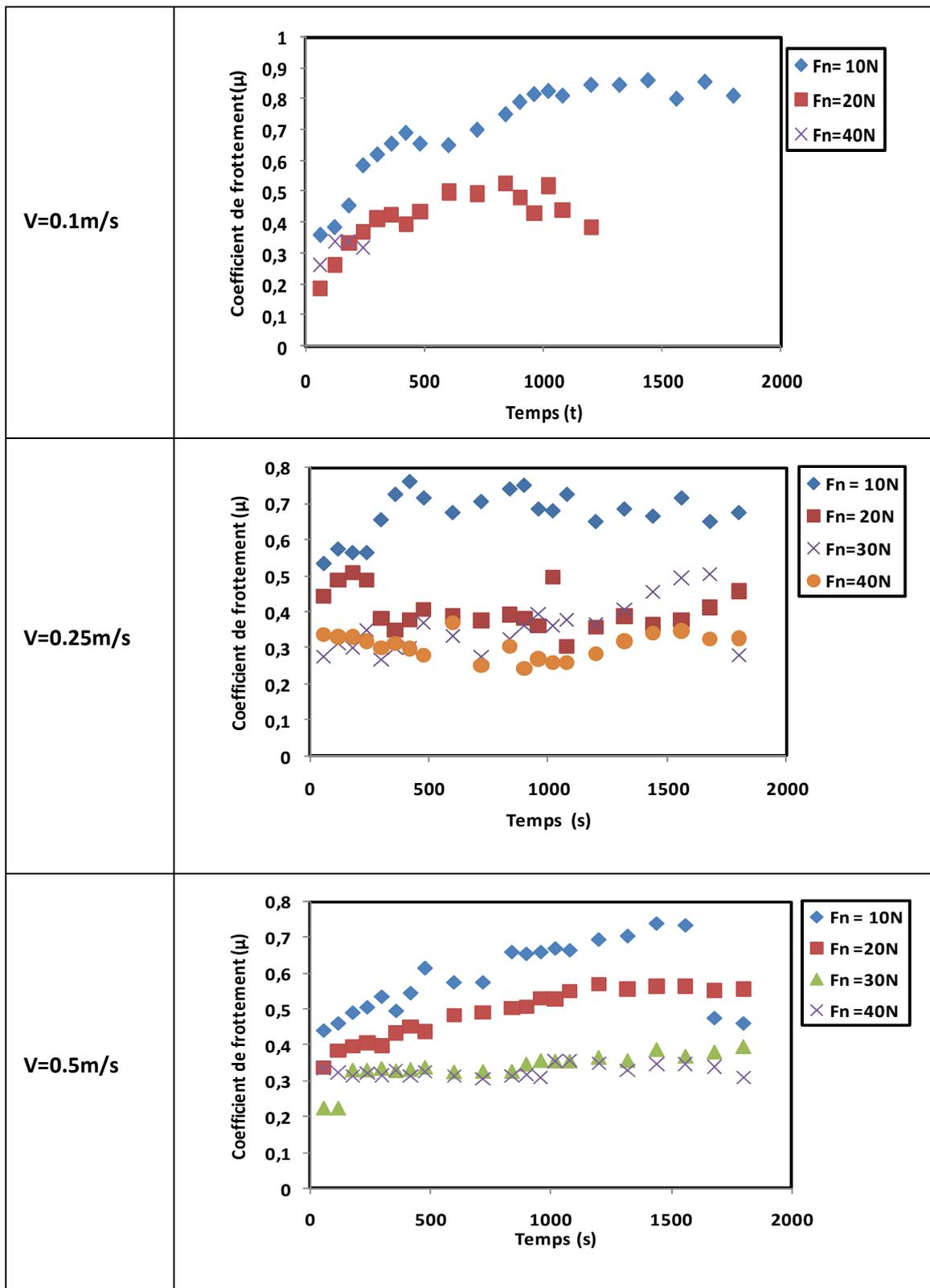


Figure 2.25: Evolution du coefficient de frottement en fonction du temps pour différentes forces normales et vitesses de glissement.

La figure 2.26 présente la variation du coefficient de frottement moyen de la deuxième période en fonction de la force normale de contact pour différentes vitesses de glissement.

On remarque, que le coefficient de frottement est très important pour la force normale de 10 N puis diminue quand la force normale augmente entre 20 et 40 N. D'autre part, la vitesse de glissement ne semble pas avoir un effet marquant sur le coefficient de frottement.

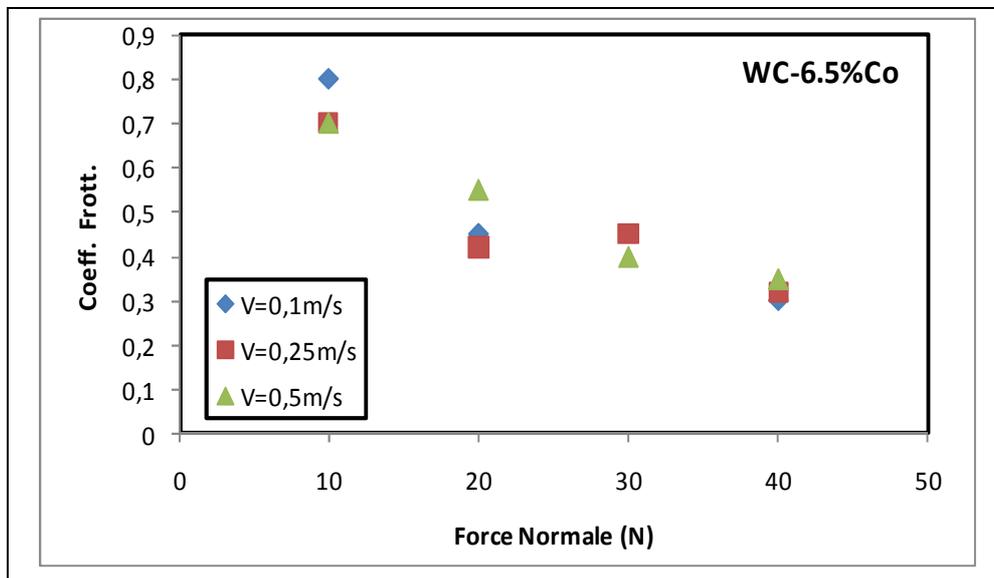


Figure 2.26 : Variation du coefficient de frottement en fonction de la force normale pour différentes vitesses de glissement.

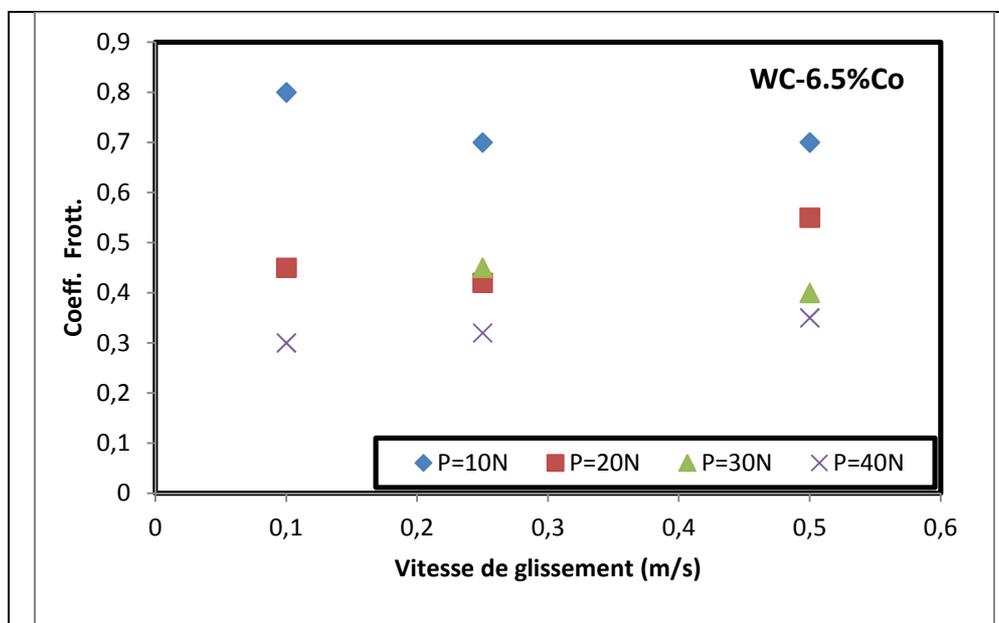


Figure 2.27 : Variation du coefficient de frottement en fonction de la vitesse de glissement pour différentes forces normales.

CONCLUSION

CONCLUSION

Afin de déterminer la ténacité à la rupture de la nuance WC-Co 6,5% en utilisant l'indentation Vickers, 8 formules ont été sélectionnées parmi plus de vingt proposées dans la littérature. Cinq charges d'indentation ont été sélectionnées et choisies. L'évolution des paramètres 2a (longueur moyenne des diagonales) et 2c (longueur moyenne des fissures radiales) par rapport aux charges appliquées a été déterminée. Les différentes formules ont été séparées en 2 familles selon deux profils de fissuration : profil Palmqvist et les courbes de fittage. La ténacité à la rupture en fonction de la charge appliquée a été déterminée. Les résultats montrent qu'il existe une grande dispersion des valeurs de K_C (5,52 à 19.27 MPa.m^{1/2}).

- Parmi toutes les formules proposées dans la littérature, il apparaît très clair que la formule de Schetty est la plus appropriée pour la détermination de la ténacité à la rupture de la nuance WC- 6,5%Co, car elle donne des valeurs comparables à celles obtenues par les méthodes conventionnelles. De même, les valeurs obtenues sont dans l'ordre (9-11 MPa.m^{1/2}) et sont indépendantes des charges appliquées.

- La dispersion des valeurs de K_C a fait l'objet d'une étude statistique de Weibull en utilisant l'équation de Schetty pour $P = 300$ N et l'équation de Lankford pour trois niveaux de charges (100, 300 et 500 N). Une bonne relation linéaire entre les droites de Weibull a été observée, ce qui implique que les données expérimentales peuvent être bien décrites avec le modèle de distribution de Weibull.

- L'étude tribologique a permis de suivre l'évolution du coefficient de frottement. Ce dernier varie selon deux périodes :

* la première est transitoire et caractérisée par une augmentation brusque du coefficient de frottement.

* la seconde est quasi-stationnaire et caractérisée par un coefficient de frottement presque régulier.

- L'apparition des deux périodes dépend des conditions opératoires et de la nuance utilisée. Le coefficient de frottement diminue graduellement en fonction de la force normale pour la nuance WC-6.5%Co. Nous avons observé que les vitesses de glissement ne semblent pas avoir un effet significatif sur les coefficients de frottement.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAHIQUES

- [1] K. Schroder, «The Origin and Development of Hardmetal in the Osram Group» N° 65/213 (private report of the Studiengesellschaft Hartmetall, (1932).
- [2] A. Mortensen, S. Suresh., *Int. Mat. Rev.* 40, pp. 239-265 (1995).
- [3] H. Holleck, H. Kleykamp., «In Modern Developments in Powder Metallurgy» H. H. Hauser, H.W. Antes, G. D. Smith, Eds. (Metal Powder Industries Federation, Princeton, (1981), vol. 14, pp. 233-245.
- [4] G. S. Kreimer., « Strength of Hard Alloys» Consultant Bureau, New York (1968) pp. 116.
- [5] J. Gurland, P. Bradzil, *Trans. AIME*, N 203 (1955), pp. 311.
- [6] H. Pastor., « Etat Actuel et Développement des Matériaux Durs et Super durs» *Matériaux et Techniques*, N°7 (1987), pp. 6-24.
- [7] L.Prakash et al., «WC-Co Cemented Carbides With Improved Binder Alloys» *J.Matter Sci*, Vol8 (1981), pp. 118-121.
- [8] S. G. Shin, H. Matsubara., « In *Sintering Technology*» R. M. German, G. L. Messing, R. G. Cornwall, Eds. Marcel Dekker, Inc., New York, (1996), pp. 157-164.
- [9] T. Taniuchi, K. Okada, T. Tanase., «Sintering Behavior of VC-doped micro-grained Cemented Carbide» G. Kneringer, P. Rödhammer, P. Wilhartitz, Eds., 14th International Plansee Seminar, Reutte (1997), pp. 644-657.
- [10] S. K. Bhaumik, G. S. Upadhayaya, M. L. Vaidya., «Materials Characterization» 28, (1992), pp. 241-249.
- [11] D. Mari, A. D. Krawitz, J. W. Richardson, W. Benoit., *Mater. Sci. Eng. A209*, (1996), pp. 197-.205.
- [12] A. R. Thölen., *Phil. Mag. A* 53, (1986) pp. 259-276.
- [13] D. Mari, J. J. Ammann, W. Benoit, C. Bonjour, «High Temperature Deformation of WC- Co Hard Metal» S. I. Andersen, H. Lilholt, O. B. Pedersen, Eds., 9th Riso International Symposium.
- [14] H. C. Kim, D. Y. Oh, I. J. Shon., «Synthesis of WC and dense WC-x%Co hard materials by high-frequency heated combustion method» *Int. J. Refractory Metals and Hard Materials*, 22, (2004), pp. 41-49.
- [15] M. Gardon., « Etude par spectrométrie mécanique de l'évolution structurale à haute température du composite WC-Co» thèse de doctorat, INSA Lyon (1993), p. IV 15.
- [16] M. H. Poech, H. F. Fischmeister., «Deformation of two-phase materials: a model based on strain compatibility», *Acta metall. mater*, Vol. 40, N°3, (1992), pp. 487-494.
- [17] S. Okamoto, Y. Nakazono, K. Ostuka, Y. Shimoitani, J. Takada., «Mechanical properties of WC/Co cemented carbide with larger WC grain size», *Materials Characterization*, 55, (2005), pp. 281-287.
- [18] C. Nishimatsu, J. Gurland., «Experimental survey of the deformation of the hard-ductile two-phase alloy system WC-Co», *Trans. Am. Soc. Metals* 52. (1960), pp. 469.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [19] H. Doi, Y. Fujiwara, K. Miyake., «Mechanism of plastic deformation and dislocation damping of cemented carbides», *Trans. Metall. Soc. A. I. M. E* 245: (1969), pp. 1457.
- [20] H. C. Lee et J. Gurland., *Mac Sci Ing* 33 (1978), pp.125-133.
- [21] W. Dahwil et B. Frish., *Cobalt* Vol. 22, (1964).
- [22] R. L. Bertolotti., *J. Amer. Ceram. Soc.* Vol. 57, (1974), pp. 300.
- [23] B. Sterding et S. H. Lehnigk., *J. Appl. Phys.*, vol. 41, (1970), pp. 2096.
- [24] H. Doi et al., *IV Bolion Landing Conférence* (1974) (cité par F. Osterstock).
- [25] R. C. Lueth., *A.S.T.M. Symp.* « On instrumented Impact Testing», June (1973), pp. 26-27.
- [26] J. C. Glandus., *Thèse d'état. Université de Limoges* (1961).
- [27] C. Nishamatsu, J. Gurland., *Trans. Of the ASTM*, vol. 52, (1960), pp. 469-484.
- [28] N. B. Luycks, cité par la référence 13.
- [29] A. A. Griffith., «The phenomena of Rupture and Flow in Solid», *Phil. Trans. Roy. Soc.* Vol. A221 (1928), pp. 163-197.
- [30] G. R. IRWIN., «Analysis of stress and strain near the end of a crack Traversing a plate», *J. Appl. Mech*, Vol. 24, N°3 (1957), pp. 361-364.
- [31] E. Orowan., «Fracture and Strength of Solids», *Rep. Prog. Phys.*, Vol. 12, (1949), pp. 185.
- [32] C. E. Inglis., « Stress in plate during the presence of crack and shard corners». *Trans. Inst. Nav. Arch*, Vol. 55, (1913), pp. 219-230.
- [33] H. M. Westergaard., « Bearing Pressures and crack». *J. of Appl. Mech*, Vol. 61 (1939), pp. 49-53.
- [34] A. Bazergui., «Résistance des Matériaux», *Ed. Ecole Polytechnique de Montréal*, (1985).
- [35] J. R. Pickens., *Ph. D. Thesis, Brown University* (1977).
- [36] S. S. Yen., *Ph. D. Thesis - Brown University* (1978).
- [37] P. Kenny., «Powder Metal». Vol. 14, N° 27, (1971).
- [38] A. Iost., *Thèse de docteur ingénieur – université de Caen* (1973).
- [39] F. Osterstock., *Thèse de docteur ingénieur, Université de Caen* (1975).
- [40] H. SI Mohand., *Thèse de 3ème cycle INSA Lyon*(1983).
- [41] N. Ingelstron, H. Nordberg. « *Fract. Mech.*». Vol. 6 (1974), pp. 597.
- [42] M. J. Murray, C. M. Perrot., «Fracture toughness of sintered carbide measured by the D. T. method», *Proc. of the Int. Conf. on Hard Mat.*, Fr. juin (1976), pp. 314-327.
- [43] A. G. Evans., «A Method for evaluating the time dependence failure characteristics of brittle materials and its application to alumina» *J. Mat .Sci.* 7, (1972), pp. 1137-1146.
- [44] H. G. Tattersall, G. Tappin., « The work of fracture and its measurement in metals ceramics and other materials», *J. Mat. Sci.*, Vol. 1, (1976), pp 296-301.
- [45] D. G. Munz., «Fracture toughness calculation from maximum load in form point bend tests of chevron notch specimens». *Int. J. Fract.* Vol. 16 (1980).

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [46] J. M. Barker and J. L. Shannon., « A simplified method for measuring plane strain fracture toughness» - Eng. Fract .Mech. (1975).
- [47] R. T. Dubsfy et al., « Compliance calibration of the short rod chevron Notch specimen»
- [48] K. Kromp, R. F. Pagst, Z., Material Pruf, 22, (1980) pp. 241-245.
for fracture toughness testing of brittle materials», Int. J. Fract., Vol. 18. N2 Feb. (1982).
- [49] K. G. Stjernberg., Metal Sci. 14, (1980), pp.189-192.
- [50] R. C. Lueth, Ph. D. Thesis Michigan State University, USA 5, (1972).
- [51] G. Berry., Metal. Sci. (1976), pp. 361-366.
- [52] B. Bartheley «Notion pratique de mécanique de la rupture », Edition Eyroles (1986), Paris.
- [53] K. M. Liang., «Contribution à l'étude de la mécanique de fissuration des matériaux céramiques de types oxydes». These de Doctorat, INSA Lyon (1990), pp. 156.
- [54] J. Boussinesq, S. P. Timoshenko and J. N. Goodier., «Theory of Elasticity», Ed. Mc Graw Hill, New York (1970), pp 398-402.
- [55] B. R. Lawn, A. G. Evans, D. B. Marshall.,«Elastic/plastic Indentation Damage in Ceramics : The Median/Radial Crack System». J. Am. Ceram. Soc, Vol. 63, N° 9-10 (1980), pp. 574-581.
- [56] B. R. Lawn, M. V. Swain., «Micro-fracture beneath point indentation in brittle solids». Journal of Mat. Science, 10 (1975), pp. 113.
- [57] M. T. Laugier., «New formula for indentation in ceramics». Journal of Mat. Science Letters, 6 (1987), pp. 355
- [58] J. Wang, X. H. Zheng, R. Stevens., Journal of Materials Sciences, 27(1992), pp.5348,
- [59] J. Wang, M. Rainforth., I. Wadsworth, R. Steven, «The effects of Notch Width on the SENB Toughness for oxides Ceramics». Journal of European Ceramics Society, 10 (1992), pp. 21.
- [60] M. V. Swain, N. Claussen., «Dependence of toughness of alumina on grain size and test technique». Journal of Amer. Ceramic society, 66(1983) c-27.
- [61] K. Tsukuma., «Mechanical properties and thermal stability of CeO₂ containing tetragonal zirconia polycrystals». Journal of Amer. Ceramic society, 65(1986), pp. 1386.
- [62] K. Tsukuma and M. Shimida., « fracture toughness and Vickers hardness of CeO₂-stabilised tetragonal ZrO₂ polycrystals (Ce-TZP)» Journal of Materials Science, V. 20 (1985), pp.117-23.
- [63] K. E. Amin et al., «Engineered Materials Handbook, Ceramics and Glasses», Vol.4, ASM International, Metals Park, OH, (1991), pp. 599.
- [64] S. Palmqvist., « Method of determining the toughness of brittle materials, particularly sintered carbides», Translation N° BISI 1865 of Jernkontorets Ann. 141 (5) (1957), pp.300.
- [65] T. Lube, « Indentation crack profiles in silicon nitride». Journal of european Ceramic Society, (2001), pp. 211.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [66] R. F. Cook, G. M. Pharr., «Direct observation and analysis of indentation cracking in « Glasses and ceramics» Journal of American Ceramics Society, 73 (1990), pp. 787.
- [67] R. L. K. Matsumoto., Journal of American Ceramics Society, 70(1987), pp. 366.
- [68] J. C. Glandus, T. Rouxel, Q. Tai, «Study of the Y-TZP toughness by an indentation method» Ceramics International, 17 (1991), pp. 129.
- [69] R. F. Cook, L. M. Braun, W. R. Canon., « Traped Crack at Indentation»: I, Experiments on Yttria- Tetragonal Zirconia Polycrystals. Journal of Material Science, 29 (1994), pp. 2133.
- [70] M. S. Kaliszewski, G. Behrens, A. H. Heuer., «Indentation Studies on Y_2O_3 -Stabilised ZrO_2 »: I. Development of Indentation-Induced Crack, Journal of America Ceramic Society, 77[5] (1994), pp. 1185.
- [71] B. R. Lawn, E. R. Fuller., «Equilibrium penny-like crack in indentation fracture», Journal of Material Science, 10 (1975), pp. 2016.
- [72] A. G. Evans, T. R. Wilshaw, «Quasi-static solid particle damage in brittle solids», Acta Metallurgica, 24 (1976), pp. 939.
- [73] A. G. Evans, E. A. Charles., «Fracture toughness determination by indentation», Journal of American Ceramic Society, 59 (1976), pp. 371.
- [74] A. G. Evans., « Fracture toughness: the role of indentation technique», In Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials. ASTM STP 678, ed. S. W. Freiman, American Society for Testing and Materials, Philadelphia PA, (1979), pp. 112.
- [75] J. E. Blendell., Ph D Thesis, Massachusetts Institute of Technology (1979).
- [76] G. R. Anstis, P. Chantikul, B. R. Lawn, D. B. Marshall., «A critical evaluation of indentation technique for measuring fracture toughness: Direct crack measuring» Journal of American Ceramic Society, 64 (1981), pp. 533.
- [77] K. Niihara, R. Morena, D. B. Hasselman., «Evaluation of K_{IC} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios». Journal of Material Science Letters, 1(1982), pp. 13.
- [78] J. Lankford., « Indentation micro-fracture in the Palmqvist crack regime: implication for fracture toughness evaluation by indentation method», Journal of Material Science Letters, 1(1982), pp 493.
- [79] M. T. Laugier., «Toughness determination of some ceramics tool material using he method of Hertzian indentation fracture », Journal of Material Science Letters, 4 (1985) pp. 1539.
- [80] K. Tanaka., «Elastic/Plastic indentation and indentation fracture toughness the inclusion core model», Journal of Material Science, 22(1987), pp. 1501.
- [81] K. Niihara., «A fracture mechanics analysis of indentation –induced Palmqvist crack in ceramic». Journal of Material Science Letters, 2(1983), pp. 221.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [82] D. K. Shetty, I. G. Wright, P. N. Mincer, A. H. Clauser., «Indentation fracture of WC-Co cermets», *Journal of Material Science*, 20(1985), pp. 1873.
- [83] B. R. Lawn, D. B. Marshall., « Hardness toughness and brittleness; an indentation analysis». *J. Am. Ceram. Soc.* 59 (1979), pp. 371.
- [84] J. G. P. Binner, R. Stevens., « The measurement of toughness by indentation», *British Ceramic Transaction and journal* 83-6 (1984), pp. 168.
- [85] T. Fett, A. B. Kouna, J. Rodel., « Crack opening displacement of Vickers indentation cracks». *Eng. Fract. Mech.*, 72-5 (2005), pp. 647.
- [86] C. B. Ponton, R. D. Rawlings, «Vickers indentation fracture toughness test”, *Mater. Sci. Tech.* 5 (1989), pp.865–872.
- [87] M. Sakai, R. C. Bradt., « Fracture toughness testing of brittle materials», *Int. Mater. Rev.* 38 (1993), pp.53–78.
- [88] E. Ritter, F. M. Mahoney, K. Jakus., in: R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman, F. F. Lange, «Fracture Mechanics Ceramics», vol. 8, Plenum, New York, (1986), pp. 213.
- [89] D. Frene, Nicolas, M. Berthe, M. Deguerce et M. Godet, «Lubrification hydrodynamique : paliers et butée», Paris : Edition Eyrolles, (1988), pp. 488.
- [90] I. M. Hutchings, «Tribology, friction and wear of engineering materials» London, Addison Arnold (1992), pp. 273.
- [91] G. Zambelli, L. Vincent, «Matériaux et contact : une approche tribologique», Lausanne. Presse polytechnique et universitaire romandes, (1998), pp. 377.
- [92] M. Godet, «Les nouveaux matériaux : propriétés intrinsèques, propriétés fonctionnelles, application à la tribologie» A paraître, laboratoire de mécanique des contacts, INSA de Lyon.
- [93] Y. Berthier, «Mécanisme et tribologie ». Thèse de doctorat d'état des sciences (1988), INSA Lyon.
- [94] C. Zichos, « Tribology- A system approach to the science and technology of friction in Lubrification and wear», Elsevier, Amsterdam (1978), pp. 178.
- [95] J. J. Caubet., «Theorie et pratique industrielle du frottement » Paris, Edition Dunod. Technip, (1964).
- [96] E. Rabinowicz., «Friction and wear of materials», John Wiley and sons Inc., New York London (1965).
- [97] OECD, «Glossary of terms and definition in the field of friction», Organisation for Economic Cooperation and Development (1969).
- [98] J. Dhers, «Usure, avaries, corrosion » *Technique et vulgarisation* (1978).
- [99] ASTM : Norme G40-90A (1990).
- [100] R. Foy., «La physique cours et exercices» (1998-1999).
- [101] P. Montmitonnet, «Lois de frottement et déformation plastique » *Matériaux et techniques*, N° 1-2-3 (1993).
- [102] J. Glascot, F. H. Stott, G. C. Wood, «The effective of oxides in reducing sliding wear of alloys» *Oxides of metals* (1985) pp. 99-112.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [103] J. Frene, «La tribologie de l'antiquité à nos jours», Bulletin de l'union des physiciens, N°689 (1986), pp. 1531-1560.
- [104] J. Blouet, R. Arnaud, D. Courtel, «Essai d'usure des bronzes », N° spécial Usure : Tome 2, (1972).
- [105] I. V. Kragleski, «Friction and wear» (1965), pp. 209.
- [106] Y. C. Chiou, T. Kayaba, K. Kato, «Effect of normal stiffness in loading system on wear of carbon steel in severe – mild wear transition», Trans. ASME - Jour. of Tribology Technology, 107 (1985), pp. 491-495
- [107] M. Cartier, P. Kapsa., «Usure des contacts mécaniques : éléments de tribologie», Technique de l'ingénieur, traité Génie mécanique, BM 5066-II (2001).
- [108] A. Pouget, «Conception et Technologie : Géométrie Cinématique, Fiabilité des pièces et des liaisons », Edition Masson, Paris, (1987).
- [109] E. Rabinowicz., «The influence of compatibility on different tribological phenomena» ASLE (1971), pp. 206-212.
- [110] J. Glascot, F. H. Stott, G. C. Wood, «The effective of oxides in reducing sliding wear of alloys» Oxides of metals (1985), pp. 99-112.
- [111] E. Feld, «Thermique du contact», cycle de cours, Groupe surface et tribologie CEMEF Sophia Antipolis (1989).
- [112] Société PEDERSEN, Carburier Chassieu, Lyon – France
- [113] A. M. Soleimanpour, P. Abachi, A. Simchi, «Microstructure and mechanical properties of WC-10%Co cemented carbides containing VC or (Ta, Nb) C and fracture toughness evaluation using different models», Int. J. of Refractory Metal and Hard Materials 31 (2012), pp.141-146.
- [114] B. R. Lawn and E. R. Fuller., «Equilibrium penny-like cracks in indentation fracture», J. Mater. Sci, Vol. 10 (1975), pp.2016-2024.
- [115] I. M. Ogilvy, C. M. Perrott and J. M. Sutter, «The indentation of cemented carbides Wear», 43 (1977), pp. 239-52.
- [116] R. Spiegler, S. Schmauder, L. S. Sigl, «Fracture toughness evaluation of WC-Co alloys by indentation testing», J. Hard Mater. Vol. 1 (1990), pp. 147-58.
- [117] A. M. da Silva Dias, P. J. Modenesi, G. C. de Godoy, «Computer simulation of stress distribution during Vickers hardness testing of WC-6Co», Materials Research, Vol. 9, N1 (2006), pp. 10-18.
- [118] K. Jia, T. E. Fischer and B. Gallois, «Nanostructured Materials». Vol. **10** (1998), pp. 875-891.
- [119] R. F. Cook., L. M. Braum. W. R. Cannon. «Trapped cracks at indentations: I, Experiments On Ytria Tetragonal Zirconia Polycrystals». J. Mater. Sci, 29 (1994), pp.2133.
- [120] Kaliszewski M. S., Bahrens G., Heuer A. H., «Indentation studies on Y₂O₃- Stabilized ZrO₂ : I. Development of indentation induced crack», J. Am. Ceram. Soc., 77-5 (1994), pp. 1185.
- [121] Trent E. M., Metal cutting. 2nd Edition Butterworths & Co. LTD; (1984).
- [122] N. Bouaouadja et al., «Fracture toughness of WC-Co cemented carbides at room temperature » J. Mater. Sci. Lett., 13 (1994), pp. 1165-68.
- [123] S. F. Scieszka, «Wear transition as a mean of fracture toughness evaluation of hard metals», Tribology Lett., 11 (2001), pp. 185-194.
- [124] X. Deng et al. J. Mater. Sci. Lett., 21 (2002), pp. 707-709.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [125] F. Sergejev, M. Antonov, «Comparative study on indentation fracture toughness measurements of cemented carbides», *Proc. Estonian Acad. Sci. Eng.* Vol. 12, N 4 (2006), pp. 388-398.
- [126] D. Bouteghmes, M. Hamidouche, N. Bouaouadja « Study of Indentation Fracture Toughness of WC-6.5%Co Cermet », *International Review of Mechanical Engineering (I.R.E.M.E)*, Vol. 6, N4, May 2012.
- [127] W. Weibull., «A Statistical Theory of the Strength of Materials», *Proc. Royal. Swedish. Inst. Eng. Res.*, vol.151, (1939), pp. 1-45.
- [128] S. M. Wiederhorn, and E. R. Fuller, «Structural reliability of ceramic materials». *Mater. Sci. Eng.*, (1985), pp. 71, 169.
- [129] A. S. Jayatilaka and K. Trustrum, «Statistical approach to fracture». *J. Mater. Sci.*, (1977), 12, pp. 1426-1430.
- [130] J. Gong et al., «Statistical analysis of fracture toughness of soda- glass determined by indentation», *Journal of Non-Crystalline Solids* 279 (2001), pp.219-223.
- [131] G. D. Quinn, « Flexure strength of advanced structural ceramics a round robin », *J. Am. Ceram. Soc.*, 73 (1990), pp .2374.
- [132] M. Steen, S. Sinnema, and J. Bressers., «Statistical analysis of bend strength data according to different evaluation methods » *J. Eur. Ceram. Soc.*, Vol. 9 (1992), pp.437- 445.
- [133] F. P. Bowden and D. Tabor., «Friction, lubrication and wear: a survey of work during the last decade» *Br. J. Appl. Phys.*, 17: (1966), pp. 1521–1544.
- [134] O. Barrau, «Etude du frottement et de l'usure d'acier à outils de travail à chaud» PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse, (2004).