CHAPITRE II : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Ce chapitre est consacré à décrire le choix des matériaux utilisés dans cette étude, ainsi que les procédures d'élaboration, les différentes techniques expérimentales utilisées et les objectifs pour mener à terme ce travail.

II.1. Introduction

Les différents travaux traitant la durée de vie des aciers au manganèse, dans le chapitre précédent, ont montré que celle-ci est fortement liée à leur composition chimique et à leurs propriétés surtout de dureté et d'usure. L'acier à 1.2% de carbone et 12% de manganèse (acier Hadfield) a été longuement étudié et s'avère le matériau adapté pour assurer un compromis entre la ductilité et la résistance. La composition chimique et les traitements thermiques sont les principaux paramètres de fabrication de ces derniers qui influent sur la formation de la microstructure et par conséquent sur les propriétés de service. Un acier fortement allié au manganèse (Hadfield) élaboré par l'Algérienne de Fonderie de Tiaret (ALFET) servira de matériau de référence pour réaliser cette étude. Ce dernier a été modifié par certains éléments (Cr, Ni et Nb) et traité thermiquement pour évaluer leurs effets sur la formation de la microstructure et la variation des propriétés d'utilisation. Un autre acier avec de faibles teneurs en manganèse et en carbone (0.9%C et 10%Mn) comparativement à l'acier produit à ALFET et allié au Cr, Ni, Mo, V et Nb a été aussi étudié.

Les procédures d'élaboration et les techniques de caractérisation ont été réalisées au niveau des différentes institutions qui ont apporté leur aide et leur soutien pour la réalisation de cette thèse, à savoir :

- Laboratoire de Fonderie de l'université de BADJI Mokhtar-Annaba ;
- Algérienne des Fonderies de Tiaret (ALFET) ;
- Algérienne des Fonderies d'El-Harrach (ALFEL) ;
- Laboratoire de Génie des Procédés de l'université d'AMAR Thelidji-Laghouat ;
- Laboratoire de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines et de la Métallurgie-Annaba ;
- Unité de Recherche en Matériaux Avancés (URMA)-Annaba ;
- Unité de Recherche Appliquée en Sidérurgie Métallurgique (URASM)-Annaba ;
- Université des Sciences et de la Technologie-Oran ;
- Université de Mohamed Khider- Biskra ;
- Université de Abderrahmen Mira- Bedjaia ;
- Faculté de mécanique de l'université de Technique de Yeldiz- Istanbul.

II.2. Matériaux

L'étude porte sur deux nuances d'aciers alliés au manganèse, acier à moyenne teneur en manganèse et en carbone et acier Hadfield, aux compositions chimiques un peu améliorées par rapport aux nuances industrielles, c'est-à-dire avec inoculation afin d'étudier l'influence des éléments ajoutés sur le changement microstructural et les propriétés d'exploitation. L'objectif premier du choix des compositions chimiques utilisées est de valoriser le produit algérien tout en gardant un coût de production rentable pour l'économie nationale. Dans notre étude, deux types d'aciers ont été expérimentés. L'un concerne l'acier Hadfield et l'autre un acier dont les teneurs en manganèse et en carbone sont relativement faibles comparativement au premier acier. La diminution de la teneur en ces deux éléments (carbone et manganèse) dans le second acier a pour objectif de favoriser la formation de la martensite en quantité relativement plus grande après traitements thermiques. Ainsi, la diminution de la teneur en carbone a pour effet de minimiser la formation de réseaux de carbures fragilisants. La présence de ces derniers dans la microstructure de l'acier conduit à une baisse de ductilité. Les éléments gammagènes et non carburigènes ont été ajoutés en faibles teneurs dans le but de préserver une certaine quantité d'austénite résiduelle après traitement thermique. Parmi ces éléments, le nickel peut être bien indiqué mais à une teneur inférieure à 2%. Tandis que les éléments carburigènes tels que le chrome, le molybdène, le niobium et le vanadium sont ajoutés en faibles quantités (<3% pour le chrome et <1% pour les autres éléments) afin de favoriser une précipitation secondaire et une transformation martensitique à l'état traité thermiquement et par conséquent une amélioration des propriétés d'usure.

II.3. Elaboration des échantillons

Les échantillons ont été élaborés dans un environnement industriel au niveau de l'Algérienne des Fonderies de Tiaret (ALFET). Les alliages sélectionnés ont été fondus dans un four électrique à arc de capacité de 6 tonnes avec différentes teneurs en carbone et en manganèse. Deux types d'acier ont été élaborés dans le but de notre étude, l'un est l'acier Hadfield (12%Mn et 1.2%C) produit par ALFET et un autre acier de teneurs en manganèse et en carbone relativement plus faibles (10.54%Mn et 0.93%C) et alliés à différents éléments chimiques (Cr, Mo, Nb, Ni et V) dans le but d'étudier les variations microstructurales et de résistance qui pourraient s'opérer. Les éléments ont été ajoutés sous forme de ferro-alliages (FeCr, FeNi, FeV, FeMo et FeNb) en faibles quantités. Ces ferro-alliages ont été bien broyés dans un concasseur de laboratoire à plateaux excentriques. Les poudres ultrafines (de ferro-

alliages) obtenues après broyage ont été ajoutées dans une louche préchauffée préalablement après la fusion complète du métal. Pour la réussite de nos expériences, plusieurs paramètres doivent être pris en considération, notamment, les quantités de ferro-alliages à ajouter, la perte au feu de chaque élément et les masses des éprouvettes à couler, car une maitrise du lit de fusion (bilan de charge) est indispensable.

Le lit de fusion des échantillons élaborés est calculé comme suit :

- Masse du métal dans la louche

Nous avons utilisé une louche de diamètre de 22 cm. La masse du métal (m_m) est calculée d'après la relation 1.

$$m_m = \rho . V_m \qquad (1)$$

Où :

V_m : volume du métal dans la louche et ρ : masse volumique du métal.

Dans notre cas, la louche a été remplie aux deux tiers pour éviter le débordement de métal lors de son remplissage. Le volume du métal versé dans la louche est calculé d'après la relation 2.

$$V_m = \frac{\frac{4}{3}.\pi.R^3}{2} \qquad (2)$$

La masse volumique de l'acier Hadfield est de :

$$\rho = 7{,}62\ \mathrm{g/cm^3}$$

D'après la relation 1, la masse du métal est de :

$$\mathrm{m_m} = 35044\ \mathrm{g}$$

- Masse de l'élément à ajouter

La quantité de l'élément d'ajout est calculée en tenant compte de sa perte au feu et de son taux dans le ferro-alliage utilisé. Les compositions des ferro-alliages utilisés sont montrées par le tableau II.1.

Les éléments d'addition ont été introduits au fond d'une louche comme le montre la figure II.1. Toutes les éprouvettes ont été coulées à une température de 1500°C dans des moules en sable en résine furanique, de forme cylindrique, de 100 mm de longueur et 20 mm de diamètre. La température a été mesurée à l'aide d'une canne pyrométrique.

Tableau II.1. Composition chimique des ferro-alliages utilisés

	Eléments chimiques (en pourcentage massique, %)								
	C	Si	P	S	Cr	Nb	Ni	Mo	V
FeCr	≤0,15	≤1	≤0,03	≤0,05	70-75	/	/	/	/
FeNb	/	≤2,5	≤0,1	≤0,05	/	60-65	/	/	/
FeNi	/	/	/	/	/	/	99	/	/
FeMo	≤0.1	≤2	≤0,05	≤0,05	/	/	/	68-73	/
FeV	≤0,3	≤2	≤0,1	≤0,05	/	/	/	/	78-82

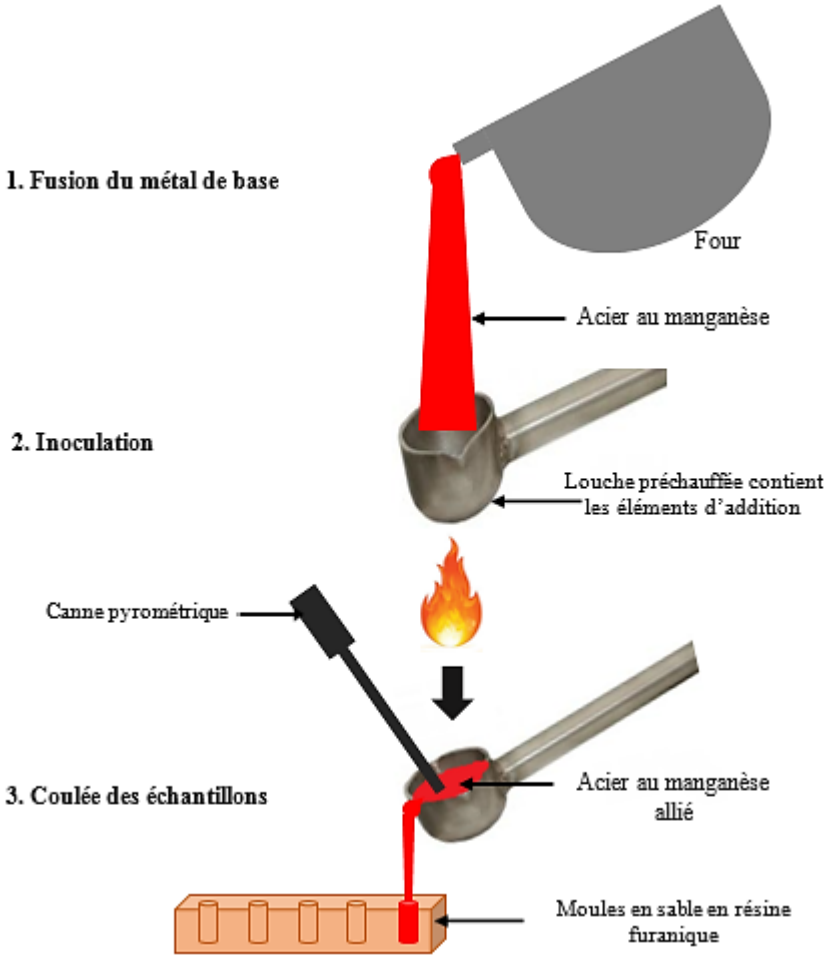

Figure II.1. Elaboration des échantillons

L'analyse chimique des échantillons a été faite par spectrométrie d'émission atomique au niveau de l'entreprise Algérienne des Fonderies d'El-Harrach (ALFEL).

II.4. Traitements thermiques

Après la solidification, les éprouvettes ont été découpées en plusieurs échantillons de 10mm de longueur et 20mm de diamètre pour les traitements thermiques. Les traitements thermiques sont principalement appliqués dans le but d'améliorer les propriétés de service des aciers étudiés. Les mécanismes de durcissement recherchés après les traitements thermiques pour notre étude sont la formation de la martensite et/ou le durcissement secondaire. Le durcissement par précipitation est réussi lorsque les carbures précipités sont fins et dispersés d'une manière homogenèses dans la matrice. Ceci reste difficile à obtenir à l'état brut de coulée.

Dans le but d'optimiser l'effet des éléments ajoutés (chrome, molybdène, nickel, niobium et vanadium) sur les changements microstructuraux et d'obtenir une microstructure et des propriétés de services adéquates, deux traitements thermiques ont été appliqués. Ces derniers ont été réalisé dans un four à moufle de type Nabertherm dont la température peut atteindre 1200°C. Le premier traitement consiste à un chauffage des échantillons jusqu'à une température de 600°C avec un maintien d'une heure (1h) puis une mise en solution à une température de 1020°C pendant une heure (1h) et une autre mise en solution à une température de 1050°C avec un maintien d'une heure (1h) suivi d'une trempe à l'eau. Ce traitement a été réalisé sous une vitesse de chauffe stable et égale à 6°C/min. Le deuxième traitement a été effectué dans les mêmes conditions mais avec des températures de mise en solution de 1080°C et 1100°C. Ainsi, la montée en température pour ce régime a été fixée à 12°C/min. Les deux cycles de traitements thermiques appliqués sont montrés par la figure II.2.

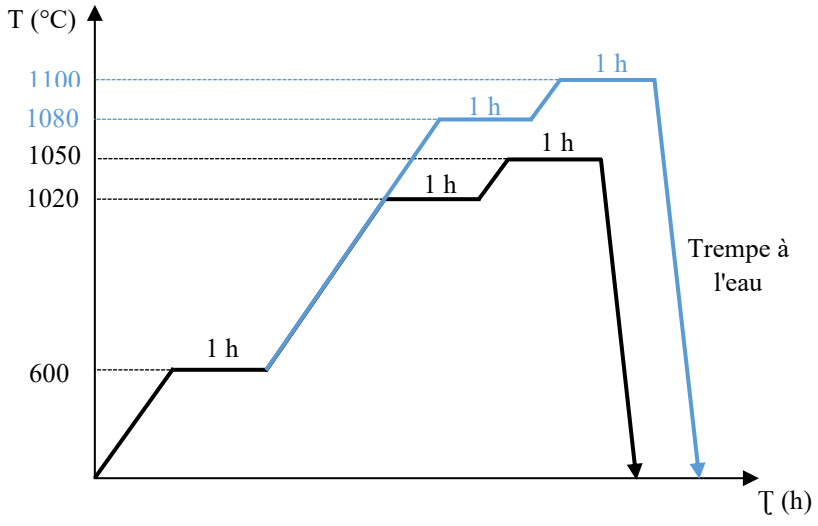

Figure II.2. Cycles des deux traitements thermiques appliqués

II.5. Préparation métallographique

Pour la caractérisation microstructurale, tous les échantillons (bruts de coulée et traités thermiquement) ont subi un polissage mécanique moyennant des papiers abrasifs de différentes granulométries (de 320 jusqu'à 4000) sous lubrification à l'eau. Un polissage de finition a été ensuite appliqué afin d'assurer un état de surface miroir. Ce dernier consiste à polir les échantillons pré-polis contre un tissus fin (3 µm) sous lubrification à l'alumine de granulométrie de 3 µm puis de 1µm. Les échantillons polis ont été rincés à l'eau distillée et séchés après chaque étape pour éviter une oxydation ultérieure. A la fin du polissage, tous les échantillons ont été nettoyés dans un bain à ultrasons afin de les débarrasser des toutes particules ou poussières collées sur la surface polie. Les échantillons ont été ensuite séchés et attaqués chimiquement au Nital 4%.

II.6. Observation microstructurale

II.6.1. Microscopie optique

Les microstructures des aciers expérimentés à leurs états brut de coulée et traités ont été examinées à l'aide d'un microscope optique de type NIKON Eclipse LV150L.

II.6.2. Microscopie électronique à balayage

Pour mieux analyser les microstructures obtenues, une analyse complémentaire au microscope électronique à balayage a été opérée. L'analyse qualitative des différentes phases existantes dans la microstructure des aciers étudiés a été réalisée par une analyse dispersive en énergie EDS intégrée au MEB. Le calcul de la taille des grains a été effectué à l'aide du logiciel ImageJ en se basant sur les micrographies optiques et MEB de type EVO MA 25.

II.7. Diffraction des rayons X

Afin de confirmer la nature des phases existantes, une analyse quantitative et qualitative par diffraction des rayons X a été effectuée à l'aide d'un diffractomètre Rigaku avec une radiation CuKα (λ=1.5406 A˚) à 2θ et un pas de 0.02° dans une plage de 0 à 100°. L'ajustement des diffractogrammes a été effectué moyennant le logiciel X'Pert HighScor.

II.8. Dureté et microdureté

La dureté Rockwell C (HRC) et la microdureté Vickers (HV) ont été mesurées à l'aide d'un duromètre et un microduromètre de type INNOVASTEST sous des charges de 150 Kgf et de 200 gf respectivement.

II.9. Comportement tribologique

II.9.1. Usure abrasive

Le dispositif de l'essai d'usure utilisé est illustré sur la figure II.3. Avant le test d'usure, la surface de chaque échantillon a été polie en utilisant des papiers abrasifs de granulométries 600, 800 et 1000 afin d'avoir une bonne planéité pour éviter une dispersion des résultats. L'échantillon a été ensuite nettoyé avec de l'alcool, séché et pesé. Un disque en carbure de tungstène (WC) a été sélectionné comme un élément abrasif. Le test a été effectué sous une charge normale de 30 daN avec une vitesse de 200 tours/min et une distance de 1000 m. La perte de masse accumulée de chaque échantillon a été mesurée après chaque 200 m de parcours avec une précision de 0.1 mg.

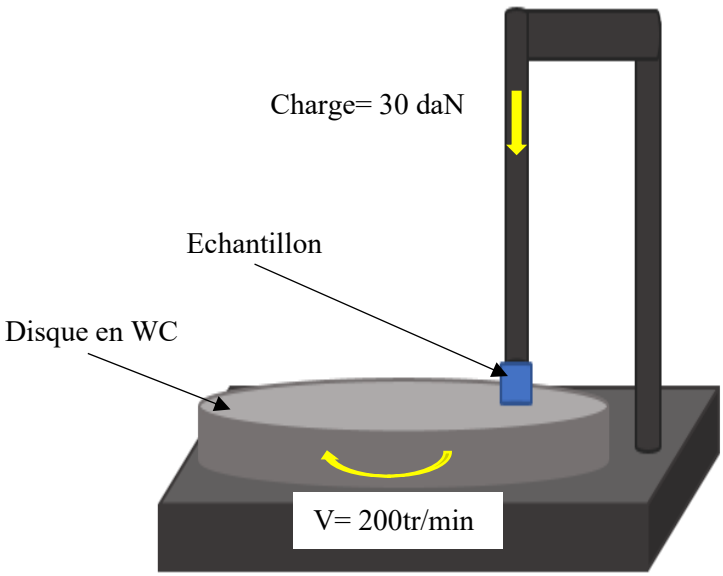

Figure II.3. Schéma du dispositif utilisé pour l'essai d'usure

II.9.2. Tribologie

Les essais de tribologies ont été réalisés à différentes conditions, les uns ont été effectués à la température ambiante sous de faibles charges par contre les autres ont été réalisés à chaud sous des charges élevées.

II.9.2.1. Essai tribologique à température ambiante sous de faibles charges

Les tests de tribologie à l'état sec et à la température ambiante ont été effectués sur tous les échantillons (bruts de coulée et traités thermiquement). Ces derniers ont été réalisés à de charges faibles afin d'étudier l'influence de ces dernières sur la variation du coefficient de frottement des aciers élaborés. Un tribomètre de type CSM Instruments utilisant la méthode de <<Pin-On-Disk>> a été utilisé. L'essai consiste à frotter l'échantillon contre une bille en acier 100C6 trempé, de diamètre de 6mm et de dureté de 63 HRC, en mouvement rotatif. Trois forces normales ont été appliquées : 03N, 06N et 10N. La vitesse de rotation de la bille a été fixée à 5 cm/s. A la fin des tests tribologiques, les largeurs des pistes d'usure ont été mesurées à l'aide d'un microscope optique. Le coefficient de frottement μ a été mesuré après une distance de rotation de 100 m. Ce dernier a été déterminé en calculant le rapport de la force tangentiel exercée du couple bille-échantillon sur la force normale appliquée. Les courbes représentants la variation du coefficient de frottement en fonction de la distance parcourue ont été tracées à l'aide du logiciel OriginPro8.

II.9.2.2. Essai tribologique à chaud sous des charges élevées

Les tests de tribologie à chaud ont été effectués sur quelques échantillons à l'état traité thermiquement en utilisant un tribomètre à mouvement alternatif (figure II.4). Les échantillons sélectionnés pour ces essais sont ceux contenants des éléments chimiques seuls ou en combinaison (chrome, molybdène, niobium et/ou vanadium). Deux types d'essais ont été effectués, l'un à l'état sec et l'autre à l'état lubrifié. L'essai sous lubrification est proposé pour caractériser le comportement tribologique des matériaux utilisés dans le cas des conditions lubrifiées. Généralement, les pièces utilisées dans ces conditions sont élaborées en fontes fortement alliées au chrome grâce à leur résistance remarquable à l'usure. L'inconvénient de ces matériaux est l'existence des carbures primaires grossiers fragilisants. D'une autre part, il est connu que les aciers alliés au manganèse font également parti des matériaux résistants à l'usure que ce soit par frottement, glissement ou abrasion.

Les tests d'usure à sec et sous lubrification ont été réalisés à une température de 100°C sous une charge de 60N avec une vitesse de glissement 0.055 m/s contre des segments en fonte à graphite sphéroïdale chromée ou des billes en acier 100C6. Les courbes de coefficients de frottement ont été tracées après chaque deux minutes d'essai pour l'état sec et après vingt minutes pour l'état lubrifié. Pour les tests sous lubrification, l'huile 5W-40 a été choisie comme agent lubrifiant. Il s'agit d'une huile de moteur commerciale. Elle contient plusieurs éléments, à savoir, le calcium, le zinc, le phosphore, le souffre et le magnésium. La morphologie des pistes d'usure obtenues a été caractérisé par microscopie optique 2D et 3D, microscopie électronique à balayage (MEB) et microscopie à force atomique (AFM).

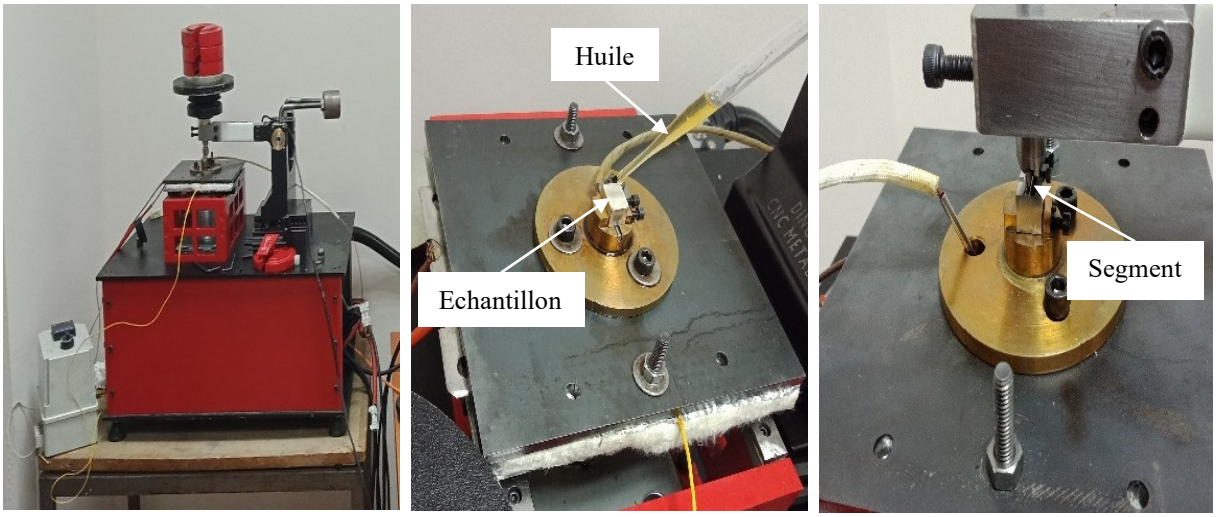

Figure II.4. Tribomètre à mouvement alternatif utilisé

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

Ce chapitre décrit les résultats obtenus lors de cette étude. L'effet des éléments ajoutés et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés de service des aciers fortement alliés au manganèse élaborés ont été discutés. Les résultats expérimentaux, rapportés dans ce chapitre, sont obtenus par différentes techniques d'investigation telles que la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage (MEB), l'analyse dispersive en énergie (EDS), la diffraction des rayons X (DRX), la dureté, la microdureté, les tests d'usure et de tribologie.