

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

BADJI MOKHTAR- ANNABA UNIVERSITY

UNIVERSITE BADJI MOKHTAR – ANNABA



جامعة باجي مختار - عنابة

Année : 2023/2024

Faculté de technologie
Département de Métallurgie

THESE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de DOCTORAT 3^{ème} Cycle (LMD)

**Comportement à l'usure des fontes au chrome sous l'action des
additions et des traitements thermiques**

Option : Fonderie

Par

TOUHAMI Rim Chaima

DIRECTEUR DE THESE : Said MECHACHTI

Pr. U.B.M Annaba

DEVANT LE JURY

PRESIDENT : Beliardouh Nesser Eddine

Pr. U.B.M Annaba

EXAMINATEUR :

LEMMOUI Abdennacer

Pr. UBM Annaba

ZIDANI Mesbah

Pr. Univ. Batna 2

FELLAH Mamoun

Pr. Univ. Khenchela

RESUME

RESUME

Les fontes blanches à haute teneur en chrome sont des fontes contenant entre 11 et 30 % de Cr et 2 à 3,6 % de C, auxquels sont parfois ajoutés du molybdène, du manganèse, du cuivre, du titane, du niobium, du vanadium et du nickel comme éléments d'alliage supplémentaires. Ces fontes sont des matériaux résistants à l'usure utilisés dans une variété d'applications industrielles, tels que domaines minier, sidérurgique, cimentier. Elles sont couramment utilisées dans les applications industrielles. Leurs structures constituées de carbures eutectiques du type M_7C_3 et d'une matrice austénitique ou martensitique sont à l'origine de ces propriétés à l'emploi. La présence de ces carbures alliés dans la microstructure permet un excellent comportement à l'usure. L'objectif de cette étude est l'étude de la modification structurale d'une fonte au chrome sous l'effet du manganèse, du niobium et du molybdène ainsi que l'influence des traitements thermiques telle que la trempe à différentes températures (930, 980 et 1030°C) suivie par un revenu à 250°C sur les propriétés mécaniques : la microdureté HV et l'usure par frottement (coefficient de frottement et trace des pistes d'usure) d'une fonte au chrome hypoeutectique qui contient 14%Cr et 2% C.

Les échantillons étudiés dans cette thèse sont élaborés dans un four électrique à induction industriel. Ces derniers sont caractérisés par analyse chimique, métallographie à l'aide d'un microscope optique, d'une microscopie électronique à balayage (MEB), des microanalyses X par (EDS) et la diffraction des rayons X (DRX).

D'après les observations microscopiques des microstructures, les résultats obtenus ont montré l'effet des éléments d'alliage sur l'évolution microstructurale et ont permis l'identification des types de phases et de carbure formés. Les traitements thermiques appliqués ont favorisé la formation des carbures secondaires et une transformation de la phase austénitique à la phase martensitique avec la présence d'une austénite résiduelle dans un réseau de carbure eutectique M_7C_3 . Les essais de la microdureté et d'usure ont montré que la meilleure résistance à l'abrasion a été obtenue avec la fonte contenant 1% manganèse et 0.3% niobium.

Mots clés :

Fonte au chrome, Eléments d'alliage, Traitements thermiques, Usure.

ABSTRACT

High chromium white cast irons are ferrous alloys containing between 11 and 30% Cr and 2 to 3.6% C, to which molybdenum, manganese, copper, titanium, niobium, vanadium and nickel are sometimes added as additional alloying elements. These cast irons are wear-resistant materials used in a variety of industrial applications, such as mining, steel, cement, etc.... Their microstructures consisting of eutectic carbides of type M_7C_3 and an austenitic or martensitic matrix are responsible for these use properties.

The objective of this study is based on the study of the structural modification of a cast iron with high chromium content under the effect of manganese, niobium and molybdenum as well as the influence of the variation of the austenitization temperature (930, 980 and 1030°C) on mechanical properties: HV microhardness and friction wear (coefficient of friction and trace of wear tracks) of a hypoeutectic chromium cast iron containing 14%Cr and 2% C.

The samples, developed in an industrial induction electric furnace, underwent several characterizations: chemical analysis, optical and SEM microscopy with EDS microanalysis, X-ray diffraction (XRD), micro-hardness and tribological behavior.

Microscopic observations showed the effect of alloying elements on the microstructural evolution of the studied cast iron samples. Micro hardness and wear measurements showed that the best abrasion resistance was obtained with cast iron containing 1% manganese and 0.3% niobium.

Key words: Chrome cast iron, Alloy elements, Heat treatments, Wear.

الملخص

الحديد الزهر الأبيض عالي الكروم عبارة عن سبائك حديدية تحتوي على ما بين 11 إلى 30% من الكروم و1.8 إلى 3.6% من الكربون، والتي يضاف إليها في بعض الأحيان الموليبدنوم والمنغنيز والنحاس والتيتانيوم والنيوبيوم والفاناديوم والنيكل كعناصر صناعة السبائك الإضافية. هذه الحديد الزهر هي مواد مقاومة للتآكل تستخدم في مجموعة متنوعة من التطبيقات الصناعية، مثل التعدين وصناعة الصلب والأسمت. وهي تستخدم عادة في التطبيقات الصناعية. هيكلها المكونة من كربيدات سهلة الانصهار من النوع M_7C_3 ومصنوفة أوستنيتي أو مارتنسيدي هي أصل هذه الخصائص المستخدمة. إن وجود هذه الكربيدات المخلوطة في البنية المجهرية يسمح بسلوك تآكل جيد. الهدف من هذه الدراسة هو دراسة التحويل الهيكلي لحديد الزهر ذو المحتوى العالي من الكروم تحت تأثير المنغنيز والنيوبيوم والموليبدنوم وكذلك تأثير المعالجات الحرارية عند درجات حرارة مختلفة (930، 980 و1030 درجة مئوية) متبوعة بالتطيف عند 250 درجة مئوية على الخواص الميكانيكية: الصلابة الدقيقة العالي وتآكل الاحتكاك (معامل الاحتكاك وتتبع مسارات التآكل) لحديد الزهر الكرومي الذي يحتوي على 14% كروم و2% درجة مئوية.

تم إنتاج العينات التي تمت دراستها في هذه الأطروحة في فرن الحث الكهربائي الصناعي. وتتميز الأخيرة بالتحليل الكيميائي وعلم المعادن باستخدام المجهر الضوئي والمجهر الإلكتروني الماسح (SEM)، والتحليل الدقيق للأشعة السينية (EDS) وحيود الأشعة السينية (XRD). وفقا للملاحظات المجهرية للبنية المجهرية، أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها تأثير عناصر صناعة السبائك على تطور البنية المجهرية وسمحت بتحديد أنواع الأطوار والكربيدات المتكونة. فضلت المعالجات الحرارية المطبقة تكوين كربيدات ثانوية والتحول من الطور الأوستنيتي إلى الطور المارتنسيدي مع وجود الأوستنيت المتبقي في شبكة من كربيد سهل الانصهار M_7C_3 . أظهرت اختبارات الصلابة الدقيقة والتآكل أنه تم الحصول على أفضل مقاومة للتآكل باستخدام الحديد الزهر الذي يحتوي على 1% منجنيز و0.3% نيوبيوم.

الكلمات المفتاحية:

حديد الزهر الكروم، عناصر السبائك، المعالجات الحرارية، التآكل.

REMERCIEMENTS

Remerciements

Cette thèse a été réalisée au laboratoire de fonderie, département de métallurgie, faculté des sciences, Université BADJI Mokhtar-ANNABA.

J'adresse en premier lieu, une reconnaissance particulière ainsi mes profonds respect et remerciements à mon directeur de thèse, le professeur Saïd MECHACHTI, directeur du Laboratoire de fonderie, Université BADJI Mokhtar ANNABA, pour avoir dirigé ce travail et qui n'a ménagé aucun effort pour m'orienter tout au long de la réalisation de cette thèse et pour sa très grande disponibilité.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers les membres du jury, le Professeur BELIARDOUH .N , le Professeur LEMMOUI. A, le Professeur ZIDANE. M et le Professeur FELLAH. M, pour leurs temps, leurs précieux commentaires et leurs expertises qui ont grandement enrichi ce travail de recherche.

Je voudrai également remercier chaleureusement ma co-directrice Dr. K. BOUHAMLA de m'avoir donnée le courage de reprendre la recherche après une rupture. Pour sa guidance, ses conseils inestimables et son soutien constant tout au long de cette aventure académique.

Je remercie le professeur A. KETTACHE pour son aide, pour les discussions fructueuses et pour sa très grande disponibilité.

Je tiens à remercier l'ensemble du personnel de l'École nationale des mines et de métallurgie d'Annaba de m'avoir facilitée tant de caractérisations.

Je tiens à remercier le Professeur H. KALILI du département génie des mécaniques (université YELDIZTurquie), qui m'a accueillie au sein de son laboratoire pour la caractérisation mécanique Ainsi que le Dr. S.demrsi de m'avoir initiée à l'utilisation du programme MATLAB.

Je tiens à remercier aussi la directrice la Professeure S. ALLEG du laboratoire de magnétisme et spectroscopie des solides (lm2s), pour l'essai de DRX.

Mes remerciements s'étendent également à mes collègues de laboratoire et à mes amies qui ont été source de motivation et d'encouragement.

Pour finir je tiens à remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail de recherche. J'aimerais remercier infiniment ma famille qui m'a encouragée et soutenue tout au long de ces années sans jamais douter de mes capacités.

DEDICACES

Je dédie ce travail :

A la mémoire de mon père ;

A ma maman qui m'a soutenue et encouragée durant ces années d'études ;

A mon mari pour son soutien, sa patience et son encouragement durant mon parcours
académique ;

A mes frères et sœurs ;

A ma famille, mes enfants et toutes mes amies.

***LISTE
DES TABLEAUX***

LISTE DES TABLEAUX

Chapitres	Titre	Page
II	ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	
II.1	Composition des fontes alliées résistante à l'usure	9
II.2	Caractéristiques et principales caractéristiques des classifications de l'usure	37
II.3	Avantages et inconvénient des tests d'usure dans le laboratoire et sur terrain	42
II.4	Dureté des matériaux abrasifs par rapport à la dureté des constituants microstructuraux de la fonte blanche	43
III	METHODES EXPERIMENTALES	
III.1	Composition chimique de la fonte étudiée	51
IV	RESULTATS ET DISCUSSION	
IV.1	Analyse chimique de la fonte étudiée.	60
IV.2	Paramètres cristallins des composants microstructuraux	81

LISTES DES FIGURES

LISTE DES FIGURES

Figure	Titre	Page
	ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	
II.1	Illustrations des pièces moulées résistantes à l'usure, fabriquées par la fonte à haute teneur au chrome, (a) et (b) les concasseurs de minerais, (c) les rouleaux, (d) et (e) les revêtements de broyeur à boulets et (f) l'équipement de pulvérisation	7
II.2	Pièces de pompage de boues en fonte à haute teneur au chrome	8
II.3	Diagramme de phases Fe-Cr	10
II.4	Diagramme de phases Cr-C	11
II.5	Système Fe-Cr-C métastable	12
II.6	Coupe du coin riche en Fe de la surface du liquidus Fe-Cr-C métastable	13
II.7	Microstructure de la fonte à haute teneur en chrome à l'état brut de coulée	15
II.8	Microstructure de la fonte au chrome brute de coulée : a) 0% Nb ; b) 0.5% Nb	22
II.9	Microstructure de la fonte au chrome traitée : a) 0% Nb ; b) 0.5% Nb	23
II.10	Microstructures optiques des alliages étudiés contenant : (a) 0 % de Nb, (b) 1,35	25
II.11	La composition chimique et le rapport Cr/C des fontes à haute teneur en chrome contenant du Mo ont été étudiés dans des études préalables et tracés sur la surface du liquidus Fe-C-Cr	26
II.12	Influence de la température de déstabilisation sur la dureté et la teneur d'austénite résiduelle	29
II.13	Microstructures MEB de la fonte trempée à des différentes températures : (a) (d) 2 heures à 900°C, (b) (e) 2 heures à 1000°C, (c) (f) 2 heures à 1100°C	30
II.14	Microstructure de la fonte après traitement thermique pendant 4 h à : (a) 1298°K ; (b) 1348° K ; (c) 1423°K + triple traitement de revenu à 473° K	32

II.15	Volume de carbures secondaires précipités en fonction du temps de trempage lors de la déstabilisation pour chacune des températures étudiées	33
II.16	Microstructure de fonte à haute teneur en chrome dans différents états traités thermiquement (a) refroidissement par air (b) traitement cryogénique après traitement de déstabilisation à 1000 °	36
II.17	Mécanisme d'usure abrasive à (a) deux corps, (b) d'usure abrasive à trois corps et (c) d'usure adhésive	38
II.18	Schéma décrivant une usure par frottement	38
II.19	Mécanisme d'usure par fatigue	39
II.20	Processus d'usure par diffusion	40
II.21	Coefficient de frottement de la fonte étudiée traité thermiquement à 1050 °C	46
II.22	Surface usée des trois échantillons de la fonte au chrome contenant (a) 1,35 ; (b) 2,14 et (c) 2,9 % de Nb à une charge de 150 N	49
	METHODES EXPERIMENTALES	
III.1	Schéma de protocole de coulée des éprouvettes	50
III.2	Schéma de moule des éprouvettes	51
III.3	Cycles des traitements de trempe utilisés	52
III.4	Cycles des traitements de revenu utilisés	53
III.5	Microscope optique utilisé pour les essais métallographiques	54
III.6	MEB utilisé pour les essais métallographiques : a. JEOL JSM-6610LA, b.	55
III.7	Diffractomètre utilisé	56
III.8	Microduromètres utilisés	57
III.9	Tribomètre utilisé	58
	RESULTATS ET DISCUSSION	
IV.1	Micrographie optique de la fonte de base à l'état brut de coulée	61

IV.2	Microstructure de la fonte (A1) brut de coulée	62
IV.3	Microstructure de la fonte (A2) brut de coulée	63
IV.4	Microstructures de la fonte de base traitée à 930°C	65
IV.5	Microstructures de la fonte de base traitée à 980°C	65
IV.6	Microstructures de la fonte de base traitée à 1030°C	65
IV.7	Microstructures de la fonte (A1) traitée à 930°C	67
IV.8	Microstructures de la fonte (A1) traitée à 980°C	67
IV.9	Microstructures de la fonte (A1) traitée à 1030°C	67
IV.10	Microstructures de la fonte (A2) traitée à 930°C	70
IV.11	Microstructures de la fonte (A2) traitée à 980°C	70
IV.12	Microstructures de la fonte (A2) traitée à 1030°C	70
IV.13	Microstructure MEB de la fonte (A) brute de coulée	71
IV.14	Microstructure MEB de la fonte de base (A) traitée à 930°C	72
IV.15	Microstructures MEB de la fonte de base (A) traitée à 980°C	73
IV.16	Microanalyse X par EDS de la fonte de base (A) traitée à 980°C : a. Point 1, b. Point 2	73
IV.17	Microstructures MEB de la fonte de base (A) traitée à 1030°C	74
IV.18	Microstructures MEB de la fonte (A1) brute de coulée	75
IV.19	Microanalyse EDS de la fonte (A1) brute de coulée	75
IV.20	Microstructures MEB de la fonte (A1) traitée à 980°C	76
IV.21	Micro-analyse X par EDS de la fonte (A1) traitée à 980°C	76
IV.22	Microstructures MEB de la fonte (A1) traitée à 1030°C	77

IV.23	Microstructures MEB de la fonte (A2) brut de coulée	78
IV.24	Microanalyse X par EDS de la fonte (A2) brut de coulée	78
IV.25	Microstructures MEB de la fonte (A2) traitée à : a, b) 930°C, c, d) 980°C, e, f) 1030°C	80
IV.26	Microanalyse X par EDS de la fonte (A2) traitée à 980°C : a. Point1, b. Point 2	81
IV.27	Microanalyse X par EDS de la fonte (A2) traitée à 1030°C : a. Point 1, b. Point 2	81
IV. 28	Diffractogrammes X des fontes étudiées	82
IV.29	Spectre de diffraction X de la fonte (A)-(A1)-(A2)	84
IV.30	Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A) traitée à 930°C	86
IV.31	Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A) traitée à 980°C	86
IV.32	Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A) traitée à 1030°C	86
IV.33	Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A1) traitée à 930°C	88
IV.34	Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A1) traitée à 980°C	88
IV.35	Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A1) traitée à 1030°C	88
IV.36	Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A2) traitée à 930°C	90
IV.37	Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A2) traitée à 980°C	90
IV.38	Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A2) traitée à 1030°C	90

IV.39	Evolution du paramètre cristallin de la martensite en fonction de la température d'austénitisation	91
IV.40	Variation de la microdureté (matrice) de la fonte (A)-(A1) -(A2) en fonction de la température de traitement thermique	93
IV.41	Variation de la microdureté (carbure) de la fonte (A)-(A1)-(A2) en fonction de la température de traitement thermique	94
IV.42	Microstructure optique de la surface usée de la fonte non alliées (A) : a) brut de coulée ; b) traitée à 930°C ; c) traitée à 980°C ; d) traitée à 1030°C	95
IV.43	. Microstructure optique de la surface usée de la fonte (A1) : a) brut de coulée ; b) traitée à 930°C ; c) traitée à 980°C ; d) traitée à 1030°C	96
IV.44	Microstructure optique de la surface usée de la fonte non alliées (A2) : a) traitée à 930°C ; b) traitée à 980°C ; c) traitée à 1030°C	97
IV.45.	Variation de la largeur des traces d'usure en fonction de la température d'austénitisation.	98
IV.46	Coefficients de frottement de la fonte : a) (A) ; b) (A1) et c) (A2).	99
IV.47	Variation de coefficient de frottement en fonction de la température d'austénitisation	100

SOMMAIRE

SOMMAIRE

I. INTRODUCTION.....	2
II. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	3
II.1. Fontes blanches alliées.....	5
II.1.1. Fontes blanches faiblement alliées.....	5
II.1.2. Fontes blanches fortement alliées.....	5
II.2. Fontes blanches nickel-chrome (Ni-Cr).....	6
II.3. Fontes blanches au chrome-molybdène (Cr-Mo).....	6
II.4. Fontes blanches à haute teneur au chrome.....	7
II.4.1. Généralités.....	7
II.4.2. Applications.....	7
II.4.3. Solidification.....	8
II. 4.3.1. Diagramme Fe-C-Cr.....	9
II. 4.3.2. Nappes liquidus du système Fe-Cr-C Nature des précipités formés	11
II.4.4. Structure métallographique des fontes au chrome.....	14
II.4.5. Nature des carbures formés.....	16
II.4.5.1. Carbure type MC.....	16
II.4.5.2. Carbure type M_3C	16
II.4.5.3. Carbure type $M_{23}C_6$	16
II.4.5.4. Carbure type M_6C	16
II.4.5.5. Carbure type M_7C_3	17
II.4.5.7. Carbures eutectiques.....	17
II.4.6. Facteurs influençant les propriétés des fontes au chrome.....	18
II.4.6.1. Influence des éléments d'alliage.....	18
II.4.6.2. Effet des traitements thermiques.....	27
II.4.6.2. a. Effet du traitement thermique de déstabilisation (trempe).....	27
II.4.6.2. b. Traitement thermique de revenu.....	34
II.4.6.2. c. Traitements cryogéniques.....	35
II.4.7. Comportement d'usure abrasive des fontes à haute teneur en chrome.....	37
II.4.7. 1. Types d'usure.....	37
II.4.7. 2. Test d'usure des fontes à haute teneur en chrome.....	41
II.4.7. 3. Influence de la microstructure sur l'usure de la fonte à haute teneur en chrome.....	42
II.4.7. 4. Effet des éléments d'addition sur la résistance à l'abrasion.....	46

III. METHODES EXPERIMENTALES	49
III.1. Coulée des échantillons	50
III.2 Analyse chimique	51
III.3. Traitements thermiques	51
II.3.1. Trempe	52
II.3.2. Revenu	53
III.4. Caractérisation microstructurale	53
III.4.1. Métallographie optique	53
II.4.2. Microscopie électronique à balayage et Microanalyse X (MEB – E.D.S)....	54
III.5. Diffraction des rayons X	55
III.6. Essais mécaniques	56
II.6.1. Microdureté	56
II.6.2. Usure	57
IV. RESULTATS ET DISCUSSION.....	59
IV.1. Analyse chimique	60
IV. 2. Etude métallographique	61
IV.2.1. Observations au microscope optique	61
IV.2.1.1. Etat brut de coulée.....	61
IV.2.1.2. Etat traité	63
IV.2.2 Microscopie MEB et micro-analyses (EDS)	69
IV.3. Diffraction des rayons X.....	79
IV.3.1. Etat brut de coulée.....	80
IV.3.2 Etat traité.....	81
IV.4. Microdureté.....	88
IV.5. Usure	91
IV.5.1. Trace d’usure	91
IV.5.2. Coefficient de frottement	95
V. CONCLUSION.....	98
VI. BIBLIOGRAPHIE	101
RECOMMANADCTIONS ET PERSPECTIVES	111
ANNEXES.....	112

INTRODUCTION

I. INTRODUCTION

Les fontes à haute teneur en chrome représentent une classe de matériaux couramment indiquées à l'usure. Cette catégorie des fontes peut combiner entre les fontes blanches nickel- chrome (Ni-Hard) qui ont une faible ténacité et une bonne résistance à l'abrasion et entre les aciers à haute teneur en manganèse qui ont une ténacité élevée et une faible résistance à l'abrasion [1].

Généralement ces fontes sont utilisées pour la résistance à l'abrasion sont des alliages hypoeutectique contenant 10-30% de Cr et 2-3,5% de C. Les fontes contenant 12% de Cr sont les moins chères et les plus utilisées dans les industries [2].

Il existe trois autres catégories de fontes alliées : les fontes qui contiennent entre 18 à 22 % de Cr constituent la gamme la plus populaire pour la résistance à l'abrasion, exemple : les rouleaux et les revêtements dans les broyeurs à boulets secs ; les fontes contenant 27-30% de Cr et 2,0- 2,7% de C sont spécialement développées pour une résistance combinée à l'abrasion et à la corrosion dans les applications d'usure humide, comme le pompage de boues dans les processus d'extraction [3], et les fontes contenant 30 à 35 % de Cr qui sont utilisées pour résister à l'oxydation et à la corrosion à haute température dans des applications telles que les pièces de fours et de brûleurs ; la microstructure de ces fontes sont constituées de ferrite et de carbures eutectiques.

Ces derniers se solidifient sous forme de dendrites d'austénite primaire avec un réseau de carbures eutectiques et, au cours de refroidissement, une partie de l'austénite se transforme en martensite ; ces fontes contiennent plusieurs types de carbures de chrome tels que M_3C , M_7C_3 et $M_{23}C_6$ [3].

Leurs propriétés (résistance à l'abrasion et aux chocs) sont déterminées principalement par les carbures durs ((Fe, Cr) $_{7C3}$) qui se forment dans une matrice austénitique et martensitique selon la solidification, le traitement thermique adopté et les éléments d'alliage ajoutés. Le volume, la fraction, la taille, l'orientation et la forme des carbures sont les facteurs qui influent sur la résistance à l'abrasion, la morphologie de ces carbures eutectiques dans la fonte à haute teneur en chrome dépend de la composition chimique et de la vitesse de solidification [4].

Afin d'améliorer les propriétés à l'usure de ces fontes plusieurs chercheurs [5-8] ont étudiés l'effet de différentes additions tels que le vanadium, le titane, le niobium et le molybdène, l'addition de ces éléments carburigènes favorisant la formation de carbures interstitiels pour agir sur les propriétés de la matrice. La plupart des recherches ont proposé des traitements thermiques comme facteur pour favoriser la variation de la microstructure et par conséquent une amélioration des propriétés mécaniques.

Aujourd'hui, les fontes à haute teneur en chrome sont considérées comme une catégorie intéressante de matériaux métalliques. Le système de base Fe - C - Cr confère aux fontes de bonnes propriétés de coulée et une température de liquide d'environ 1200°C, ce qui implique une faible consommation d'énergie pour préparer un métal liquide. Cette fonte illustre les propriétés d'utilité que peut avoir une fonte au carbure avec une matrice d'austénite métastable [9].

Ce travail explore la relation entre la microstructure et les propriétés mécaniques sous l'effet d'éléments d'alliage et les traitements thermiques de la fonte à haute teneur en chrome.

L'objectif de ce travail est d'étude l'influence de l'effet du traitement thermique sur le comportement à l'usure d'une fonte de 14-16 % au chrome en fonction de la variation de la teneur en éléments d'alliages afin de proposer une meilleure nuance de fonte avec une résistance à l'usure. Les éléments ajoutés sont le manganèse, le niobium et le molybdène. Le développement de la microstructure de la fonte au chrome consiste des carbures primaires (eutectiques) durs dans une matrice austénitique (éventuellement transformée).

Cette étude est organisée en quatre chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une recherche bibliographique sur les fontes au chrome destinées à l'usure ainsi qu'une analyse théorique sur les fontes où la solidification, le traitement thermique, l'effet des éléments d'addition et le comportement à l'usure ont été détaillés.

Le second chapitre est consacré aux techniques expérimentales utilisées afin de réaliser ce travail. Il s'agit de l'élaboration, de l'analyse chimique, des traitements thermiques, de la métallographie, de la diffraction des rayons X, de la microdureté et de l'usure.

Le troisième chapitre de cette thèse expose les résultats obtenus et leurs discussions.

Enfin, l'étude se termine par une conclusion générale.

ETUDE
BIBLIOGRAPHIQUE

II. Etude bibliographique

II.1. Fontes blanches alliées

Ces types des fontes sont caractérisés par des propriétés qui sont différentes aux fontes ordinaires. Elles sont constituées d'une seule classe distincte, celle des fontes spéciales. Ces dernières sont obtenues à partir des éléments de base rencontrés dans les fontes courantes tels que le carbone, le silicium et le manganèse auxquelles des éléments d'alliage sont ajoutés (nickel, chrome, molybdène...etc.). Elles sont obtenues à partir des fonderies spécialisées dotées des fours électriques qui permettent un contrôle précis de la température et de la composition chimique. En raison de leurs caractéristiques supérieures, ces fontes spéciales sont fortement demandées sur le marché, notamment pour des applications soumises à des conditions d'utilisation rigoureuses. Cette dernière est répartie en deux classes : fonte blanche faiblement alliée et fonte blanche fortement alliée.

II.1.1. Fontes blanches faiblement alliées

Le principe d'obtention de la fonte blanche faiblement alliée lorsque des éléments d'alliage sont ajoutés volontairement, mais que leur fraction massique totale est inférieure à 5 %. Le rôle de ces éléments d'alliage est d'augmenter la microdureté des carbures, de renforcer la matrice et d'améliorer encore la résistance à l'usure. Les fontes blanches faiblement alliées sont principalement employées dans la fabrication de pièces moulées qui présentent une résistance à l'abrasion [1].

II.1.2. Fontes blanches fortement alliées

Les fontes blanches fortement alliées possèdent des compositions typiques. Ces fontes sont utilisable brute de coulée mais il est préférable de les traités thermiquement pour améliorer leurs propriétés et pour produire une pièce résistante à l'abrasion [1].

Il est très important de spécifier la composition chimique, les traitements thermiques et l'utilisation de pièce afin de développer l'alliage et le modèle de coulée les plus appropriés pour une application spécifique. Selon le type d'éléments d'alliage utilisés, la fonte blanche fortement alliée est répartie en trois classes [2-3] :

- Les fontes blanches au nickel-chrome (Ni-Cr) ;
- Les fontes blanches au chrome-molybdène (Cr-Mo) ;
- Les fontes blanches à haute teneur en chrome (HCWCI).

II.2. Fontes blanches nickel-chrome (Ni-Cr)

Ces fontes sont connues sous le nom « Ni-Hard » sont les premières fontes blanches alliées appliquées dans le domaine industriel. Elles se distinguent par des coûts de fabrication relativement bas et démontrent d'excellentes performances pendant leur utilisation.

Ces dernières contiennent du Ni et du Cr, ce sont des alliages à faible teneur en chrome (3 à 5), la teneur de nickel (1 – 4), et la teneur de carbone, dans ces fontes, varie entre 2,5 et 3,6 %.

Elles sont également appelées fontes blanches martensitiques ; cette fonte est utilisée en gros tonnages dans les exploitations minières, comme les revêtements de broyeurs à boulets et les boulets de broyage [1]. Les pièces moulées de ces fontes sont employées dans les cylindres de travail pour le fraisage d'acier à chaud et pour la fabrication des boulets de broyage et le concassage. Le Ni est le principal élément d'alliage, son efficacité pour éliminer la transformation de la matrice austénitique en perlite, garantissant ainsi qu'une structure martensitique dure (contenant généralement des quantités importantes d'austénite résiduelle), et qui se solidifie lors du refroidissement dans le moule. Le chrome est présent dans ces alliages, son rôle est pour garantir la solidification de carbure (type M_3C) [4].

II.3. Fontes blanches au chrome-molybdène (Cr-Mo)

Ces dernières sont destinées à des utilisations de résistance à l'abrasion, ces dernières contiennent 11 à 23 % Cr et jusqu'à 3 % de Mo et ils sont souvent alliés avec du Ni ou du Cu. Ce type de fonte peut être utilisé à l'état brut de coulée avec une matrice austénitique ou austénito- martensitique, ou traité thermiquement avec une microstructure martensitique pour augmenter la résistance à l'abrasion et avoir une ténacité maximale [3]. En comparaison avec les fontes blanches Ni-Cr, les carbures sont plus durs et peuvent subir un traitement thermique pour obtenir des pièces de plus grande dureté. Du Mo, du Ni et du Cu, sont ajoutés s'il est nécessaire, pour éviter la formation de perlite et pour assurer une dureté maximale [5].

II.4. Fontes blanches à haute teneur au chrome

II.4.1. Généralités

Ce sont des alliages ferreux contenant entre 11 et 30 % de Cr et 1,8 à 3,6 % de C, auxquels sont parfois ajoutés du molybdène, du manganèse, du cuivre, du titane, du niobium, du vanadium et du nickel comme éléments d'alliage supplémentaires [6]. Ces fontes sont des matériaux résistants à l'usure utilisées dans une variété d'applications industriels, tels que les domaines, minier, sidérurgique et cimentier. Elles s'utilisent dans les fabrications industrielles où une excellente résistance à l'abrasion et une capacité à supporter des impacts modérés sont requises.

II.4.2. Applications

Ce type de fonte qui possède une composition de 11 à 30 % de Cr est utilisé pour les pièces qui traitent mécaniquement les agrégats et les matières premières (Fig. II.1) [7]. Ces pièces comprennent les concasseurs de minerai, les rouleaux, les revêtements de broyeur à boulets et l'équipement de pulvérisation.

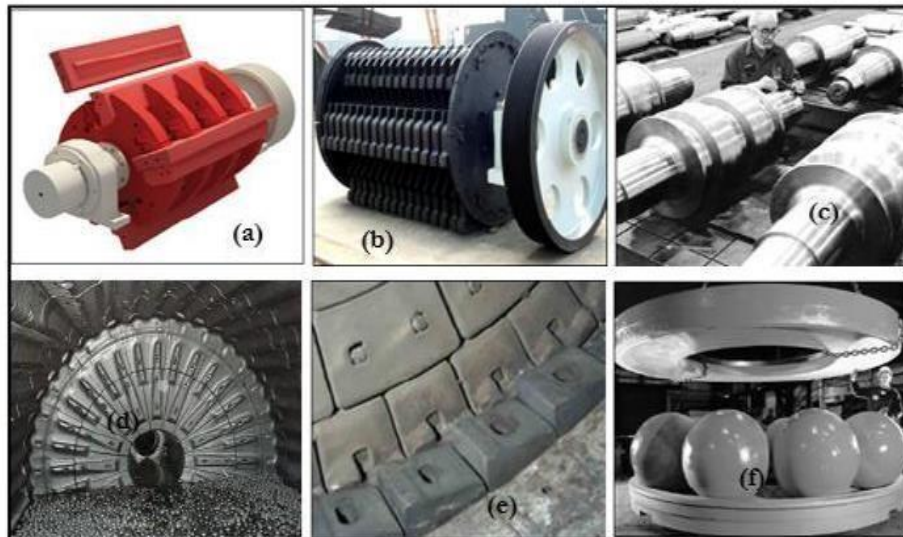


Figure II.1. Illustrations des pièces moulées résistantes à l'usure fabriquées par la fonte au chrome, (a) et (b) les concasseurs de minerai, (c) les rouleaux, (d) et (e) les revêtements de broyeur à boulets et (f) l'équipement de pulvérisation [9].

Dans les domaines d'usure qui n'impliquent pas de corrosion, par exemple, les rouleaux et les tables dans la pulvérisation du charbon ou dans les broyeurs à boulets secs, les fontes les plus utilisables sont basées sur des niveaux de chrome de 11 à 22 % de Cr. Dans le cas des utilisations en milieu lubrifié, où une résistance combinée à l'abrasion et à la corrosion il est préférable d'utiliser des fontes contenant 25-30% de chrome [9].



Figure II.2. Pièces de pompage de boues en fonte à haute teneur au chrome. [9].

II. 4.3. Solidification

Les fontes au chrome sont basées sur le système ternaire Fe-Cr-C, plusieurs recherches ont été réalisées sur ce système [8], dans le but de déterminer tous ces paramètres, auxquels on ajoute souvent d'autres éléments comme le molybdène, le nickel, le cuivre et le manganèse. Les compositions chimiques de plusieurs classes d'alliages de fonte blanche sont données dans le tableau II.1. La classe I est constituée des fontes blanches Ni-Cr, et les classes II et III des alliages de la fonte au chrome.

Tableau II.1. Composition des fontes alliées résistantes à l'usure [9, 12] :

Classe	Type	Désignation	C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	P	S	Cu
I	A	Ni-Cr-HC	2.8-3.6	2	0.8	3.3-5	1.4-4	1	0.3	0.15	-
	B	Ni-Cr-LC	2.4-3	2	0.8	3.3-5	1.4-4	1	0.3	0.15	-
	C	Ni-Cr-GB	2.5-3.7	2	0.8	4	1-1.5	1	0.3	0.15	-
	D	Ni-Cr	2.5-3.6	2	2	4.5-7	7-11	1.5	0.1	0.15	-
II	A	12%Cr	2-3.3	2	1.5	2.5	11-14	3	0.1	0.06	1.2
	B	15%Cr-Mo	2-3.3	2	1.5	2.5	14-18	3	0.1	0.06	1.2
	D	20%Cr-Mo	2-3.3	2	1-2.2	2.5	18-23	3	0.1	0.06	1.2
III	A	25%Cr	2.3-3.3	2	1.5	2.5	23-30	3	0.1	0.06	1.2

Les désignations LC, HC et GB représentent :

- LC = faible teneur de carbone,
- HC = teneur élevée de carbone,
- GB = palier en graphite.

II. 4.3.1. Diagramme Fe-C-Cr

De la même manière pour le système Fe-C il faut considérer deux possibilités, stable et métastable. En fait, le chrome est un élément carburigène qui assure la stabilisation de tous les carbures, incluant la cémentite [13-14], Les modifications ont porté essentiellement sur l'étendue du domaine de la phase $Cr_{23}C_6$ qui a été longtemps l'objet de controverses. Le domaine était primitivement raccordé à la nappe primaire de l'austénite vers des teneurs de 20 % en chrome. La divergence peut s'expliquer par le fait que les carbures primaires M_7C_3 ne sont plus stables au refroidissement et se transforment facilement en carbures $M_{23}C_6$ à des températures encore élevées.

Le système Fe-Cr présente trois caractéristiques importantes (Fig. II.3) :

- L'existence d'un domaine biphasé séparant l'austénite et la ferrite appelé boucle γ ;
- La séparation de phases α/α' à basse température.

Le système Cr-C comporte aussi deux variantes, stable et métastable. La différence entre eux est la forme du carbone, diamant ou graphite. La figure II.4 montre le diagramme de phase binaire du Cr-C selon Venkatraman et Neumann. L'augmentation du taux de Cr/C dans le système binaire Cr-C résulte en la formation de différents types de carbures tels que le type Cr_{23}C_6 (groupe spatial $\text{Fm}\bar{3}\text{m}$, point de fusion 1576°C), Cr_7C_3 (groupe spatial Pnma , point de fusion 1766°C) et Cr_3C_2 (groupe spatial Pnma , point de fusion 1811°C), respectivement.

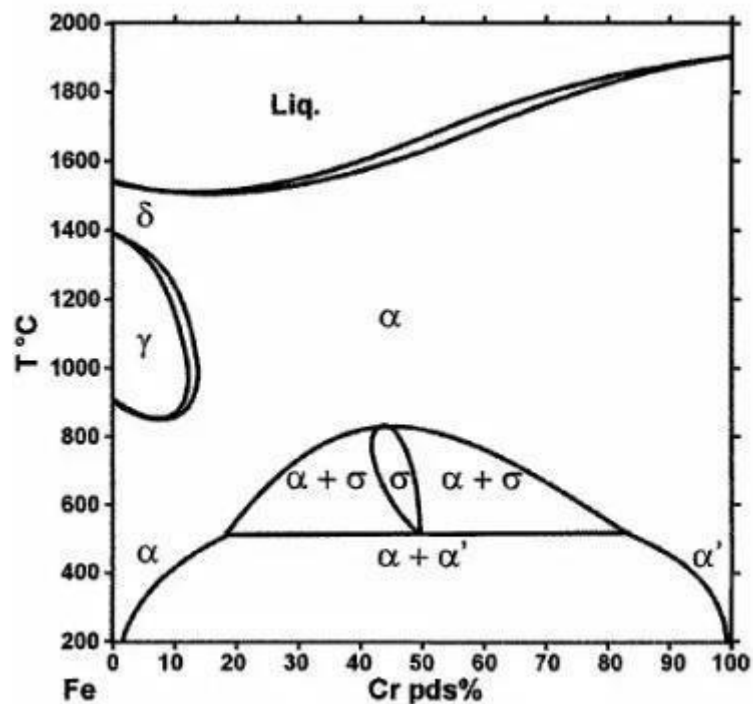


Figure II.3. Diagramme de phases Fe-Cr [11].

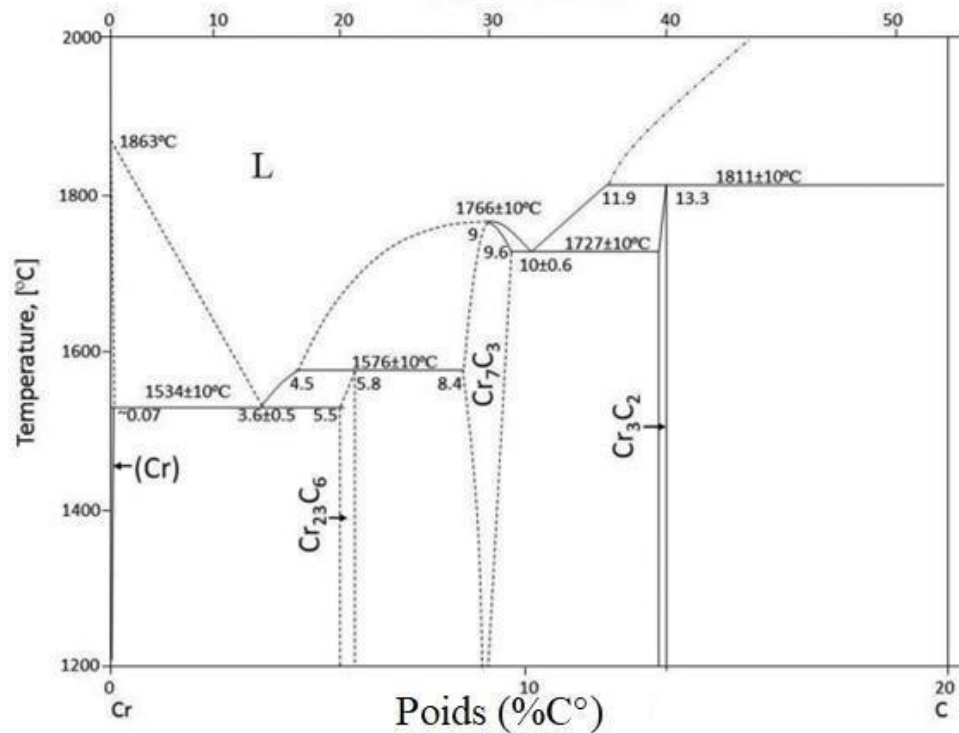


Figure II.4. Diagramme de phases Cr-C [12].

II. 4.3.2. Nappes liquidus du système Fe-Cr-C

La figure II.5 illustre de manière schématique l'ensemble des nappes qui composent la surface liquidus du système Fe-Cr-C. Ces nappes reposent sur les systèmes binaires Fe-Cr, Cr-C et Fe-C dans leur version métastable, pour des proportions en carbone inférieures à 5 %. Les lignes noires représentent les lignes monovariantes qui délimitent les nappes primaires.

Le liquidus de la version stable dans le domaine des compositions est présenté sur la figure II.6. La principale différence entre les deux versions réside dans la présence de la nappe primaire du graphite dans la version stable. La phase ferrite est désignée sous le nom de α -Cr du côté du chrome et γ -Fe du côté du fer, bien qu'il s'agisse en réalité de la même phase cubique centrée.

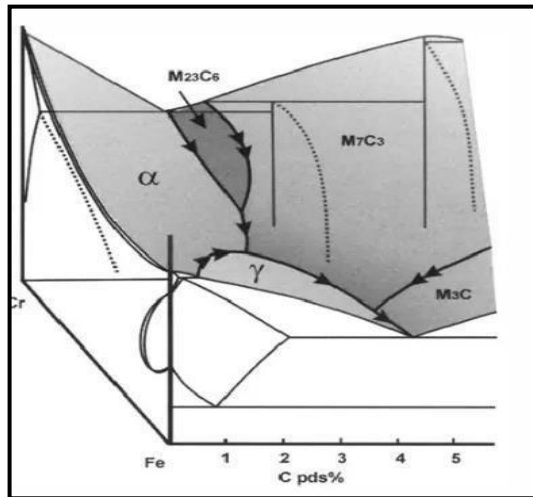


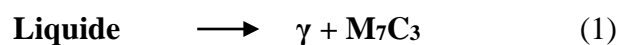
Figure II.5. Système Fe-Cr-C métastable [13].

K. WIECZERZAK et d'autres chercheurs [14] ont étudié un alliage Fe-Cr-C au chrome et l'ont synthétisé et caractérisé à l'état brut de coulée. L'alliage comprend trois phases, c'est-à-dire une solution solide de Fe-Cr avec une morphologie dendritique du matériau à l'état brut de coulée, des carbures de type $M_{23}C_6$ et M_7C_3 . Il a été montré que la ségrégation du chrome et du carbone pendant la cristallisation favorise la précipitation et la croissance des carbures M_7C_3 avec une diminution de la fraction volumique des carbures $M_{23}C_6$ en même temps.

Les fontes au chrome présentent plusieurs réactions de solidification et des différentes réactions de transformation se font au cours du refroidissement jusqu'à la température ambiante. Par conséquent, un nombre de différentes phases sont formées dans cette fonte, ce qui influence la durée de vie du matériau.

D'après le diagramme Fe-Cr-C, le liquidus, (est montré dans la figure II.6) illustre que la majorité des fontes alliées au chrome, qui ont une composition de 11 à 30 % en chrome et 2 à 3,3 % en carbone, se solidifient dans le champ primaire d'austénite (γ).

La transformation se fait par la réaction suivante :



Où M_7C_3 est le carbure eutectique qui se forme (M représente le plus souvent du fer et du chrome). Bien que la majorité des fontes blanches alliées au chrome se solidifient complètement dans la région eutectique [4].

La réaction se déroule lorsque la température de la pièce arrive à la température U2. Cette réaction, est décrite comme suit :



La modification de la concentration en carbone en fonction des températures de transformation de phase dans les fontes au chrome révèle que :

- Les températures de transformation eutectiques, de liquidus et du solidus diminuent avec l'augmentation de la teneur de carbone. Ceci est dû au fait que la teneur de carbone dissout dans l'austénite ce qui réduit sa stabilité ;
- Quand la transformation eutectoïde augmente, chaque température de transformation de phase est réduite.

La figure II.6 illustre la surface métastable du liquidus Fe-Cr-C, la ligne U1 - U2 indique la région de l'eutectique. La région hypoeutectique est représentée dans la figure II.6, c'est le champ de phase Fe- γ ou Fe- δ . Ainsi, le côté droit indique la région hypereutectique composée de M_7C_3 ou d'un champ de phase M_3C [19]. La figure II.6 montre que lorsque la teneur en chrome augmente, la teneur en carbone de la composition eutectique diminue. Il ressort également de la figure II.6 que lorsque la teneur en chrome diminue environ en dessous de 10%, la réaction eutectique décrite dans l'équation (1) ne se produit plus, et le carbure eutectique M_3C se forme.

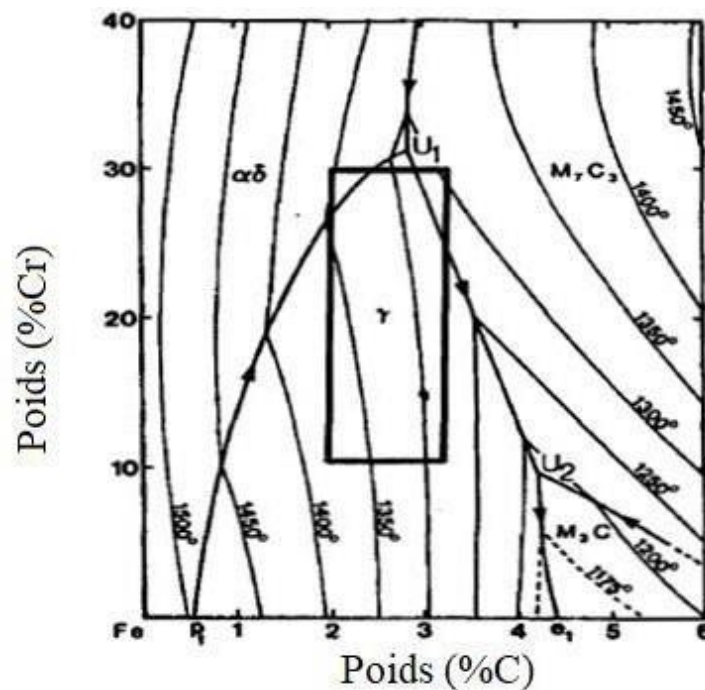


Figure II.6. Coupe du coin riche en Fe de la surface du liquidus Fe-Cr-C métastable [10].

La matrice austénitique est maintenue à température ambiante lorsque [15] :

- La température de début de transformation de la phase martensitique « M_s », est inférieure à la température ambiante ;
- Des éléments d'addition suffisants sont ajoutés pour éviter la formation de perlite pendant le refroidissement ;
- Le refroidissement est suffisamment rapide pour que la précipitation des carbures secondaires dans la matrice soit évitée. Cette précipitation diminuera la teneur des éléments alliage de la matrice, et augmentera ensuite la température de M_s .

Généralement, La température initiale de transformation (M_s) est légèrement plus élevée que la température ambiante, cependant la température finale de la transformation martensitique « M_f » est inférieure. On obtient ainsi une certaine transformation lors du refroidissement afin que la martensite puisse être présente dans la structure austénitique.

Les types des carbures connus dans les alliages Fe-Cr-C sont M_3C , M_7C_3 et $M_{23}C_6$. Certains chercheurs [16] ont montré que l'excellente résistance à l'usure abrasive de l'alliage Fe-Cr-Ca été obtenue lorsque la fraction volumique des carbures M_7C_3 est importante dans une matrice austénitique.

II.4.4. Structure métallographique des fontes au chrome

La fonte blanche au chrome possède une microstructure hypoeutectique à l'état brut de coulée consiste à un réseau de carbures eutectiques M_7C_3 dans une matrice austénitique [17]. La présence de martensite peut être observée à la périphérie du carbure eutectique à cause de l'appauvrissement du carbone et du chrome par diffusion vers le carbure, ce qui provoque l'élévation de la température de départ de transformation de la phase de la martensitique (M_s) [18].

La morphologie, la quantité et le type de ces carbures eutectiques ont une influence sur les propriétés mécaniques et la résistance à l'usure [19]. Il existe quatre types de carbure de chrome dans la fonte blanche fortement alliée selon la teneur en carbone et en chrome : $(Fe, C)_3C$, $(Fe, Cr)_7C_3$, $(Fe, Cr)_{23}C_6$ et $(Fe, Cr)_3C_2$ [20].

La figure II.7 présente la structure de la fonte au chrome brut. Cette dernière montre de grandes dendrites austénitiques métastables, entourées d'un mélange eutectique M_7C_3 . Dans le mélange eutectique, une couche noire qui entoure le carbure eutectique à l'interface austénite/carbure. La présence de cette couche noire est liée à la formation d'une fine couche martensitique à côté des carbures primaires. La formation des phases de carbures primaires provoque l'appauvrissement local de la phase austénitique par les additions d'alliage et le carbone. Cet appauvrissement augmente la température M_s de la zone austénitique concernée et par conséquent, cette dernière se transforme en martensite lors du refroidissement.

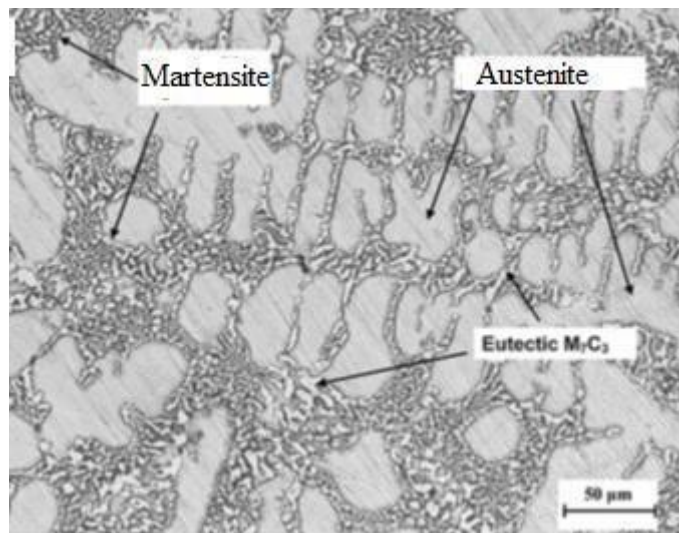


Figure II.7. Microstructure de la fonte au chrome à l'état brut de coulée [21].

II.4.5. Nature des carbures formés

L'alliage Fe-Cr-C forme les types des carbures suivants : M_3C , M_7C_3 , $M_{23}C_6$ et M_6C , ils ont une formule du type $(X, Fe)_x C_y$, comme il est mentionné auparavant. L'aspect de ces carbures est très variable, il dépend des éléments d'additions, de la teneur et de la vitesse de refroidissement.

II.4.5.1. Carbure type MC

La présence de ces carbures type MC dans les fontes spéciales, initialement due à l'addition d'éléments fortement carburigènes tels que le vanadium, le niobium, le titane, le molybdène et le tungstène ($M = Nb, Ti, V, W, Mo$) sont très stables. Les carbures de type MC ont une structure cubique à faces centrées. Il précipite sous forme de fines lamelles. En général, cette catégorie de carbure se distingue par un point de fusion élevé et une dureté maximale. La présence de ces carbures dans la microstructure des fontes améliore leur résistance à l'usure [22].

II.4.5.2. Carbure type M_3C

Ce type de carbure est appelé carbure cémentite de formule Fe_3C dans les aciers et fontes ordinaires. C'est un carbure qui possède une maille hexagonale où les atomes de carbone occupent une position interstitielle dans le réseau du fer.

II.4.5.3. Carbure type $M_{23}C_6$

Le carbure $M_{23}C_6$ possède une structure cubique à faces centrées (CFC) et un paramètre de maille variant entre 1,057 et 1,068 nm en fonction de la relation Cr / Fe [20]. C'est un carbure riche en chrome, qui peut également contenir du tungstène, du molybdène, du vanadium et du nickel. Ce dernier se forme après l'un des deux carbures M_7C_3 ou M_2C .

II.4.5.4. Carbure type M_6C

Ce type aussi possède une structure cubique à faces centrées (CFC), le paramètre cristallin est compris entre 1,095 et 1,128 nm [25]. Il est riche en molybdène et peut aussi contenir du chrome et du vanadium. Il se précipite sur les joints de grains.

II.4.5.5. Carbure type M_7C_3

C'est un carbure riche en chrome, on le retrouve sous plusieurs formes cristallographiques : hexagonal, orthorhombique et trigonal [23]. Il peut contenir le fer et le vanadium, ainsi il est rencontré dans les fontes blanches et les aciers au chrome [28]. Généralement le carbure M_7C_3 se forme après le carbure M_2C ou après la formation de la cémentite. Il ne précipite que si la teneur de chrome est suffisamment élevée par rapport aux autres éléments d'alliages. Avec la présence de molybdène, il est possible que le carbure $M_{23}C_6$ se forme au lieu du carbure M_7C_3 , après le carbure M_2C . Dans les fontes au chrome le carbure M_7C_3 a une morphologie en forme de tige.

II.4.5.6. Carbures eutectiques

La fonte à haute teneur en chrome peut exister selon trois types : hypoeutectique, eutectique et hypereutectique [24]. Pour la fonte hypereutectique, les carbures eutectiques M_7C_3 se solidifient en premier, ces carbures améliorent la résistance à l'usure [25].

Les carbures M_7C_3 ($M = Fe, Cr$ ou autre élément) sont les principales phases de durcissement dans la fonte au chrome, présentant une dureté et une résistance importante, des modules élastiques élevés et des propriétés ductiles. De plus, les carbures M_7C_3 améliorent les propriétés mécaniques et la résistance à l'oxydation de la fonte à haute température.

Les travaux de Coronado [26] ont montré que les carbures M_7C_3 dans la fonte au chrome étaient des monocristaux en forme de tiges et la résistance à l'abrasion des carbures M_7C_3 dans la direction [0001].

Le chrome, qui est un excellent formateur de carbure, influence fortement sur la structure du carbure eutectique. Il a été mentionné précédemment que lorsque la teneur du chrome augmente au-delà de 10 à 12%, le type de carbure eutectique qui se forme passe de M_3C à M_7C_3 .

Durant plusieurs années, les chercheurs ont considéré que la structure eutectique des carbures dans les fontes blanches à haute teneur en chrome était une répartition discontinue de carbures en forme de tiges et de plaque. Cependant d'autres chercheurs [27] ont décrit la structure du carbure eutectique comme un "mélange hétérogène de faisceaux orientés d'une façon aléatoire". Il a été démontré que chaque tige de carbure est creuse, de forme hexagonale et se développe avec l'axe [001].

La structure hypereutectique est généralement renforcée par des carbures type M_7C_3 primaire, qui présentent une bonne résistance à l'usure. Cependant, la morphologie des carbures présente une forme irrégulière à longues tiges épaisses, blocs fins ou structures granulaires [28].

Il est possible d'améliorer la ténacité et les propriétés des fontes blanches par le raffinement de la structure des carbures eutectiques en produisant des carbures plus fins. Le refroidissement rapide, a été utilisé comme une méthode d'augmenter la croissance des carbures, produisant ainsi des carbures plus fins. Par contre, le refroidissement lent des pièces coulées produit des espaces plus grands entre les bras de dendrites, ce qui réduit le nombre de sites de l'eutectique, d'où la formation d'un eutectique plus grand et plus grossier.

II.4.6. Facteur influençant les propriétés des fontes au chrome

II.4.6.1. Influence des éléments d'alliage

Tandis que la teneur au chrome des fontes alliées au chrome soit assez élevée (supérieur à 10%), cette grande proportion est combinée au carbone, formant des carbures. M. Ngqase et autres chercheurs [23] ont trouvé seulement 12,5 % de chrome dans une fonte qui contient 28,8 % de Cr et 3,2 % de C en utilisant une méthode d'analyse à la microsonde électronique. Ces auteurs ont conclu que cette fonte sollicite un ajout nécessairement supplémentaire des éléments d'addition pour obtenir une durcissabilité suffisante, particulièrement pour les grandes industries.

Les éléments d'addition choisis les plus couramment ajoutés pour améliorer la résistance à l'usure de la fonte brute de coulée sont le molybdène, le nickel, le manganèse, le niobium, le titane et le vanadium :

- Si l'ajout de ces éléments est insuffisant, il est capable de provoquer la formation de la perlite;
- Si l'ajout des éléments est excessif, il conduit à une austénite trop stabilisée est c'est coûteux.

Les éléments d'alliage ont une incidence sur la microstructure, résumée comme suit :

Il se caractérise par un point de fusion égale à 1920°C, il s'agit d'un élément carburigène. Le chrome favorise la formation des carbures intermédiaires de type $(Cr, Fe)_7C_3$ et /ou $(Cr, Fe)_{23}C_6$, assure une résistance à la corrosion, stabilise la structure pour les applications à hautes températures, abaisse la vitesse de refroidissement critique indispensable à la formation de la phase martensitique.

Lorsque la concentration de chrome dans la fonte dépasse les 10 %, des carbures eutectiques de type M_7C_3 se forment. Toutefois, des niveaux élevés de chrome favorisent la formation d'une structure dans laquelle les carbures M_7C_3 sont entourés par une matrice austénitique ou un de ses produits de transformation.

Molybdène

Le molybdène a un point de fusion égale à 2622°C . Sa présence dans les alliages ferreux améliore la dureté même pour des faibles quantités.

C'est un fort élément carburigène. L'addition de cet élément à l'alliage peut former des carbures complexes du type $(\text{Mo}, \text{W}, \text{Fe})_2\text{C}$ ou le $M_2\text{C}$, $(\text{Mo}, \text{W}, \text{Fe})_6\text{C}$ ou $M_6\text{C}$ [29]. La dureté de ces carbures dépasse celle du carbure de chrome de type M_7C_3 . Même en quantité réduite, le molybdène se dissout dans la matrice et améliore la capacité de trempe du fer. [30].

Le molybdène est additionné aux fontes au chrome dans des quantités comprises entre 0,2 et 3,5%.

Nickel

Le nickel est un élément graphitisant. Plus la teneur en nickel augmente dans l'alliage ferreux plus il a tendance à affiner la structure. Il se trouve dissout dans l'austénite ou dans ses produits de transformation. Dans les fontes à forte teneur en chrome, la teneur au nickel peut être aussi élevée que 15% pour assurer une stabilisation de l'austénite [31].

Manganèse

C'est un élément gammagène [32]. L'ajout de Mn à la fonte à haute teneur en chrome stabilise la phase austénitique et améliore les propriétés de résistance aux chocs de ces matériaux [37].

Il se dissout dans la matrice jusqu'à sa limite de solubilité, au-delà de laquelle il entre dans la composition du carbure eutectique $(\text{Cr}, \text{Fe}, \text{Mn})_7\text{C}_3$. Il a un rayon atomique proche de celui du fer et du chrome, donc il ne forme pas son propre carbure [37]. Il s'insère dans le réseau cristallin du carbure $(\text{Cr}, \text{Fe}, \text{Mn})_7\text{C}_3$ en occupant une position de substitution. De ce fait, l'ajout du manganèse ne permet pas une consommation du carbone de la matrice pour la seule raison qu'il s'insère dans le carbure eutectique.

Vanadium

C'est un élément carburigène qui se distingue par son point de fusion élevé, 1726° C. Il est un élément qui forme des carbures du type (V, Fe) C avec les ferroalliages contenant du carbone.

Ce dernier affine le grain suite à la formation des carbures et modifie les paramètres de microstructure de la phase présente dans la structure de la fonte au chrome, y compris la fraction volumique, la taille et la morphologie [5,37].

Niobium

C'est un élément alphasène qui forme des précipités stables de type MX avec le C ou N. Des concentrations faibles de niobium peuvent engendrer la formation de carbures, nitrures ou carbonitrures fins qui affinent la structure des grains. Il est également distingué par ses points de fusion élevés. L'introduction du niobium dans la fonte au chrome a entraîné la formation de carbure NbC qui est plus dur que les autres carbures présents [35]. Le niobium dans les alliages Fe-Cr-C-Nb à forte teneur en chrome forme des carbures de niobium de type MC. La solubilité du niobium dans l'austénite et le carbure M_7C_3 est très faible, de sorte que la majorité du niobium présent dans l'alliage est sous forme de carbure MC. Au de-là, le niobium améliore la dureté et la ténacité à la rupture [36].

Titane

C'est un élément carburigène, il permet la formation de nitrure. Son effet est similaire à ceux du niobium et du vanadium mais les carbures de titane sont plus stables que ceux de niobium et vanadium. La solubilité du titane dans la fonte est faible, des fins carbures de TiC précipitent à haute température [37].

Cuivre

L'ajout de Cuivre stabilise l'austénite et retarde la diffusion du carbone [38]. Par conséquent, la présence de cuivre a une forte influence sur la précipitation des carbures secondaires en modifiant le temps de la précipitation.

Terres rares

Ce sont des éléments précieux et rares dans la terre, y compris 17 éléments et des éléments rares tels que le scandium, yttrium, lanthanum, cérium, etc. Ces éléments sont difficiles à séparer. Les métaux contenus dans les terres rares ont un point de fusion bas et un grand rayon atomique, $r_c = 0,182\text{nm}$, avec un très fort refroidissement lors de la solidification [39].

En outre, les éléments des terres rares (RE) peuvent également être utilisés comme agents réducteurs d'oxygène et désulfurateurs de soufre et d'oxygène en les combinant pour former des oxydes RE et sulfure RE. De plus, RE se sont séparés des cristaux austénitiques lors de la solidification. Lorsqu'il

refroidit rapidement, il produit des cristaux polycristallins au lieu de monocristaux [40]. En fonction de l'augmentation de la teneur en terres rares, la taille de la cristallisation se réduit, le carbure M_7C_3 est plus petit et plus uniformément distribué par rapport au carbure de la fonte de base.

Effet des éléments d'addition sur la solidification et la microstructure

Arnoldo Bedolla-Jacuinde et les autres chercheurs [41] ont étudié l'ajout de niobium à des quantités de 1,79% et 3,98% à une fonte contenant 15% Cr et 3% C, l'effet de cette addition a été analysé sur la structure, la dureté et l'usure par abrasion. Les résultats montrent que l'addition de niobium a provoqué une diminution de la teneur en carbone dans l'alliage et qu'une partie du carbone est également consommée en formant des carbures de niobium au début du processus de solidification. Cependant la dureté Rockwell C (HRC) est passée de 48 à 55 HRC et la résistance à l'usure a présenté un comportement intéressant.

C. Scandian et les autres chercheurs [42] ont étudié l'effet de différents teneurs en chrome (16%, 24 %, 28 % et 32 %) et de molybdène (0 %, 3 %, 6 % et 9 %) sur la microstructure et le comportement à l'usure. Les résultats démontrent que l'ajout de molybdène à une fonte à haute teneur en chrome entraîne la formation de carbures M_2C ou M_6C en fonction du rapport Cr/C qui contribuent à améliorer la résistance à l'abrasion.

Ping Li et les autres chercheurs [32] ont étudié les effets combinés des additions de W, Mn et Mo sur la structure et les propriétés d'une fonte au chrome. Les résultats indiquent que W est distribué uniformément dans la matrice et les carbures. Cependant l'addition de W et Mo a favorisé la formation de carbures M_2C et M_6C , par contre la plus grande partie du Mn ajouté a été distribuée dans la matrice, ce qui a permis d'élargir la phase austénitique et d'améliorer la résistance du matériau et le reste du Mn est distribué dans les particules de carbure M_7C_3 , le Mn et le Cr forment des carbures de type $(Fe, Cr, Mn)_7C_3$.

L'effet des ajouts de niobium et de vanadium (0,5% et 2%) respectivement sur la structure et les propriétés de la fonte blanche hypoeutectique contenant 19% Cr et 2,9% C a été examiné par Filipovic et les autres chercheurs [33]. Les carbures de niobium sont formés, ces derniers ont une résistance à l'usure et une ténacité supérieure à celles des carbures M_7C_3 . En outre, les carbures secondaires qui précipitent dans la matrice influent également sur le comportement à l'abrasion.

Les relations entre la structure, la dureté et la ténacité à la rupture de la fonte au chrome avec l'ajout d'alliages (titane, vanadium, niobium et molybdène) ont été étudiées [43]. Les résultats montrent que le Mo s'est dissous dans l'austénite et a augmenté la dureté par renforcement de la solution solide. L'ajout de Ti, Nb et V provoque la formation des carbures TiC, NbC et VC dans la matrice et empêche le développement de la dendrite d'austénite.

Silva et les autres chercheurs [44] ont étudié l'influence de l'ajout de 0,5 % de Nb sur la microstructure et l'usinabilité de la fonte au chrome avec 25,6 % de Cr et 3,2 % de C. Les échantillons ont été traités thermiquement suivant un cycle de traitement (trempe suivie par un revenu).

La figure II.8 illustre la microstructure du matériau à l'état brut de coulée avec et sans ajout de niobium. Il est possible de noter une matrice austénitique prédominante avec quelques colonies de perlite dans les deux cas. La formation de perlite peut avoir été facilitée par la faible vitesse de refroidissement du matériau. La présence de carbures de niobium (NbC) compacts peut être observée selon la figure II.8b. Ces carbures apparaissent dans l'alliage sous deux formes, intégrés aux carbures de chrome M_7C_3 ou isolés sur la matrice.

L'insertion de ces carbures NbC peut agir comme des noyaux de carbures primaires M_7C_3 , de manière similaire à la germination des dendrites d'austénite.

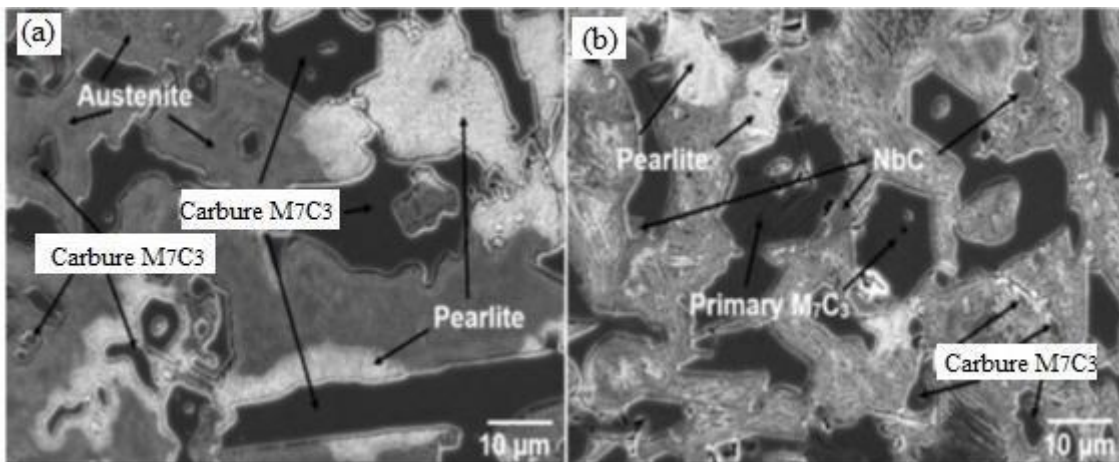


Figure II.8. Microstructure de la fonte au chrome brute de coulée : a) 0% Nb ; b) 0.5% Nb [46].

La figure 9 montre la microstructure de la fonte au chrome trempé (base et alliée à 0.5% Nb), qui contient des carbures primaires et eutectiques M_7C_3 entourés d'une matrice composée principalement de martensite, des carbures secondaires et de carbure de niobium (NbC) (Fig 9.b). Le traitement de trempe vise à modifier la matrice du matériau, en la transformant en une matrice martensitique de haute dureté, avec la possibilité de précipiter des carbures secondaires. Les carbures secondaires peuvent favoriser la résistance à l'usure de cette fonte et se forment pendant le traitement thermique. Il est donc possible d'augmenter la dureté du matériau et, par conséquent, sa résistance à l'usure [47]. Le traitement de trempe a déstabilisé la matrice d'austénite, précipitant des carbures secondaires et appauvrissant l'austénite jusqu'à sa transformation totale en martensite.

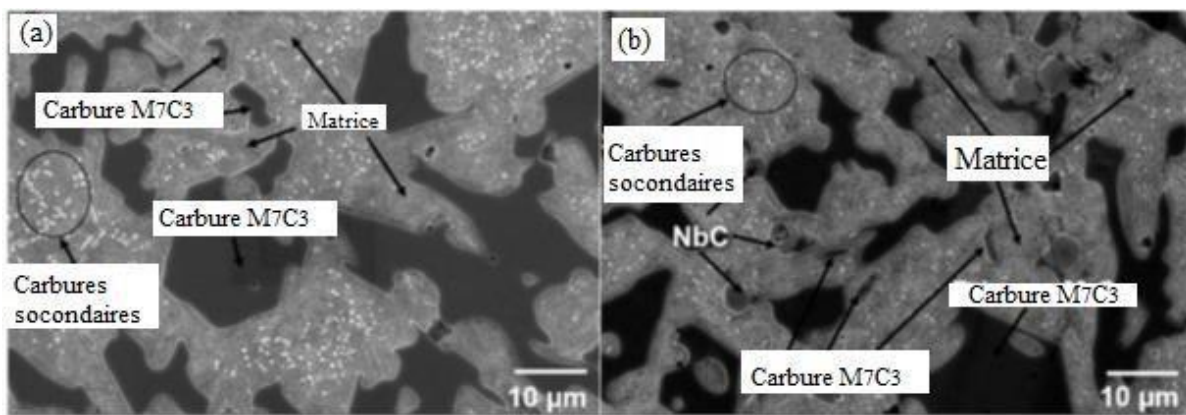


Figure II.9. Microstructure de la fonte au chrome traitée : a) 0% Nb ; b) 0.5% Nb [46].

C. Scandian et les autres chercheurs [45] ont examiné 15 échantillons de fonte au chrome qui contiennent différentes teneurs en chrome (16 % à 32 % de Cr) et en molybdène (0% à 9 % Mo). Les résultats montrent que l'ajout de molybdène en quantités supérieures à 3 % provoque la formation de nouveaux carbures type (M_2C , M_6C).

H. Pourasiabi et J.D. Gates [46] ont étudié l'effet des macro-additions de niobium sur la structure et les propriétés mécaniques de la fonte à haute teneur en chrome qui contient 2% C, 14-16% Cr et de 0 à 10.7 % Nb. Ces auteurs ont conclu à l'issue de leur travail de recherche que l'augmentation de la fraction volumique de carbure de niobium (Nb-CVF) a contribué à une augmentation de la dureté de 724 à 812 HV. Ils ont constaté que le Nb affina la microstructure dans les alliages eutectiques et hypereutectiques.

L'ajout de Nb déplace le point eutectique au-dessus de C, ce qui permet à la fonte de contenir plus de C sans formation de carbures primaires.

Cela a permis d'obtenir de plus grandes fractions volumiques de carbures eutectiques. Les auteurs [48] ont également constaté que le Nb produisait un carbure de type MC (NbC) très dur (>2400 HV) et aussi augmentait la dureté du M_7C_3 .

M. Pokusová et autres [47] ont examiné une fonte à haute teneur au chrome de composition chimique 19-22 % Cr et 2-4,5 % C alliée à 1,7 % Mo + 5 % Ni + 2 % Mn en vue d'améliorer sa ténacité et de tester sa résistance dans des conditions de broyage de ferro-alliages. Les résultats montrent qu'à l'état brut de coulée, cette fonte contient une matrice principalement austénitique atteignant une dureté de 38-45 HRC. Les propriétés mécaniques des fontes au chrome dépendent du type, de la forme et du nombre de carbures présents dans leurs microstructures.

L'influence des ajouts de niobium sur la structure de la fonte hypoeutectique contenant 2,2 % en poids de C et 16,5 % en poids de Cr a été étudiée par Mervat Mohamed Ibrahim et autres [48]. La comparaison entre les figures II.10 (a)-(d) montre que lorsque la proportion de niobium augmente, les carbures M_7C_3 deviennent moins allongés et leurs tailles s'affinent progressivement. En outre, l'appauvrissement en carbone causé par la formation des premiers carbures précipités implique la diminution des quantités de carbures eutectiques M_7C_3 .

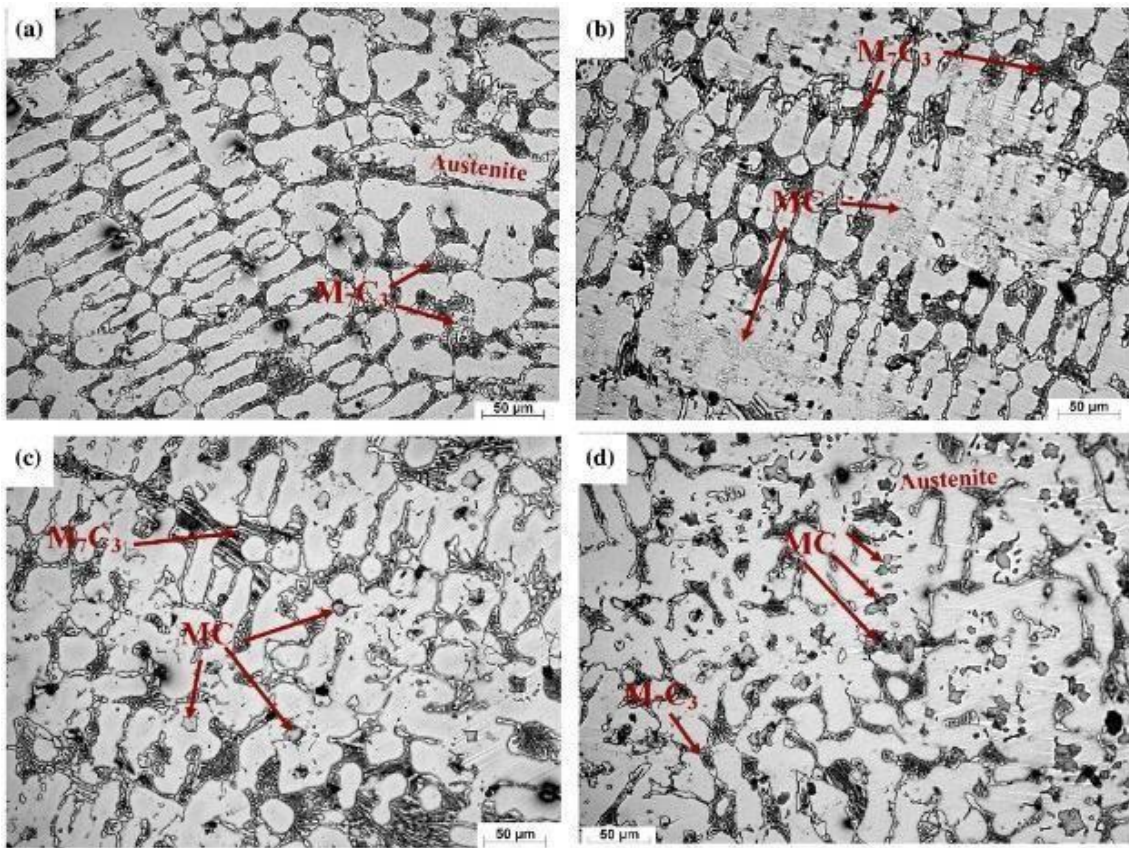


Figure II.10. Microstructures optiques des alliages étudiés contenant : (a) 0 % de Nb, (b) 1,35% de Nb, (c) 2,14 % de Nb et (d) 2,9 % de Nb [50].

La figure II.11 illustre les compositions chimiques et les rapports Cr/C des fontes au chrome qui possèdent du Mo examinées dans des études préalables, tracées sur la surface du liquidus développées par Jackson [49] et révisées par Thorpe et Chico [50].

Une fonte au chrome avec un rapport Cr/C de 7 a été étudiée par Ikeda et al [51]. Les auteurs trouvent que l'ajout de 1 % de Mo, favorise la formation de carbure M_2C .

L'ajout de molybdène à une fonte au chrome favorise la formation de Mo_2C qui se cristallise sous une forme finement dispersée en tant qu'eutectique dans la phase finale de la solidification [53].

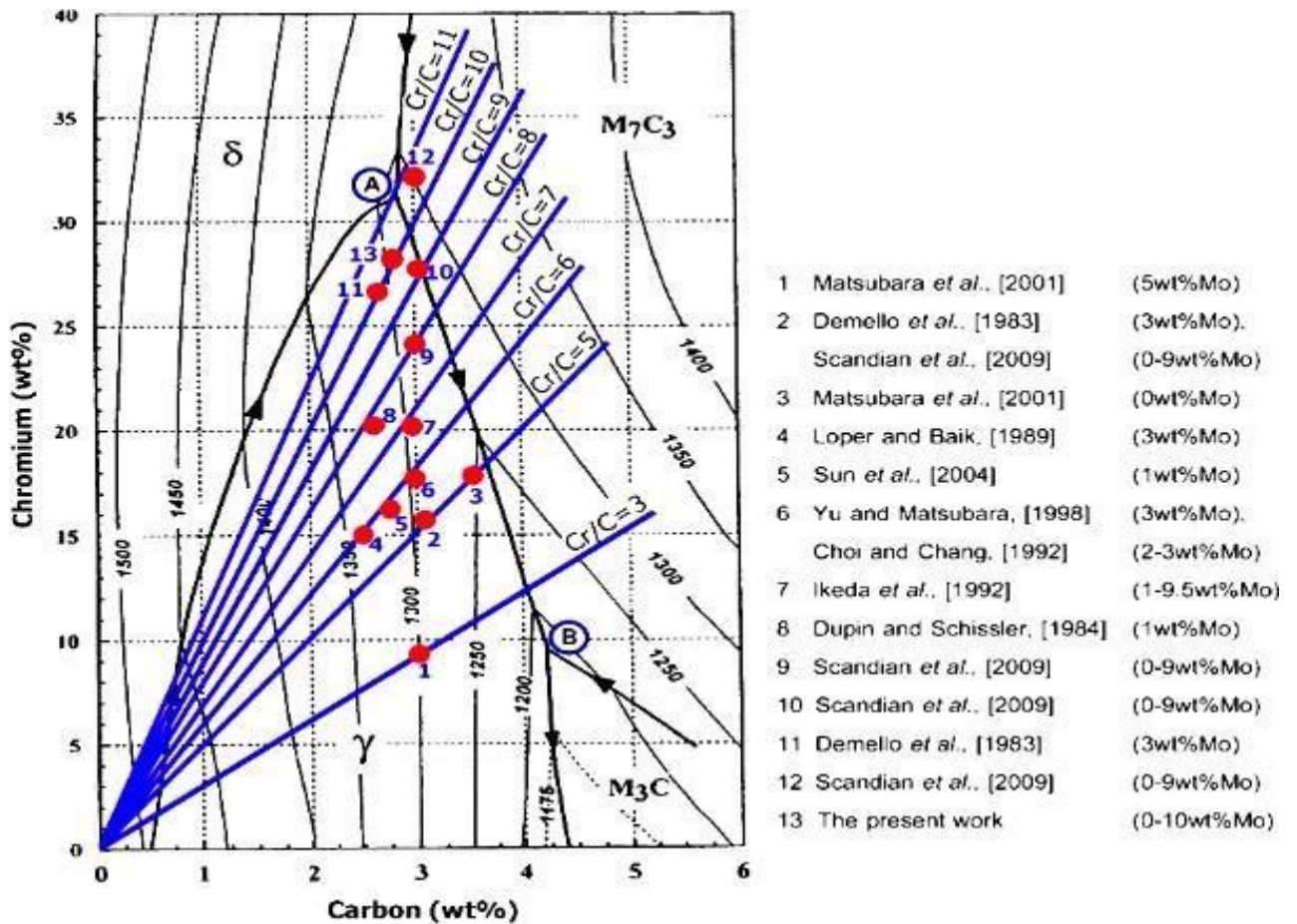


Figure II.11. La composition chimique et le rapport Cr/C des fontes au chrome contenant du Mo ont été étudiés dans des études préalables [53] et tracés sur la surface du liquidus Fe-C-Cr [51,52].

L'addition de niobium augmente la résistance à l'usure car le niobium forme des carbures très durs de type MC (NbC) d'environ 2400Hv, le niobium se dissout dans la matrice et améliore la microdureté de la matrice de 693Hv à 0 % de Nb et 899 Hv à 3,47 % de Nb [54-55].

II.4.6.2. Effet des traitements thermiques

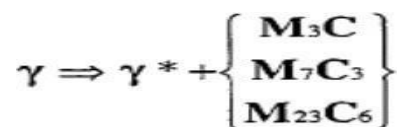
Les pièces moulées sont généralement traitées thermiquement avant leur utilisation afin d'élever leurs propriétés mécaniques. La trempe et le traitement de revenu sont les traitements thermiques couramment utilisés. L'abaissement de la proportion en carbone et en chrome de l'austénite permet une transformation importante de l'austénite en martensite lors du refroidissement à température ambiante. Les carbures eutectiques ne sont pas influencés par le traitement thermique. L'objectif principal de la plupart des traitements thermiques est de déstabiliser l'austénite de sorte que lors du refroidissement, la matrice se transforme en martensite. Des structures martensitiques peuvent être obtenues dans les pièces brutes [54].

Les traitements thermiques traditionnels peuvent être employés pour l'amélioration des propriétés globales de la fonte au chrome. Ainsi, la transformation de l'austénite en martensite se produit dans la matrice. Après l'opération d'un traitement thermique, des carbures secondaires précipitent et favorisent la dureté de la matrice [56].

II.4.6.2. a. Effet du traitement thermique de déstabilisation (trempe)

La fonte au chrome nécessite un traitement thermique pour développer et améliorer la résistance maximale à l'usure. Le traitement thermique de trempe (durcissement) est utilisé pour transformer la matrice austénitique ou la matrice perlitique en une matrice martensitique [57-58]. Ce traitement consiste à maintenir à une température entre 920 et 1060°C pendant 1 à 6 heures. À cette température, les précipitations secondaires se forment dans la matrice, ce qui diminue la teneur de la matrice en éléments d'alliage, et en particulier la teneur en carbone. La teneur réduite de la matrice austénitique en éléments d'alliage augmente la température de début de transformation M_s , de sorte que lors du refroidissement à la température ambiante, la matrice peut se transformer en martensite [57].

La description de la réaction pendant le processus de trempe est la suivante [58] :



Où γ^* est l'austénite à une teneur en éléments inférieure à celle de la matrice austénitique d'origine γ . Le type de carbure qui se forme (M_3C , M_7C_3 ou $M_{23}C_6$) dépend de la composition chimique, de la température de trempe et du temps de maintien. Bien que la matrice martensitique se forme après le traitement de trempe, jusqu'à environ 35 % d'austénite peut être retenu dans la matrice. La quantité d'austénite résiduelle dépend essentiellement de la teneur du carbone de la matrice après le traitement, qui dépend de la composition de l'alliage, de la durée, de la température de trempe et de la taille de la pièce [58]. Les carbures eutectiques ne sont pas influencés par le traitement thermique de trempe. Au début de la solidification, à partir de la solution liquide de Fe-Cr-C, la phase γ commence à précipiter et former des carbures complexes $M_{23}C_6$. Au cours de ce processus, le liquide est enrichi en Cr et en C en raison de la ségrégation, ce qui permet de créer un nouveau type de carbures, c'est-à-dire des M_7C_3 riches en Cr. Les nouveaux carbures M_7C_3 sont beaucoup plus grands en taille par rapport aux carbures $M_{23}C_6$. La précipitation de grands carbures M_7C_3 provoque un appauvrissement du Cr et du C dans le liquide, ce qui favorise par conséquent la précipitation ultérieure des carbures [18].

Pour une dureté maximale, il existe une température de trempe optimale avec un refroidissement à l'air. Ceci résulte deux phénomènes [59] :

- À des températures plus élevées, la solubilité du carbone dans l'austénite est plus grande, ce qui diminue la force motrice de la précipitation du carbure. Plus la teneur en carbone est élevée résulte une température de début de transformation de la phase austénitique (M_s) plus basse produisant une plus grande quantité d'austénite résiduelle dans la structure refroidie à l'air, et plus l'austénite résiduelle est élevée, plus la dureté diminue ;
- À des températures plus basses, la formation des carbures est importante, ce qui réduit fortement la teneur en carbone de la matrice par conséquent la martensite à faible teneur en carbone qui se forme lors du refroidissement est d'une dureté relativement faible.

Pour obtenir une dureté supérieure, la meilleure température de trempe suggérée est environ 1025°C selon la figure II.12, cette dernière dépend de l'alliage et elle augmente avec l'augmentation de la teneur en chrome.

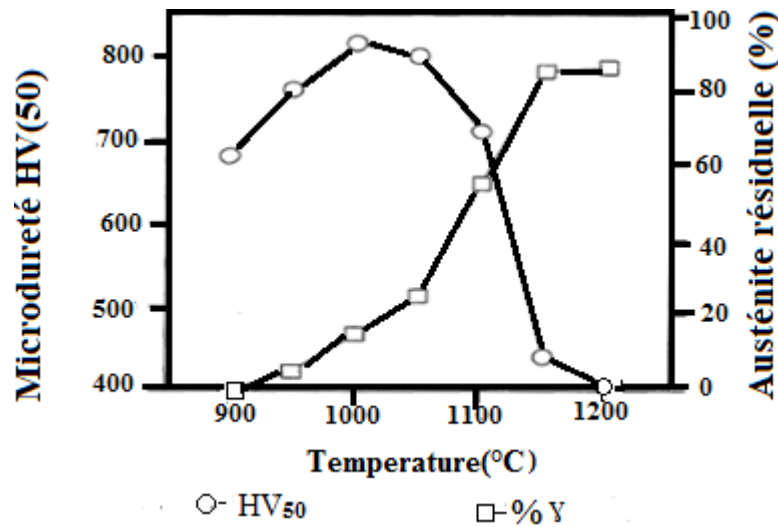


Figure II.12. Influence de la température de déstabilisation sur la dureté et la teneur d'austénite résiduelle [59].

Après le traitement de trempe réalisé par Hakan Gasan et autres [54] de la fonte blanche hypoeutectique contenant 17.86% Cr et 2.66% C à différentes températures de 900°C, 1000°C et 1100°C pendant 2 heures. Les résultats montrent que la trempe a provoqué la transformation d'austénite en martensite et la précipitation de carbures secondaires, cependant les carbures eutectiques M_7C_3 sont restés inchangés. Avec l'accroissement de la température de traitement, les carbures précipités sont devenus plus grossiers et moins abondants et la quantité de la martensite a augmenté. De plus, les résultats indiquent aussi que la morphologie des carbures secondaires, les propriétés cristallographiques des phases et la combinaison appropriée de la quantité de martensite, d'austénite résiduelle et des carbures sont les principaux paramètres qui influencent la dureté et le comportement à l'usure de l'alliage.

Hakan Gasan et autres [54] ont montré que les traitements utilisés ont provoqué des modifications importantes au niveau de la microstructure de la fonte (Fig II.13). Les structures acquises étaient constituées d'une matrice martensitique, de carbures eutectiques et de carbures secondaires. Les valeurs de dureté (HRC et Hv) des échantillons qui ont subi les traitements de trempe à différentes températures étaient supérieures à celles brutes de coulée à cause de la précipitation des carbures secondaires au niveau de la matrice.

Les précipitations secondaires de dureté apparente maximale ont été obtenues avec un traitement de trempe à 1000°C.

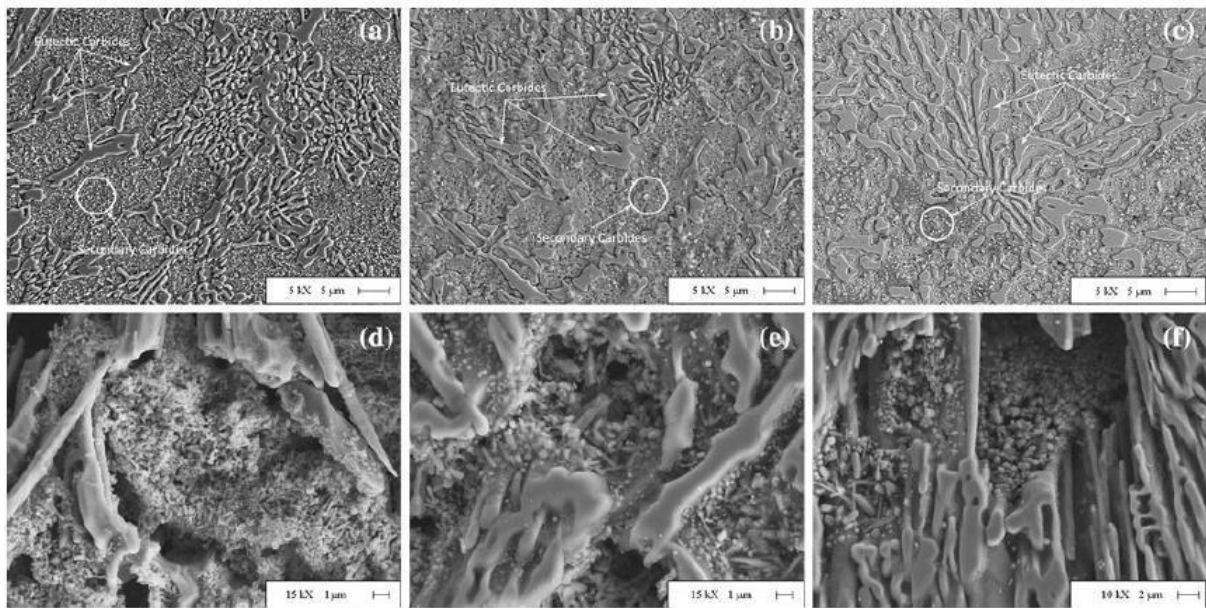


Figure II.13. Microstructures MEB de la fonte trempée à des différentes températures : (a) (d) 2 heures à 900°C, (b) (e) 2 heures à 1000°C, (c) (f) 2 heures à 1100°C [54].

Khaled M. Ibrahim [59] ont étudié l'impact du traitement thermique sur la structure et les caractéristiques mécaniques de la fonte au chrome alliée au titane. Ils ont effectué des traitements avec des températures de trempe de 980°C et 1150°C pendant 1 heure chacune suivies d'un revenu à 260°C pendant 2 heures. Les échantillons traités à 980°C ont montré une structure constituée de martensite, de précipitations fines de carbures secondaires, d'une petite proportion d'austénite résiduelle, de particules de TiC et de carbures eutectiques (M_7C_3). Aussi les échantillons traités à 1150°C ont montré une structure constituée d'une fine précipitation de carbures secondaires sphéroïdale dans une matrice martensitique, de particules de TiC et de carbures eutectiques (M_7C_3).

Ngqase et autres [60] ont étudié les propriétés d'une fonte hypoeutectique contenant 25 % Cr et 2,5 % C après des traitements thermiques de trempe. Les résultats présentent que la microstructure est constituée de carbures eutectiques M_7C_3 et secondaires $M_{23}C_6$ et une matrice austénitique de la fonte brute de coulée. Le traitement de trempe a favorisé la formation de martensite avec la présence d'austénite résiduelle. Le traitement a ainsi amélioré les propriétés à une température de déstabilisation à 950°C. La température de trempe à 1020°C, suivie par un revenu à une température plus élevée (700°C) a augmenté la microdureté de 539 à 726HV.

Sarac et autres [61] ont trouvé qu'après le traitement thermique d'une fonte au chrome qui contient 12-14% Cr et 2.5-2.7% C, les caractéristiques mécaniques ont été améliorées grâce à la présence de carbures primaires fins et allongés, d'une quantité importante de carbures secondaires et d'une matrice martensitique. Après le processus de trempe, les carbures primaires sont devenus arrondis, et tous les carbures ont été distribués d'une manière homogène.

Précipitation secondaire pendant le traitement thermique de trempe

La précipitation des carbures secondaires qui appauvrit la matrice de ses éléments d'addition, et en résulte déstabilise l'austénite, de sorte que lors du refroidissement, une matrice martensitique se forme. Le type de carbure qui précipite est lié à la composition des éléments d'alliage et de la température de trempe. Il a été constaté que dans les fontes dont la teneur de chrome est élevée (>25%) se formaient le carbure $M_{23}C_6$ sous forme de fines tiges inter reliées, alors que dans les fontes à teneur en chrome entre 15-20% précipitaient le carbure M_7C_3 sous forme de tiges et de plaques agglomérées.

Les auteurs A. Bedolla-Jacuide, et autres [22] ont analysé le taux de précipitation des carbures secondaires lors du traitement thermique de trempe d'une fonte blanche qui contient 17% Cr. Cette fonte a été caractérisée brute et traitée à des températures de 900, 1000 et 1150 ° C pendant une durée qui varie entre 5 min et 8 h. Chaque échantillon a été trempé à l'eau immédiatement après avoir été sorti du four. Il a été constaté que la plupart des carbures secondaires qui précipitent (entre 2 et 30 % du volume de la matrice) précipitent en moins de 2 h pour la température la plus basse (900 °C). Ces auteurs ont aussi constaté que la fraction volumique des carbures secondaires augmentait pour les températures de trempe les plus basses dont le maintien de trempe joue un rôle important. Pour le traitement à 1150°C, une très faible précipitation des carbures se former, donc la proportion des précipitations des carbure secondaires diminue avec l'augmentation des températures.

La formation des précipitations est très brusque, et peut se produire aux environs d'une minute à une température entre 950 et 1000°C [63]. Une fois que les carbures formés, le maintien à la température de trempe augmente le nombre, la taille et la superficie des fractions des précipitations secondaires. A une température de trempe entre 850°C et 1050°C, la proportion des carbures secondaires qui se forme dans la matrice est entre 9,5 et 12 % [62].

Ainsi les auteurs [63], ont trouvé qu'après les traitements de trempe, que les carbures secondaires précipitent dans le constituant dendritique (figure II.14). Le taux de précipitation dépend de la solubilité solide du carbone et des éléments d'alliage (principalement le chrome) dans la phase primaire. Par conséquent, la quantité de précipitation secondaire du carbure est liée de la composition chimique et de la température de traitement. Pour les fontes au chrome à l'état brut, les dendrites austénitiques sont saturées en chrome, carbone et en autres éléments d'alliage. Aux températures plus élevées auxquelles se produisent les traitements, la solubilité solide de ces éléments dans l'austénite est très réduite. Cependant, lorsque la température de traitement augmente, les limites de solubilité du chrome et du carbone augmentent.

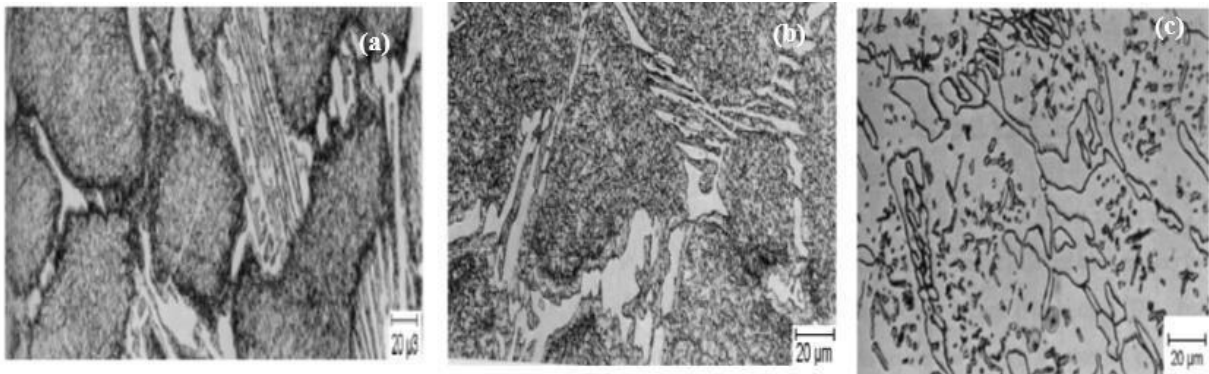


Figure II.14. Microstructures de la fonte après traitement thermique pendant 4 h à :

(a) 1298°K ; (b) 1348° K ; (c) 1423°K + triple traitement de revenu à 473° K [64].

La figure II.15 [59] illustre les résultats obtenus pour la fraction volumique des carbures secondaires précipités en fonction de trempe pour chacune des températures étudiées. À la température de 900 °C, les précipitations commençaient aux environs de 10 min et une fraction volumique de 2% a été mesurée ; après 8 h de traitement, la fraction de volume est d'environ 27%. À 1000 °C, les précipitations étaient plus rapides, de 2% à 5 min jusqu'à 21% à 10 min, de 10 min à 8 h et la fraction volumique était d'environ 22 %. La fraction volumique totale a précipité dans les 10 premières minutes, ainsi le grossissement de certains carbures et la dissolution d'autres se sont produits.

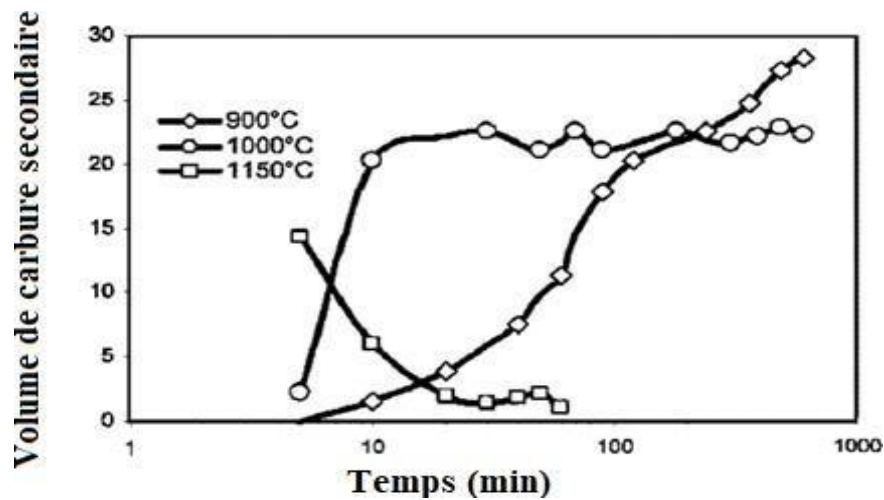


Figure II.15. Volume de carbures secondaires précipités en fonction du temps de trempage lors de la déstabilisation pour chacune des températures étudiées [58].

Des auteurs [64] ont indiqué que dans une fonte au chrome qui contient 2,7% C, 14,55% Cr, 2,20% Mn et 0,93% Ni, avec un traitement de trempage à une température 950°C pendant 2 h pour garantir la précipitation des carbures secondaires et le carbure M_7C_3 , ainsi le refroidissement dans l'huile a permis la transformation de l'austénite en martensite. Le but principal pour le déroulement de cette transformation est la diminution de la teneur de carbone et de chrome dans l'austénite due à l'apparition des carbures secondaires qui a conduit à une augmentation de la valeur des M_s , la fraction volumique de l'austénite non transformée était de 64,9 %. La trempage de la fonte au chrome ne garantit pas la transformation complète de l'austénite en martensite, ce qui résulte l'existence d'austénite résiduelle dans la matrice. Le refroidissement à l'air ou dans l'eau ne garantit pas l'achèvement de la transformation de l'austénite résiduelle en martensite, la température T_{M_s} est sensible à la vitesse de refroidissement, elle s'élève à 128°C pour le refroidissement à l'air, elle est de l'ordre de 62°C pour le refroidissement dans l'eau et 20°C pour le refroidissement dans l'azote liquide [65].

II.4.6.2. b. Traitement thermique de revenu

Après le traitement thermique de déstabilisation, la structure martensitique peut comprendre jusqu'à 35% d'austénite, le revenu est utilisé pour réduire la proportion d'austénite résiduelle. Ce traitement thermique se fait à des températures entre 200 et 600 ° C durant 2 à 6 heures [66].

Plusieurs réactions se produisent au cours le traitement de revenu [67] :

- La précipitation secondaire du carbure ;
- La réaction eutectoïde ($\gamma \rightarrow \alpha + \text{carbure d'alliage}$) ;
- Formation de perlite ($\alpha + \text{M}_3\text{C}$).

Habituellement, la réaction préférable est celle qui génère une précipitation secondaire, les réactions réelles qui se produisent dépendent de la durée, de la température du traitement et de la composition chimique des matériaux.

L'action de traitement de revenu sur la dureté et l'austénite résiduelle dans la fonte au chrome contenant du Mo a été étudiée par Inthidech et autres [68]. Ces auteurs ont mesuré la dureté et la fraction volumique de l'austénite résiduelle (V_γ) d'une fonte contenant 16-26 % Cr et 1,2-3% Mo à l'état brut de coulé et traité. A l'état brut, la dureté a diminué progressivement par contre V_γ a augmenté considérablement lorsque la teneur en Mo augmentait. A l'état traité, la dureté augmente puis abaisse avec l'augmentation du temps de maintien. La dureté après le revenu est influencée par le temps, la température de maintien et la composition chimique. Au cours du maintien, les carbures secondaires précipitent dans l'austénite. Par conséquent, les teneurs en C et en Cr dans l'austénite résiduelle sont réduites, l'austénite se transforme en martensite pendant le refroidissement.

Fernandez et autres [69] ont montré que la résistance à l'usure des fontes blanches à faible et à haute teneur en carbone après un traitement thermique à 500°C est meilleure, au cours du revenu, les carbures ont été précipités dans la matrice.

On peut conclure que le traitement thermique de la fonte au chrome est performant en fonction du résultat obtenu pour les objectifs suivants [70] :

- Formation de la martensite et élévation de la dureté ;
- Faible proportion en austénite résiduelle ;
- Absence de perlite dans la microstructure finale.

II.4.6.2. c. Traitements cryogéniques

Ces types des traitements sont utilisés suite des traitements thermiques de déstabilisation pour transformer l'austénite retenue dans la structure de la matrice. Ils consistent à un refroidissement à des températures sous-ambiantes c'est-à-dire, une température inférieure à la température de finition de la transformation martensitique (M_f). Le traitement cryogénique est un traitement permanent, peu coûteux et unique, qui affecte toute la section du composant, contrairement aux revêtements [71]. Au cours de ce traitement la transformation de l'austénite en martensite est presque complète et la formation de très fins carbures dispersés dans la structure martensitique trempée [72].

Wanga et autres [73] ont étudié les effets d'un traitement cryogénique sur la microstructure et les comportements à l'usure et à l'abrasion de la fonte 16%Cr, 1%Mo et 1%Cu traitée par un traitement thermiquement. Les résultats montrent que le traitement cryogénique permet de réduire le taux d'austénite résiduelle après un traitement thermique de déstabilisation, mais ne peut pas transformer complètement l'austénite résiduelle, le traitement cryogénique peut améliorer considérablement la dureté et la résistance à l'abrasion de la fonte à haute teneur en chrome. Durant le traitement de déstabilisation puis du traitement cryogénique, la quantité de carbure secondaire précipité, $M_{23}C_6$, était supérieure à celle du refroidissement par air. Des carbures secondaires fins, sont formés pendant le traitement cryogénique, par conséquent l'augmentation de la dureté apparente et de la résistance à l'usure.

La figure II.16 illustre les micrographies de l'échantillon traité par cryogénie et non traité après traitement de déstabilisation à 1000 ° C pendant 30 minutes. Comme montré dans les microstructures, les carbures secondaires pendant le traitement thermique, ces carbures secondaires apparaissent comme parties sombres en microstructure. Les carbures secondaires sont répartis de manière plus homogène dans l'échantillon traité cryogénique que dans l'échantillon non traité. Après le traitement cryogénie, la proportion de martensite dans la matrice a augmenté.

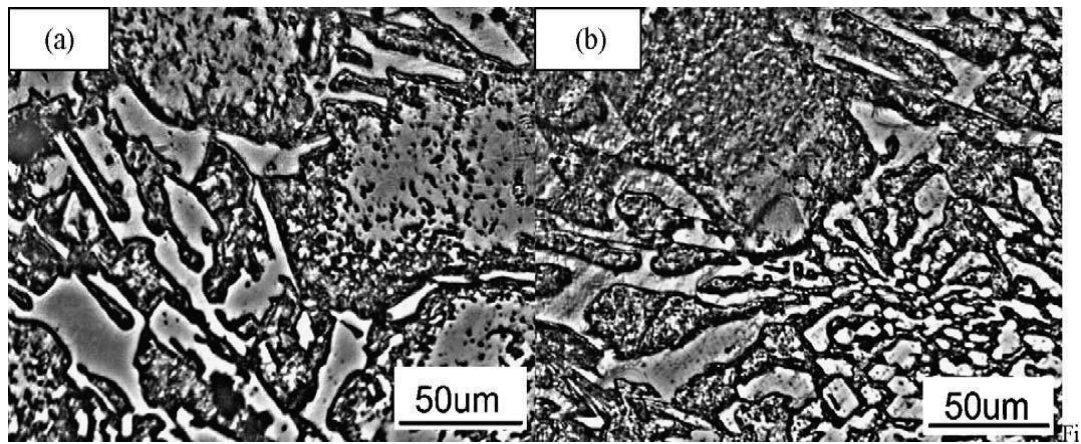


Figure II.16. Microstructure de la fonte au chrome dans différents états traités thermiquement (a) refroidissement par air (b) traitement cryogénique après traitement de déstabilisation à 1000 °C [74].

II.4.7. Comportement d'usure abrasive des fontes à haute teneur en chrome

Ce type d'usure, est dû à la pénétration de particules dures d'un contre-corps dans la surface plus tendre d'un solide en contact glissant. L'usure est un endommagement d'une surface, qui est due à une perte de matière suite aux sollicitations relative entre cette surface [74].

La nature et le degré d'usure abrasive qui se produisent dépendent d'un certain nombre de facteurs, tels que : la microstructure de la surface, le type d'abrasif, le mouvement relatif, la charge et tous les effets chimiques ou thermiques qui peuvent être impliqués. Ces facteurs agissent de manière combinée pour produire un système tribologique complexe.

Pour faciliter l'étude des systèmes d'usure, trois classifications d'usure abrasive ont été suggérées : Abrasion par broyage, abrasion par grattage et l'abrasion par arrachement [75]. Les principales caractéristiques de chacune de ces classifications sont présentées dans le tableau II.2. Une autre définition couramment utilisée est celle de l'abrasion à deux et trois corps. L'abrasion à trois corps représente le cas où des particules abrasives sont bloquées entre la surface d'usure et un contre-corps, et se déplacent par rapport aux deux. L'abrasion à deux corps représente le cas où un abrasif libre se déplace sur une seule surface d'usure, ou lorsqu'une partie du contre-corps frotte la surface d'usure. L'abrasion à trois corps produit une usure plus faible que l'abrasion à deux corps.

Tableau II.2. Caractéristiques et principales caractéristiques des classifications de l'usure [76].

	Abrasion par grattage	Abrasion par broyage	Abrasion par arrachement
Taille des particules abrasives	Petit	Petit à moyen	Grand
Niveaux de stress	Faible	Haut	Très élevé
Fracture abrasive	Non	Oui	Oui
Exemples	Broyage de sable, manutention de matériaux tels que pompes à boue.	Moulins à billes et à barres, disques debroyage.	Broyeurs à mâchoires, dents d'excavateur, têtes de godet, têtes de broyeur à marteaux.

II.4.7. 1. Types d'usure

L'usure est un processus complexe caractérisé par des phénomènes difficiles à décrire de manière explicite, déclenchant une émission des débris avec perte de masse, de côtes, de forme, et s'accompagnant des transformations physiques et chimiques des surfaces.

Différents types d'usures sont observés, notamment l'usure par abrasion, l'usure par adhésion, l'usure par fatigue, l'usure par frottement, et d'autres formes liées à des environnements spécifiques, comme l'usure par cavitation qui se produit en présence de liquide

Usure abrasive

Ce type d'usure abrasive est le déplacement de matière, produite par des particules dures. Ces particules dures peuvent se trouver insérées dans l'une des surfaces (figure II.17.a) ou entre les deux surfaces en mouvement relatif (Fig II.17.b)

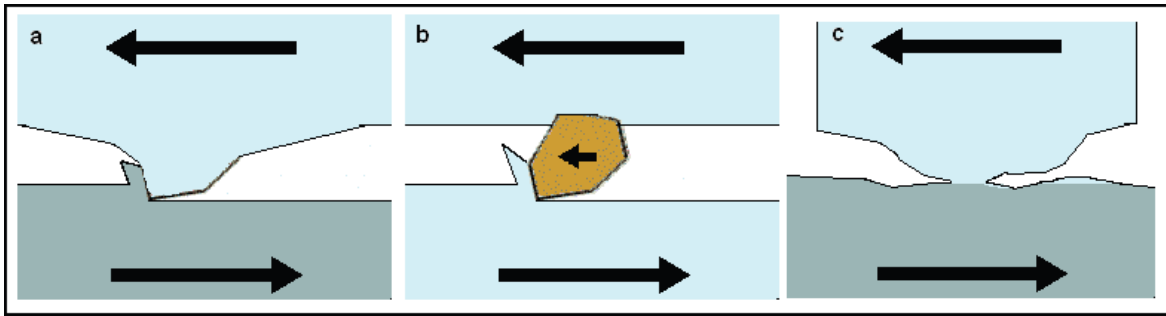


Figure II.17. Mécanisme d'usure abrasive à (a) deux corps, (b) d'usure abrasive à trois corps et (c) d'usure adhésive [77].

Usure par adhésion

Pour ce procédé le mécanisme d'adhésion (figure II.17.c) est une usure par transfert de matière d'une surface sur l'autre pendant leur mouvement relatif, dû à un processus de soudure en phase solide. La matière d'une pièce est transférée sur l'autre pendant le mouvement.

Usure par frottement

L'endommagement en cours de service des pièces mécaniques est l'une des causes du frottement de surfaces, en mouvement. L'usure des surfaces en frottement qui en résulte se manifeste le plus souvent en cours de fonctionnement, par une évolution de température, des modifications géométriques, des transformations physico-chimiques ou encore par des enlèvements de matière. Elle résulte du frottement en cisaillement des microsoudures ou des jonctions formées entre deux aspérités en contact direct métal-métal, et s'accompagne d'un échauffement local des surfaces métalliques. Cet échauffement, perceptible visuellement, se manifeste par l'apparence des empreintes d'usure. Le frottement se manifeste le long d'un plan (voir Fig. II.18) où émergent les aspérités tronquées présentes sur les deux surfaces.

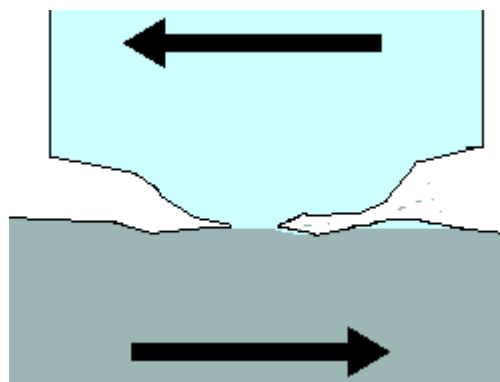


Figure II.18. Schéma décrivant une usure par frottement [78].

Usure par fatigue

Le phénomène d'endommagement des surfaces par fatigue de contact se manifeste lorsque les couches superficielles sont soumises à des contraintes répétées ou alternées qui conduisent à l'amorçage des fissures. Les détériorations apparaissent sous forme des piquêtes, fissures, écaillage et s'accompagnent de modifications structurales. Les avaries par fatigue ou petits débattements se rattachent à ce type de mécanisme, (Fig. II.19).

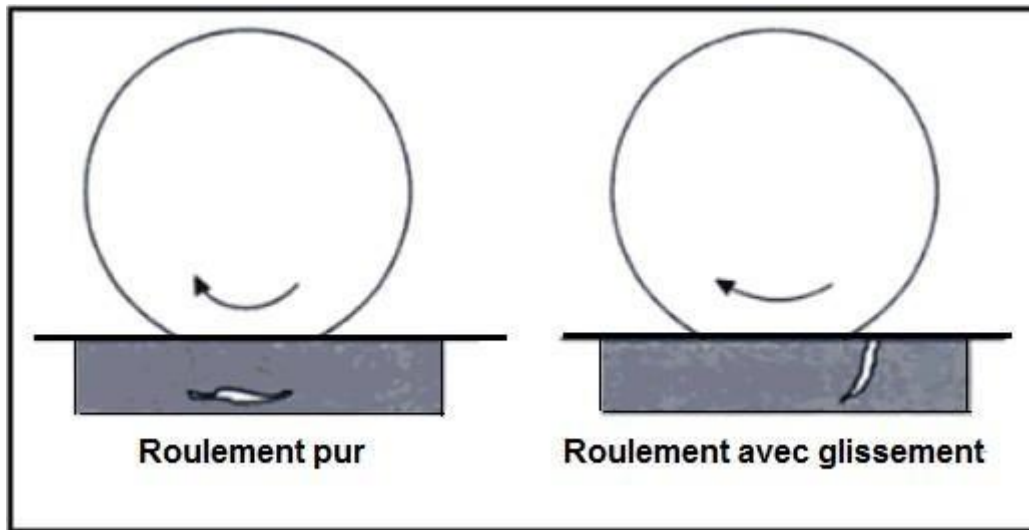


Figure II.19. Mécanisme d'usure par fatigue [78].

Usure par diffusion (physico-chimique)

La propagation de matière de l'outil vers le copeau est un phénomène d'usure qui ne peut se provoquer qu'à des températures élevées. Les températures élevées se manifestent là où le copeau frotte contre l'outil. Ces températures, permettent de donner suffisamment d'énergie (augmentation de température) aux atomes pour que ceux-ci puissent migrer de l'outil au copeau. Ce processus est aussi grandement accentué par les phénomènes d'affinités chimiques que l'on peut avoir entre les atomes de la matière usinée et les atomes de l'outil (Fig. II.20).

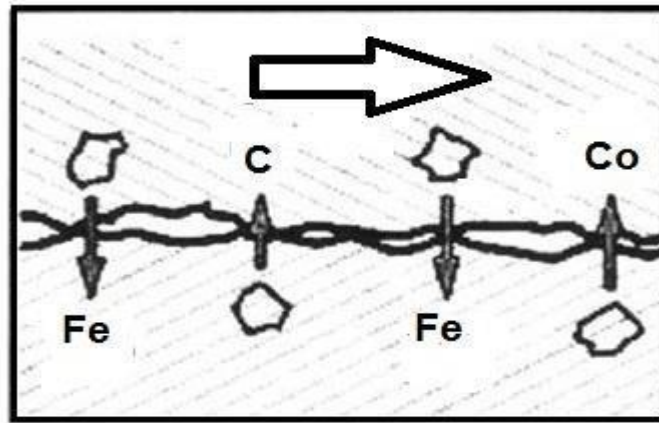


Figure II.20. Processus d'usure par diffusion [79].

II.4.7. 2. Test d'usure des fontes au chrome

Les essais d'usure sont utilisés à deux niveaux. Il s'agit de :

- Évaluer la performance relative à l'usure de divers matériaux ;
- Déterminer l'usure d'un composant particulier.

Les tests d'usure en laboratoire et sur le terrain sont appropriés pour évaluer la performance relative à l'usure de divers matériaux, tandis que seuls les essais sur terrain conviennent pour déterminer l'usure d'un composant [80]. Les avantages des essais en laboratoire et sur le terrain sont indiqués sur le tableau II.3.

Tableau II.3. Avantages et inconvénient des tests d'usure dans le laboratoire et sur terrain [81].

	Essais sur terrain	Tests en laboratoire
Avantages	<ul style="list-style-type: none"> - Représenter la situation réelle ; - Les données sont absolues et directement applicables. 	<ul style="list-style-type: none"> -Peu coûteux ; -Rapide ; -Meilleur contrôle des variables.
Inconvénients	<ul style="list-style-type: none"> - Coûteux ; - Prend du temps ; - Peu de contrôle des variables. 	<ul style="list-style-type: none"> -Les données ne sont pas comparatives ; -Ne rétablit pas complètement le système d'usure.

II.4.7. 3. Influence de la microstructure sur l'usure de la fonte au chrome

Différents facteurs influent sur le comportement mécanique et la résistance à l'usure abrasive d'un matériau. Pour un système type d'usure donné (charge, type d'abrasif, etc.), la microstructure de l'alliage joue un rôle important en influençant la résistance à l'usure. Dans ces fontes, la microstructure peut être modifiée par les éléments d'additions et les traitements thermiques.

Effet des carbures eutectiques sur les performances d'usure des abrasifs

Pour les alliages de la fonte blanche hypoeutectiques, les carbures eutectiques peuvent constituer entre 20 et 35 % de la microstructure, et on les reconnaît comme les éléments principaux de l'excellente résistance à l'abrasion de ces alliages par rapport à d'autres matériaux. Plusieurs facteurs, tels que le type, la dureté du carbure, la fraction volumique et l'orientation de la matrice entre les carbures, influent sur la résistance à l'abrasion de la fonte blanche.

L'influence du type de carbure et de la dureté est évidente si l'on compare, la dureté des carbures présents dans les fontes au chrome et les matériaux abrasifs généralement utilisés dans les tests de laboratoire (tableau II.3). Ces fontes sont généralement usées pour les tests de laboratoire (tableau II.4).

Le carbure eutectique M_7C_3 a une dureté supérieure à celle du quartz, il est considéré comme représentatif des abrasifs les plus courants rencontrés dans le service de l'industrie des minéraux [81]. On peut donc s'attendre à ce qu'ils présentent une excellente résistance à l'usure à ces abrasifs. L'ajout de niobium et de vanadium aux fontes au chrome est pour former des carbures encore plus durs. Ces types de carbure améliorent la résistance à l'abrasion et la dureté [82].

Tableau II.4. Dureté des matériaux abrasifs par rapport à la dureté des constituants microstructuraux de la fonte blanche [82].

Matériaux abrasifs	Dureté HV	Constituant microstructural
Carbure de silicium	2800 2500-2600	Carbure de vanadium
Corindon (Al_2O_3)	1200-1800 1060-1240	Carbure de type M_7C_3 Carbure de type M_3C
Grenat	900	-
Quartz (silice)	900-1280 770-800 350-400	Martensite à haute teneur en carbone Austénite

Corindon : oxyde d'aluminium extrêmement dur, utilisé comme abrasif

Une influence importante de la fraction volumique des carbures eutectiques (M_3C ou M_7C_3) sur la résistance à l'usure. De plus, la microstructure de la matrice martensitique ou austénito-martensitique renforce les carbures eutectiques, minimisant la fissuration et l'arrachement pendant l'usure. Les carbures secondaires qui précipitent dans les régions de la matrice des fontes au chrome ont aussi une influence sur le comportement à l'abrasion [83].

Habituellement, l'amélioration de la résistance à l'abrasion est liée avec une diminution de la ténacité, à cause de la teneur de carbure eutectique. Cependant, afin d'améliorer les propriétés et d'obtenir des combinaisons optimales de la résistance à l'usure, l'ajout des éléments d'alliage et/ou les traitements thermiques peuvent modifier la microstructure et améliorer les caractéristiques mécaniques [83].

Les auteurs [83] ont montré que l'alliage qui contient 2,06% de Nb offre le meilleur compromis entre la résistance à l'usure et la ténacité à la rupture par rapport à la fonte de base. Cet alliage présente une ténacité dynamique à la rupture et une résistance à l'usure par abrasion supérieure à celle de l'alliage Fe-Cr-C de la base (brut de coulée). En raison de leur morphologie caractéristique, les carbures NbC présentent une résistance à l'usure et une ténacité élevée à celle des carbures M_7C_3 .

Les conditions d'abrasion à faible contrainte, l'augmentation de la CVF améliore la résistance à l'abrasion [79]. Dans les essais d'usure utilisant la silice (SiO_2) comme abrasif, les régions de la matrice s'usaient, laissant les régions de carbure eutectique. La résistance à l'usure diminuait lorsque la CVF augmentait [64].

L'influence des abrasions, comme le carbure de silicium et l'alumine, la matrice et les carbures sont usés par les particules abrasives. L'usure des carbures est cependant plus lente en raison de leur plus grande dureté. Si l'usure est importante dans la matrice (de sorte les carbures ne supportent plus les conditions d'usure).

Par conséquent l'usure habituellement est contrôlée par le taux des carbures usés. La transformation de la structure de la matrice par le traitement a un effet important, car le rôle de la matrice de ce cas est de fournir un support mécanique aux carbures.

Quand les abrasifs durs tels que l'alumine ou le carbure de silicium sont utilisés, l'augmentation du CVF peut conduire une faible amélioration et même une diminution de la résistance à l'usure.

On peut obtenir une résistance à l'usure par abrasion et une ténacité aux chocs optimisées dans une microstructure qui présente les caractéristiques suivantes [84] :

- Carbures durs dans une matrice qui a une fraction élevée de martensite,
- Répartition homogène des carbures,
- Bonne cohésion entre les carbures et la matrice.

L'orientation des carbures eutectiques a une influence sur les performances d'usure, la plus grande résistance à l'abrasion se trouve dans les structures.

La fraction volumique des carbures (CVF) a été quantifiée, l'influence de 0,5% - 1,0% de niobium sur la structure d'une fonte au chrome, à 26% Cr et 2,8% C et traité thermiquement, a été étudiée [62]. Les carbures de NbC ont empêché la diminution de la dureté en raison de l'abaissement de la CVF dans la fonte traitée thermiquement. La dureté de la fonte à matrice principalement austénitique est plus sensible aux variations de CVF que celle de la fonte à matrice principalement martensitique.

Les auteurs X.H. Tanga et autres [82] ont déterminé que la résistance des fontes au chrome à l'usure abrasive a été fortement influencée par la concentration de carbone. Les tests d'usure abrasive ont présenté que la résistance à l'usure était dominée par la concentration de carbone, qui avait une valeur critique comprise entre 2 et 3 %. Les fontes au chrome se présentaient sous la forme d'hypoeutectique qui manifestaient une résistance à l'usure abrasive plus faible.

L'efficacité de la résistance à l'abrasion des carbures était plus que la matrice dans les fontes blanches, car, surtout, la dureté des carbures M_7C_3 (1200–1800 HV), était supérieure à la dureté de l'abrasif utilisant le quartz (900- 1080 HV).

De plus, les carbures secondaires qui précipitent dans les fontes au chrome influencent également sur le comportement à l'abrasion [48]. Ces fins carbures secondaires peuvent augmenter le support mécanique des carbures eutectiques.

Ortega. P et autres [85], ont étudié l'effet de différents traitements thermiques sur la matrice et les propriétés mécanique (dureté, résistance à l'usure par abrasion) d'une fonte alliée au chrome qui contient 22% de chrome et 3% de carbone. La résistance à l'usure est liée directement aux propriétés de la matrice, l'augmentation de la dureté et de la résistance à l'usure est proportionnelle à l'augmentation de la microdureté de la matrice (puisque la fraction volumétrique des carbures eutectiques n'est pas modifiée par les traitements).

Des valeurs de microdureté plus élevées par rapport à la fonte de base, à cause de la combinaison de trois facteurs :

- Une fraction volumétrique plus élevée de carbures secondaires ;
- Une quantité plus élevée de carbures précipités de la surface ;
- Une quantité plus faible d'austénite résiduelle dans la matrice.

Effet de la structure de la matrice sur les performances d'usure abrasive

Des interprétations sur les effets des caractéristiques du carbure sur la résistance à l'abrasion, il apparaît que le rôle principal de la matrice est de fournir un support mécanique aux carbures[59]. Cependant, le rôle de la matrice est plus complexe. L'influence de la matrice des particules abrasives, le rôle de la matrice est simplement d'assurer un support mécanique. Cependant, si la matrice n'est pas protégée et elle est éliminée par le processus d'abrasion, les carbures peuvent devenir non supportés et usés.

La fonte au chrome a une résistance à l'usure relativement bonne par rapport à d'autres matériaux, mais le niveau de résistance varie en fonction du type de microstructure et de la fraction volumétrique des carbures primaires dans la fonte. Ainsi, il est important d'étudier l'influence de ces micro-constituants sur la résistance à l'usure. Selon le type de microstructure et les tests d'usure abrasive utilisés, les résultats peuvent différer [87-88].

Aussi, Sarac et autres [61], ont étudié l'usure abrasive de la fonte au chrome brute de coulée et traitée thermiquement. Les résultats sont expliqués à partir de la microstructure, la dureté et la rugosité de surface. Le taux d'usure et la dureté de la fonte brute de coulée étaient relativement faibles. Après traitement thermique, une résistance à l'usure et une dureté plus élevée ont été obtenues grâce aux carbures primaires fins et allongés, à une quantité excessive de carbures secondaires et à la matrice martensitique formée.

II.4.7. 4. Effet d'élément d'addition sur la résistance à l'abrasion

L'étude de la structure est la caractéristique du matériau la plus critique pour déterminer la performance d'usure d'un matériau. L'effet des éléments d'alliage sur la résistance à l'usure est mieux compris lorsqu'on considère l'effet de ces éléments d'alliage sur la microstructure. Les changements de la teneur d'alliage qui ont un peu d'effet sur la microstructure ont généralement un effet sur le comportement à l'usure. Le carbone est l'élément le plus essentiel. Le rôle important du carbone est de déterminer la CVF qui se forme. L'augmentation de la proportion de carbone associée à une résistance plus élevée à l'usure, à cause de l'augmentation de la CVF [54].

L'addition de molybdène aux fontes au chrome a permis d'augmenter la résistance à l'usure[42], principalement en raison de la capacité du Mo à former un carbure de type M_2C . L'addition d'éléments tels que le niobium, le vanadium [33-88], et le titane [37], favorisent la formation des carbures durs, ce qui améliore la résistance à l'usure. Ces éléments peuvent également affiner la microstructure.

Les auteurs C. Scandian et autres [89] ont étudié l'effet de la teneur de chrome (6% à 32%) et du molybdène (0%-9%). Les résultats d'usure montrent que la microstructure de la matrice a une forte influence sur la résistance à l'usure par glissement, dépend de la proportion de Mo, la perte d'usure est importante. Lorsque la teneur de Mo augmente, la fraction volumique des carbures M_2C augmente aussi, cependant la dureté est meilleure ; la fraction volumique des carbures M_7C_3 reste inchangée mais leur taille grandie.

Ainsi, Tupaj. M et autres [90]. Ont apprécié que les carbures secondaires produisent un appauvrissement dans l'austénite de carbone et les éléments d'alliage (Cr, Mn, Mo), formant des carbures durs ce qui provoque une élévation de la température de la martensite de départ des Ms. Par conséquent, l'austénite au cours de la trempe et l'austénite résiduelle au cours du revenu et du refroidissement rapide peuvent facilement être transformée en martensite, ce qui entraîne une augmentation de la dureté et de la résistance à l'usure.

Des auteurs [66] ont étudié le mécanisme d'usure de la fonte au chrome après l'ajout des éléments d'addition et après le traitement de trempe, ces auteurs ont examiné le coefficient de frottement en fonction de temps réel, les résultats sont exposés sur la figure II.21. Les conclusions indiquent que le coefficient de frottement de la fonte se compose de deux périodes : la première période de rodage et la deuxième période de stabilité [91]. Lors de la phase initiale de rodage de l'usure par glissement à sec, le coefficient de frottement en temps réel passe rapidement de 0 à un pic important, cette augmentation est dû à la surface de contact entre l'alliage et la bille utilisée. Avec l'augmentation du temps de glissement, la trace d'usure et la rugosité formée sur la surface des échantillons se stabilisent [92].

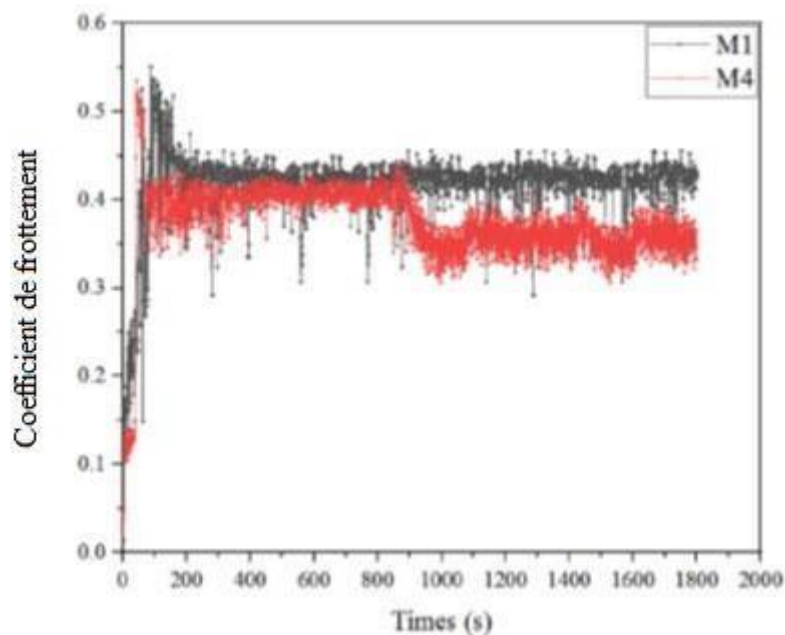


Figure II.21. Coefficient de frottement de la fonte étudiée traité thermiquement à 1050 °C [66].

Concernant la fonte blanche Fe-Cr-C alliée au niobium et au vanadium, les facteurs qui influent sur la résistance à l'abrasion sont : la microstructure qui affectait la fraction volumique des carbures, la taille des phases présentes dans la structure (une taille plus petite et des dendrites d'austénite primaire), c'est-à-dire la distance moyenne entre les particules de carbure, causée par l'augmentation de la proportion en niobium et en vanadium dans l'alliage, a mieux protégé la matrice contre l'usure directe par les particules abrasives.

La figure II.22 (a) - (c) montre l'observation de la surface usée des alliages avec des différentes proportions de Nb. Dans cette figure, la surface usée de l'échantillon ayant la plus faible teneur de Nb, figure 22 (a), était caractérisée par des rainures profondes par rapport aux rainures peu profondes des deux autres échantillons, figure 22 (b), (c). Ces rainures, illustrées dans la figure sont dues à la déformation importante de la surface par une charge élevée de (150 N) pendant le test d'usure.

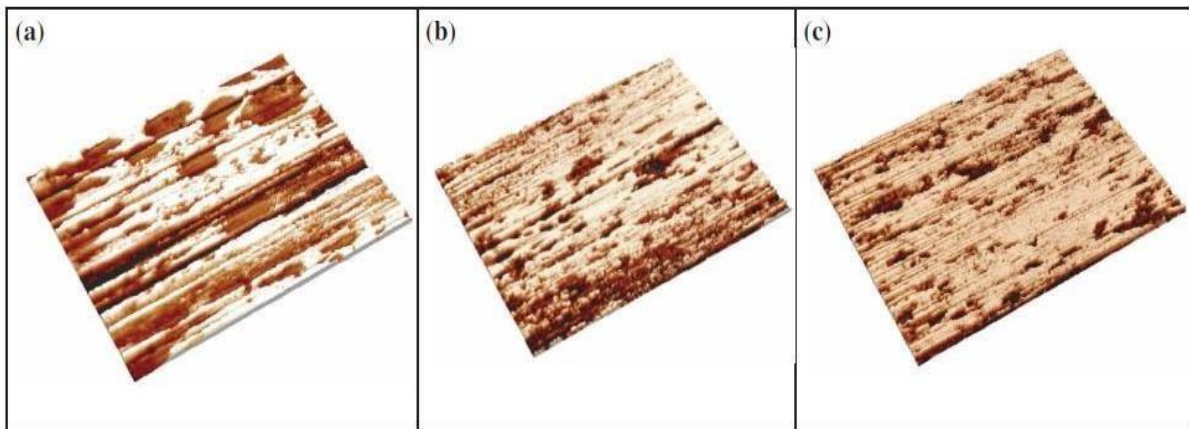


Figure II.22. Surface usée des trois échantillons de la fonte au chrome contenant (a) 1,35 ; (b) 2,14 et (c) 2,9 % de Nb à une charge de 150 N [93].

L'effet d'addition de Nb sur la microstructure, les propriétés mécaniques et la résistance à l'usure des fontes alliées au chrome donne les résultats suivants [88] :

- La morphologie des carbures de NbC (MC) change avec l'augmentation de la teneur de niobium dans l'alliage ;
- La fraction volumique des carbures eutectiques diminue avec l'ajout du Nb, à cause de la perte d'une partie de carbone dans la formation de particules de NbC ;
- L'ajout de Nb engendre une augmentation de la dureté dû au renforcement de la matrice avec des particules dures de NbC.

La résistance à l'usure des fontes au chrome dépend du type, de la morphologie, de la quantité et de la distribution des carbures eutectiques dans la microstructure, ainsi que de la nature de la matrice formée [94-95].

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III .1. Coulée des échantillons

Les échantillons étudiés sont élaborés dans un four à induction industriel au niveau de la fonderie de Tiaret (ALFET). Ces derniers sont obtenus à partir d'une fonte alliée au chrome (brute de coulée).

Les échantillons ont été coulés dans des moules en sable à résine furanique. Le protocole utilisé pour l'ajout des éléments d'alliage consiste à couler des prises d'essais dans des creusets préchauffés préalablement, dans lesquels des teneurs des ferro-alliages sont calculés et introduits avant la coulée en moule. Les éléments ajoutés sont le manganèse, le niobium, le molybdène. La figure présente le protocole expérimental utilisé pour l'obtention des échantillons destinés pour cette étude et la figure III.2 expose le schéma de moule des éprouvettes utilisé.

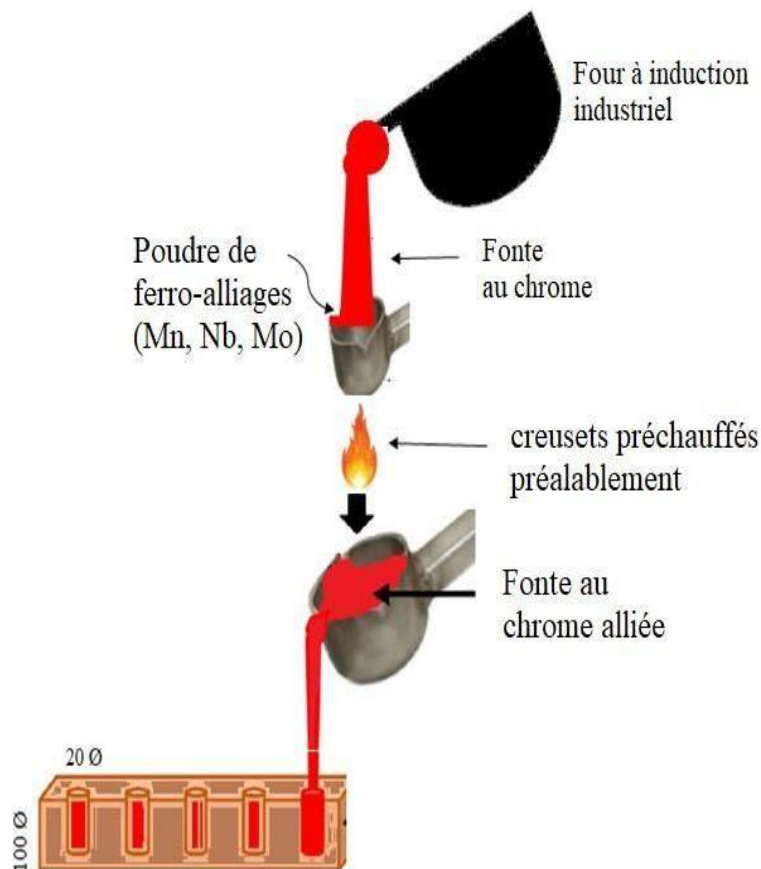


Figure III.1. Schéma de protocole de coulée des éprouvettes.

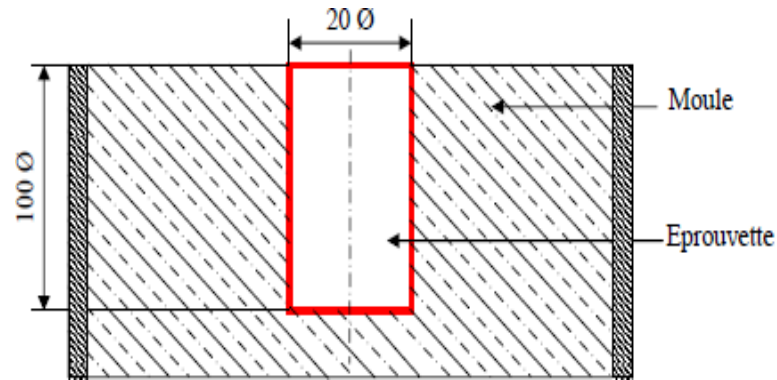


Figure III.2. Schéma de moule des éprouvettes.

III .2. Analyse chimique

Pour déterminer la composition chimique de notre matériau, nous avons utilisé la spectrométrie. Le tableau III.1 représente la composition chimique du matériau étudié. Cette analyse montre que le matériau utilisé dans cette étude est une fonte hypo- eutectique alliée contenant 14% de chrome, 2% de carbone et 0.5% de manganèse.

Tableau III.1. Composition chimique de la fonte étudiée :

Eléments	C	Cr	Mn	Mo	Nb	S	P
%	2.07	14.82	0.54	0.07	0.02	0.07	0.05

III.3. Traitements thermiques

Les traitements thermiques peuvent être utilisés pour améliorer l'évolution microstructurales ainsi les propriétés globales de la fonte au chrome. La transformation de l'austénite en martensite se produit dans la matrice, à la suite, la présence des carbures secondaires et leurs morphologies peuvent être contrôlées par l'application d'un traitement thermique approprié.

Dans ce travail, nous ne nous sommes pas limités aux traitements thermiques entrepris au niveau industriel, (température de trempe 980°C), deux autres températures d'austénitisation sont adoptées (930°C et 1030°C), suivies par un traitement de revenu.

L'objectif est de maintenir le plus de conditions possibles malgré les variations de la composition chimique. via l'ajout de différents types d'éléments d'addition (Mn, Nb et Mo).

III.3.1. Trempe

Ce type de traitement consiste à maintenir à une température entre 920 et 1060°C pendant 1 à 6 heures.

Certains chercheurs [57], ont indiqué que La présence des carbures secondaires et leurs morphologies peuvent être contrôlées par l'application d'un traitement adopté et ses paramètres qui influent sur les propriétés mécaniques. Dans ce travail le cycle de traitement consiste à un chauffage à 930,980 et 1030°C dans un four tubulaire pendant 3 heures ensuite on a réalisé un refroidissement rapide à l'air comprimé (Fig. III.3) schématise les cycles employés.

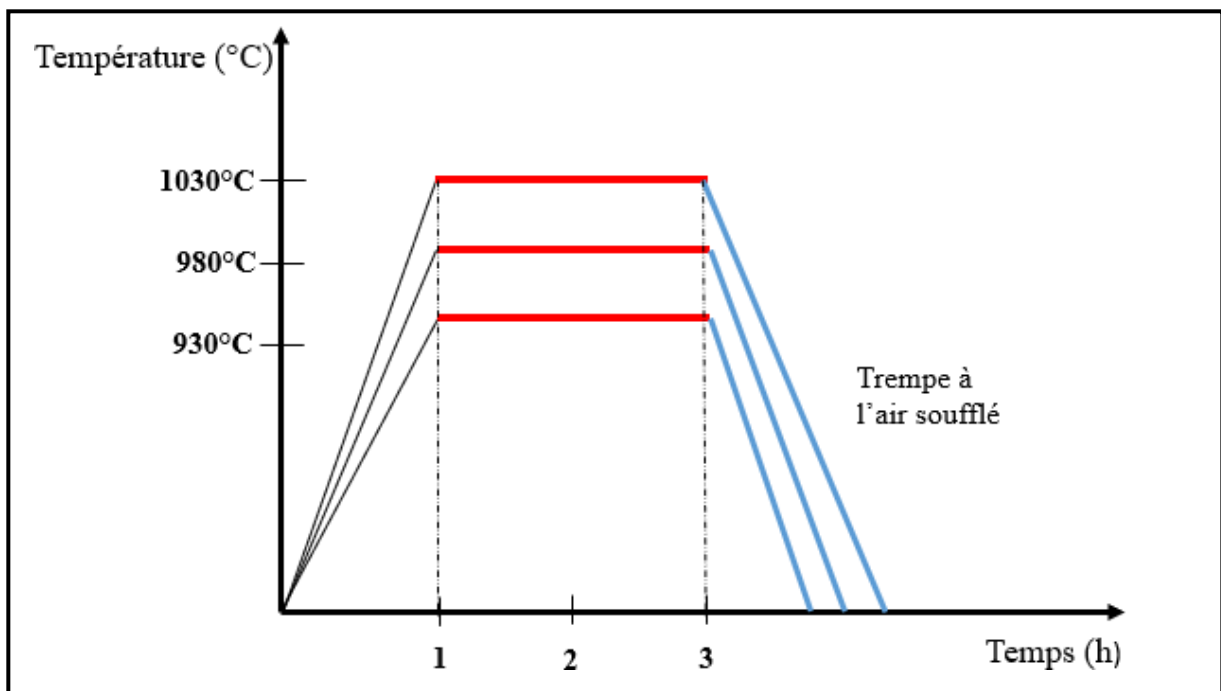


Figure III.3. Cycles des traitements de trempe utilisés.

III.3.2. Revenu

Après le traitement thermique de trempe, la structure martensitique peut contenir jusqu'à 35% d'austénite, ce traitement est appliqué pour réduire la teneur d'austénite résiduel. Ce dernier a été fait à des températures comprises entre 200 et 600 ° C pendant 2 à 6 heures [66]. Pour notre étude les échantillons ont été chauffés à une température de 250°C durant 2 heures. La figure III.4 illustre le cycle de revenu employé.

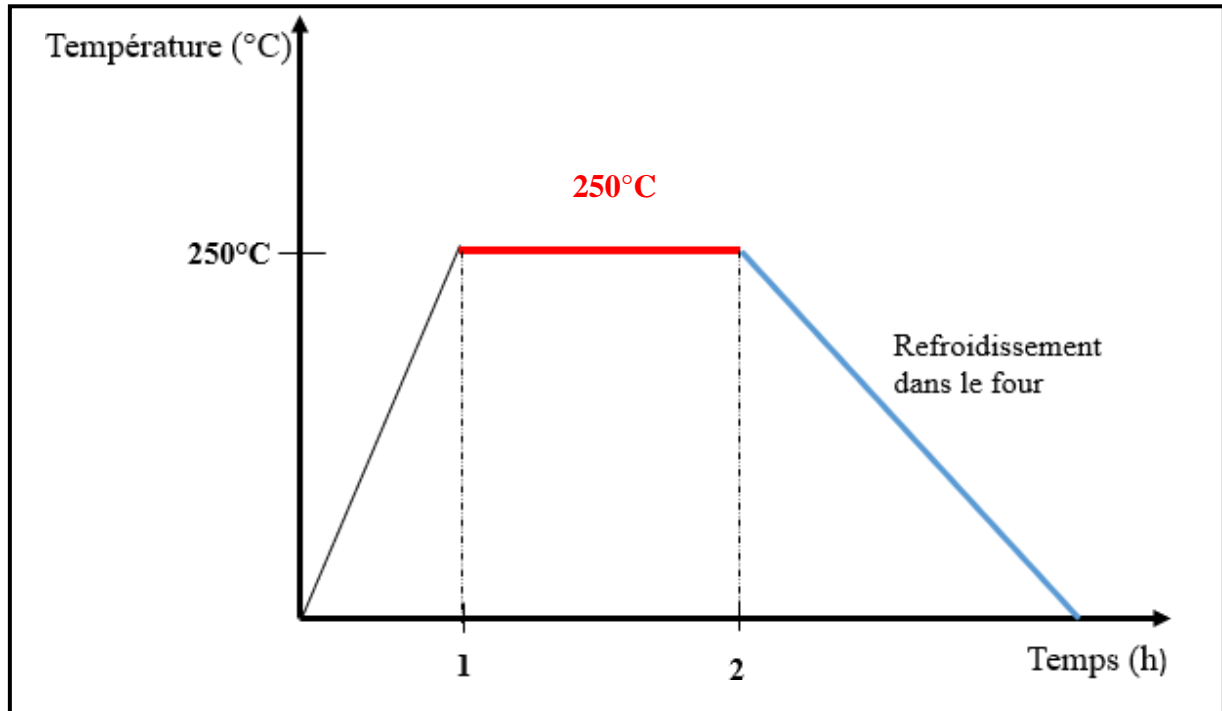


Figure III.4. Cycle de traitement de revenu réalisé.

III.4. Caractérisation microstructurale

Afin de caractériser les microstructures de la fonte au chrome en étude, deux techniques d'observation principales ont été sélectionnées : la microscopie optique et la microscopie électronique à balayage (MEB) équipée d'un système E.D.S. Les échantillons avant l'observation ont subi une préparation métallographique suivie par une attaque chimique.

III.4.1. Métallographie optique

Pour l'analyse de la microstructure, nous avons procédé à un examen métallographique sur un microscope optique type « Nikon Eclipse LV 150 » doté d'une caméra « SD-Fi2 » avec un logiciel d'acquisition « NIS-Elements D » (Fig. III.5). Avant l'observation à la microscopie optique et au MEB, les échantillons ont subi une préparation de surface qui consiste à un polissage mécanique au papier abrasif de différentes granulométries : 120, 300, 500, 800,

1000, 1400 et 2400 suivis d'une finition à la pâte diamantée à 3 μm pour révéler la microstructure. Une attaque chimique avec 4% du nital, durant 2-3min.



Figure III.5. Microscope optique utilisé pour les essais métallographiques.

III.4.2. Microscopie électronique à balayage et Microanalyse X (MEB – E.D.S)

Au cours de cette étude, les microstructures ont été observées par deux types des microscopes électroniques à balayage. Le premier de type « JEOL JSM-6610LA » équipé d'un dispositif de microanalyse E.D.S (Energy Dispersive System) et d'un détecteur d'électrons rétrodiffusés au niveau de l'université d'Oran (figure III.6.a), le deuxième de type « QUANTA 250 » doté d'une caméra et d'un logiciel de traitement d'image et équipé d'un dispositif de microanalyse EDS (EDWARDS PV25MK) (figure III.6.b) au niveau de l'école nationale supérieure des mines et métallurgie (ENSMM Annaba).



Figure III.6. MEB utilisé pour les essais métallographiques : a. JEOL JSM-6610LA, b. QUANTA 250.

III.5. Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X constitue une méthode d'analyse sans endommagement pour l'identification. Cette caractérisation consiste à appliquer un rayonnement de la longueur d'onde des rayons X ($0.1 < \lambda < 10\text{nm}$) sur un échantillon. L'analyse des spectres obtenus permet d'identifier les différentes phases. Pour cette analyse, deux diffractomètres sont utilisés, l'un au niveau de l'université de Biskra de type « BRUKER D8 ADVANCE » avec une anode monochromatique « Cu-K α radiation » de longueur d'onde $\lambda = 0.15406\text{ nm}$. Le deuxième diffractomètre utilisé est au niveau de l'unité de recherche des matériaux avancés (URMA) (Fig III.7) avec une longueur d'onde 5-120 et un pas de 0.02. Le logiciel High score a été utilisé pour l'analyse quantitative des spectres de diffraction.



Figure III.7. Diffractomètre de type « BRUKERD8ADVANCE »
Université Med Khider Biskra.

III.6. Essais mécaniques

III.6.1. Microdureté

La micro-indentation est une méthode destructive qui permet de déterminer la dureté (résistance à la pénétration (charge –décharge)). Cette technique consiste à faire pénétrer une pointe de géométrie connue au sein d'un matériau à étudier sur une faible épaisseur et à suivre l'évolution de sa pénétration en fonction de la charge appliquée.

L'essai de microdureté est réalisé sur deux microduremètres : le premier du type « INNOVATEST » à l'École Nationale Supérieure des Mines et Métallurgie (ENSMM) Annaba (figure III.8a) et le deuxième, Machine de dureté universelle de type ZWICK 2.5 figure III.8b) au niveau de laboratoire de fonderie (LRF) Université Badji-Mokhtar Annaba. Avant l'essai, les échantillons ont subi un polissage mécanique à l'aide du papier abrasif suivi d'une finition à la pâte diamantée.

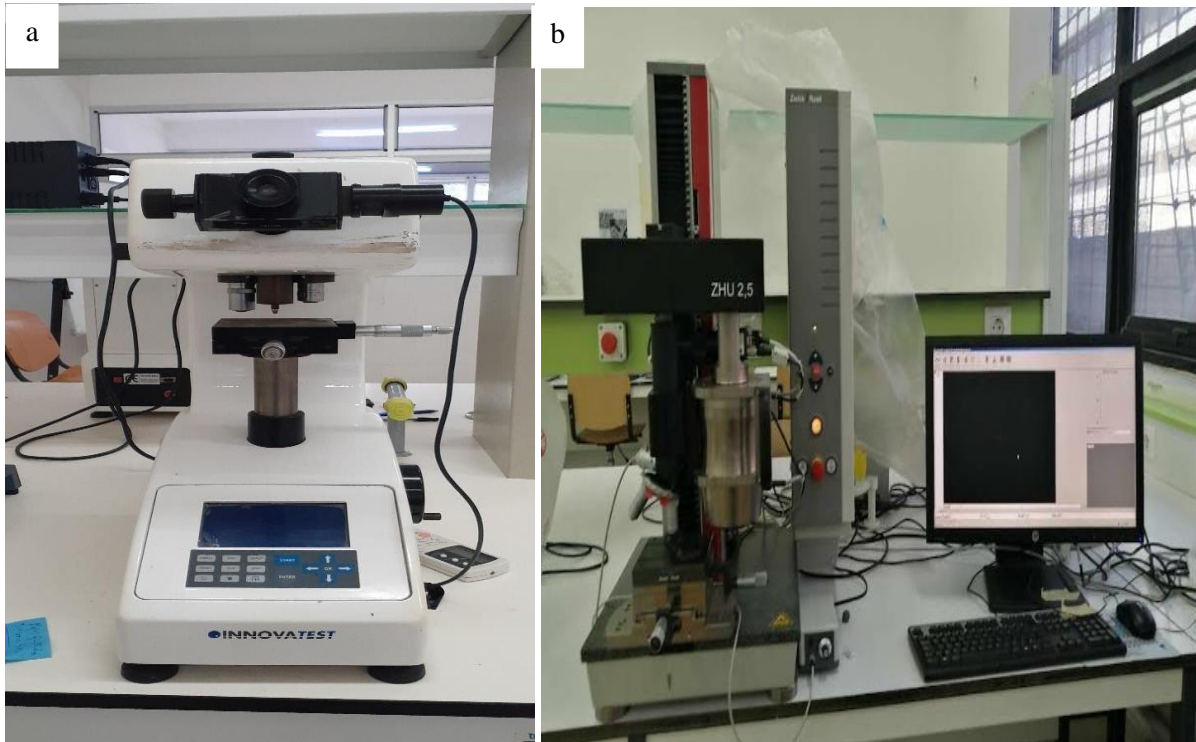


Figure III.8. Microduromètres utilisés

III.6.2. Usure

L'usure est le déplacement et/ou l'enlèvement de matière de la surface frottant d'une pièce mécanique sous l'action d'aspérités dures fixes.

Pour déterminer la résistance à l'usure du matériau étudié, l'ensemble des échantillons ont été testés dans un tribomètre de type « csm Instruments TRIOMOMETRE » avec un logiciel TriboX4 (figure III.9). Le tribomètre tourne à une vitesse de 20cm/s avec une distance de 20m à une température ambiante à une charge de 10N et avec une bille Al_2O_3 . Cet essai est réalisé au niveau à l'École Nationale Supérieure des Mines et Métallurgie (ENSMM) Annaba. Après le test d'usure les traces d'usure des échantillons testés sont observées à la microscopie optique. Les courbes de coefficient de frottements ont été déterminées par le logiciel Origin Lab 2009.

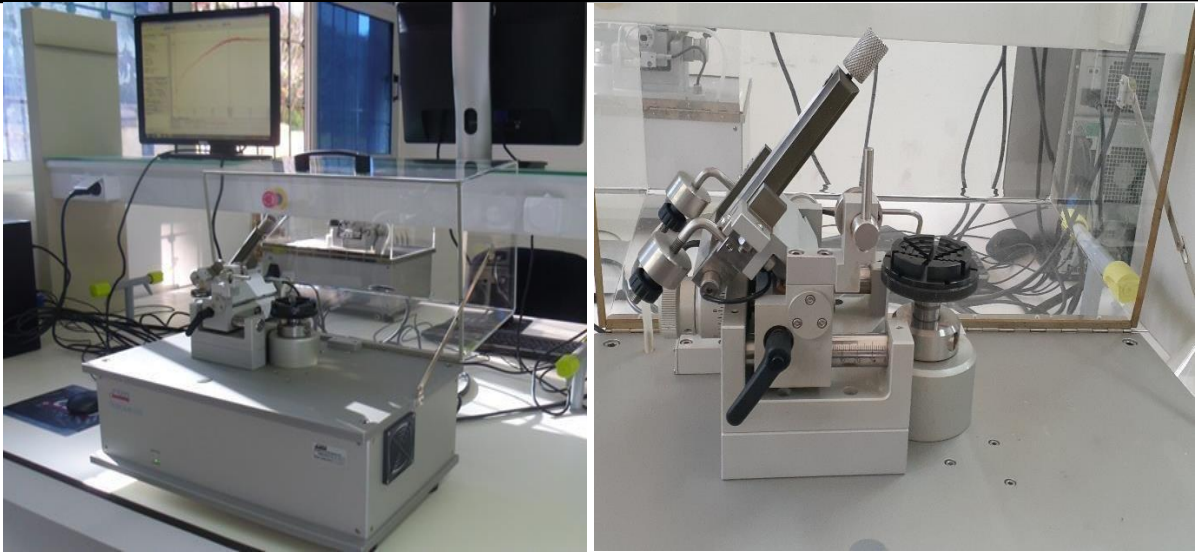


Figure III.9. Tribomètre utilisé.

RESULTATS
ET
DISCUSSIONS

IV. RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1. Analyse chimique

Le tableau IV.1 montre l'analyse chimique des fontes (A), (A1) et (A2). Dans le cadre de cette étude, nous avons opté pour l'addition d'éléments d'alliage (Mn, Nb et Mo) en vue d'étudier l'influence de ces derniers sur les propriétés de la fonte produite par cette fonderie. Dans le tableau IV.1 La fonte (A) correspond à la fonte de base, la fonte (A1) alliée au niobium et manganèse, la fonte (A2) alliée au manganèse et au molybdène. Le manganèse est un élément qui se dissout dans la matrice pour stabiliser la phase austénitique. Il ne forme donc pas son propre carbure, il occupe une position de substitution dans le réseau cristallin du carbure M_7C_3 [18]. Le niobium et le molybdène sont des éléments fortement carburigènes, leur action sur la microstructure permet une amélioration nettement perceptible [3]. C'est une fonte de composition hypoeutectique qui se solidifie selon le système Fe-Cr-C [14].

Tableau IV.1. Analyse chimique des fonte étudiées.

Echantillons	%C	%Cr	%Mn	%Mo	%Nb	% S	% P
A	2.07	14.82	0.54	0.07	0.02	0.07	0.05
A1	2.02	14.7	1	0.07	0.3	0.07	0.05
A2	2.0	15.2	1	0.2	0.03	0.06	0.03

IV. 2. Etude métallographique

IV.2.1. Microscopie optique

Les micrographies optiques des échantillons des fontes au chrome étudiés à l'état brut de coulée et après traitement thermique sont exposées sur les figures IV.1-IV.11. Ces dernières illustrent d'une part l'effet de l'addition du manganèse, du niobium et du molybdène et d'autre part l'effet de la variation de la température d'austénitisation sur l'évolution microstructurales des fontes étudiées. Les températures d'austénitisation choisies sont 930°, 980° et 1030°C.

IV.2.1.1. Microstructure de l'état brut de coulée

- **Fonte (A)**

La figure IV.1 montre la micrographie optique de la fonte de base à l'état brut de coulée. Nous observons clairement la formation d'une structure constituée d'une matrice austénitique en présence d'un réseau de carbure interconnecté s'apparentant à une composition hypoeutectique. La solidification de cette fonte débute par la formation de l'austénite primaire dite austénite proeutectique. A la température dite eutectique apparait l'agrégat eutectique de carbure (M_7C_3) [14]. La microstructure obtenue est constituée donc d'austénite et des carbures eutectiques.

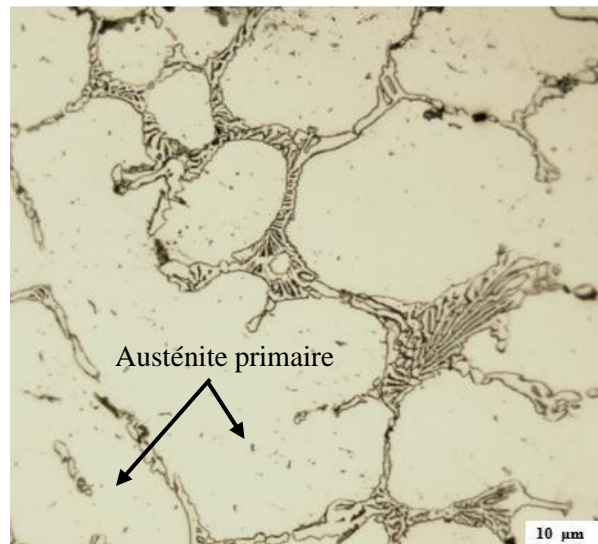


Figure IV.1. Micrographie optique de la fonte (A) à l'état brut de coulée.

- **Fonte (A1)**

La micrographie optique de la fonte (A1) à l'état brut de coulée est présentée sur la figure IV.2. Elle montre l'effet de l'ajout de niobium et de manganèse à des teneurs respectives de 0,3 % et 1 % sur la microstructure.

Le manganèse, le chrome, et le fer de rayon atomique voisin, entrent dans la formation de carbure complexe du type M_7C_3 [18]. Lors de la solidification de la fonte, le manganèse se dissout dans l'austénite jusqu'à sa limite de solubilité et le reste entre dans la composition des carbures eutectiques. Le Nb permet la formation de carbure de type NbC. Ces carbures sont les premiers à précipiter lors de la solidification de la fonte et contribuent à l'affinement de la microstructure. Cet affinement est dû au fait que ces carbures de type MC jouent le centre de germination de l'austénite pro-eutectique qui apparaissent dans la microstructure sous forme de précipités de morphologie circulaire [37].

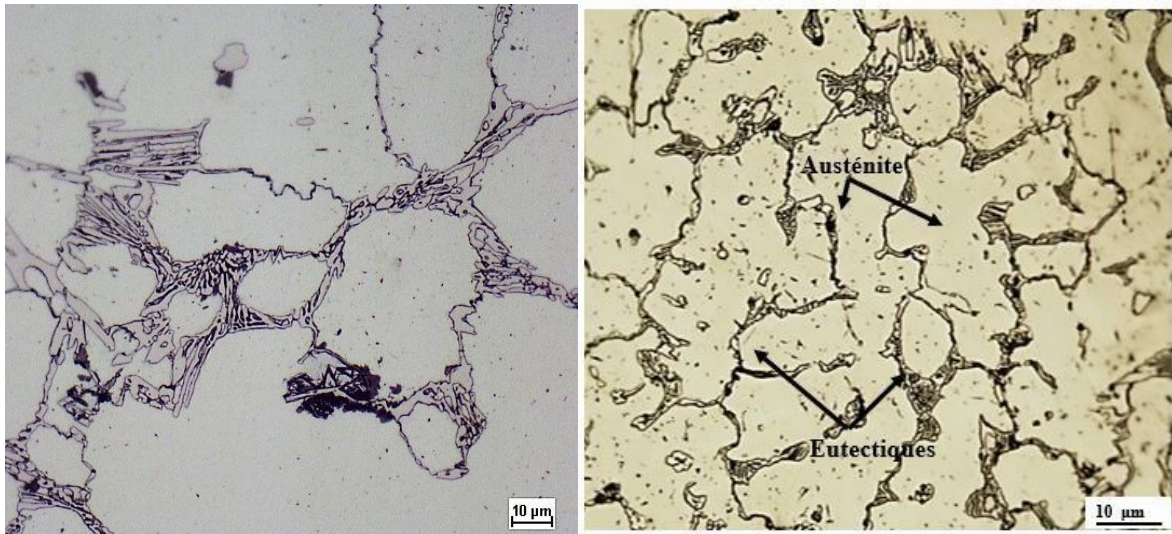


Figure IV.2. Microstructures de la fonte (A1) brut de coulée.

- **Fonte (A2)**

La micrographie optique de la fonte (A2) à l'état brut de coulée est présentée sur la figure IV.3. Elle montre l'effet de l'ajout de molybdène et de manganèse à des teneurs respectives de 0,2 % et 1 %. Dans cette partie, on focalise sur l'effet combiné de l'addition des éléments d'alliage et de la variation de la température d'austénitisation sur la microstructure de la fonte étudiée. Le molybdène est un élément carburigène, il forme son propre carbure de type Mo_2C , ce dernier peut se trouver dans les périphéries des carbures eutectiques M_7C_3 . Au cours de la solidification le molybdène se dissout dans la matrice et dans le carbure eutectique M_7C_3 [96], sa formation est conditionnée par le rapport Cr/C . Le manganèse est un élément qui se trouve entre la matrice et les carbures M_7C_3 . Il entre en substitution dans certains atomes de chrome ou de fer dans de la fonte à haute teneur au chrome. Au cours de solidification le manganèse stabilise la phase austénitique jusqu'à la limite de solubilité, il entre dans la formation des carbures eutectiques M_7C_3 [18].

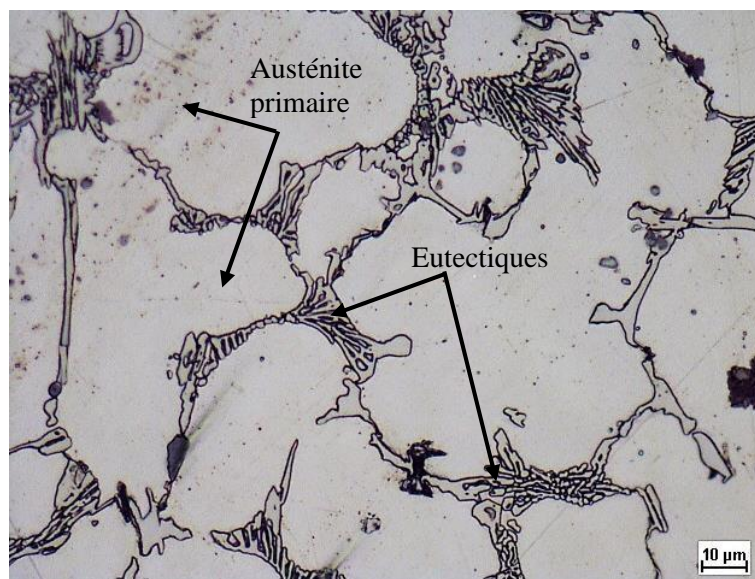


Figure IV.3. Microstructure de la fonte (A2) brut de coulée.

IV.2.1.2. Microstructure de l'état traité

- **Fonte (A)**

Les figures IV.4, IV.5 et IV.6 présentent la microstructure des échantillons de la fonte (A) traitée à 930°C, 980°C et 1030°C respectivement. Ces micrographies mettent en évidence presque le même type de microstructure avec la présence de fines particules sur l'ensemble de la matrice.

La figure IV.4 représente la micrographie optique de la fonte (A) traitée à 930°C sur laquelle on note la présence de précipitations secondaires distribuées d'une manière homogène sur la surface de la matrice. Ces précipitations apparaissent avec une morphologie hétérogène allant de la forme allongée à la forme sphérique. Se basant sur la composition chimique de la fonte de base et sur l'effet du traitement thermique, ces précipitations à notre avis sont des carbures complexes de type M_7C_3 .

L'augmentation de la température d'austénitisation à 980°C tel que montré sur la micrographie IV.5, fait apparaître une microstructure du même type de microstructure caractérisée par une précipitation secondaire plus prononcée que pour la fonte traitée à 930°C. Les carbures secondaires de forme allongée ont disparu et laissé apparaître des précipitations plus au moins arrondies distribuées de manière homogène sur l'ensemble de la surface de la matrice. Le traitement thermique employé n'a pas affecté les carbures eutectiques M_7C_3 qui demeurent stables. L'observation de la microstructure révèle la présence de plages claires dans les zones de l'eutectique. Ces plages étant à la base de l'austénite issue de la transformation eutectique, ne peuvent dans ce cas qu'être de l'austénite résiduelle.

La microstructure de la fonte (A) traitée à 1030°C est présentée sur la figure IV.6. L'effet de la température d'austénitisation est nettement montré sur la figure IV.6, des précipitations plus fines et plus arrondies que celles obtenues sur la fonte traitée à 930 et 980°C, apparaissent distribuées d'une manière homogène sur l'ensemble de la surface de la matrice. On note aussi l'absence d'austénite résiduelle même dans les plages eutectiques.

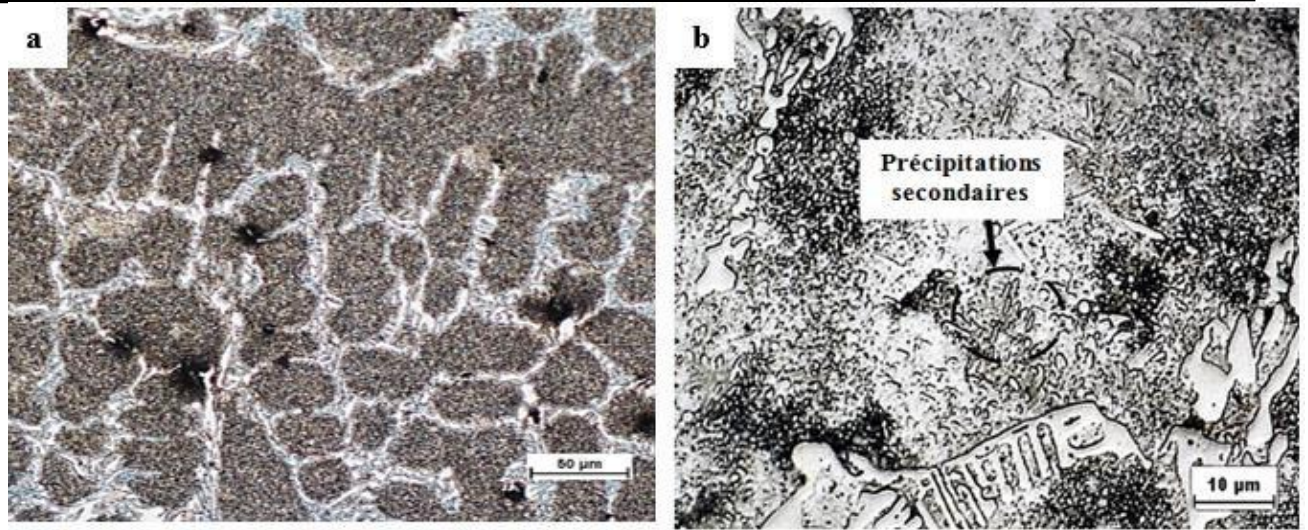


Figure IV.4. Microstructures de la fonte (A) traitée à 930°C.

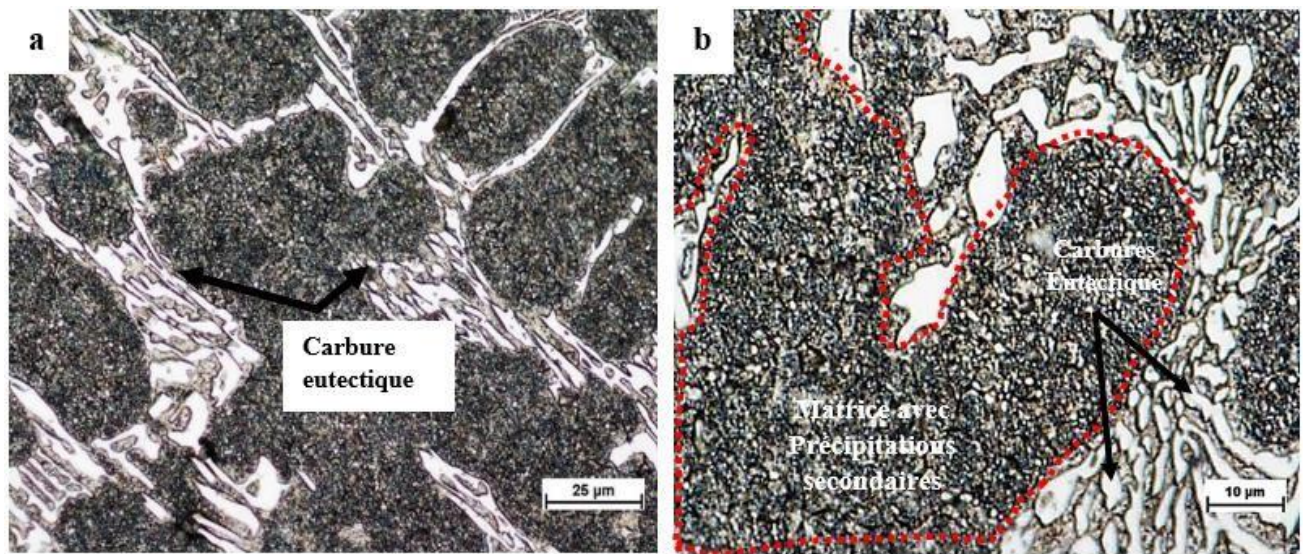


Figure IV.5. Microstructures de la fonte (A) traitée à 980°C.

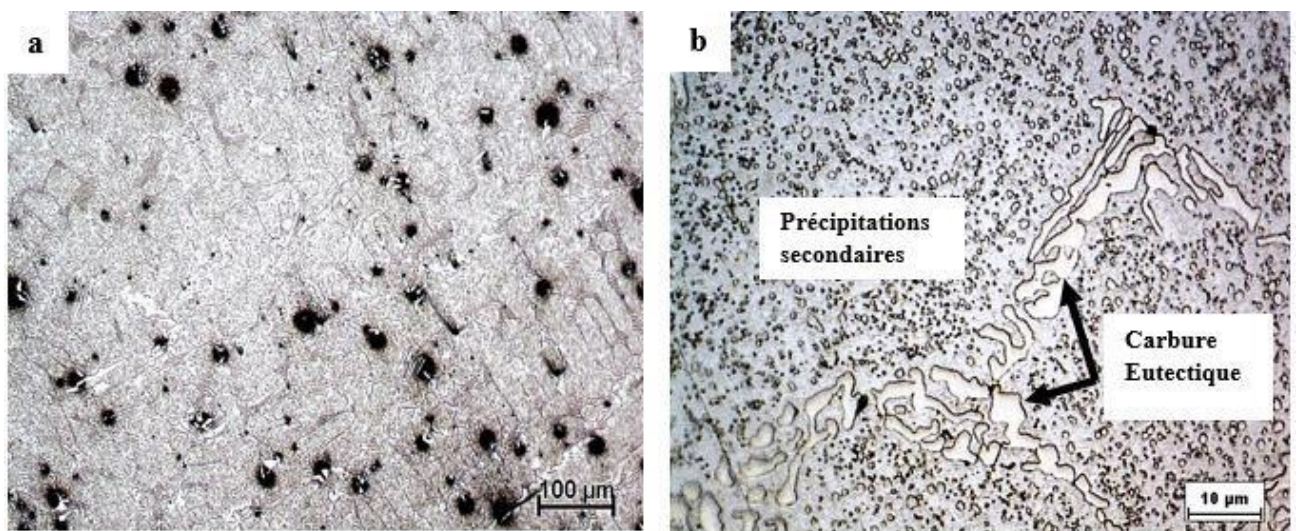


Figure IV.6. Microstructures de la fonte (A) traitée à 1030°C.

- **Fonte (A1)**

Les micrographies optiques de la fonte au chrome alliée au manganèse et au niobium (A1) à des teneurs égales à 1 %, et 0.3 respectivement traitées à 930°C, 980°C et 1030°C sont indiquées sur les figures IV.7 - IV.9. Dans cette partie, on focalise sur l'effet combiné de l'addition d'éléments d'alliage et de la variation de la température d'austénitisation sur la microstructure des fontes étudiées.

Les traitements thermiques appliqués entraînent une précipitation de carbures secondaires. Le siège de cette précipitation est localisé au niveau de la matrice. Les carbures eutectiques ne sont pas affectés par les traitements thermiques, ils demeurent inchangés. Comparativement à la fonte (A), on remarque que la variation de la teneur en manganèse à 1% et l'ajout de 0.3% de niobium ont contribué à une homogénéisation de la morphologie des carbures secondaires à 930°C (Fig.IV.7). Ces précipitations sont devenues de plus en plus fines en fonction de l'augmentation de la température d'austénitisation. La présence du niobium permet la précipitation de carbures primaires de type MC et le reste est dissout dans l'austénite. Les traitements thermiques employés n'affectent pas les carbures primaires NbC qui restent stables lors du traitement thermique par contre le niobium dissout dans la matrice se trouve sujet à un rejet de l'austénite lors du refroidissement pour former des carbures secondaires de type MC localisés dans la matrice [46]. Le manganèse dans ce cas est localisé dans les carbures secondaires de type M_7C_3 .

La figure IV.6 révèle une précipitation de carbures secondaires plus importante par rapport à celle obtenue sur la fonte (A1) traitée à 980 °C (Fig.8). Le traitement thermique a affecté visiblement la forme de quelques précipitations secondaires. La taille des carbures secondaires apparaît plus importante que dans le cas de la fonte 980°C. On remarque aussi dans la figure IV.8 que dans certaines zones, des carbures allongés apparaissent répartis de manière aléatoire dans la matrice. La forme et la morphologie du carbure eutectique ne sont pas affectées par l'ajout de manganèse et niobium.

La figure IV.9 présente la fonte (A1) traitée à 1030°C on remarque une matrice complètement martensitique avec un carbure eutectique M_7C_3 et un appauvrissement des perceptions secondaires. Pour les fontes au chrome, la matrice est saturée en chrome, carbone et en autres éléments d'alliage. Aux températures plus élevées, la solubilité de ces éléments dans la matrice est très réduite. Cependant, lorsque la température de traitement augmente, les limites de solubilité du chrome et du carbone augmentent. Par conséquent l'augmentation de la température provoque une diminution de la quantité de précipitation secondaire.

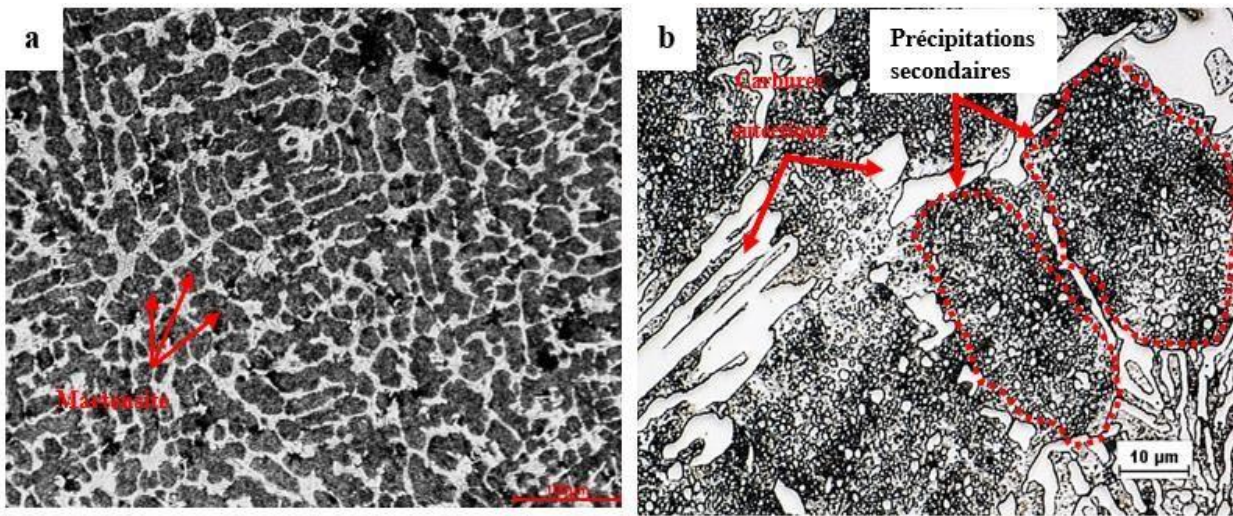


Figure IV.7. Microstructures de la fonte (A1) traitée à 930°C.

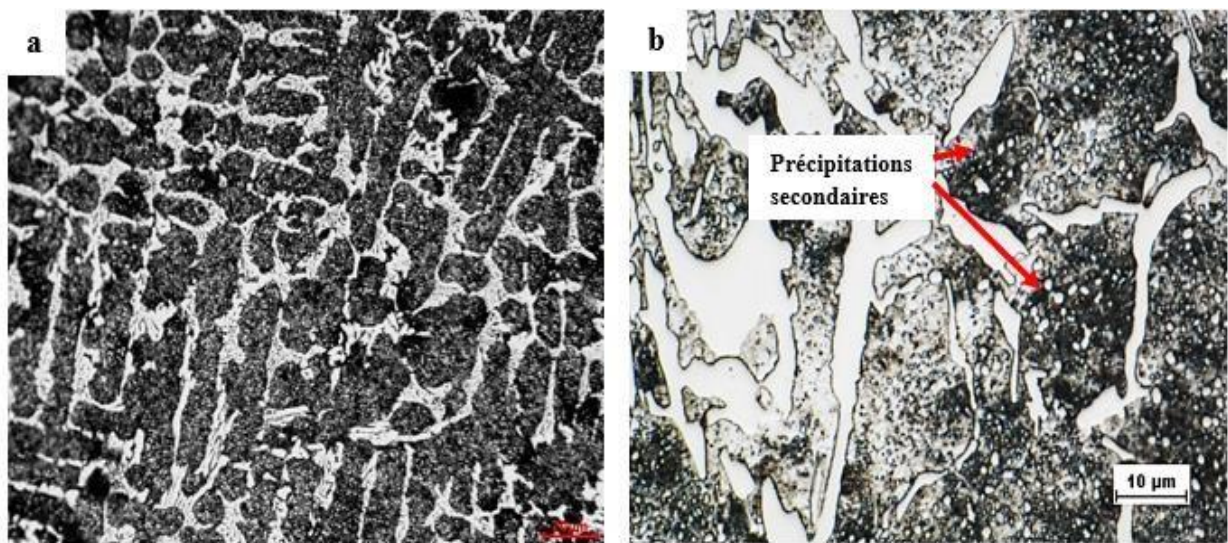


Figure IV.8. Microstructures de la fonte (A1) traitée à 980°C.

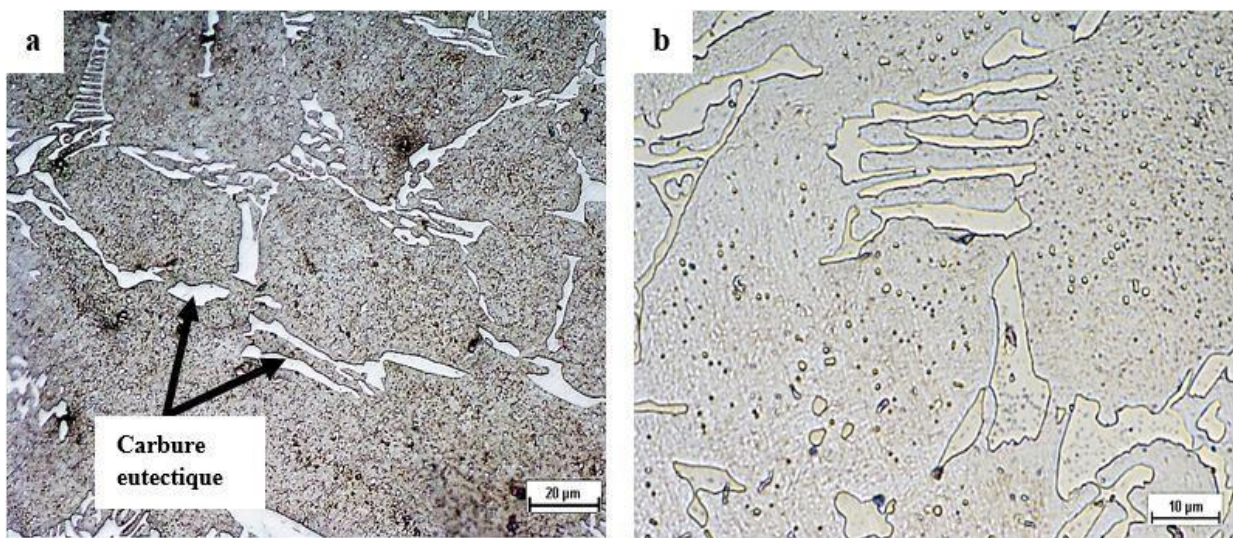


Figure IV.9. Microstructures de la fonte (A1) traitée à 1030°C.

- **Fonte (A2)**

Les micrographies optiques de la fonte au chrome alliée au manganèse et au molybdène (A2) à des teneurs égales à 1 %, et 0.2% respectivement, traitées à 930°C, 980°C et 1030°C sont indiquées sur les figures IV.10 - IV.12.

Le manganèse est un élément qui est répartie entre la matrice et les carbures M_7C_3 car il se substitue à certains atomes de chrome ou de fer dans de la fonte au chrome. Lors de solidification il stabilise la phase austénitique jusqu'à ce qu'il atteigne sa limite de solubilité, le manganèse restant entre dans la formation des carbures eutectiques M_7C_3 . Le molybdène est un élément fortement carburigène qui peut former son propre carbure de type Mo_2C , ce dernier se trouve généralement dans les périphéries des carbures eutectiques M_7C_3 . Lors de la solidification le molybdène se dissous dans la matrice et dans le carbure eutectique M_7C_3 [96] et sa formation est conditionnée par le rapport Cr/C. Lors du traitement thermique et en augmentant la température d'austénitisation, la matrice a tendance à libérer plus de carbone ainsi que d'autres éléments d'alliage tel que le molybdène. Ces éléments trouvent les conditions favorables pour se combiner et former des carbures de molybdène Mo_2C . Les micrographies optiques de la fonte au chrome alliée au manganèse et au molybdène combinés à 1% et 0.2% respectivement et traitée à 930°, 980° et 1030°C sont représentées par les figures IV.10 - IV.12. Des études sur les fontes alliées au chrome-molybdène ont indiqué que pour des teneurs en molybdène comprises entre 0 et 4 %, le Mo ne forme pas son propre carbure proeutectique de type M_2C mais il forme un carbure eutectique Mo_2C [44].

La figure IV.9 présente la microstructure optique de fonte (A2) traitée à 930°C. Cette figure dévoile une microstructure constituée d'une matrice composée majoritairement de martensite apparaissant sous forme de plages sombres, des plages claires d'austénite résiduelles et un réseau interconnecté de carbure eutectique. Les figures IV.10.a et b illustrent les microstructures de la fonte (A2) traitée à 980°C. L'austénite résiduelle caractérisée par les régions claires nettement mises en évidence par l'attaque semble importante du point de vue proportion (Fig. IV.10a). Le traitement thermique adopté a provoqué une transformation partielle de l'austénite primaire en martensite qui a son tour était le siège d'une intense précipitation de carbures secondaires de différentes morphologies (aiguille, vermiculaires et arrondis) (Fig. IV.11b).

La microstructure de la fonte (A2) traitée à 1030°C est représentée par la figure IV.12. Les changements microstructuraux observés à l'issue de ce traitement sont remarquables. Les observations optiques révèlent des carbures eutectiques plus fins et discontinus et des fines précipitations secondaires (Fig IV.12) par rapport à l'état traité précédemment. Ces précipités sont sous forme d'aiguilles et arrondies.

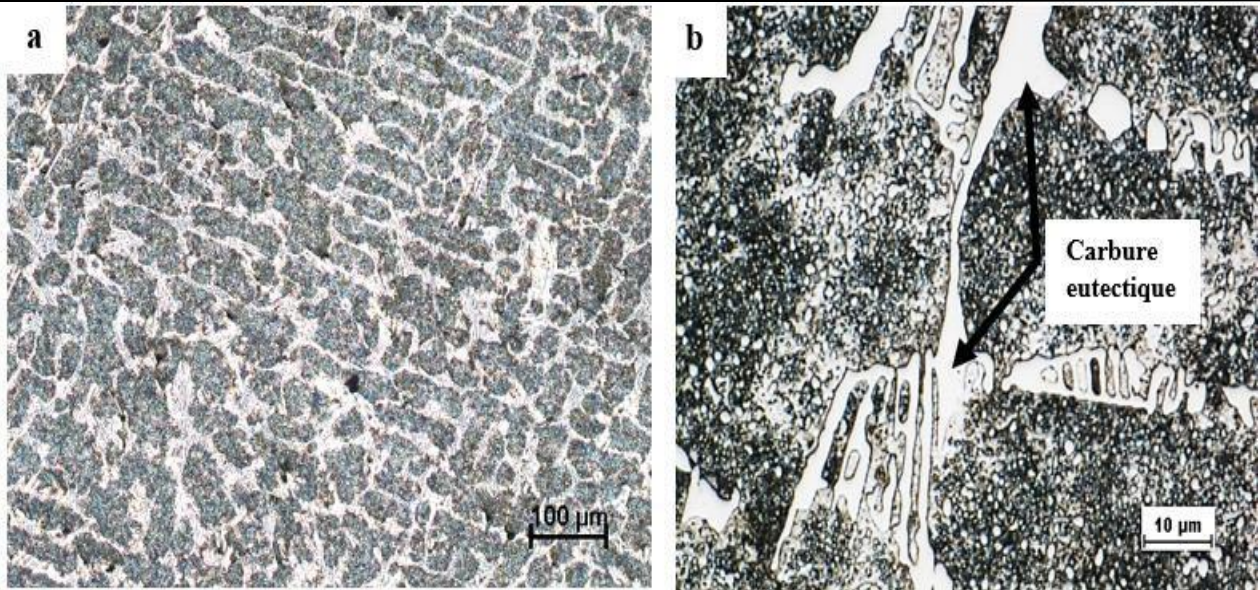


Figure IV.10. Microstructures de la fonte (A2) traitée à 930°C.

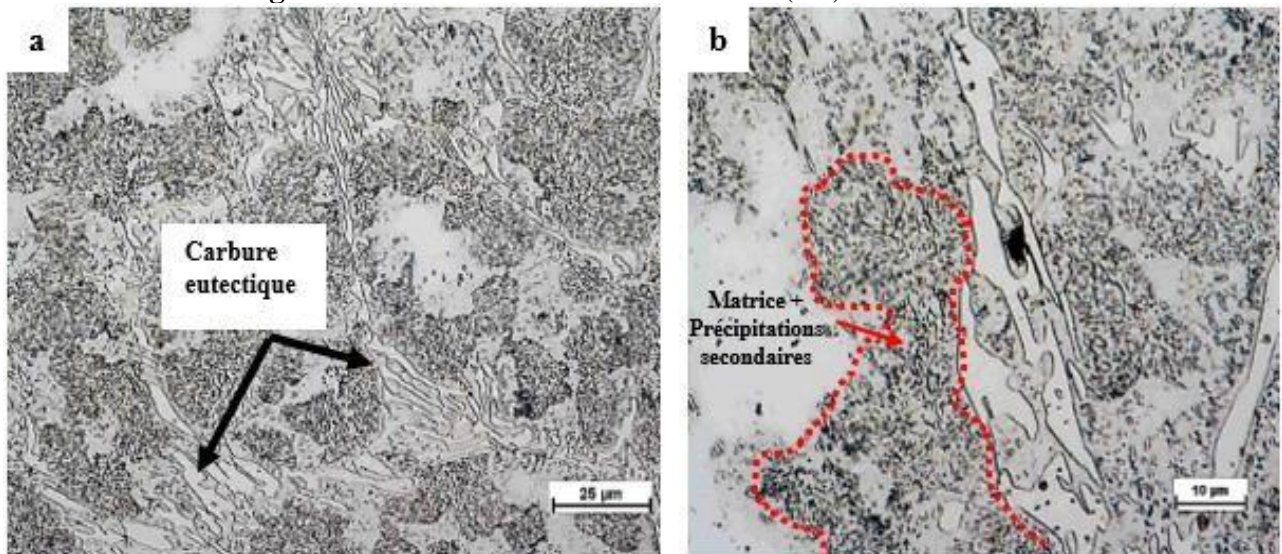


Figure IV.11. Microstructures de la fonte (A2) traitée à 980°C.

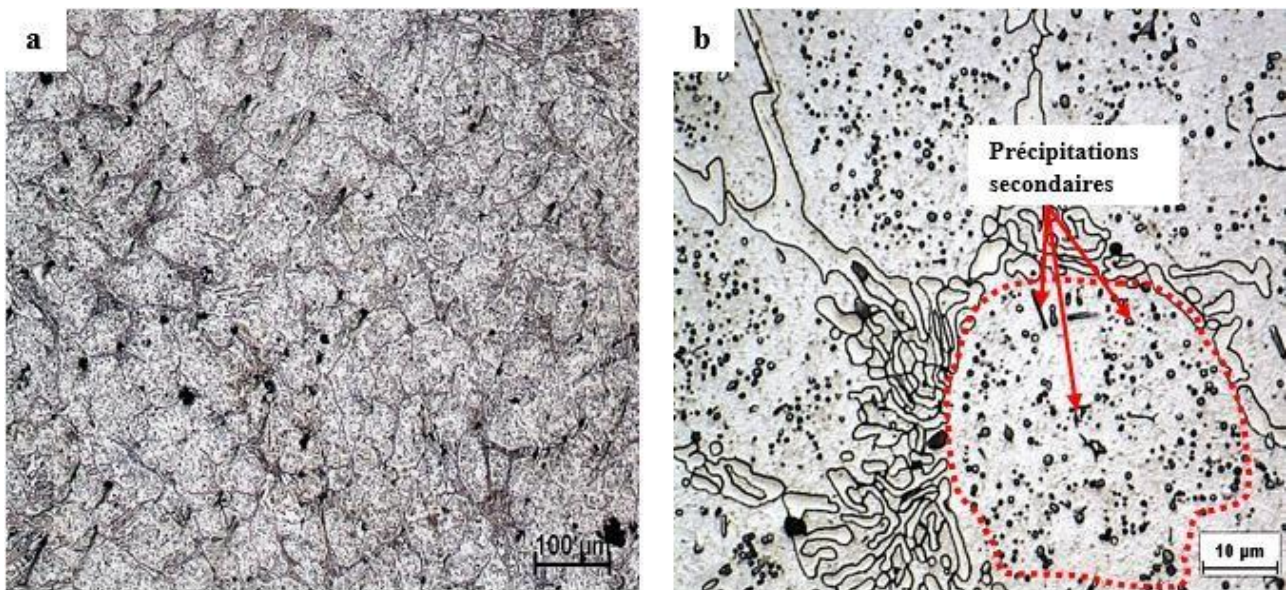


Figure IV.12. Microstructures de la fonte (A2) traitée à 1030°C.

IV.2.2. Microscopie MEB et micro-analyses

Pour déterminer la nature des carbures secondaires (taille, nombre, forme) et les différentes phases après l'ajout des éléments d'alliage et aussi après les traitements thermiques adoptés, les échantillons sujet à l'étude sont observés au microscope électronique à balayage accompagnés de micro-analyses. Les micrographies MEB et les analyses E.D.S aux rayons X entreprises sur les différents échantillons (A-A1 et A2) sont représentées dans les figures IV.12 - IV.22. Elles mettent en évidence la morphologie des diverses phases et les précipitations secondaires après les différents traitements thermiques ainsi que l'influence des éléments d'addition sur la matrice.

- **Fonte (A)**

Les micrographies MEB de la fonte de base (A) à l'état brut de coulée et traitées sont présentées sur les figures IV.13-IV.17. A l'état brut de coulée (Fig IV.13), la micrographie MEB manifeste une microstructure constituée d'un réseau continu de carbure eutectique contenu par une matrice austénitique. Ce type de microstructure témoigne d'une composition hypoeutectique bien mise en évidence par la forme des carbures eutectiques et des dendrites d'austénite primaire. Dans ce travail, les traitements thermiques utilisés étaient basés principalement sur la variation de la température d'austénitisation. Les températures utilisées sont 930°C, 980°C et 1030°C. Les autres paramètres du traitement thermique sont gardés constants pour l'ensemble des échantillons. L'observation des micrographies MEB des échantillons de fonte de base traités suivis des micro-analyses E.D.S. a permis de clarifier certains aspects non visibles par la microscopie optique.

Les traitements thermiques couramment appliqués provoquent la précipitation des carbures secondaires. Cette précipitation se déroule dans la matrice. Le type de ces derniers dépend des éléments d'alliage ajoutés. Au cours du traitement thermique, la matrice, constituée d'austénite primaire se transforme en martensite. Cette transformation n'est pas complète car une proportion d'austénite dite résiduelle demeure dans la matrice [97]. Sachant que la trempe peut générer des fissures, un traitement de revenu à une température de 250 °C pendant 2 heures avec refroidissement dans le four est donc jugé utile pour remédier à cet inconvénient.

La figure IV.14 montre les microstructures MEB de la fonte de base (A) traitée à 930°C, à différents grossissements. Comparativement à la fonte de base non traitée et à l'issue des traitements thermiques appliqués, ces microstructures montrent que la matrice était le siège d'une intense précipitation secondaire de morphologies hétérogènes. La micrographie MEB visualise des précipitations très fines, d'autres de morphologie visuellement perceptibles (ovale et sphérique) (Fig IV.14.b).

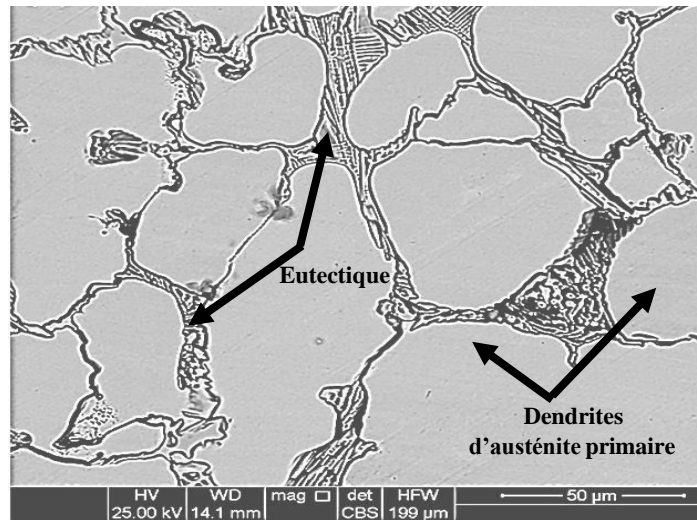


Figure IV.13. Microstructure MEB de la fonte (A) brut de coulée.

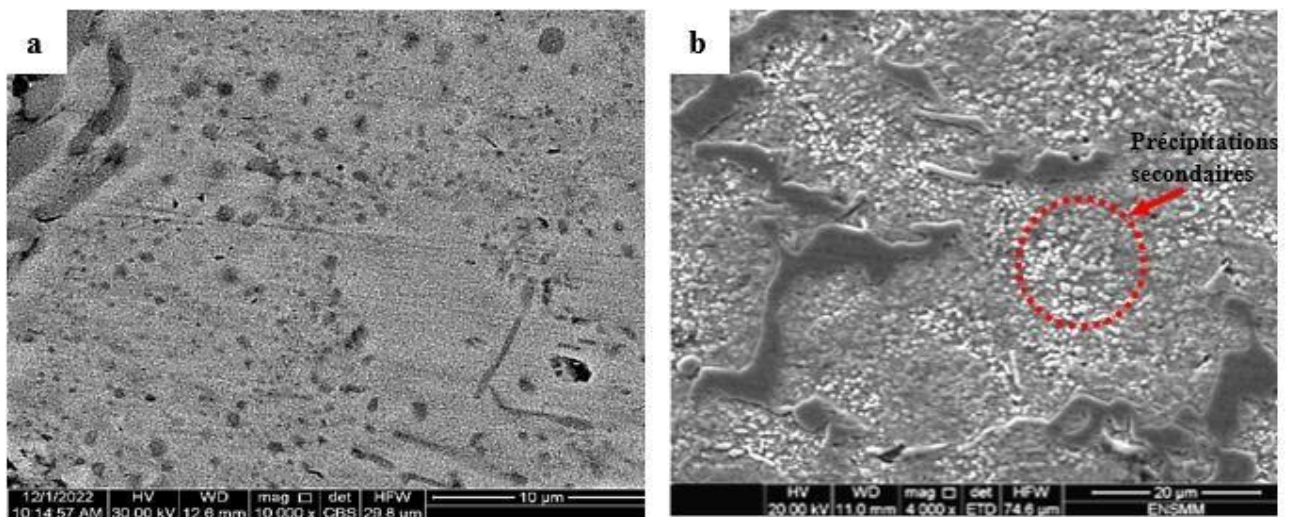


Figure IV.14. Microstructure MEB de la fonte (A) traitée à 930°C.

Les figures IV.15-IV.16 présentent les micrographies MEB et micro-analyse EDS de la fonte (A) traitée à 980°C. Comparativement au traitement à 930°C, le traitement à 980°C a induit une précipitation secondaire plus fine. La microanalyse X par E.D. S réalisée sur la fonte de base traitée à 980°C est présentée sur la figure IV.16 (a-b). La micro-analyse effectuée au niveau du point 1 confirme la présence de carbure eutectique (Fig IV.16a) constitué de C (8.7) et Cr (42.22) témoignant que les carbures eutectiques sont des carbures stables non affectés par la température de traitement employé. L'E.D.S. effectuée au niveau du point 2 (Fig 16b) correspondant à une plage de la matrice montre que cette dernière est constituée de (C (6.19) et Cr (24.11)).

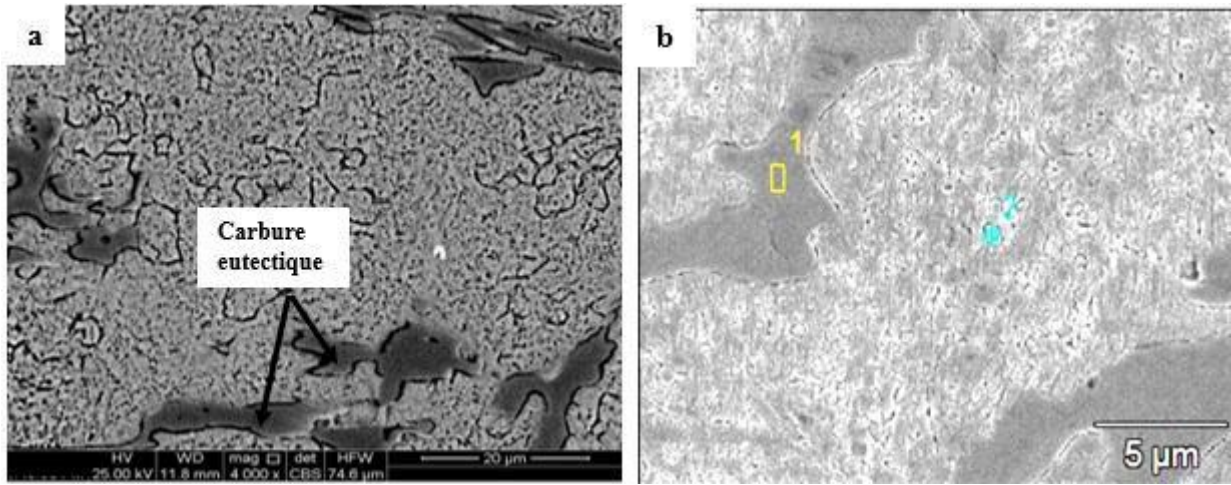


Figure IV.15. Microstructures MEB de la fonte (A) traitée à 980°C.

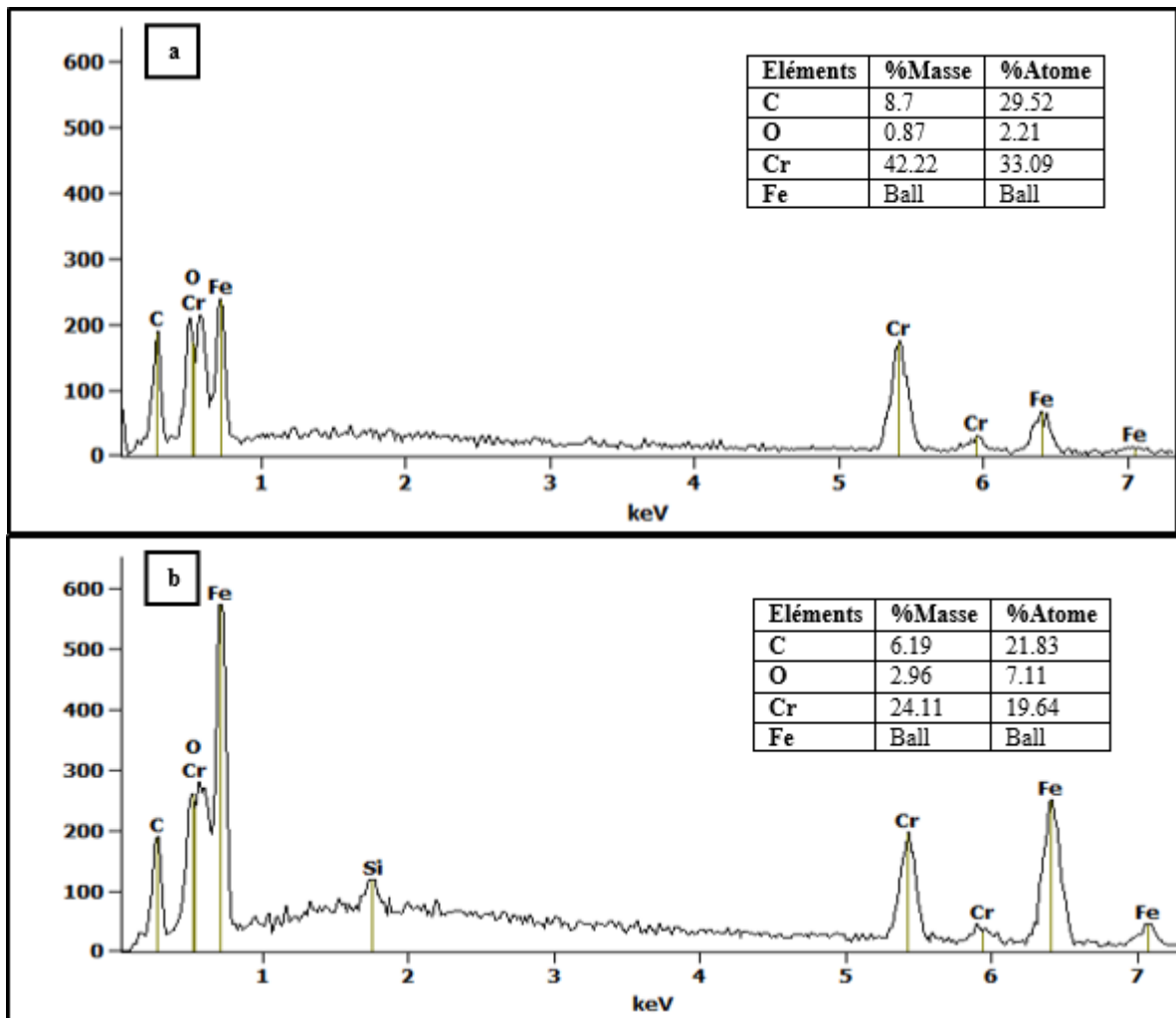


Figure IV.16. Microanalyse X par EDS de la fonte (A) traitée à 980°C : a. Point 1, b. Point 2.

La figure IV.17 illustre une micrographie MEB de la fonte de base (A) après traitement thermique à 1030°C. Des précipitations secondaires parsemant l'ensemble de la matrice témoignent de l'effet du traitement thermique utilisé. Elles sont homogènes du point de vue morphologie, dimension et distribution. Comparativement aux cas présentés précédemment, les précipitations secondaires sont plus grossières à 930°C, fines à 980°C et intermédiaires à 1030°C.

- **Fonte A1**

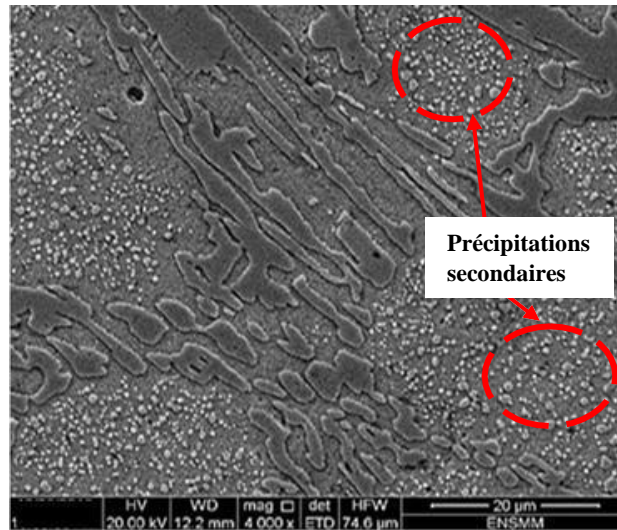


Figure IV.17. Microstructures MEB de la fonte (A) traitée à 1030°C.

La micrographie MEB de la fonte contenant 1% de manganèse et 0.3% de niobium à l'état brut de coulée est présentée sur la figure IV.18. Les carbures eutectiques apparaissent plus affinés par rapport à la fonte (A). L'ajout de niobium et de manganèse a un effet affinant sur la taille des dendrites.

La microanalyse E.D.S de la fonte (A1) (Fig IV.19) démontre que le manganèse ne forme pas son propre carbure, il est réparti entre la matrice et le carbure eutectique. Il se dissout dans l'austénite jusqu'à sa limite de solubilité et la partie restante contribue à la précipitation des carbures de type M_7C_3 (point 1).

En outre, une teneur élevée en Cr et C et une teneur relativement faible en Mn ont été détectées au point 2, ce qui montre l'existence d'un carbure complexe de type M_7C_3 . Le manganèse et le chrome ayant un rayon atomique proche de celui du fer, occupent une position de substitution dans le réseau cristallin du carbure obtenu.

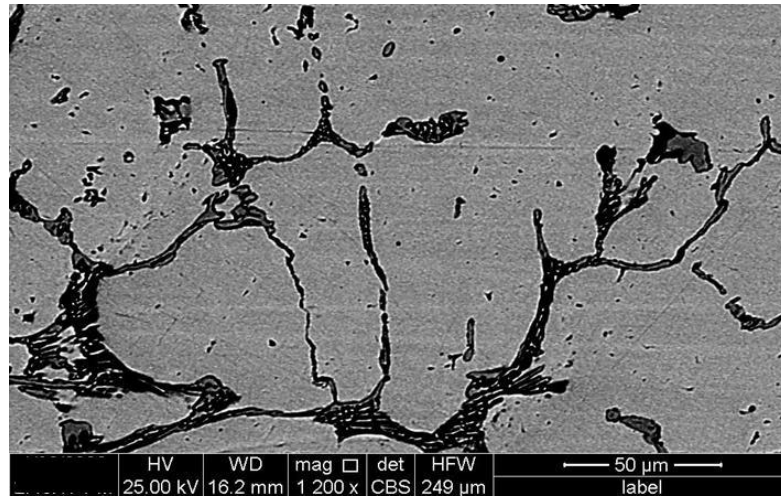
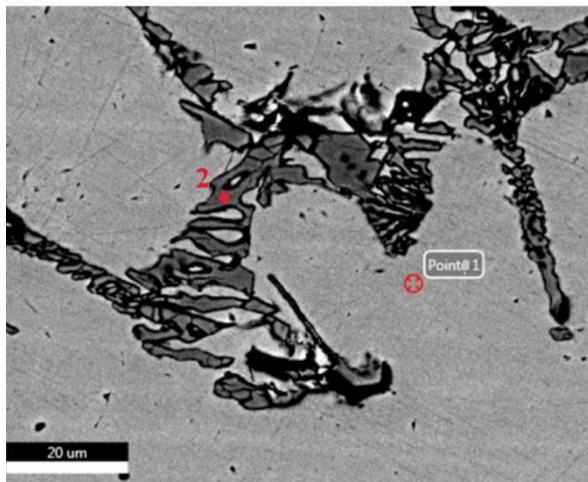


Figure IV.18. Microstructure MEB de la fonte (A1) brute de coulée.



Point	%C	%Cr	%Mn	Fe
1	3.32	8.81	0.9	86.98
2	13	41.32	0.78	44.23

Figure IV.19. Microanalyse EDS de la fonte (A1) brute de coulée.

La micrographie MEB de la fonte contenant 1% de manganèse et 0.3% de niobium et traité thermiquement à 980°C est présentée sur la figure IV.20. Les microanalyses E.D.S (Fig. IV.21) permettent d'obtenir des informations sur les changements apparus après le traitement thermique. Les zones indiquées par l'analyse sont liées à la matrice (point 1) qui contient C (29.75), Cr (30.33), Fe (39.31) et Mn (0.62), à un carbure (point 2) qui contient C (28.04), Cr (6.84), Fe (45.29) et Nb (19.82) à une zone de matrice avec des précipitations secondaires (point 3) qui contient C (23.61), Cr (8.96), Fe (66.88) et Mn (0.54). Le tableau fournit des informations supplémentaires sur les endroits analysés où la présence de carbure de niobium est clairement confirmée (point 2). Les carbures eutectiques généralement de type M_7C_3 ne sont pas affectés par le traitement thermique, ils restent intacts. Les figure IV.22 (a,b) illustrent la micrographie MEB de la fonte (A1) traitée à 1030°C prise sur de différents grossissements ; cette dernière mis en évidence la présence des carbures secondaires, ils apparaissent plus arrondis et homogène par rapport au traitement précédent 980°C.

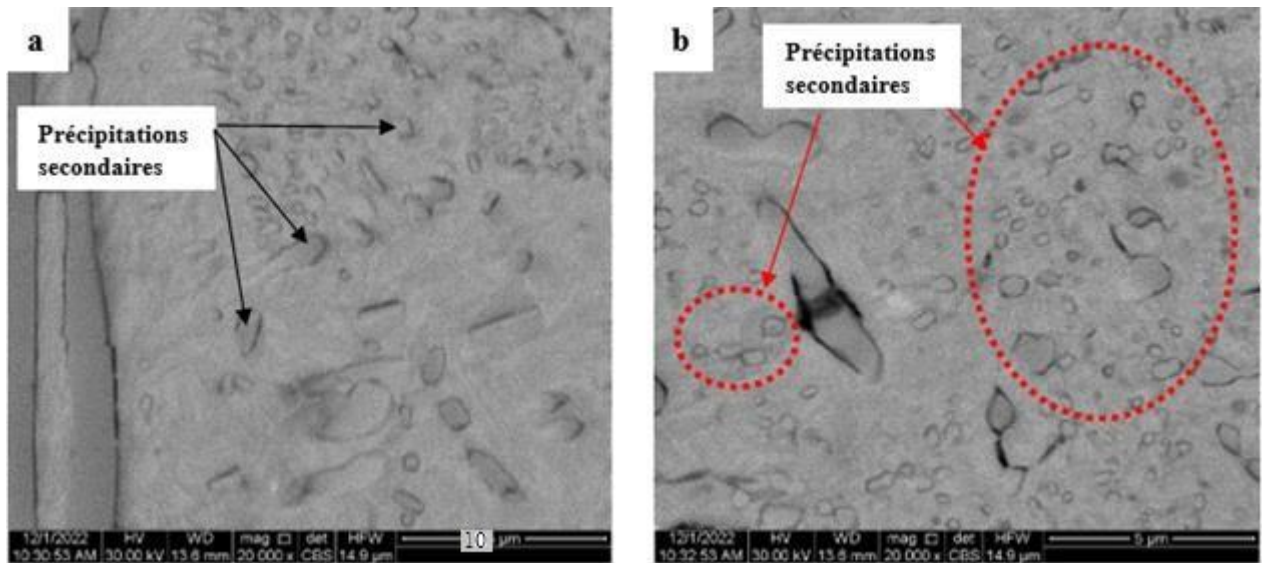
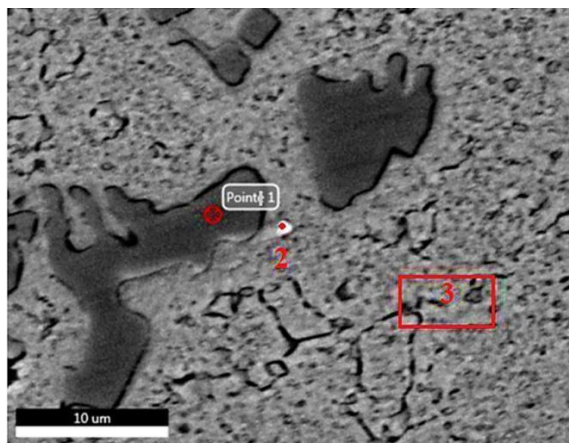


Figure IV.20. Microstructures MEB de la fonte (A1) traitée à 980°C.



Point	%C	%Cr	%Mn	Fe	%Nb
1	29.75	30.33	0.62	39.31	-
2	28.04	6.84	-	45.29	19.82
3	23.61	8.96	0.54	66.88	-

Figure IV.21. Micro-analyse X par EDS de la fonte (A1) traitée à 980°C.

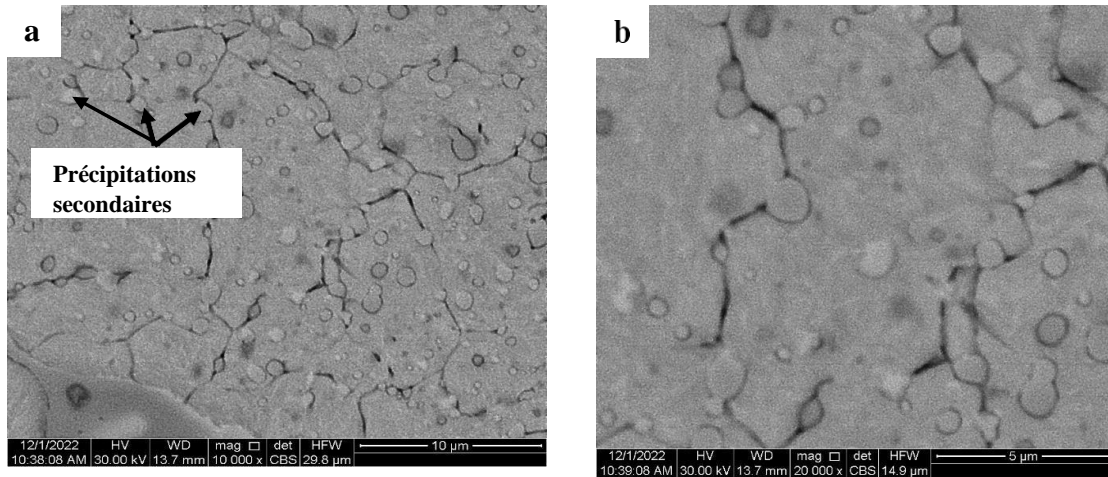


Figure IV.22. Microstructures MEB de la fonte (A1) traitée à 1030°

- **Fonte (A2)**

La micrographie MEB et la microanalyse EDS de la fonte contenant 1% de manganèse et 0.2% de molybdène (A2) à l'état brut de coulée sont présentées respectivement sur les figures IV.23- IV.24. La micrographie MEB de la fonte (A2) (Fig IV.23) montre des dendrites d'austénite primaire avec la présence de réseau M_7C_3 . Ces carbures apparaissent plus fins par rapport à la fonte (A).

La microanalyse E.D.S (Fig IV.24) permettent d'obtenir des informations sur les changements apparus après l'addition de Mn et Mo. La zone indiquée par l'analyse est liée au carbure qui contient Mn (0.88), Mo (0.81), Cr (33.92), Fe (49.68) et C (14.30)

Le molybdène est un élément carburigène qui peut former des carbures durs, comme le M_2C et le M_6C [105]. Il est soluble dans les carbures M_7C_3 et le M_7C_3 . Le manganèse, n'ayant pas la possibilité de former son propre carbure, lors du processus de solidification de la fonte, on le rencontre dans les carbures eutectiques et dans l'austénite.

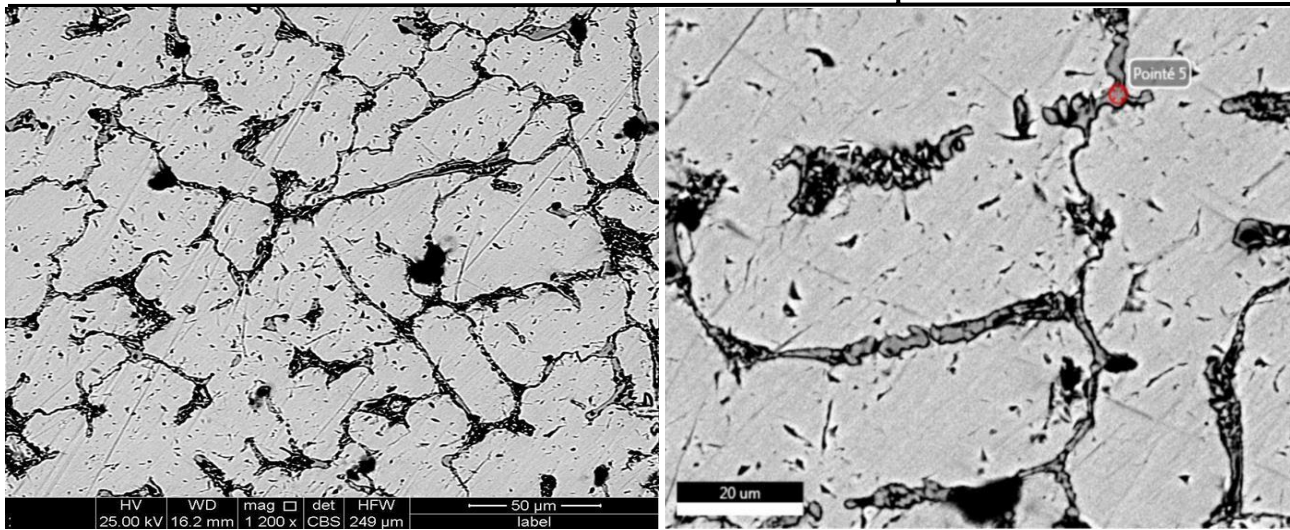


Figure IV.23. Microstructures MEB de la fonte (A2) brut de coulée.

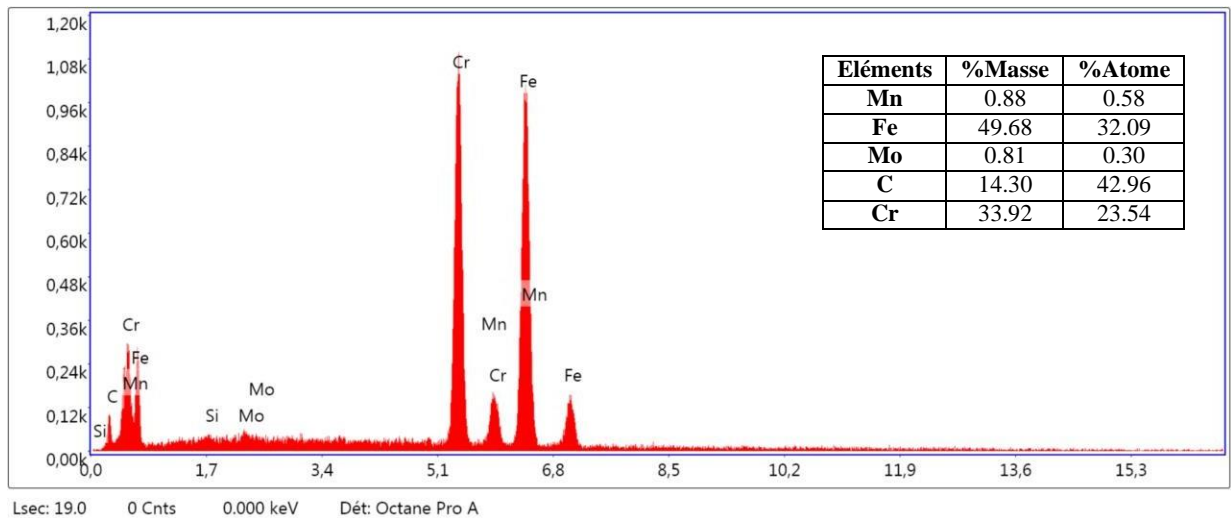


Figure IV.24. Microanalyse X par EDS de la fonte (A2) brut de coulée.

La figure IV.25 présente les micrographies MEB de la fonte (A2), traitée thermiquement à 930°C, 980°C et 1030°C. L'analyse E.D.S effectuée sur la microstructure MEB de la fonte (A2) traitée à 980°C et 1030°C est présentée respectivement sur les figures IV.2-IV.27. Cette micro-analyse permet de déterminer les changements qui se manifestent après le traitement thermique et l'addition des éléments. On remarque la présence de fines précipitations qui apparaissent dans la matrice. L'ajout de molybdène à la fonte à haute teneur en chrome entraîne la formation de carbures Mo_2C en fonction du rapport Cr/C [104].

Les régions indiquées par la micro-analyse de la fonte (A2) traitée à 980°C (Fig IV.26) sont liées à un carbure qui contient (38.86%) Mn, (25.59) Fe et (35.55%) Mo (point 1) et la matrice (point 2) qui contient Cr (12.36%), Fe (87.04%) et Mn (0.6%).

Les régions indiquées sur la figure IV.27 sont la micro-analyse de la fonte (A2) traitée à 1030°C, le point 1 est lié au carbure qui contient Fe (45.57%), Cr (52.43%) et Mo (2.00%) et le point 2 est lié à la matrice qui contient Fe (45.16), Cr (51.51) et Mo (3.32).

Ces résultats prouvent que le type, la quantité et la morphologie des carbures eutectiques sont influencé par le traitement thermique et les éléments d'addition ajoutés. L'ajout de molybdène à une fonte à haute teneur en chrome a permis la formation de Mo_2C qui s'est cristallisé sous une forme finement dispersée sous forme d'eutectique dans la phase finale de la solidification (Fig IV.27b) [106].

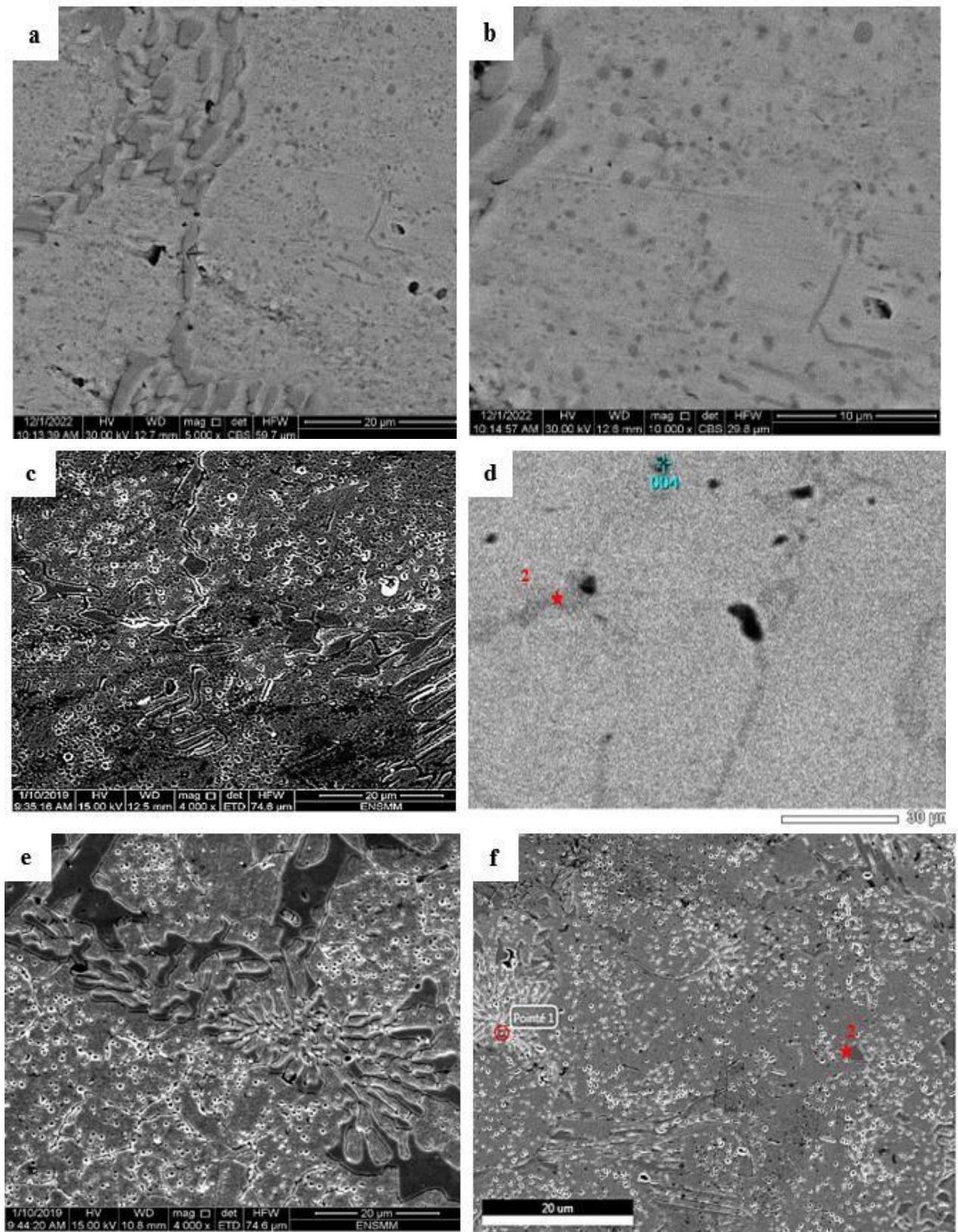


Figure IV.25. Microstructures MEB de la fonte (A2) traitée à : a, b) 930°C, c, d) 980°C, e, f) 1030°C.

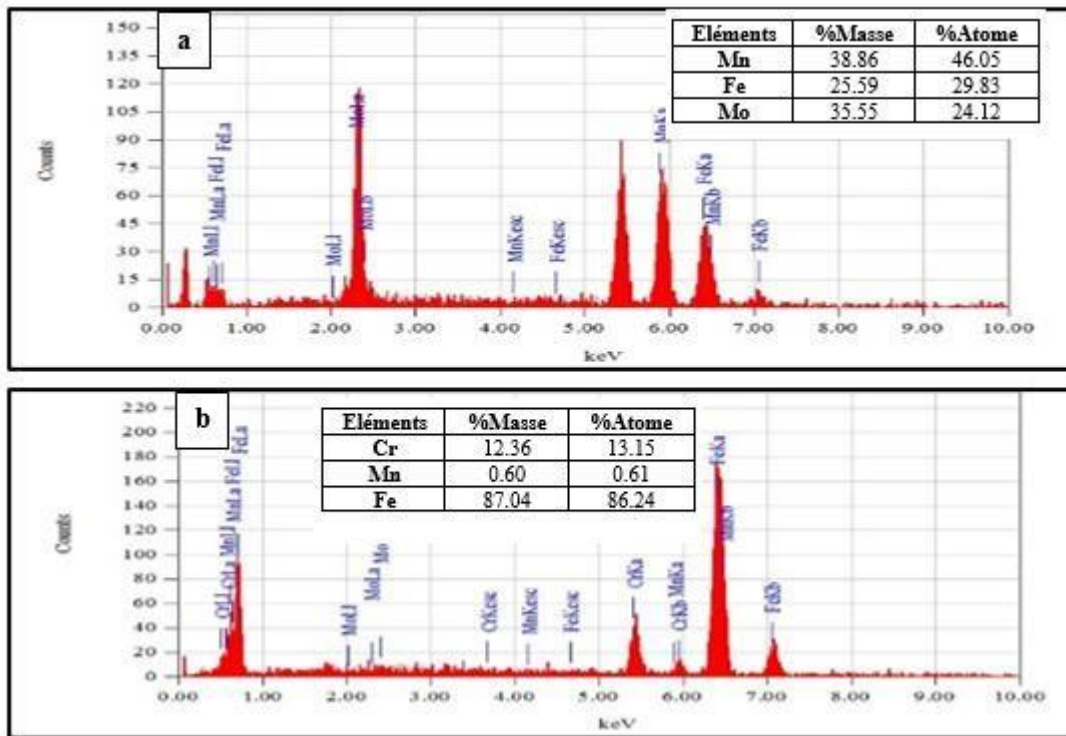


Figure IV.26. Microanalyse X par EDS de la fonte (A2) traitée à 980°C : a. Point 1, b. Point 2.

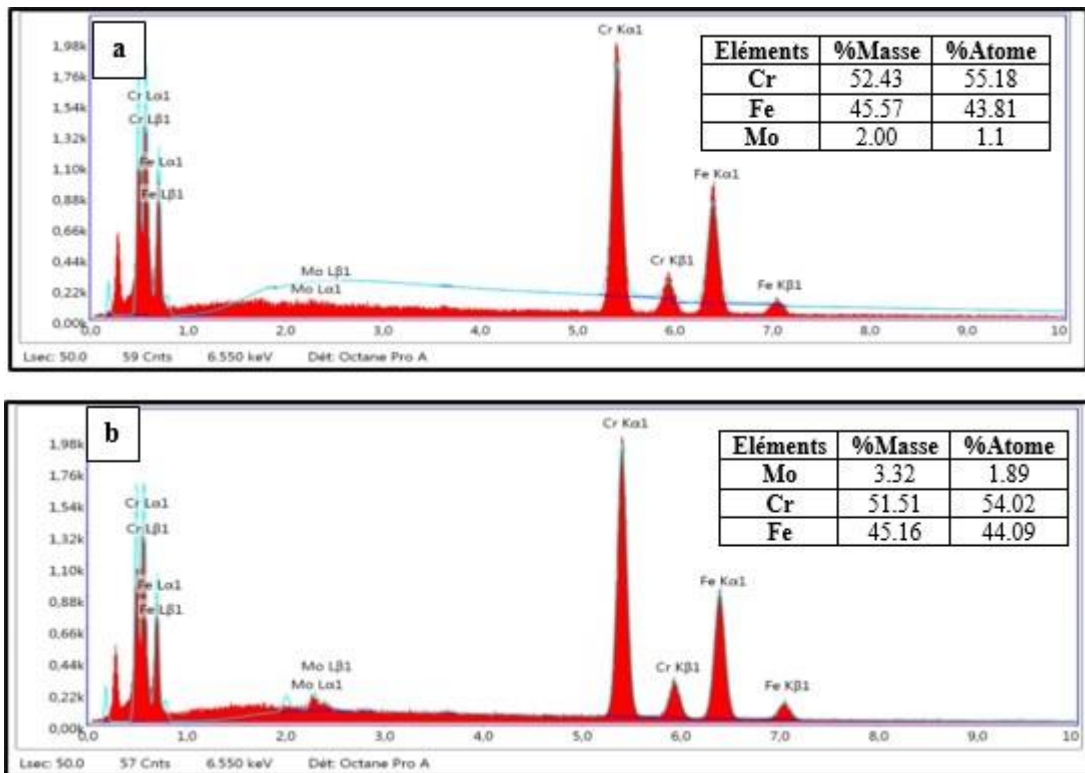


Figure IV.27. Microanalyse X par EDS de la fonte (A2) traitée à 1030°C : a. Point 1, b. Point 2.

IV.3. Diffraction des Rayon X

La diffraction des rayons X est un outil de caractérisation qui permet de définir la nature des phases ainsi que les changements possibles qui peuvent avoir lieu à l'échelle de la maille cristalline d'un matériau donné. Dans le cadre de cette thèse, des essais de caractérisation par diffraction X ont été réalisés sur les échantillons des fontes étudiées qui constituent l'objet de notre travail. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure IV. 28.

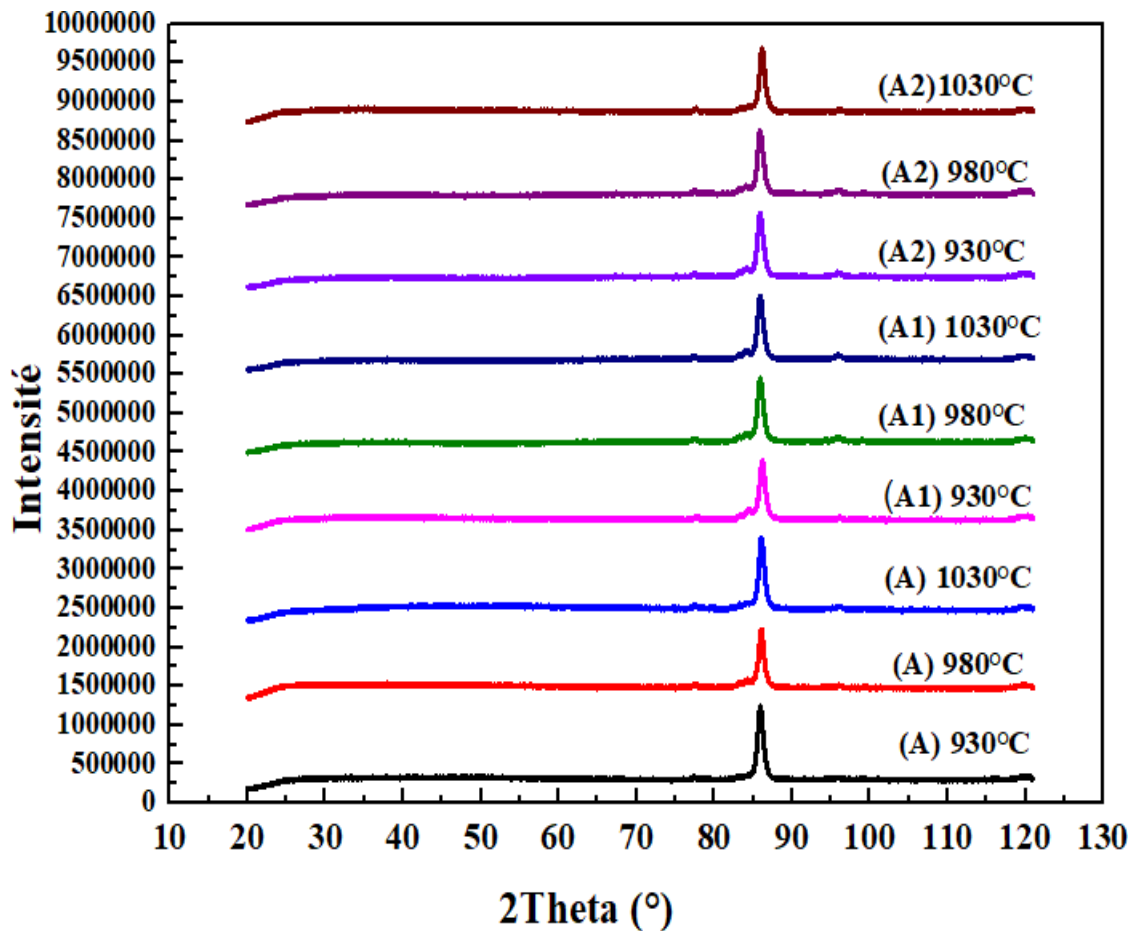


Figure IV. 28. Diffractogrammes X des fontes étudiées.

IV.3.1. Etat brut de coulée

La figure IV.29 illustre l'allure des spectres de diffractions X après traitement par highscore de la fonte (A) et de la fonte alliée (A1), (A2) à l'état brut de coulée. Dans le cas de la fonte de base (A), nous observons des pics de la phase gamma, et de carbure M_7C_3 . Le paramètre déterminé « a » de gamma est de 0.367 (nm), groupe d'espace Fm-3m. Le carbure M_7C_3 de réseau hexagonal, dont les paramètres sont égaux à 1.3805 (nm) pour « a » et « b » et 0.449 (nm) pour « c » et groupe d'espace P63mc. Les diffractogrammes montrent aussi des pics de carbure de niobium et de molybdène pour les deux fontes (A1) et (A2). Sachant que le niobium est un élément fortement carburigène, il forme son propre carbure de type interstitiel MC. Ce dernier se forme à haute température avant même la germination de l'austénite primaire [40]. Le carbure de niobium est caractérisé par une maille cristalline cubique, de paramètre cristallin $a = 0.4571$ (nm) et appartenant au groupe d'espace Fm-3m. Les pics de carbure de niobium et de carbure de molybdène avec une faible intensité en comparaison avec le pic relatif à la phase gamma.

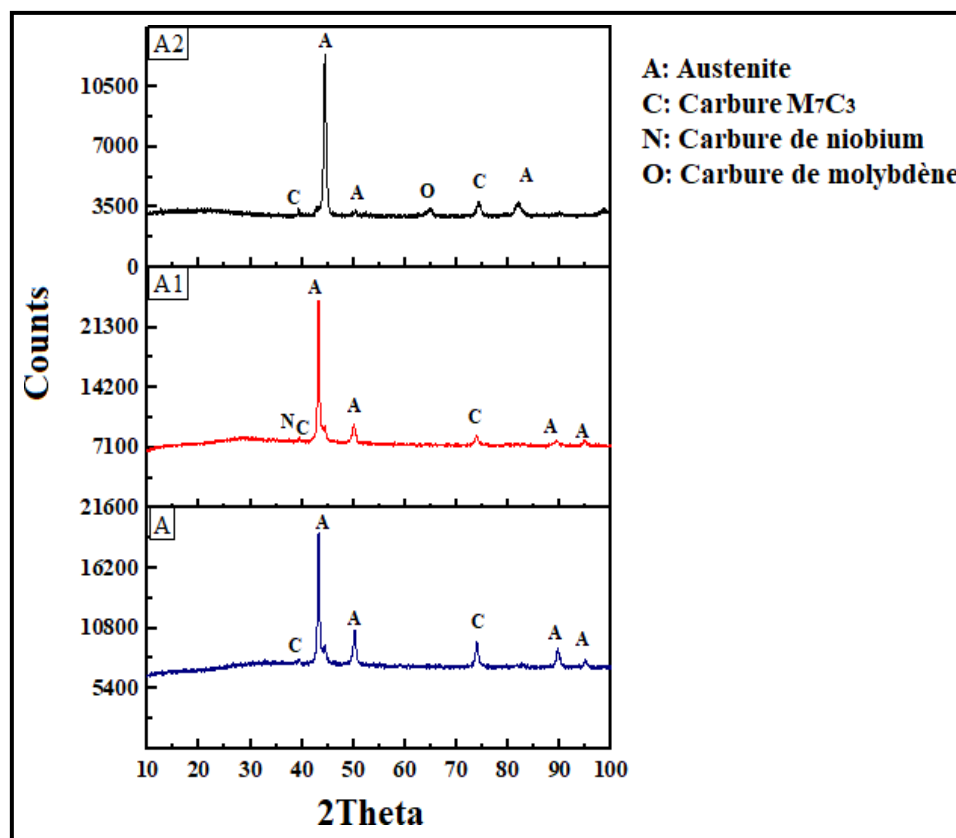


Figure IV.29. Spectre de diffraction X de la fonte (A)- (A1) - (A2) non traitées.

Tableau IV.2. Paramètres cristallins des composants microstructuraux.

Composants microstructuraux	Type de réseaux	Paramètres cristallins			Groupe d'espace
		a (nm)	b (nm)	c (nm)	
Austénite	Cubique	0.376	0.376	0.376	Fm-3m
Martensite	Tétragonal	2.84	2.84	2.97	Im-3m
Carbures M ₇ C ₃	Hexagonal	1.3805	1.3805	0.4498	P63mc
NbC	Cubique	0.4571	0.4571	0.4571	Fm-3m

IV.3.2 Etat traité

Le traitement thermique envisagé dans ce travail consiste en une trempe à des températures (930°C, 980°C et 1030°C) suivie par un revenu à 250°C. Le traitement thermique induit inévitablement des transformations au niveau de la matrice. Les carbures eutectiques, étant stables, ne sont pas affectés et ne subissent dans ce cas aucune transformation. Les spectres de diffraction des échantillons de fontes au chrome étudiées après traitements thermiques sont présentés sur les figures IV.30-IV 39.

- **Fonte (A)**

Les spectres de diffraction X enregistrés sur la fonte de base (A) traitée à 930°C, 980°C et 1030°C sont indiqués sur les figures IV.30- IV.32. L'examen des pics de diffraction montre que les pics les plus intenses sont attribués à la martensite. En plus de la martensite, des pics d'austénite résiduelle sont détectés sur les spectres de la fonte (A) traitée à 930 et 980°C (Fig.IV.30 – IV.31). La fonte traitée à 1030°C n'a pas manifesté la présence d'austénite résiduelle (Fig. IV.32) à cause de la transformation totale de l'austénite primaire à la martensite. En plus de la matrice, une phase de carbures est détectée par la diffraction des rayons X, il s'agit dans le cas de la fonte de base de carbures de type M_7C_3 . Ces carbures sont les carbures eutectiques de type M_7C_3 qui n'était pas affecté par les traitements thermiques. A notre avis une proportion mineure des carbures secondaires constitue les carbures M_7C_3 issus du traitement thermique. Cela a été confirmé par l'analyse E.D.S.

La martensite est une phase cristalline de réseau trigonal, de maille 0.28687 (nm) et appartenant au groupe d'espace $Im-3m$. Les traitements thermiques employés ont provoqués une transformation de l'austénite primaire en martensite. Les carbures M_7C_3 détectés sont des carbures complexes $(Fe, Cr)_7C_3$ de maille hexagonale.

La comparaison entre les spectres de diffraction de rayons X (Fig. IV. 29-IV. 31) enregistrés sur la fonte brute de coulée et celle traitée font apparaître l'émergence des pics de martensite et la diminution de l'intensité des pics d'austénite résiduelle. Ceci justifie la transformation ayant eu lieu suite au traitement thermique lors duquel l'austénite s'est transformée en martensite. La détection de pics de l'austénite sur les spectres de la fonte traitée explique qu'une partie de l'austénite contenue dans la fonte brute de coulée est restée inchangée sous forme d'austénite résiduelle exprimée par des pics de faible intensité par rapport à ceux de la martensite qui constitue la phase majoritaire de la matrice. On remarque une augmentation de l'intensité du pic de la martensite avec l'augmentation de la température de traitement d'austénitisation avec en parallèle une diminution.

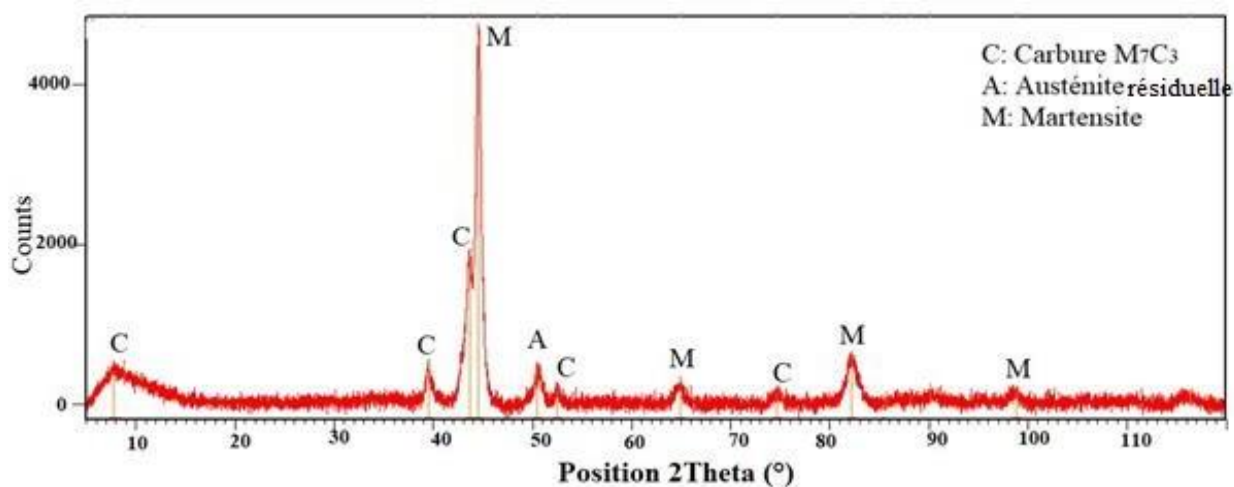


Figure IV.30. Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A) traitée à 930°C.

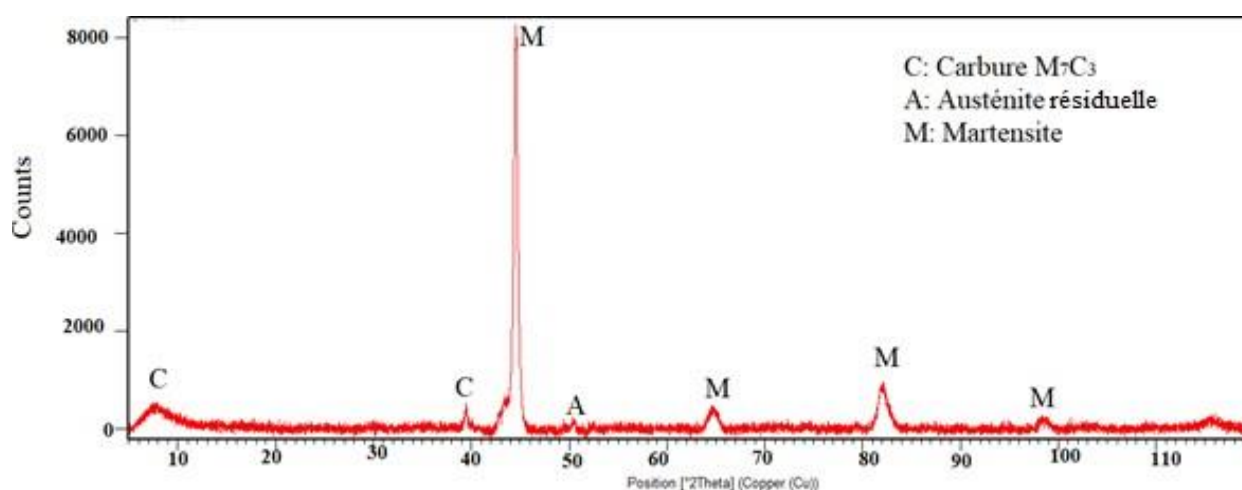


Figure IV.31. Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A) traitée à 980°C.

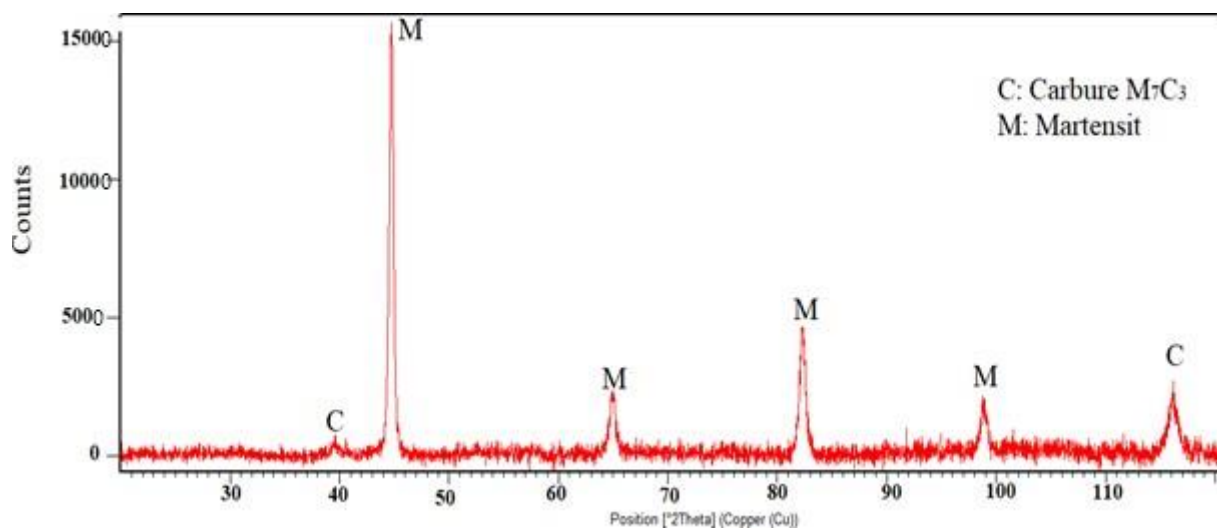


Figure IV.32. Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A) traitée à 1030°C.

- **Fonte (A1)**

Sur les figures IV.33- IV.35 sont illustrés les résultats d'analyse du spectre de diffraction X de la fonte (A1) après les traitements thermiques à 930°C, 980°C et 1030°C. Ces différents spectres font apparaître les pics de martensite, d'austénite résiduelle, de carbure NbC et de carbure M_7C_3 de structure tétragonale pour la martensite, hexagonale pour le carbure M_7C_3 et cubique pour le carbure NbC. L'augmentation de la température d'austénitisation a contribué à une augmentation de la proportion de martensite, justifiée dans les spectres par la disparition de l'austénite résiduelle à 1030°C (Fig. IV.34). Ceci explique que l'augmentation de la température était en faveur d'une transformation progressive de l'austénite primaire en martensite. L'examen du spectre de diffraction de la fonte (A1) traitée à 1030°C révèle une augmentation de l'intensité du pic des carbures M_7C_3 . Ceci traduit une intense précipitation de carbures secondaires. Les spectres illustrent la présence de faibles pics de carbure NbC. Sachant que le niobium est un élément fortement carburigène, il forme son propre carbure. Ce carbure est caractérisé par une maille cristalline cubique, de paramètre cristallin $a = 0.4571$ (nm) et appartenant au groupe d'espace Fm-3m.

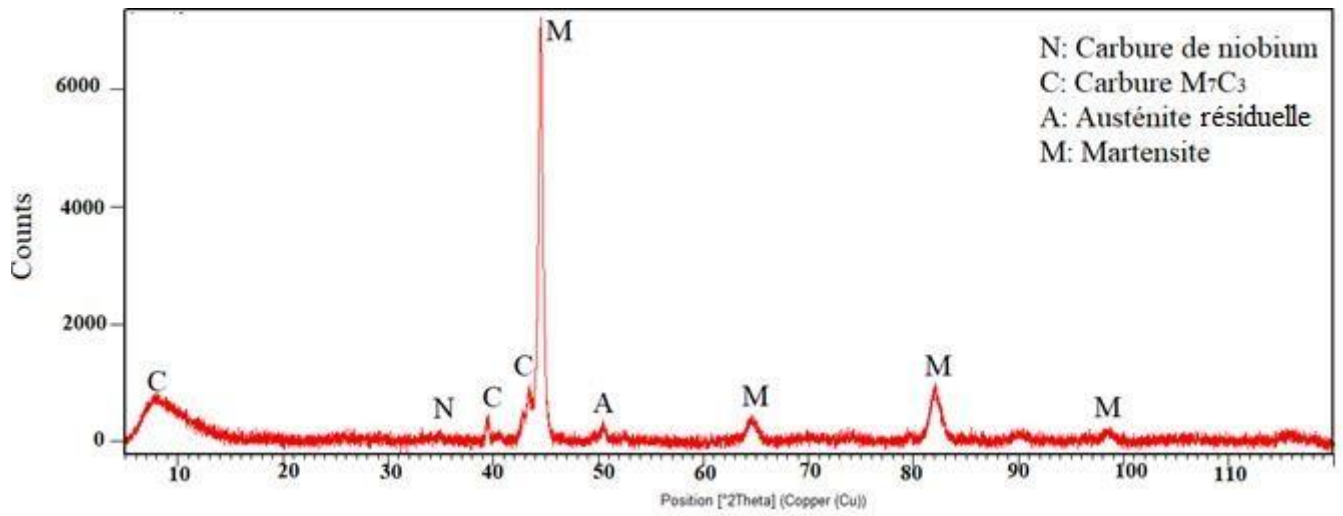


Figure IV.33. Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A1) traitée à 930°C.

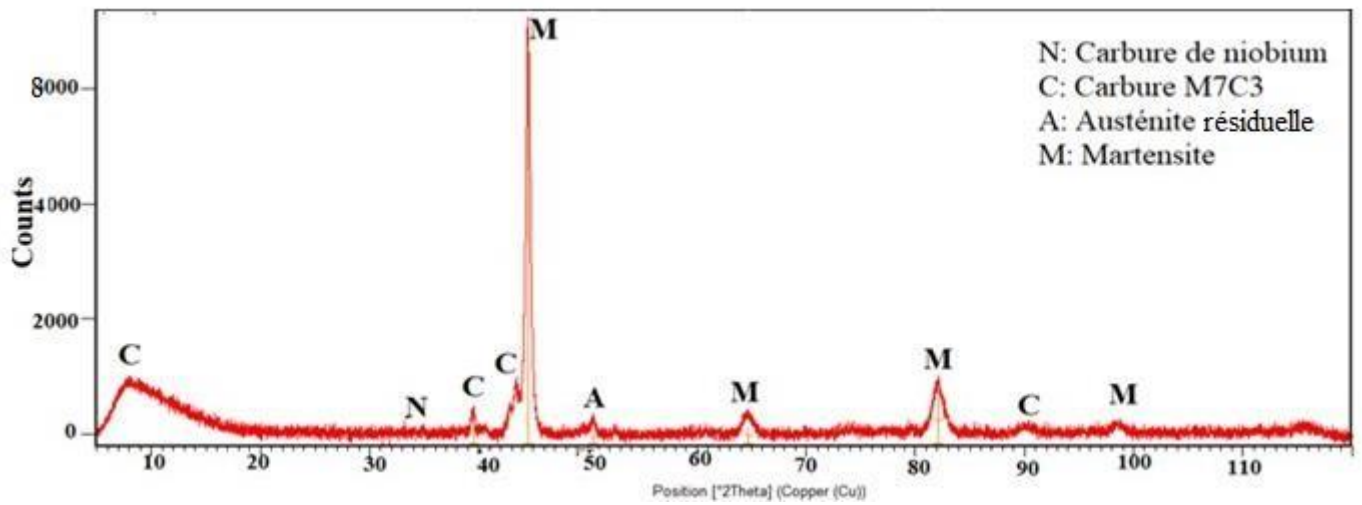


Figure IV.34. Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A1) traitée à 980°C.

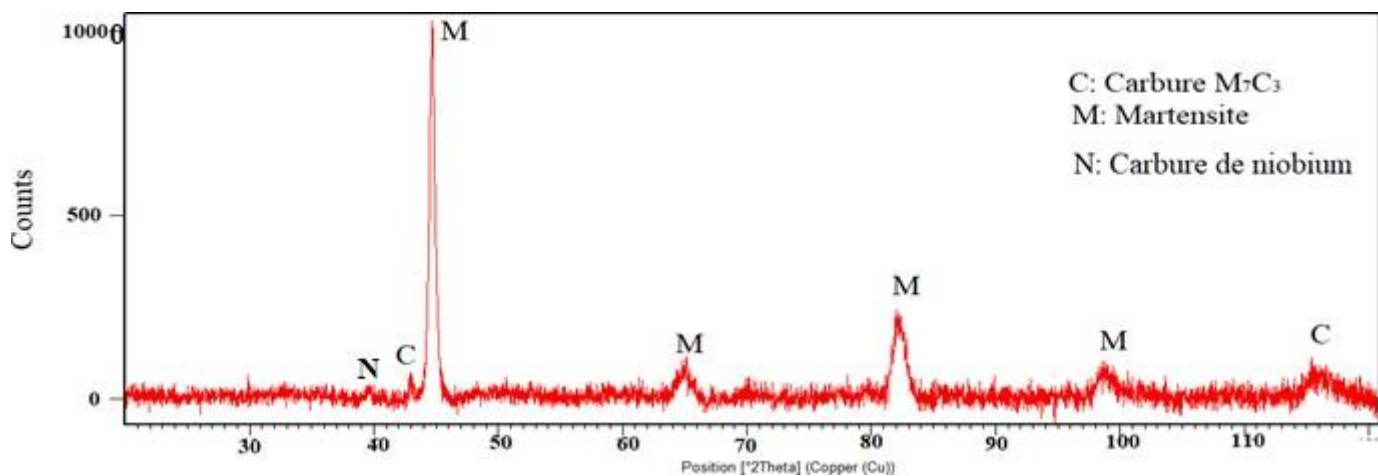


Figure IV.35. Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A1) traitée à 1030°C.

- **Fonte (A2)**

Les figures IV.36- IV.38 présentent les résultats d'analyse du spectre de diffraction X de la fonte (A2) après les traitements thermiques à 930°C, 980°C et à 1030°C. On observe les mêmes pics des principales phases cristallines précédemment décelées dans les fontes (A) et (A1) (martensite, austénite résiduelle et carbures M_7C_3). L'addition du molybdène est justifiée par la présence du pic du carbure de molybdène sur les différents spectres analysés. Le molybdène est un élément fortement carburigène. En présence du carbone, il forme un carbure du type M_2C [108]. Ce dernier est classé parmi les carbures interstitiels. Le carbone, suite à son faible rayon atomique, occupe une position interstitielle dans le réseau du carbure Mo_2C . Après solidification dans la fonte, on le trouve réparti entre son propre carbure Mo_2C , la matrice et le carbure eutectique. La présence du carbure Mo_2C est conditionnée par le rapport Cr/C [32]. Le carbure de molybdène apparaît avec une petite intensité, à cause de sa faible proportion dans la fonte (0.2%). On retrouve également les pics de carbures de type M_7C_3 .

Les résultats de diffraction des rayons X obtenus sur les échantillons de fontes au chrome étudiées à savoir la fonte brute de coulée et traitée thermiquement à différentes températures 930,980 et 1030°C et avec l'addition des différents éléments d'alliage (manganèse, niobium et molybdène),montrent que la microstructure est constituée principalement d'une matrice austénitique et d'un réseau de carbures de type M_7C_3 à l'état brut de coulée et d'une matrice martensitique avec une proportion d'austénite résiduelle et d'un réseau de carbures M_7C_3 à l'état traité. Il est important de noter que des pics de carbure de niobium NbC et de carbure de molybdène Mo_2C ont été détectés dans les échantillons de fonte (A1) et (A2) même avec l'ajout de faibles quantités de niobium et de molybdène.

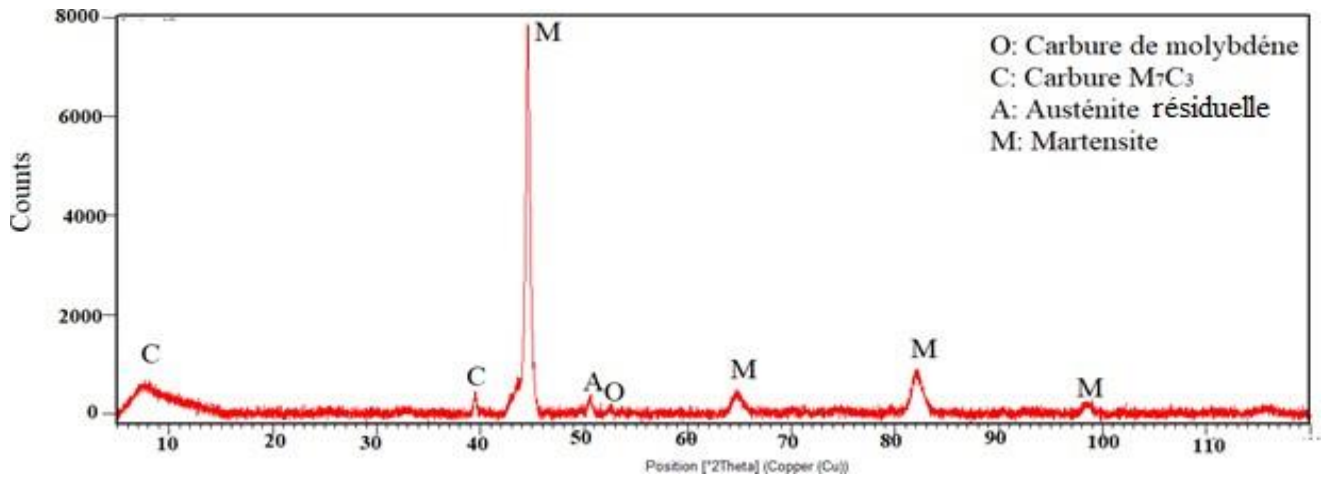


Figure IV.36. Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A2) traitée à 930°C.

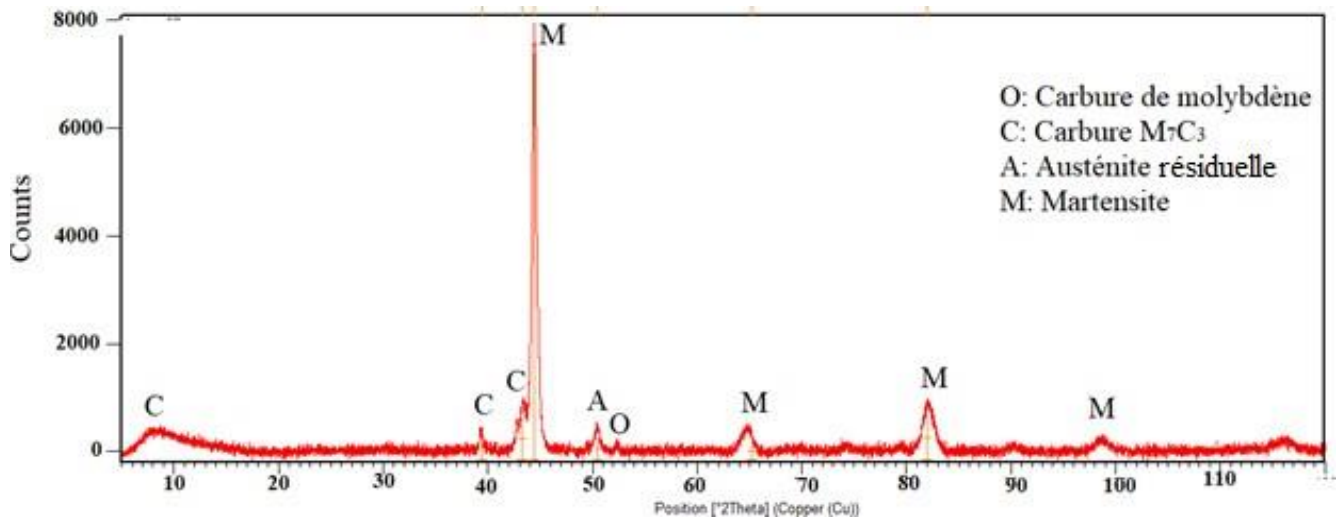


Figure IV.37. Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A2) traitée à 980°C.

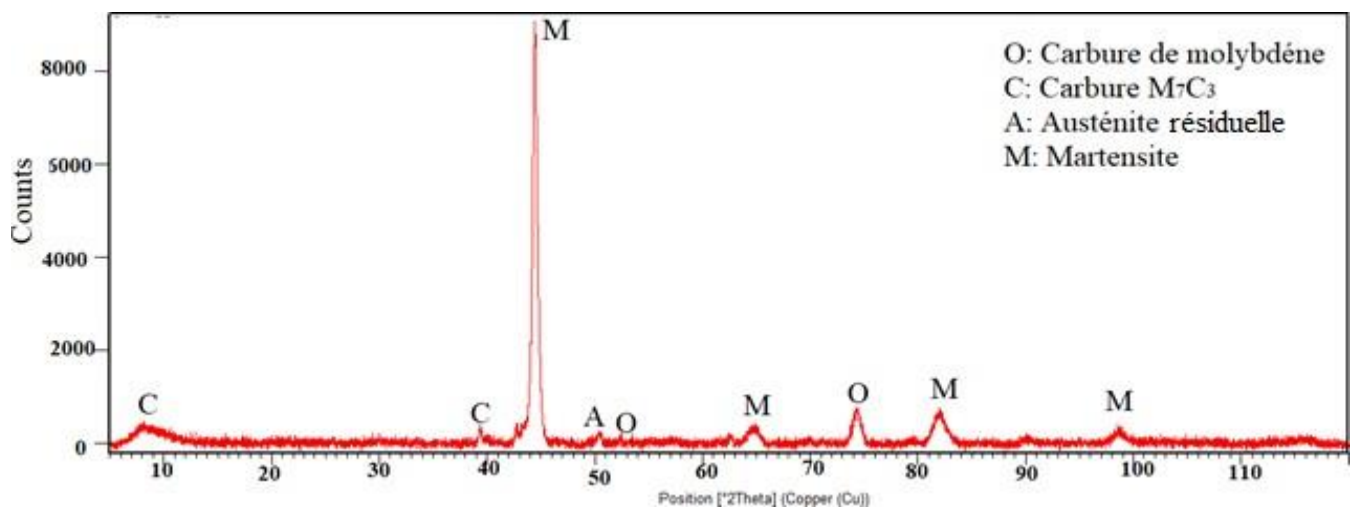


Figure IV.38. Spectre de diffraction X de la fonte à haute teneur en chrome (A2) traitée à 1030°C.

La quantification des paramètres cristallins de la martensite (tétragonalité) dans la fonte à haute teneur en chrome après le traitement thermique pour les températures 930, 980 et 1030°C a été faite par le moyen du logiciel highscore et est présentée sur la figure IV 39. On note un effet inversement proportionnel de la température d'austénitisation sur les paramètres cristallin de la martensite. L'augmentation de la température d'austénitisation a contribué à une diminution du paramètre cristallin de la martensite pour la fonte (A), (A1) et (A2).

Les résultats montrent que l'ajout des éléments d'additions (Mn, Nb et Mo) réduit légèrement la taille cristalline de la maille martensitique. Au cours du refroidissement rapide des traitements thermique appliqués, l'austénite rejette les éléments d'alliage ainsi que le carbone qui trouvent les conditions favorables pour se lier et former des carbures secondaires. Par conséquent, lors de la transformation en phase martensitique, l'austénite est appauvrie en éléments d'alliage et son volume est réduit [98].

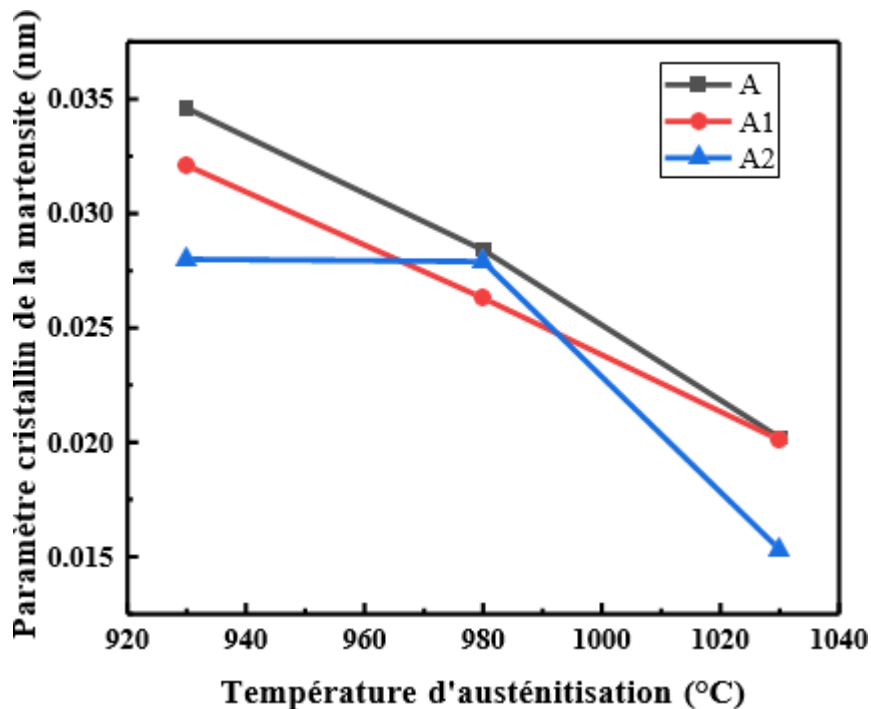


Figure IV.39. Evolution du paramètre cristallin de la martensite en fonction de la température D'austénitisation.

IV.4. Microdureté

Dans le but d'étudier l'effet des éléments ajoutés et les traitements thermiques sur le renforcement de la fonte (A), (A1) et (A2), des mesures de microdureté ont été effectuées sur des plages de la matrice et aussi sur des carbures. La variation de la microdureté de la fonte étudiée en fonction du traitement thermique et des éléments d'alliage est présentée sur les figures IV.40 et IV.41.

Les éléments d'alliage ajoutés étant de nature carburigène, ils affectent directement les propriétés de la fonte à travers les valeurs de microdureté de la matrice et des carbures eutectiques [13]. Le manganèse, le niobium et le molybdène diffèrent entre eux du point de vue du pouvoir carburigène et par conséquent les carbures desquels ils sont issus ne possèdent pas les mêmes caractéristiques. Le manganèse, n'ayant pas la possibilité de former son propre carbure, lors du processus de solidification de la fonte et aussi en fonction de l'eutecticité de la fonte, commence à se répartir dans les constituants qui se forment les premiers. On le rencontre dans les carbures primaires, dans l'austénite proeutectique et aussi bien dans l'eutectique.

Le niobium, plus carburigène que le manganèse et le molybdène, forme son propre carbure de type MC [18]. Ce carbure se forme à haute température avant la formation de l'austénite proeutectique et même les carbures primaires de type M_7C_3 . Il contribue à l'affinement de la microstructure et par conséquent à l'amélioration des propriétés d'emplois de la fonte au chrome. Le molybdène contrairement au manganèse et au niobium peut former son propre carbure de type M_2C , sa formation est conditionnée par le rapport Cr/C .

La figure IV.40 illustre l'effet de la température de traitement thermique et des éléments d'addition sur la microdureté de la matrice des différents échantillons de fonte au chrome étudiés. Une relation proportionnelle entre la température de traitement thermique et les valeurs de microdureté mesurées est nettement mise en évidence sur les histogrammes. Une nette augmentation des valeurs de microdureté est observée. L'addition du niobium a provoqué une variation importante de la microdureté de la matrice pour les températures de traitement de 980 et 1030°C ; par contre son effet était faible à 930°C où les valeurs de microdureté mesurées sur la fonte de base et la fonte alliée au molybdène n'étaient pas trop espacées l'une de l'autre.

La précipitation des carbures appauvrit l'austénite en éléments d'alliage (en particulier le carbone), de sorte que la structure se transforme en martensite lorsqu'elle est refroidie à la température ambiante. Lors de l'austénitisation et avec l'augmentation de la température, pour chaque fonte étudiée, la matrice se trouve le siège d'un appauvrissement en carbone. Ce dernier se lie avec les éléments d'alliages pour former des carbures secondaires. L'augmentation de la température d'austénitisation entraîne une augmentation en carbone détaché de la matrice qui résulte en une

proportion conséquente en carbure secondaires [13].

L'effet du manganèse, du niobium et du molybdène est saisi sur les valeurs de microdureté mesurées sur les plages de la matrice aussi bien les plages de carbures. Le traitement thermique a aussi eu un effet supplémentaire sur les valeurs de microdureté. La précipitation de carbures secondaires de type M_7C_3 plus riche en éléments d'addition et par conséquent plus durs.

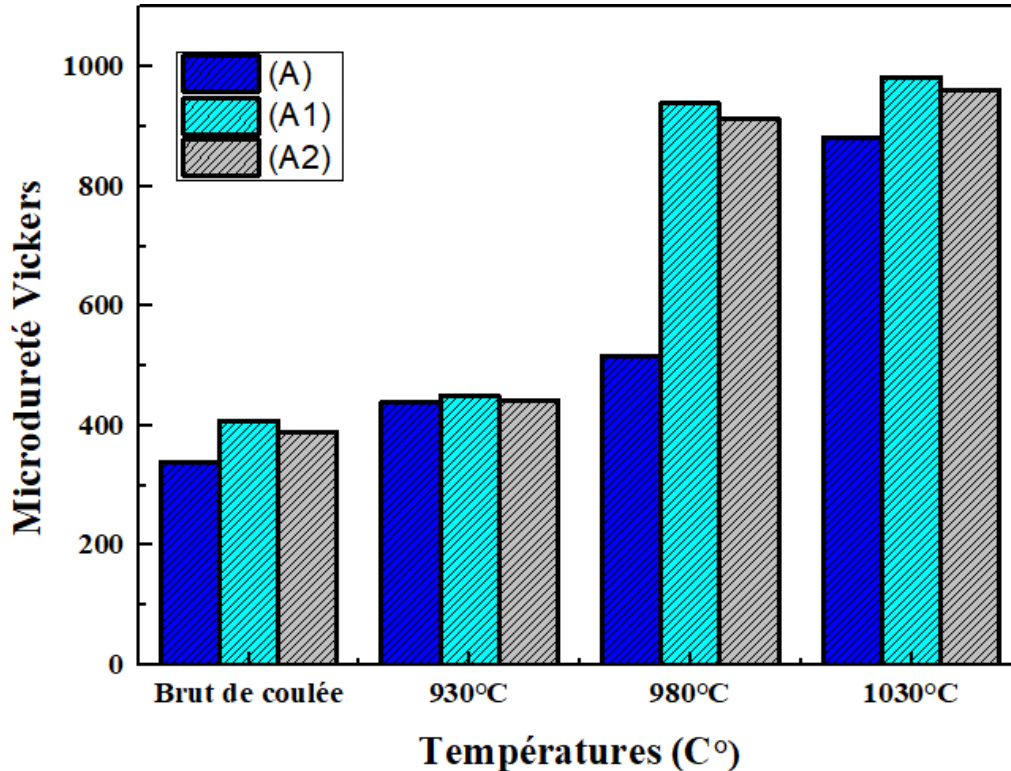


Figure IV.40. Variation de la microdureté (matrice) de la fonte (A)-(A1)-(A2) en fonction de la température des traitements thermiques.

La figure IV.41 montrant la variation de la microdureté mesurée sur les carbures eutectiques des différentes fontes étudiées illustre l'effet de l'addition des éléments des alliages sur la microdureté des carbures eutectiques. Les histogrammes établis montrent que la fonte alliée au niobium a manifesté une dureté de carbures eutectiques la plus élevée par rapport aux différents échantillons étudiés et pour toutes les températures de traitement utilisées. Chen et autres. [113] dans une étude portant sur l'effet du niobium sur la résistance à l'usure d'une fonte hypereutectique contenant 15% de chrome, ont montré que l'addition de niobium à des teneurs variant entre 0.17 et 3.47% a contribué à une augmentation de la dureté des carbures M_7C_3 . La fonte alliée au molybdène a enregistré des microduretés de carbures eutectiques faibles mais qui demeurent supérieures à celles de la fonte de base pour chaque température de traitement. L'effet de la variation de la température d'austénitisation sur les valeurs de microdureté des carbures eutectiques est nettement mis en évidence par les histogrammes où augmentation de la microdureté est clairement

perceptible. L'examen des résultats obtenus (Fig IV.40 et Fig IV.41) montre que le niobium comparé au molybdène a eu un effet remarquable sur les valeurs de microdureté de la matrice et des carbures.

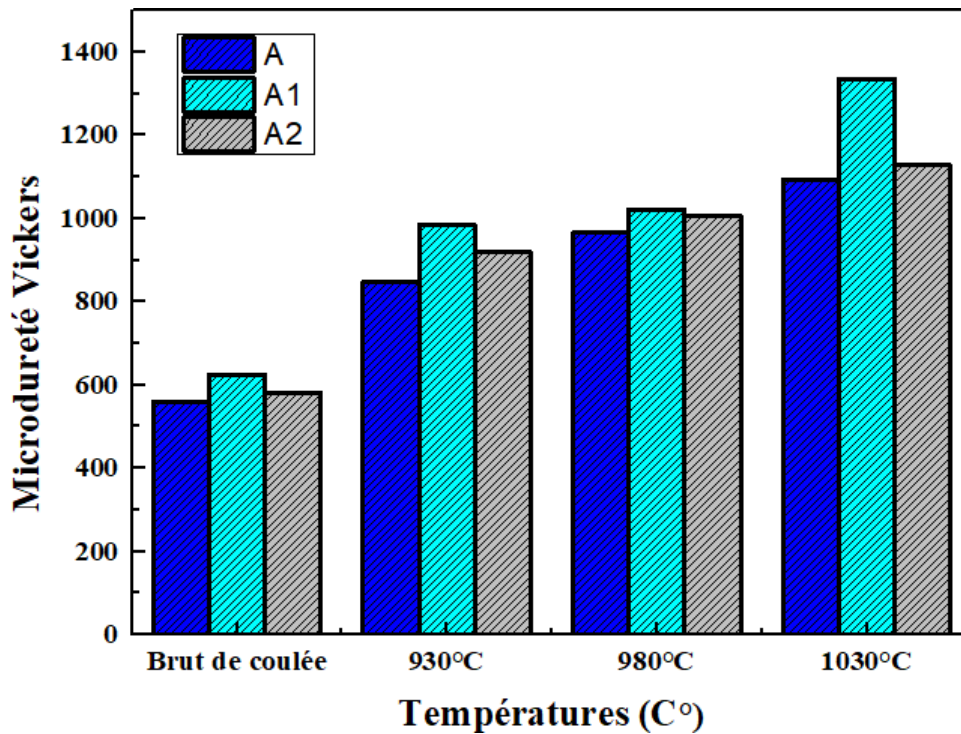


Figure IV.41. Variation de la microdureté (carbure) de la fonte (A)-(A1) -(A2) en fonction de la température des traitements thermiques.

IV.5. Usure

Les essais d'usure effectués sur les différents échantillons de fonte à haute teneur au chrome sont réalisés contre une bille d'alumine Al_2O_3 sous une charge de 10N et à une température ambiante. L'analyse microscopique des traces d'usure relève d'une importance majeure surtout qu'elle fournit des informations qui permettent de définir le type d'usure engendré sur chaque fonte. Parmi les techniques utilisées pour la mise en évidence de ce phénomène, la microscopie s'avère une technique qui fournit en 2D ou bien 3D les dimensions de la surface ayant subi l'usure communément appelée piste d'usure. Sur ces pistes d'usure et pour chaque paramètre utilisé (addition d'éléments d'alliage et température de traitement thermique), des informations sur le comportement de la fonte sont saisies. Ces dernières permettent de situer les propriétés de la fonte étudiée en fonction des conditions expérimentales adoptées.

IV.5.1. Trace d'usure

Les micrographies optiques prises sur les surfaces d'usure des différents échantillons de fonte au chrome étudiées sont présentées sur les figures IV.42-IV.44. L'observation des stries engendrées par le passage de la bille sous la force appliquée, lors de l'essai d'usure, montre qu'elles sont orientées parallèlement à la direction de glissement favorisant dans ce cas une usure abrasive : le contact de la bille sur le matériau étudié influencé par la force et le mouvement de rotation appliqués génèrent une augmentation de la température sur le point de contact induisant des arrachements de la matière. Ces débris, agissant sous forme de troisième corps, apparaissent sur le chemin de la bille. Il s'agit d'un effet évident de la dégradation de la surface [100-109]. Sachant que la microstructure de la fonte étudiée est constituée de carbures durs et d'une matrice incrustée de précipitations secondaires, la bille dans ce cas, lors de son parcours, traverse autant de plages dures que de plages douces. L'examen des pistes d'usure obtenues sur les échantillons de fonte (A), la fonte (A1) et la fonte (A2) montre une diminution de la largeur des pistes. Avec l'augmentation de température de traitements la largeur des pistes passe de 663 à 297 μm .

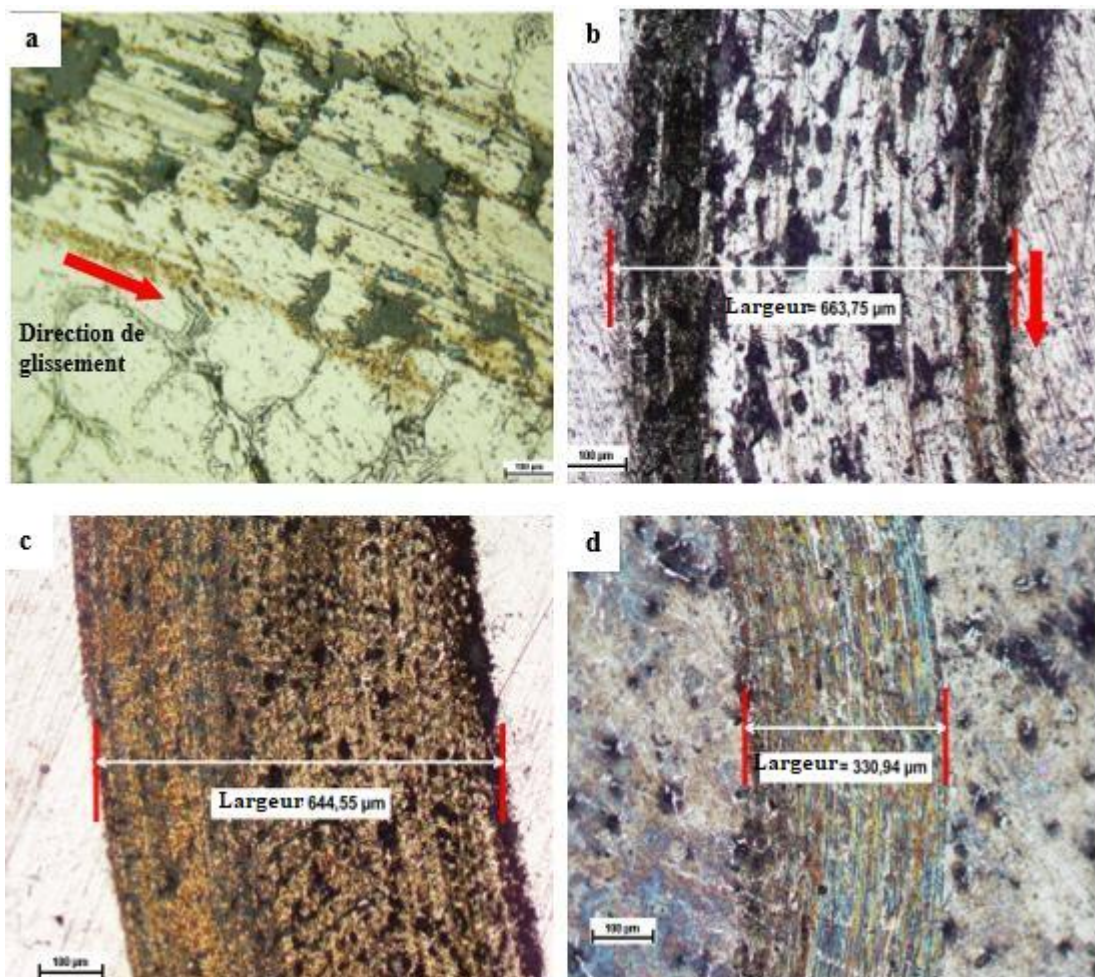


Figure IV.42. Microstructure optique de la surface usée de la fonte (A) : a) brut de coulée ; b) traitée à 930°C ; c) traitée à 980°C ; d) traitée à 1030°C.

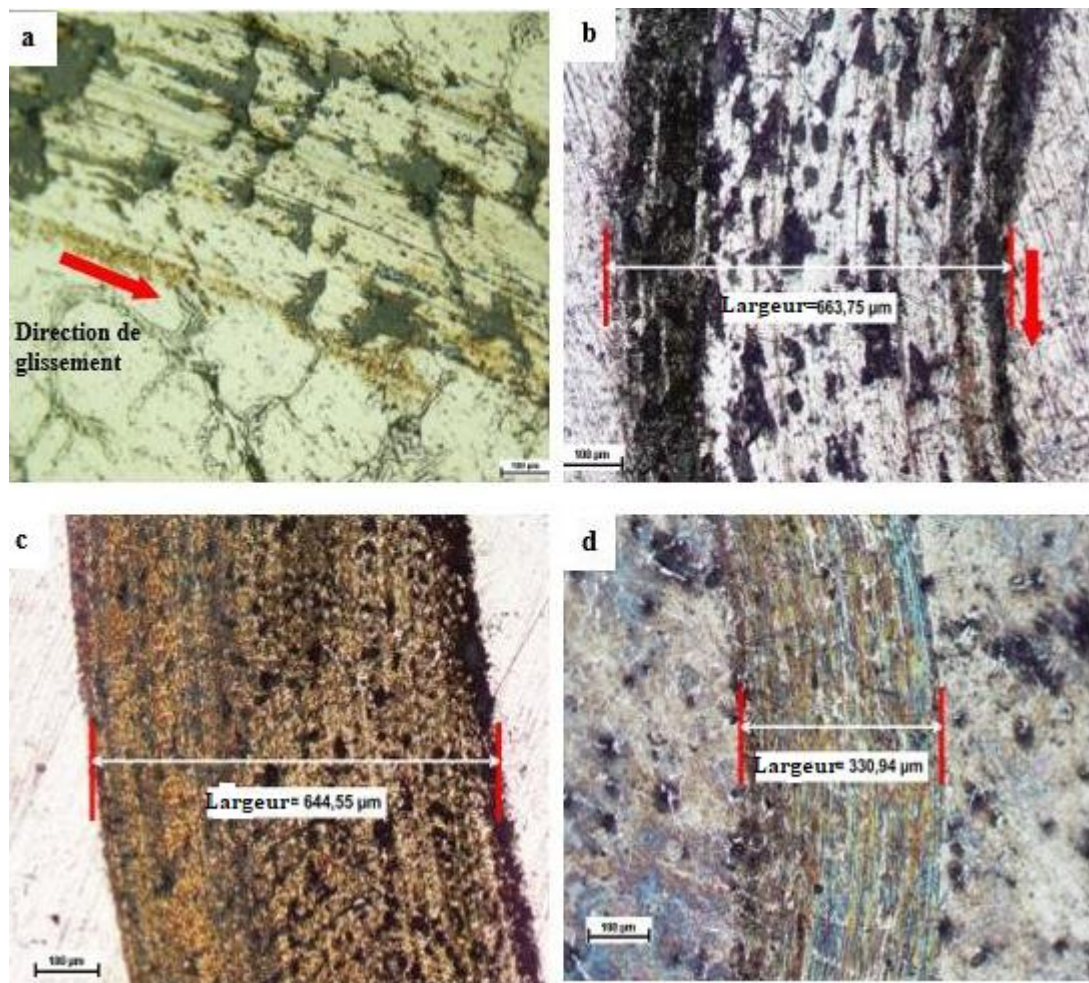


Figure IV.43. Microstructure optique de la surface usée de la fonte (A1) : a) brut de coulée ; b) traitée à 930°C ; c) traitée à 980°C ; d) traitée à 1030°C.

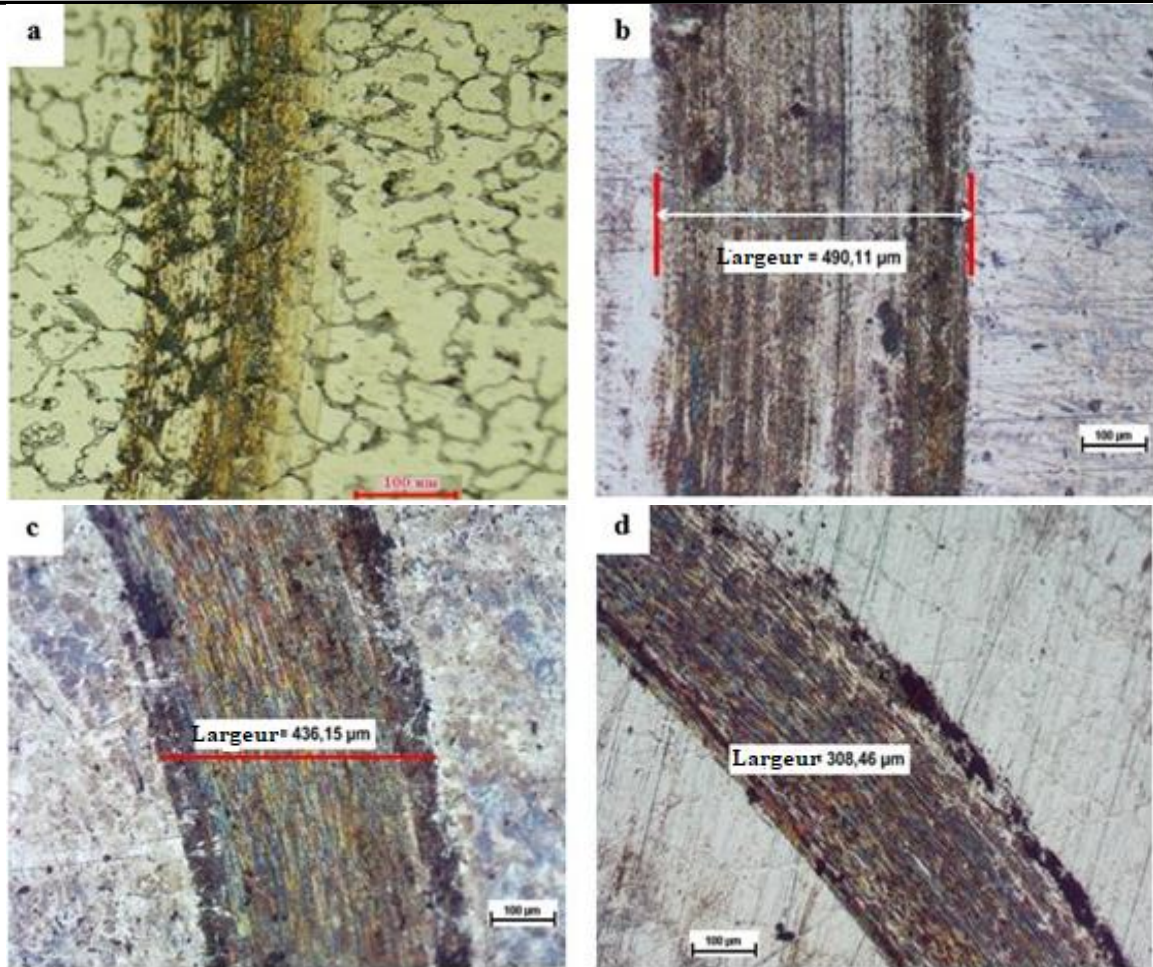


Figure IV.44. Microstructure optique de la surface usée de la fonte (A2) : a) brut de coulée ; b) traitée à 930°C ; c) traitée à 980°C ; d) traitée à 1030°C.

La diminution de la largeur des pistes d'usure en fonction de la température de traitement thermique (Fig IV.45) est une conséquence des propriétés acquises suite au traitement thermique et à l'addition des éléments carburigènes (Manganèse, niobium et molybdène). La précipitation de carbures secondaires crée un compromis entre la ténacité de la matrice et les carbures eutectique offrant plus d'opportunités à la fonte de supporter des sollicitations plus agressives. L'augmentation de température jusqu'à 1030°C dans les échantillons de la fonte au chrome étudiée provoque une diminution de débris d'usure sur les surfaces [110].

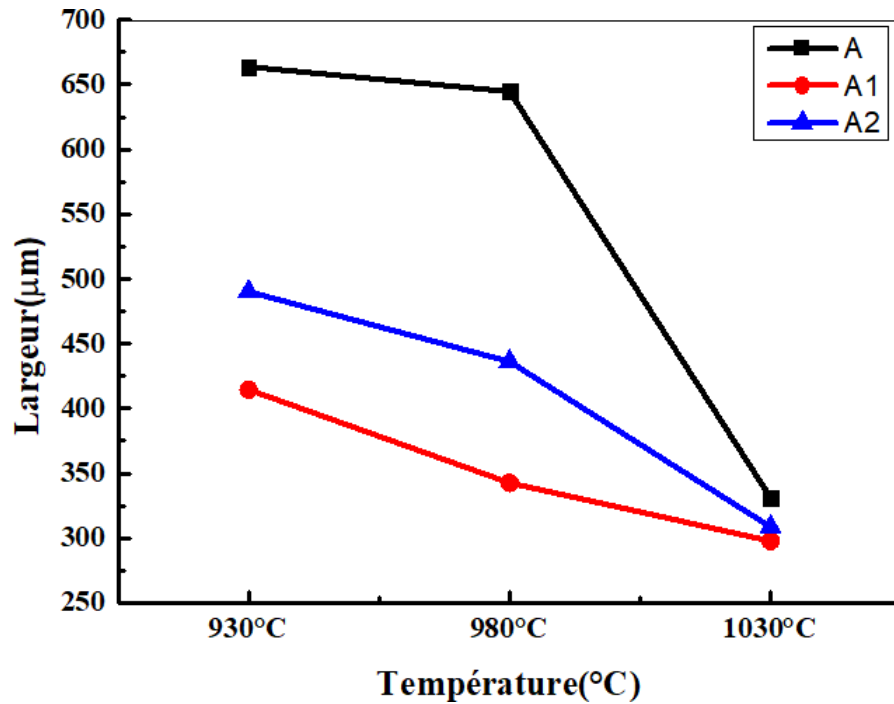


Figure IV.45. Variation de la largeur des traces d'usure en fonction de la température d'austénitisation.

IV.5.2. Coefficient de frottement

Dans le but d'étudier plus profondément le mécanisme d'usure de la fonte à haute teneur au chrome après l'addition des éléments d'alliages et les traitements thermiques, le coefficient de frottement a été calculé en temps réel sur les échantillons de fonte de base (A) et les échantillons de fontes alliées (A1 et A2) dans un processus d'usure par glissement à sec.

La figure IV.46 présente la variation du coefficient de frottement de la fonte (A) (Fig.46.a), la fonte (A1) (Fig.46.b) et la fonte (A2) (Fig.46.c) respectivement pour les différentes températures d'austénitisation (930 $^{\circ}\text{C}$, 980 $^{\circ}\text{C}$ et 1030 $^{\circ}\text{C}$) employées, en fonction de la distance de glissement et la charge appliquée (10N).

Toutes les courbes révèlent deux stades successifs de frottement. Le premier stade correspond à une période de rodage, au cours de laquelle le coefficient augmente rapidement pour atteindre une valeur maximale. Cette période est caractérisée par une usure importante et une déformation de la rugosité de la surface. Le deuxième stade correspond à une stabilisation du coefficient de frottement exprimée par un palier pour le reste de la distance parcourue. Durant cette étape les débris solides d'usure (troisième corps) se forment au cours du processus de glissement [101].

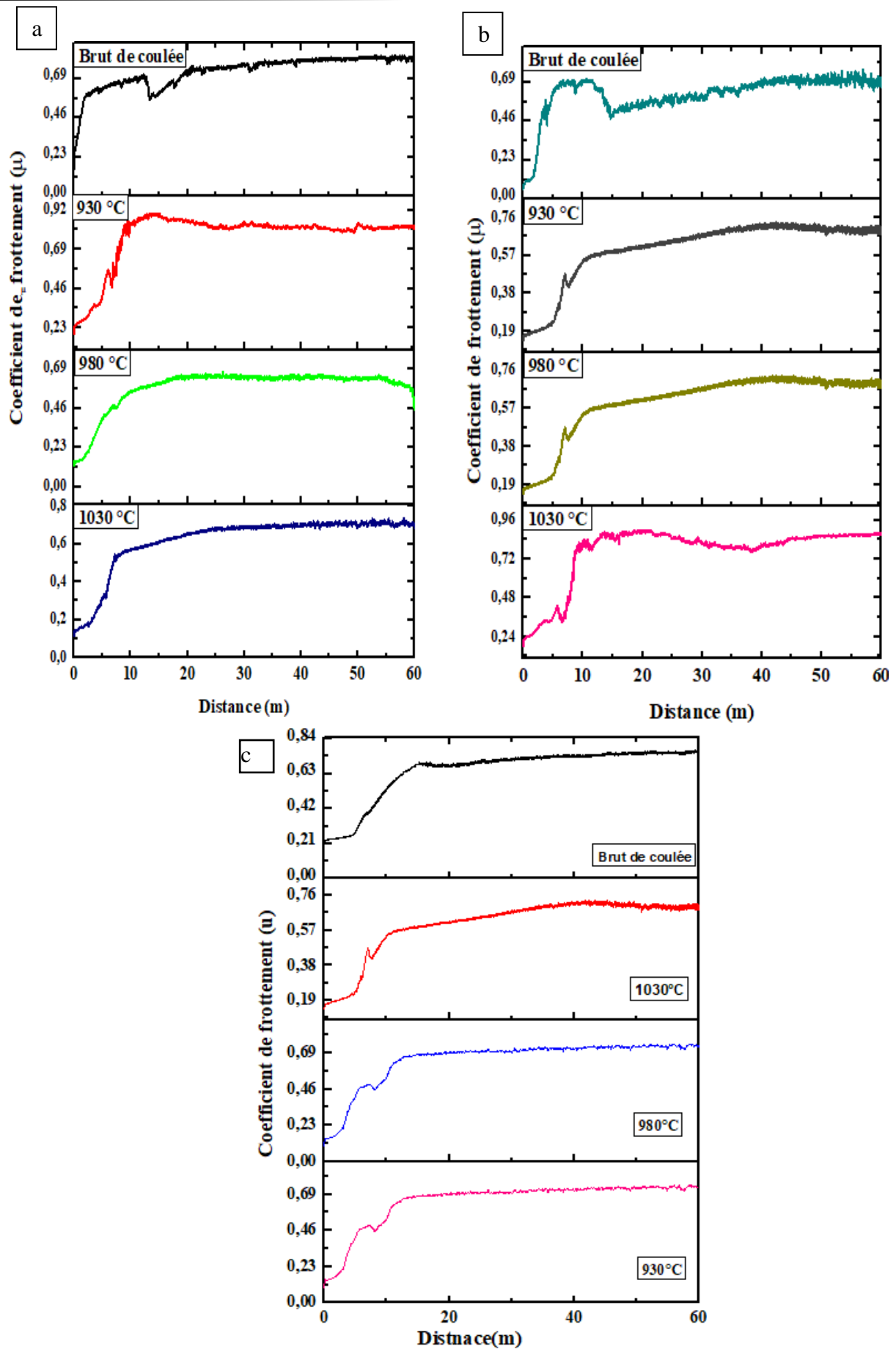


Figure IV.46. Coefficients de frottement de la fonte : a) (A) ; b) (A1) et c) (A2).

Au cours de la première période (période initiale) de l'usure, l'échantillon subit une usure importante entre la fonte et la bille, certaines parties de la surface de l'échantillon cèdent en manifestant des fissurations ou bien une déformation au cours du processus, ce qui entraîne une forte augmentation du coefficient de frottement [102]. Avec l'augmentation de la distance de glissement, la trace d'usure se stabilise et le coefficient de frottement passe de la phase de rodage à la phase de stabilité. La trace d'usure est liée à la formation de la couche adhésive [103].

L'effet de l'ajout de Mn, de Nb et de Mo sur le comportement à l'usure des échantillons étudiés austénitisés à 930, 980 °C et 1030 °C montre presque la même allure. La différence réside dans le taux d'usure, qui a tendance à diminuer avec l'augmentation de la température. On peut noter que l'augmentation de la température d'austénitisation entraîne une diminution du coefficient de frottement pour la fonte (A), la fonte (A1) et la fonte (A2) (Fig. IV.47). Les coefficients de frottement de la fonte traitée et alliée (A1) sont relativement plus faibles que ceux obtenus sur la fonte (A) et la fonte (A2). L'augmentation de la température d'austénitisation de 930 °C à 1030 °C a contribué à une augmentation de la quantité de martensite et à la formation des précipitations secondaires. L'ajout de Nb a permis la formation de carbure type MC (NbC) et l'ajout de Mo favorise la formation de carbure Mo_2C qui est en faveur d'un meilleur coefficient de frottement et d'une meilleure résistance à l'usure [98].

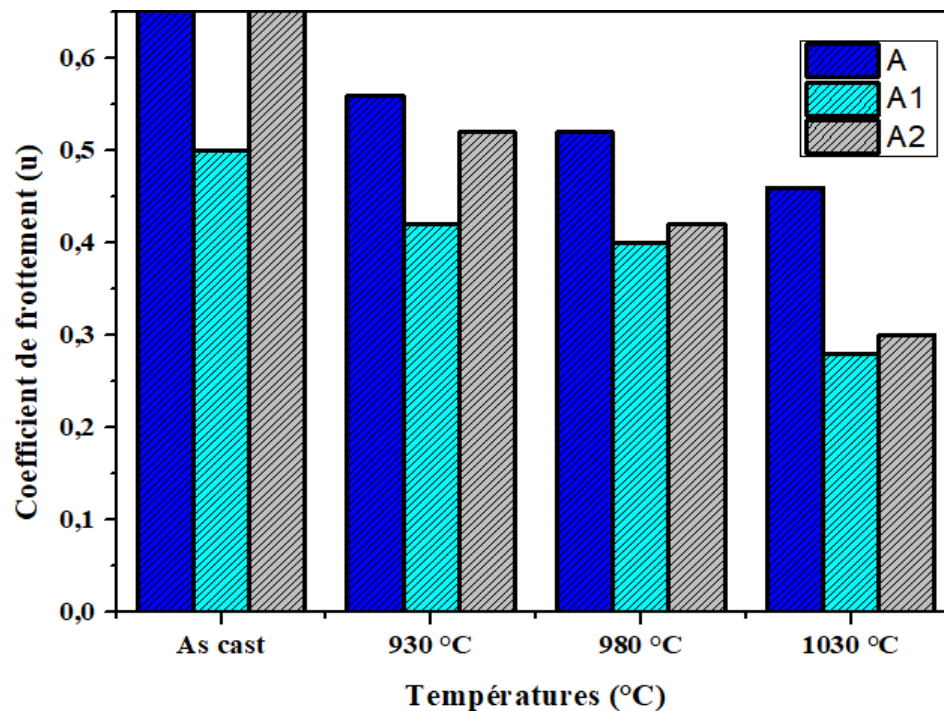


Figure IV.47. Variation de coefficient de frottement en fonction de la température d'austénitisation.

CONCLUSION

V. CONCLUSION

Les fontes à haute teneurs en chrome constituent une classe de matériaux destinés pour l'usure. Elles couvrent un large domaine d'exploitation. Ces fontes se solidifient sous forme de dendrites d'austénite primaire avec un réseau de carbures eutectiques. A l'état traité, l'austénite primaire se transforme en grande partie en martensite et une faible proportion demeure sous forme d'austénite non transformée dite austénite résiduelle par contre le réseau de carbure eutectique reste non affecté.

A l'issue de la présente étude, lors de laquelle l'effet des éléments d'addition à savoir le manganèse, le molybdène et le niobium ainsi que la variation de la température de traitement thermique (température d'austénitisation) ont été variés, des effets sur la microstructure, la nature et la microdureté des composants microstructuraux et finalement le comportement à l'usure ont été remarqués. Ci-après nous citons l'ensemble des effets notés :

- Les observations au microscope optique confirment qu'à l'état brut de coulée la microstructure de la fonte de base est composée d'une matrice austénitique primaire et d'un réseau de carbures eutectiques de type M_7C_3 . L'application de traitement thermique à 930, 980 et 1030°C a induit un changement notable sur la microstructure précisément sur la matrice. Une transformation majoritaire de l'austénite proeutectique en martensite a eu lieu avec la conservation d'une proportion d'austénite résiduelle. Cette transformation était accompagnée d'une précipitation secondaire accrue dont l'affinement a été noté avec l'augmentation de la température de traitement. L'addition des éléments carburigène tels que le manganèse, le niobium et le molybdène a provoqué un changement microstructural. La présence du niobium a permis la précipitation de carbures primaires de type MC (NbC). Le manganèse contrairement au niobium, ne forme pas son propre carbure, il se localise dans les carbures M_7C_3 et dans la matrice. Le molybdène est un élément fortement carburigène qui peut former son propre carbure de type Mo_2C .
- Les résultats de diffraction des rayons X obtenus sur les échantillons de fontes au chrome étudiées à savoir la fonte brute de coulée et traitée thermiquement à différentes températures 930°C, 980°C et 1030°C et avec l'addition des différents éléments d'alliage (manganèse, niobium et molybdène), ont permis d'identifier les différents composants microstructuraux contenus dans la fonte de base et la fonte alliée à l'état brut de coulée et après traitement thermique. Des pics intenses de fer gamma et de carbures M_7C_3 ont été identifiés sur la fonte de base brute de coulée attestant la nature austénitique de la matrice de la fonte. Après traitement thermique, le dépouillement des spectres de diffraction X

enregistrés sur les différents échantillons de fonte étudiés ont mis en évidence la transformation de l'austénite primaire en martensite marquée par des pics intenses de martensite de réseau trigonal avec la présence de pics de faible intensité d'austénite résiduelle. Il a été noté suite à cette étude que la température de traitement thermique a affecté la présence d'austénite résiduelle dont les pics n'ont pas été détectés sur les échantillons traités à 1030°C. Des pics de carbures M_7C_3 ont été aussi détectés. Des pics de carbure de niobium et de molybdène de faible intensité ont été détectés dans les échantillons de fontes alliées au manganèse et au niobium et celle alliée au manganèse et au molybdène. L'ajout des éléments d'additions (Mn, Nb et Mo) et les traitements thermiques ont affecté la maille cristalline de la martensite où une diminution a été notée avec l'augmentation de la température de traitement.

- L'addition des éléments d'alliage et la variation de la température de traitement thermique ont affecté la microdureté de la matrice et des carbures eutectique. La microdureté de la fonte alliée au manganèse et au niobium (A1) (matrice et carbures) est relativement plus dure par rapport à la fonte de base (A) et la fonte alliée au molybdène et au manganèse (A2).
- Les tests d'usure ont montré que l'augmentation de la température jusqu'à 1030°C induit une diminution de débris d'usure et de la largeur des traces d'usure sur les surfaces des échantillons de fonte étudiés. Les coefficients de frottement enregistrés sur la fonte traitée et alliée (A1) sont relativement plus faibles que ceux obtenus sur la fonte de base (A) et la fonte au chrome alliée au manganèse et au molybdène (A2). L'augmentation de la température d'austénitisation de 930 à 1030°C a contribué à une augmentation de la quantité de martensite expliquée par la disparition de l'austénite résiduelle à haute température et à la formation des précipitations secondaires. L'ajout de Nb a permis la formation de carbure de type MC (NbC) et l'ajout de Mo a favorisé la formation de carbure Mo_2C qui est en faveur d'un meilleur coefficient de frottement et d'une meilleure résistance à l'usure.

***REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES***

VI. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] S.G. Sapate and A.V. Rama Rao, Effect of carbide volume fraction on erosive wear behaviour of hardfacing cast irons, *Wear*, vol. 256, pp. 774-786, 2004.
- [2] C.P. Tabrett, I.R. Sare and M. R. Ghomashchi, "Microstructure-property relationships in high chromium white iron alloys," *International Materials Reviews*, vol. 41, pp. 59-82. 1996.
- [3] G. Laird, R. Gundlach and K. Rohrig, *Abrasion-Resistant Cast Iron Handbook*. American Foundry Society, USA, 2000, p. 222.
- [4] V. Y. K. M. H. a. O. K. Bravo Sergio, "Control of carbides and Graphite in Ni-Hard Type Cast Iron for Hot Strip Mills," *Materials Science Form. - San Luis Potosi, Mexico: Trans Tech Publication*, vol. 561, no. 1, p. 102301026, 2007.
- [5] ASTM A532-87 (1992): "Standard Specification for Abrasion-Resistant Cast Irons", *Annual Book of ASTM Standards*, 01.02, 298-300.
- [6] A. Sánchez-Cruz, A. Bedolla-Jacuinde, F. V. Guerra, et I. Mejía, Microstructural modification of a static and dynamically solidified high chromium white cast iron alloyed with vanadium, *Results Mater.*, vol. 7, p. 100114, sept. 2020, doi: 10.1016/j.rinma.2020.100114.
- [7] G. Powell, "Improved wear-resistant high-alloyed white irons-A historical perspective," presented at the international congress on abrasion wear resistance alloyed white cast iron for rolling and pulverizing mills, August 16-20, Fukuoka, Japan, 2002.
- [8] G. R. a. R. K. Laird George, *Abrasion-Resistant Cast Iron Handbook*, Des Plaines: American foundry Society, ISBN 0-87433-224-9., 2000.
- [9] W.R. THORPE, CHICCO, The Fe-Rich Corner of the Metastable C-Cr-Fe Liquidus Surface, *Metall. Trans. 16A* (Sept. 1985), 1541-1549.
- [10] J.O. ANDERSSON, A Thermodynamic Evaluation of the Fe-Cr-C System, *Metall. Trans. 19A* (March 1988), 627-636.
- [11] Madeleine Durand-charre, *la microstructure des aciers et des fontes, genèse et interprétation*, Ed. SIRPE, Paris 2003.
- [12] M. Venkatraman, J.P. Neumann, *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, 152 (1990).
- [13] R.S. JACKSON, The Austenite Liquidus Surface and Constitutional Diagram for the Fe-Cr-C Metastable System, *J. Iron and Steel Inst.* Feb. 1970, 163- 167.

- [14] K. WIECZERZAK, P. BAŁA, M. STĘPIEŃ, G. CIOS, T. KOZIEŁ; THE CHARACTERIZATION OF CAST Fe Cr-C ALLOY; ARCHIVES OF METALLURGY AND MATERIALS; Volume 60; 2015; Issue 2; DOI: 10.1515/amm-2015-0206.
- [15] ASTM E399-90 (1992): Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials, ASTM Annual Book of Standards, 03.01, 506-536. 1992.
- [16] Filipovic Mirjana, K. Z. K. M. a. G. M. “Microstructure and Mechanical Properties of Fe-Cr-CNb White Cast Irons,” *Materials and Design*. - Belgrade, serbia : Elsevier, vol.47, no. 1, pp. 41- 48, 2013.
- [17] M. Pokusová, A. Brúsilová, L. Šooš, et I. Berta, Abrasion Wear Behavior of High-chromium Cast Iron, *Arch. Foundry Eng.*, vol. 16, n° 2, p. 69-74, juin 2016, doi: 10.1515/afe-2016-0028.
- [18] E. Karantzalis, A. Lekatou and H. Mavros, “Microstructure and Properties of High Chromium Cast Iron: Effect of Heat Treatments and Alloying Additions,” *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 22, no. 6, pp. 448-456, 2009.
- [19] M. Ngqase et X. Pan, An Overview on Types of White Cast Irons and High Chromium White Cast Irons, *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1495, p. 012023, mars 2020, doi: 10.1088/1742-6596/1495/1/012023.
- [20] Z. Jiyang, “Colour Metallography of Cast Iron,” China Foundry, Dalian, China, 2011.
- [21] Phase Transformations and Microstructural Observations During Subcritical Heat Treatments of a High-Chromium Cast Iron; A.E. Karantzalis, A. Lekatou, A. Kapoglou, H. Mavros, and V. Dracopoulos; *Journal of Materials Engineering and Performance*; DOI: 10.1007/s11665-011-9995-z.
- [22] A. Bedolla-Jacuide, L. Arias, et B. Hernández, Kinetics of Secondary Carbides Precipitation in a High-Chromium White Iron, *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 12, n° 4, p. 371-382, août 2003, doi: 10.1361/105994903770342881.
- [23] Pearce, J.T.H., High-chromium cast irons to resist abrasive wear, *Foundryman*, 95, pp. 156, 2002.
- [24] Bedolla-Jacuinde, A.; Guerra, F.V.; Guerrero-Pastran, A.J.; Sierra-Cetina, M.A.; Valdez-Medina, S. Microstructural effect and wear performance of high chromium white cast iron modified with high boron contents. *Wear* 2021, 476, 203675.
- [25] Zhang, P.; Zhou, Y.; Yang, J.; Li, D.; Ren, X.; Yang, Y.; Yang, Q. Optimization on mechanical properties of Fe_{7-x}Cr_xC₃ carbides by first-principles investigation. *J. Alloys Compd.* 2013, 560, 49–53.

- [26] Coronado, J.J. Effect of (Fe, Cr)₇C₃ carbide orientation on abrasion wear resistance and fracture toughness. *Wear* 2011, 270, 287–29.
- [27] Laird G II, Powell GLF (1993) Solidification and solid-state transformation mechanisms in Si alloyed high-chromium white cast irons. *Metall Trans A* 24(2):981–988.
- [28] Scandian et al. - 2009 - Effect of molybdenum and chromium contents in slid. pdf.
- [29] H. Sabet, S. Khierandish, S. Mirdamadi and M. Goodarzi, “The Microstructure and Abrasive Wear Resistance of Fe–Cr–C Hardfacing Alloys with the Composition of Hypoeutectic, Eutectic, and Hypereutectic at Cr/C = 6,” *Tribol Lett*, vol. 44, pp. 237 - 245, 2011.
- [30] Da Li, Ligang Liu, Yunkun Zhang, Chunlei Ye, Xuejun Ren, Yulin Yang, Qingxiang Yang, Phase diagram calculation of high chromium cast irons and influence of its chemical composition; *Materials and Design* 30 (2009) 340–345.
- [31] Tabrett, C. P., Sare, I. R., Gomashchi, M. R., Microstructure-property relationships in high chromium white iron alloys, *Int. Mater. Rev.* 41, pp. 59–82, 1996.
- [32] Li P, et al. Mechanical behavior and microstructure of hypereutectic high chromium cast iron: the combined effects of tungsten, manganese and molybdenum additions. *J Mater Res Technol.* 2020.
- [33] M. Filipovic, Z. Kamberovic, M. Korac, et B. Jor dovic, Effect of Niobium and Vanadium Additions on the As-Cast Microstructure and Properties of Hypoeutectic Fe–Cr–C Alloy, *ISIJ Int.*, vol. 53, n° 12, p. 2160-2166, 2013, doi: 10.2355/isijinternational.53.2160.
- [34] Rajagopal, V., and Iwasaki, I., Wear behaviors of chromium-bearing cast irons in wet grinding, *Wear*, 154, pp. 241-258, 1992.
- [35] M. E. Maja, Effect of niobium on the solidification structure and properties of hypoeutectic high-chromium white cast irons, *J. South. Afr. Inst. Min. Metall.*, vol. 116, n° 10, p. 981-986, 2016, doi: 10.17159/2411-9717/2016/v116n10a14.
- [36] Hamid Pourasiabi, J.D. Gates. Effects of niobium macro-additions to high chromium white cast iron on microstructure, hardness and abrasive wear behavior, *Materials & Design*, 212 (2021) 110261. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.110261>.
- [37] D. Kopyciński et S. Piasny, Influence of Tungsten and Titanium on the Structure of Chromium Cast Iron, *Arch. Foundry Eng.*, vol. 12, n° 1, p. 57-60, janv. 2012, doi: 10.2478/v10266-012-0011-3.

- [38] RAYNOR, G.V. and RIVLIN, V.G. (1988): “C-Cr-Fe” from Phase Equilibria in Iron Ternary Alloys, Institute of Metals, 143-156.
- [39] Ngoc Quyen et al. - 2019 - Effect of Rare Earth on M7C3 Eutectic Carbide in 1.pdf.
- [40] H. T. Ngoc Quyen, V. A. Tuan, T. P. Dong, V. V. Quyen, et N. D. Nam, Effect of Rare Earth on M7C3 Eutectic Carbide in 13% Chromium Alloy Cast Iron, *Int. J. Adv. Sci.Eng. Inf. Technol.*, vol. 9, n° 2, p. 724, avr. 2019, doi: 10.18517/ijaseit.9.2.8249.
- [41] A. Bedolla-Jacuinde, F. Guerra, I. Mejia, et U. Vera, Niobium Additions to a 15%Cr–3%C White Iron and Its Effects on the Microstructure and on Abrasive Wear Behavior, *Metals*, vol. 9, n° 12, p. 1321, déc. 2019, doi: 10.3390/met9121321.
- [42] C. Scandian a, C. Boher b, J.D.B. de Mello c, F. Rézaï-Aria; *Wear* 267 (2009) 401–408. Effect of molybdenum and chromium contents in sliding wear of high-chromium white cast iron: The relationship between microstructure and wear.
- [43] Y. Ma, X. Li, Y. Liu, S. Zhou, et X. Dang, Microstructure and properties of Ti–Nb–V–Mo alloyed high chromium cast iron, *Bull. Mater. Sci.*, vol. 36, n° 5, p. 839-844, oct. 2013, doi: 10.1007/s12034-013-0558-9.
- [44] A. E. D. Silva, I. N. R. D. Melo, I. P. Pinheiro, et L. R. D. Silva, Influence of Niobium Addition on Microstructure and Machinability of High Chromium Cast Iron, *Mater. Res.*, vol. 24, n° 5, p. e20200429, 2021, doi: 10.1590/1980-5373-mr-2020-0429.
- [45] Effect of molybdenum and chromium contents in sliding wear of high-chromium (5).pdf.
- [46] Pourasiabi et Gates - 2021 - Effects of niobium macro-additions to high chromium.pdf.
- [47] Pokusová et al. - 2016 - Abrasion Wear Behavior of High-chromium Cast Iron.pdf.
- [48] M. M. Ibrahim, S. El-Hadad, et M. Mourad, Enhancement of wear resistance and impact toughness of as cast hypoeutectic high chromium cast iron using niobium, *Int. J. Cast Met. Res.*, vol. 31, n° 2, p. 72-79, mars 2018, doi: 10.1080/13640461.2017.1366144.
- [49] Jackson, R.S., The austenite liquidus surface and constitutional diagram for the Fe–Cr–C metastable system. *JISI*, 208, 163–167, 1970.
- [50] Thorpe, W.R. and Chicco, B., The Fe-rich corner of the metastable C–Cr–Fe liquidus surface. *Metall Trans A*, 16, 1541–1549, 1985.
- [51] IkZeda, M., Umeda, T., Tong, C.P., Suzuki, T., Niwa, N., and Kato, O., Effect of molybdenum addition on solidification structure, mechanical properties and wear resistivity of high chromium cast irons, *ISIJ International*, 32, pp.1157-1162, 1992.
- [52] Chen, H. X., Chang, Z. C., Lu, J. C., and Lin, H. T., Effect of niobium on wear resistance of 15% Cr white cast iron, *Wear*, 166, pp. 197-201, 1993.

- [53]Fiset, M., Peev, K. and Radulovic, The influence of niobium on fracture toughness and abrasion resistance in high chromium white cast irons, *Journal of Materials Science Letters*, 12, pp. 615, 1993.
- [54]Hakan, G. and Fatih, E., Effects of destabilization heat treatment on the microstructure and abrasive wear behavior of high-chromium white cast iron investigated using different characterization techniques, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 44A, PP.4993, 2013.
- [55]MARATRAY, F. (1971) “Choice of Appropriate Compositions for Chromium Molybdenum White Irons”, *Transactions of the AFS*, 79, 121-124.
- [56]FAIRHURST, W. and ROHRIG, K. (1974): “Abrasion-resistant High-chromium White Cast Irons”, *Foundry Trade Journal*, 136, 685-698.
- [57]PEARCE, J.T.H (1984), Structure and Wear Performance of Abrasion Resistant Chromium White Cast Irons’, *Transactions of the AFS*, 92, 599-622.
- [58]POWELL, G.L.F. and LAIRD, G., II. (1992), “Structure, nucleation, growth and morphology of secondary carbides in high chromium and Cr-Ni white irons”, *Journal of Materials Science*, 27, 29-35.
- [59]K. M. Ibrahim et M. M. Ibrahim, Heat Treatment in High Chromium White Cast Iron Ti Alloy, *J. Metall.*, vol. 2014, p. 1-9, 2014, doi: 10.1155/2014/856408.
- [60]M. Ngqase et X. Pan, Microstructural Investigation on Heat Treatment of Hypoeutectic High Chromium White Cast Irons, *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1495, p. 012024, mars 2020, doi: 10.1088/1742-6596/1495/1/012024.
- [61]M. F. Sarac et B. Dikici, Effect of heat treatment on wear and corrosion behavior of high chromium white cast iron, *Mater. Test.*, vol. 61, n° 7, p. 659-666, juill. 2019, doi: 10.3139/120.111382.
- [62]LECOMTE-MERTENS, CH., BREYER, J.P., TOTOLIDIS, D. and MAGNEE, A. (1990): “Study of the secondary hardening in 18% Cr cast iron”, *Memoires et Etudes Scientifiques Revue de Metallurgie*, Feb., 103-112.
- [63]A. Kootsookos et J. D. Gates, The role of secondary carbide precipitation on the fracture toughness of a reduced carbon white iron, *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 490, n° 1-2, p.313-318, août 2008, doi: 10.1016/j.msea.2008.01.036.
- [64]M. Filipovic, Z. Kamberovic, M. Korac, et M. Gavrilovski, Correlation of microstructure with the wear resistance and fracture toughness of white cast iron alloys, *Met. Mater. Int.*, vol.19, n° 3, p. 473-481, mai 2013, doi: 10.1007/s12540-013-3013-y.

- [65] Liqiang Gong, Hanguang Fu, Penghui Yang, Xiaoliang Ji, Wenhong Yin, Jian Lin; “Refinement of primary carbides and improvement of wear resistance of hypereutectic high chromium cast iron after modification”; *Journal of Materials Research and Technology* 2023;24: 5724 e5742 <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.04.176>.
- [66] Pierson H. O.; *Handbook of refractory carbides and nitrides Properties, Characteristics, Processing and Applications*; Noyes Publications 1996.
- [67] M. Filipovic, Iron-chromium-carbon-vanadium white cast irons: Microstructure and properties, *Hem. Ind.*, vol. 68, n° 4, p. 413-427, 2014, doi: 10.2298/HEMIND130615064F.
- [68] Inthidech, S., Sricharoenchai, P. and Matsubara, Y., Effect of sub-critical heat treatment parameters on hardness and retained austenite in Mo-containing high chromium cast iron”, *International Journal of Metalcasting/Fall*, 2012.
- [69] Fernandez, I. and Belzunce, F. J., Wear and oxidation behavior of high-chromium white cast irons, *Materials Characterization*, 59, pp. 669-674, 2008.
- [70] R.L. Pattyn, Heat treatment of high-Cr white irons, *AFS Transactions* 93 (1988) 161–167.
- [71] Mohan Lal, D., Renganarayanan, S., Kalanidhi, A., 2001. Cryogenic treatment to augment wear resistance of tool and die steels. *Cryogenics* 41, 149–155.
- [72] Yun, D., Xiaoping, L., Hongshen, X., 1998. Deep cryogenic treatment of high-speed steel and its mechanism. *Heat Treat. Metal* 3, 55–61.
- [73] J. Wang, J. Xiong, H. Fan, H.-S. Yang, H.-H. Liu, et B.-L. Shen, Effects of high temperature and cryogenic treatment on the microstructure and abrasion resistance of a high chromium cast iron, *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 209, n° 7, p. 3236-3240, avr. 2009, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2008.07.035.
- [74] Gwidon W. Stachowiak, *Wear, Material, Mechanisms and Practices*, 2006; J. Wiley & Sons Ltd.
- [75] AVERY, H.S. (1961): “The Measurement of Wear Resistance”, *Wear*, 4, 427-449.
- [76] P. J. Blau, Fifty years of research on the wear of metals. *Tribology International*, 1997.30: p. 321 - 331.
- [77] A. Marcelin, Le frottement et l’usure dans le cadre de la physique des surfaces, *J. Phys. Phys. Appl.* 12, S8 (1951) 1-16.
- [78] M. Ridlova, Comportement en tribocorrosion des aciers inoxydables AISI 321 et DUPLEX 22-05 en environnements aqueux. Thèse de doctorat, 2003, Ecole Centrale.

- [79]C. PAGES, COMPORTEMENT DE REVETEMENT CERAMIQUES SUR OUTIL EN TOURNAGE A SEC DE FINITION (2003). Thèse de doctorat en Mécanique, Ecole Centrale de Lyon.
- [80]MOORE, M.A. (1987): “Laboratory Simulation Testing for Service Abrasive Wear Environments”, in Proceedings of the conference Wear of Materials, Houston, TX, April, ASME, 673-687.
- [81]GUNDLACH, R.B. and PARKS, J.L (1978): “Influence of Abrasive Hardness on the Wear Resistance of High Chromium Irons”, *Wear*, 46, 97-108.
- [82]X. H. Tang, R. Chung, C. J. Pang, D. Y. Li, B. Hinckley, et K. Dolman, Microstructure of high (45wt.%) chromium cast irons and their resistances to wear and corrosion, *Wear*, vol. 271, n° 9-10, p. 1426-1431, juill. 2011, doi: 10.1016/j.wear.2010.11.047.
- [83]CHEN, H-X., CHANG, Z-C., LU, J-C. and LIN, H-T. (1993): “Effect of Niobium on Wear Resistance of 15% Chromium White Cast Iron”, *Wear*, 166, 197-201.
- [84]Bedolla-Jacuinde, A., Guerra, F. V., Mejia, I., ZunoSilva J. and Rainforth, M., Abrasive wear of V–Nb–Ti alloyed high-chromium white irons, *Wear*, 332:333, pp:1006-1011, 2015.
- [85]Universidade Federal de Santa Catarina *et al.*, Wear resistance of high chromium white cast iron for coal grinding rolls, *Rev. Fac. Ing. Univ. Antioquia*, n° 76, déc. 2015, doi: 10.17533/udea.redin.n76a16.
- [86]FULCHER, J.K., KOSEL, T.H. and FIORE, N.F. (1983): “The Effect of Carbide Volume Fraction on the Low Stress Abrasion Resistance of High Cr-Mo Cast Irons”, *Wear*, 84, 313-325.
- [87]R. Reda, A. A. Nofal, K. M. Ibrahim, et A.-H. A. Hussien, Microstructure – wear performance relationship of hypoeutectic 15% Cr-2% Mo white iron, *Int. J. Mater. Res.*, vol. 103, n° 7, p. 838-846, juill. 2012, doi: 10.3139/146.110704.
- [88]H. Pourasiabi et J. D. Gates, Effects of niobium macro-additions to high chromium white cast iron on microstructure, hardness and abrasive wear behaviour, *Mater. Des.*, vol.212, p. 110261, déc. 2021, doi: 10.1016/j.matdes.2021.110261.
- [89]C. Scandian, C. Boher, J. D. B. de Mello, et F. Rézaï-Aria, Effect of molybdenum and chromium contents in sliding wear of high-chromium white cast iron: The relationship between microstructure and wear, *Wear*, vol. 267, n° 1-4, p. 401-408, juin 2009, doi: 10.1016/j.wear.2008.12.095.
- [90]M. Tupaj, A. W. Orłowicz, A. Trytek, M. Mróz, G. Wnuk, et A. J. Dolata, The Effect of Cooling Conditions on Martensite Transformation Temperature and Hardness of 15% Cr.

- Chromium Cast Iron, *Materials*, vol. 13, n° 12, p. 2760, juin 2020, doi: 10.3390/ma13122760.
- [91] Gou J, Wang Y, Zhang Y, Wang C, Wang G. Dry sliding wear behavior of FeCrCeB hardfacing alloy modified with nano-CeO₂ and its mechanisms of modification. *Wear* 2021; 484:203756.
- [92] Pirso J, Viljus M, Letunovits S. Friction and dry sliding wear behaviour of cermets. *Wear* 2006;260(7e8):815e24.
- [93] Mervat Mohamed Ibrahim, Shima El-Hadad & Mohamed Mourad (2017): Enhancement of wear resistance and impact toughness of as cast hypoeutectic high chromium cast iron using niobium, *International Journal of Cast Metals Research*, DOI: 10.1080/13640461.2017.1366144.
- [94] Sapate, S. G. and Rama Rao, A. V., Effect of carbide volume fraction on erosive wear behavior of hardfacing cast irons, *Wear*, 256, pp. 774-786, 2004.
- [95] Matsubara, Y., Sasaguri, N., Shimizu, K. and Sung YuK., Solidification and abrasion wear of white cast Irons alloyed with 20% carbide forming elements. *Wear*, 250, pp.502– 510, 2001.
- [96] J. P. Breyer, G. Walmag, *Metallurgy of high chromium-molybdenum white iron and steel rolls*.
- [97] Yi Li, Peng-Xiao Zhu, Cai Tang 2,3 and ZhiSun. Effects of Quenching Medium on Microstructure and Mechanical Properties of High Chromium Cast Iron. *Crystals* 2022, 12, 1332. <https://doi.org/10.3390/cryst12101332>.
- [98] Liqiang Gong, Hanguang Fu, Penghui Yang, Xiaoliang Ji, Wenhong Yin, Jian Lin, Refinement of primary carbides and improvement of wear resistance of hypereutectic high chromium cast iron after modification, *Journal of Materials Research and Technology*, Volume 24, 2023, Pages 5724-5742, ISSN 2238-7854, <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.04.176>.
- [99] Guo Shuai. Effect of heat treatment and alloying elements on microstructure and properties of high chromium cast iron. Fuzhou : Master's Thesis of Fuzhou University; 2006.
- [100] Manhabosco T M, Tamborim S M, Dos Santos C B and Müller. electrochemical and tribo-electrochemical characterization of bare and nitrided Ti6Al4V in simulated body fluid solution *Corros.I L* 2011 *Tribological, Sci.* 53 1786–93. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2011.01.057>.

- [101] Gou J, Wang Y, Zhang Y, Wang C, Wang G. Dry sliding wear behavior of FeCrCeB hardfacing alloy modified with nano-CeO₂ and its mechanisms of modification. *Wear* 2021; 484 :203756.
- [102] Wang Y, Gou J, Chu R, Zhen D, Liu S. The effect of nanoadditives containing rare earth oxides on sliding wear behavior of high chromium cast iron hardfacing alloys. *Tribol Int* 2016 ; 103 :102e12.
- [103] Tyagi R, Nath S, Ray S. Effect of martensite content on friction and oxidative wear behavior of 0.42 Pct carbon dualphase steel. *Metall Mater Trans* 2002 ;33(11) :3479e88.
- [104] Sallam, H.E.M, Abd El-Aziz Kh, Abd El-Raouf H., Elbanna, E.M., Failure analysis and flexuralbehavior of high chromium white castiron and AISI4140 Steel bimetalbeams. *Mater Des* 52, pp., 974–980, 2013.
- [105] Pearce, J.T.H., High-chromiumcast irons to resist abrasive wear, *Foundryman*, 95, pp. 156, 2002.
- [106] Kh. Abdel-Aziz, M. El-Shennawy and Adel A. Omar; Microstructural Characteristics and Mechanical Properties of Heat Treated High-Cr White Cast Iron Alloys; *International Journal of Applied Engineering Research* ISSN 0973-4562 Volume 12, Number 14 (2017) pp.4675-4686).
- [107] W B. Pearson, *A Handbook of lattice spacing and structures of metal and alloys* Pergamon Press; Vol.4; 1958.
- [108] Siekaniec, D.; Kopyciński, D.; Tyrała, E.; Guzik, E.; Szczesny, A. Optimisation of Solidification Structure and Properties of Hypoeutectic Chromium Cast Iron. *Materials* 2022, 15, 6243. <https://doi.org/10.3390/ma15186243>.
- [109] Purba, R.H.; Shimizu, K.; Kusumoto, K.; Gaqi, Y.; Huq, M.J. Tribological Characteristics of High-Chromium Based Multi-Component White Cast Irons. *Crystals* 2022, 12, 1488. <https://doi.org/10.3390/cryst12101488>.
- [110] Purba, R.H.; Shimizu, K.; Kusumoto, K.; Gaqi, Y.; Huq, M.J. A Study of the Three-Body Abrasive Wear Resistance of 5V/5Nb-5Cr-5Mo-5W-5Co-Fe Multicomponent Cast Alloys with Different Carbon Percentages. *Materials* 2023, 16, 3102. <https://doi.org/10.3390/ma16083102>.
- [111] S. Liu, Z. Wang, Z. Shi, Y. Zhou, Q. Yang, Experiments and calculations on refining mechanism of NbC on primary M₇C₃ carbide in hypereutectic Fe-Cr-C alloy, *J. Alloy. Compd.* 713 (2017) 108.
- [112] Arnoldo Bedolla-Jacuinde, Francisco Guerra, Ignacio Mejia and Uzzi Vera Niobium Additions to a 15%Cr–3%C White Iron and Its Effects on the Microstructure and on Abrasive Wear Behavior *Metals* 2019, 9, 1321 *Metals* 2019, 9, 1321 doi:10.3390/met9121321.
- [113] H.X. Chen, Z.C. Chang, J.C. Lu, H.T. Lin, Effect of niobium on wear resistance of 15% Cr white cast iron, *Wear* 166 (2) (1993) 197–201.

RECOMMANDATIONS ET PERSPECTIVES

Les pièces en fonte au chrome produites par les fonderies algériennes manifestent une faible durée de vie et sont à l'issue de multiples problèmes. Elles se dégradent rapidement et provoquent des dysfonctionnements coûteux surtout pour les cimenteries.

La composition chimique et le traitement thermique sont à l'origine de cette dégradation prématurée. C'est dans cette optique que les résultats de cette recherche doivent être pris en considération par les fonderies qui connaissent un problème de durée de vie de leurs produits (en fonte au chrome), par exemple des boulets de différents diamètres utilisés dans les broyeurs compartimentés usités dans les cimenteries.

Il découle de cette étude les recommandations suivantes :

- L'ajout d'éléments carburigènes en vue d'apporter une amélioration sur la ténacité de la fonte.
- L'optimisation des traitements thermiques.

En perspectives, des essais DSC devront être réalisés afin d'évaluer l'impact des changements microstructuraux produits par les traitements thermiques appliqués, et des tests d'usure à haute température et sous une charge élevée pour bien déterminer les propriétés mécaniques.

ANNEXES

1. PRODUCTIONS SCIENTIFIQUES

a. Publication internationale

R.C. TOUHAMI ; S. Mechachti, Kh. Bouhamla; A. HADJI; A. KHETTACHE. “*Wear Behavior and Microstructure Changes of a High Chromium Cast Iron: The Combined Effect of Heat Treatment and Alloying Elements*” *Metallography, Microstructure, and Analysis* (2023) 12:580–590; **DOI**: <https://doi.org/10.1007/s13632-023-00976-w>.

b. Communications internationales

1. R.C. Touhami, A. Hadji, “*Effect of chemical composition and heat treatments on the microstructure and wear behavior of high chromium cast iron with Niobium and manganese*”, The first international seminar on materials synthesis and environmental monitoring (ISMSEM2022); université Ourgla;
2. R.C. Touhami, S. Mechachti, Kh. Bouhamla, “*Effect of the heat treatment temperature on wear properties of a high chromium cast iron*”, The first international conference on innovative academic studies (ICIAS2022) université Konya / Turquie.

c. Communications nationales

1. R.C. Touhami, S. Mechachti, Kh. Bouhamla; “*Effect of chemical composition and heat treatments on the microstructure and wear behavior of chromium cast iron*”, The first national conference on materials sciences and engineering (MSE’22); université Khenchela;
2. R.C. Touhami, S. Mechachti, Kh. Bouhamla, “*Wear behavior and microstructure of Mn-Mo alloyed high chromium cast iron*”, The first national conference on science and technology (1st NCST22); université Mascara.

2. Travaux pédagogiques

1. Travaux Pratiques : « Métallurgie physique », Année : 2017/2018, 1^{er} Semestre, Licence Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Université BADJI Mokhtar (Annaba).
2. Travaux Dirigés : « Métallurgie physique », Année : 2017/2018, 2^{ème} Semestre, Licence Génie des Matériaux, Département de Métallurgie et, Université BADJI Mokhtar (Annaba) ;
3. Travaux Pratiques : « Métallurgie Physique », Année 2018/2019, 1^{er} Semestre, Licence Métallurgie, Département de Métallurgie, Université BADJI Mokhtar (Annaba) ;
4. Travaux Dirigés : « Métallurgie physique », Année 2018/2019, 2^{ème} Semestre, licence Génie des matériaux, Département de Métallurgie, Université BADJI Mokhtar (Annaba).

5. Travaux Pratiques : « Métallurgie physique », Année : 2019/2020, 1^{er} Semestre, Licence Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Université BADJI Mokhtar (Annaba).
6. Travaux Dirigés : « Métallurgie physique », Année : 2019/2020, 2^{ème} Semestre, Licence Génie des Matériaux, Département de Métallurgie et, Université BADJI Mokhtar (Annaba).