



HAL
open science

Etude de la résistance à l'usure abrasive à 20 °C, de la fonte G.S. bainitique non alliée de type A.D.I.

Pascal Brenot

► To cite this version:

Pascal Brenot. Etude de la résistance à l'usure abrasive à 20 °C, de la fonte G.S. bainitique non alliée de type A.D.I.. Sciences de l'ingénieur [physics]. Institut National Polytechnique de Lorraine, 1991. Français. NNT : 1991INPL113N . tel-01751041

HAL Id: tel-01751041

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01751041>

Submitted on 29 Mar 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

136 00 8 0 0 0 0

9-1 INPL 113 N

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

[M] 1991 BRENOT, P.

ETUDE DE LA RESISTANCE A L'USURE ABRASIVE A 20°C,
DE LA FONTE G.S. BAINITIQUE NON ALLIEE
DE TYPE A.D.I.

BRENOT Pascal



THESE

soutenue publiquement le 03/12/1991 devant l'Institut National
Polytechnique de Lorraine en vue d'obtenir le Diplôme de
THESE DE L'INPL

Jury

Messieurs, J.M. SCHISLER - Président
G. METAUER
F. MOREAUX
J.P. CHOBOUT
H. VETTERS

A mes parents,

A Mag.

AVANT-PROPOS

Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé au Laboratoire de Science et Génie des Matériaux Métalliques associé au C.N.R.S (U.R.A. 159) de l'Ecole des Mines de Nancy.

Je tiens à exprimer mes remerciements à Monsieur A. SIMON, Directeur de Recherche au CNRS et Directeur du Laboratoire associé (L.S.G.2.M) pour la confiance qu'il m'a témoignée en m'accueillant dans l'une de ses équipes de recherche.

Je tiens tout particulièrement à remercier Monsieur J.M. SCHISLER, Directeur de Recherche I.N.P.L et Professeur à l'Université de Nancy I qui a dirigé l'ensemble de mes travaux. Je lui suis très reconnaissant pour la confiance qu'il m'a accordée tout au long de mes études et très sensible à l'honneur qu'il m'a fait de présider ce jury.

Je suis très sensible à l'honneur que m'a fait Monsieur G. METAUER, Directeur de Recherche I.N.P.L et Professeur à l'INPL, de l'intérêt qu'il a porté à mon travail et qui a accepté de se joindre au jury de cette thèse.

J'adresse mes remerciements à Monsieur F. MOREAUX, Directeur de Recherche au CNRS, qui a bien voulu s'intéresser à ce travail et me faire l'honneur de bien vouloir participer au jury de cette thèse.

Je suis également reconnaissant à Monsieur J. Von STEBUT, Chargé de Recherche au CNRS et responsable de l'équipe mécanique des surfaces, qui n'a jamais hésité à mettre à ma disposition ses moyens technologiques et qui a su me conseiller avec efficacité.

Je tiens à remercier Monsieur J.P. CHOBOUT, Conseiller Technologique au CRITT METALL-2T pour l'intérêt qu'il a témoigné à l'égard de cette étude et d'avoir participé au jury de cette thèse. Ses travaux dans le domaine de la fonte G.S. bainitique m'ont été d'une aide précieuse.

Je tiens également à associer à mes remerciements, Monsieur H. VETTERS, Chef du département Matériaux de l'Institut für Härterei Technik de Brème, pour avoir accepté d'être le rapporteur extérieur de cette thèse et d'avoir examiné avec beaucoup d'amabilité mon mémoire.

Je remercie Véronick DOMINGUES pour la patience et l'efficacité dont elle a fait preuve tout au long de la dactylographie de ce mémoire.

Que Monsieur B. COLLERET soit aussi remercié pour la qualité du travail de reproduction des micrographies de ce mémoire.

Toute ma gratitude aux chercheurs, ingénieurs et techniciens du laboratoire pour l'aide qu'ils m'ont apportée depuis mon arrivée au laboratoire.

SOMMAIRE

INTRODUCTION

CHAPITRE I Méthodes expérimentales utilisées

CHAPITRE II Choix de la fonte G.S. et types de traitements bainitiques utilisés

CHAPITRE III Définition et caractérisation de la phase de rodage de l'usure abrasive à température ambiante

CHAPITRE IV Stabilité de l'austénite post-bainitique et son rôle au cours de l'usure

CHAPITRE V Résultats et analyses des essais d'abrasion.

CONCLUSION

ANNEXES

**Liste des symboles et principales abréviations utilisés
dans l'ordre d'apparition**

G.S.	: Graphite sphéroïdal
A	: Allongement
Fe	: Fer
C	: Carbone
Si	: Silicium
Mn	: Manganèse
Mg	: Magnésium
Hz	: Fréquence
T°C	: Température en Celsius
T γ	: Température de la phase austénitique
t γ	: Temps de maintien en domaine austénitique
TTT	: Température - Temps - Transformation
TRC	: Transformation en refroidissement continu
A1	: Température d'équilibre définissant la limite inférieure d'existence de l'austénite
Tb	: Température de maintien bainitique
t _b	: Temps de maintien bainitique
σ_s	: Aimantation spécifique à saturation ($\mu\text{Tesha.m}^3/\text{Kg}$)
γ	: Austénite
α	: Ferrite
(γ)	: Phase austénitique enrichie en carbone
(α)	: Phase ferritique sursaturée
α'	: Phase martensitique
C.F.C	: Réseau cubique à faces centrées
Q-C	: Réseau quadratique centré
$\Delta t_{1,2,3}$: Ecart de temps de maintien bainitique
Ri	: Rayon des tailles de cellules eutectique
Ms	: Température à laquelle l'austénite commence à se transformer en martensite au cours du refroidissement
G	: Graphite
a γ	: Paramètre cristallin de la phase austénitique
Hv	: Dureté Vickers
σ_{si}	: Aimantation initiale d'une structure

F_N	: Force normale
R_a	: Rugosité : moyenne arithmétique des écarts de profil par rapport à la ligne majeure
R_{vm}	: Profondeur moyenne des vallées ou aire "pleine" du profil
R_{pm}	: Hauteur moyenne des pics ou aire "vide" du profil
$P(z)$: Fonction de distribution des hauteurs de pics
W^{-1}	: Résistance à l'usure abrasive
f_{ab}	: Facteur d'enlèvement de matière
Al	: Aluminium
O_2	: Oxygène
R_t	: Rugosité maximale
$\Sigma Li/Ni$: Longueur moyenne des vallées de délamination.

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Lorsque la morphologie sphéroïdale du graphite est apparue, la fonte grise a connu un essor important et la production de fonte G.S. (fonte à graphite sphéroïdal) est actuellement l'une des plus importantes des produits ferreux moulés.

La fonte G.S. a également été l'objet d'un autre développement issu de la mise en oeuvre d'un nouveau traitement thermique : le traitement bainitique. Découvert dans les années 1940 et appliqué depuis seulement quelques dizaines d'années, ce traitement donne naissance à la bainite dont les mécanismes fondamentaux de formation ne sont pas encore totalement élucidés.

D'abord controversée, la fonte à graphite sphéroïdal s'est développée au début des années 1950, surtout en Angleterre, puis aux Etats-Unis dans le secteur automobile, puis en France.

Les applications n'ont cessé de croître depuis cette époque, grâce à l'obtention de remarquables combinaisons de propriétés mécaniques généralement inconciliables telles que charge à la rupture et allongement élevés (1) (figure 1).

Grâce à ces qualités intrinsèques exceptionnelles, ce matériau émerge donc de la famille des produits ferreux de fonderie et constitue une classe à part entière dans la famille des fontes G.S.

Outre le gain des caractéristiques mécaniques obtenu par rapport aux autres types de fonte G.S., la comparaison avec les aciers forgés fait apparaître des avantages non négligeables lorsque des pièces habituellement faites en acier sont remplacées par les fontes G.S. bainitiques (2) (figure 2).

Le marché automobile fut le premier à en tirer profit. De nombreuses pièces telles que couronne de pont, pignon, engrenage, vilebrequin, couples hypoides et d'autres sont fabriquées actuellement en fonte G.S. bainitique.

* Des avantages techniques apparurent simultanément :

- gain de poids
- amortissement des vibrations en vue de l'atténuation du bruit
- résistance au grippage (rôle du graphite)
- faible sensibilité à l'entaille.

* Des avantages économiques furent également mis en évidence :

- matière première moins onéreuse
- économie d'éléments d'alliage
- suppression des traitements de forgeage, de recuit et de revenu.

- * De nouveaux traitements thermiques furent mis en oeuvre : cycle de traitements thermiques à économie d'énergie comprenant un décochage à chaud dans le domaine austénitique, puis une trempe étagée bainitique avec refroidissement intermédiaire.

Plusieurs grands constructeurs de moteur diesel annoncent des gains compris entre 10 et 20 % lorsque la fonte G.S. bainitique remplace certaines pièces en acier forgé traité (3). Ce choix de la fonte G.S. bainitique n'est pas fortuit puisque, pour des applications précises, l'économie en matière d'énergie est réalisée à tous les stades de l'élaboration et de la mise en oeuvre.

Ces résultats ne doivent pas masquer les difficultés rencontrées lors de la réalisation du traitement bainitique des fontes G.S. devant répondre à des caractéristiques bien précises.

En effet, comme le montrent les travaux effectués au laboratoire, au sein de l'équipe de J.M. Schissler, la complexité des paramètres régissant la transformation bainitique des fontes G.S. demande une bonne connaissance du matériau de base.

A l'état solide, la fonte G.S. présente une morphologie très particulière, car elle est composée de "cellules de solidification". Ces dernières, révélées après attaque chimique au picrate de sodium, montrent qu'il existe une corrélation étroite entre le diamètre des nodules de graphite et la dimension des "cellules de solidification". L'intérêt de l'étude est de maîtriser les paramètres importants résultant de ces cellules de solidification tels que :

- hétérogénéité de la fonte : graphite/matrice
- partition des éléments d'alliage au sein de la matrice
- évolution des phases au cours du traitement bainitique
- quantité et stabilité de l'austénite post-bainitique.

Si la fonte G.S. bainitique a été largement étudiée sur le plan des caractéristiques mécaniques, par contre, dans le domaine de l'usure, les recherches sont très sommaires et ne tiennent pas compte de l'évolution microstructurale.

C'est pourquoi, grâce à une machine d'usure construite au laboratoire, nous avons déterminé quel était le traitement optimal et les modes de dégradation du matériau conduisant à une meilleure résistance à l'usure.

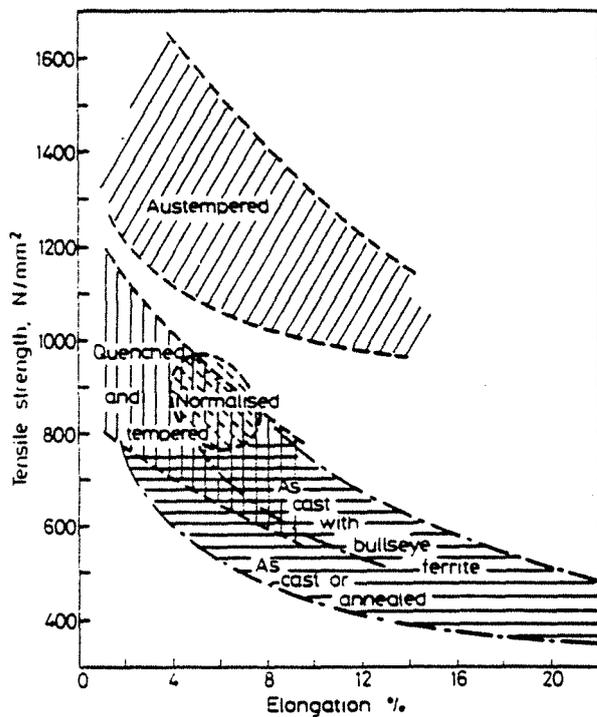


FIGURE 1

Valeurs de la résistance et de l'allongement atteints par les fontes G.S. bainitiques et autres types de fontes

D'après [1]

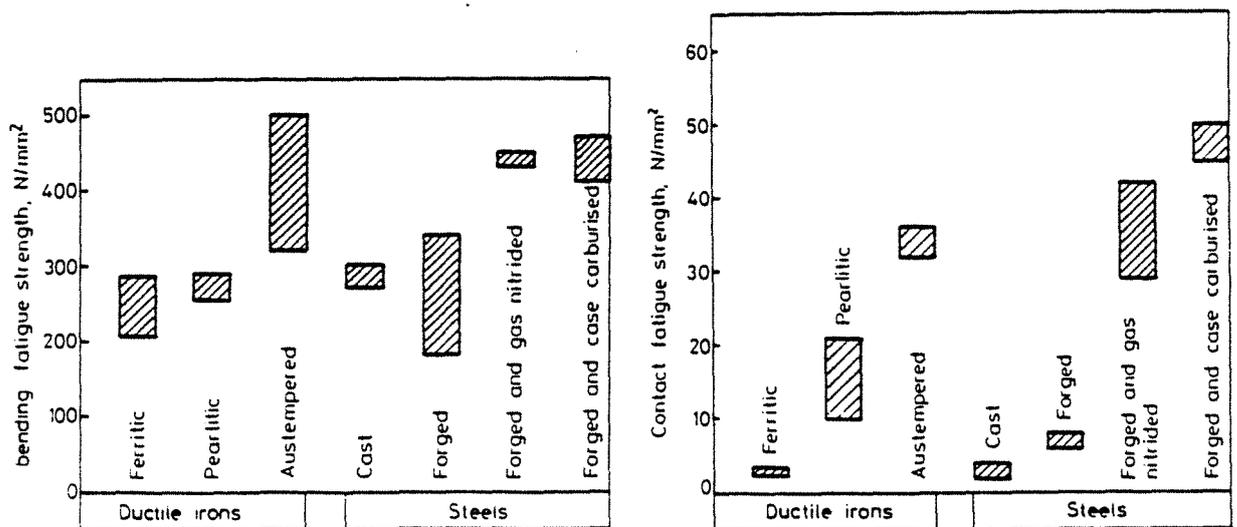


FIGURE 2

Valeurs types de la résistance à la fatigue de pignons fabriquées selon des méthodes différentes

D'après [2]

BIBLIOGRAPHIE

- (1) et (2) **Peter A. BLACKMORE et RICHARD A. HARDING BCIRA.**
1st International conference on A.D.I. (1984).
- (3) **Ingénieurs de l'AUTOMOBILE**
8 et 9 novembre 1988 - Orléans
Obtention des fontes G.S. bainitiques et applications
à des pièces de moteurs.

CHAPITRE I

METHODES EXPERIMENTALES UTILISEES

SOMMAIRE

I.1 - ALLIAGE UTILISE

- I.1.1 - Fonte de base
- I.1.2 - Traitement de sphéroïdisation
- I.1.3 - Prélèvement des échantillons.

I.2 - TRAITEMENTS THERMIQUES APPLIQUES

I.3 - DILATOMETRIE DE TREMPÉ

I.4 - TRAITEMENT DES ECHANTILLONS MASSIFS

I.5 - DILATOMETRIE DE REVENU

I.6 - MICROSCOPIE

- I.6.1 - Optique
- I.6.2 - Electronique à balayage

I.7 - DIFFRACTOMETRIE DES R.X.

I.8 - ANALYSE A LA MICROSONDE DE CASTAING

I.9 - ANALYSE D'IMAGE QUANTITATIVE

I.10 - PROFILOMETRIE

I.11 - ESSAIS DE DURETE

I.12 - MESURE D'AIMANTATION

I.13 - PESEE DES EPROUVETTES

I.14 - PRECISION DES RESULTATS

I.1 - ALLIAGE UTILISE

I.1.1 - Fonte de base

L'étude a été réalisée à partir d'un lot parfaitement identifié de fonte type industrielle, en l'occurrence, de la fonte neuve en provenance du haut fourneau. La fusion a été élaborée au moyen d'un four à induction à moyenne fréquence (2000 Hz), des ajouts d'aciers et de ferro-alliages ont permis d'atteindre l'analyse finale désirée.

I.1.2 - Traitement de sphéroïdisation

Le traitement de sphéroïdisation pratiqué sur la fonte liquide a été réalisé par la méthode "sandwich" à l'aide d'un alliage Fe-Si-Mg à 10 % de Mg. Le taux de magnésium résiduel recherché était situé entre 0,035 % et 0,05 %, le traitement d'inoculation a été réalisé par addition d'environ 0,2 % de Fe-Si à 75 % de silicium. Le taux de sphéroïdisation est de l'ordre de 80-85 %. L'analyse finale type est la suivante :

C %	Si %	Mn %	Mg %
3,4 - 3,6	2,45 - 2,60	0,09 - 0,16	0,036 - 0,051

Le choc thermique à la coulée a été évité grâce à la massivité des "keelblocks" utilisés. Comme nous l'avons représenté sur la **figure I.1**, les "keelblocks" permettent de piéger les défauts de solidification dans la partie la plus massive et on peut obtenir ainsi des éprouvettes saines et non trempées dans les barrettes. La température du liquidus étant fixée entre 1380 et 1400°C, les vitesses de solidification et de refroidissement ont ainsi toujours été identiques d'une coulée à l'autre.

I.1.3 - Prélèvement des échantillons

Les "keelblocks" ont été coulés en chute dans des moules en sable silico-argileux, le décochage a ensuite été effectué à température ambiante. Les éprouvettes "test" et "d'usure" ont été prélevées au centre des barrettes de façon symétrique afin d'éviter les défauts de peaux de pièces et obtenir ainsi une faible dispersion de taille de nodule (**figure I.1**).

Cette phase initiale est très importante, et, malgré les précautions de prélèvement, il est encore nécessaire de contrôler systématiquement l'état microstructural avant de se livrer à d'autres examens. De plus, le contrôle optique non destructif permet de dégager 2 facteurs importants :

- absence de microporosités d'origine diverses
- densité, répartition et forme des nodules de graphite.

Ce dernier point représente une sorte de carte d'identité de la fonte, car ces paramètres ne varient plus de façon notable au cours des traitements thermiques ultérieurs utilisés.

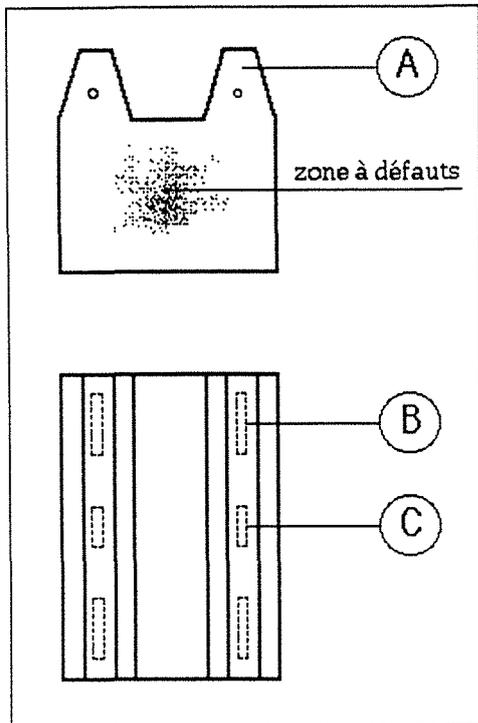


FIGURE I.1

Représentation du
keelblock 1/2 pouce,
25 mm d'épaisseur.

A : barrette

B : éprouvette d'usure

C : éprouvette test

I.2 - TRAITEMENTS THERMIQUES APPLIQUES

Les traitements thermiques permettant l'obtention d'une fonte G.S. bainitique non alliée de qualité ont été déterminés à partir des enregistrements effectués par dilatométrie en condition TTT ou TRC.

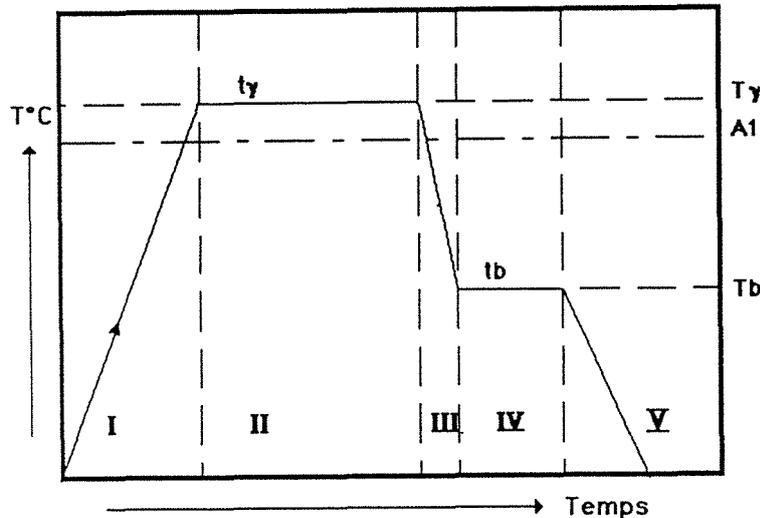


FIGURE I.2
Schématisation du cycle
de traitement bainitique

Ce traitement thermique type a été représenté sur la figure I.2 et il comporte les 5 phases suivantes :

- I. Montée en température jusqu'à T_y qui est la température d'austénitisation.
- II. Maintien à cette température pendant le temps nécessaire à l'austénitisation (t_y).
- III. Refroidissement rapide permettant de conserver la phase austénitique mère pendant la période d'incubation et éviter ainsi toute transformation préliminaire.
- IV. Maintien isotherme à la température T_b pendant un temps variable t_b permettant de contrôler la transformation bainitique.
- V. Refroidissement de l'échantillon jusqu'à la température ambiante.

Après ce cycle, la structure obtenue est donc constituée des produits de la réaction bainitique et éventuellement de ceux issus de la trempe d'arrêt (phase V). Le cycle thermique a été suivi par dilatométrie dans un four sous vide.

I.3 - DILATOMETRE DE TREMPE

Nous avons réalisé les traitements thermiques à l'aide d'un dilatomètre mis au point au laboratoire et décrit sur la figure I.3. On peut y contrôler les variations de longueur d'origine thermique et (ou) d'origine microstructurale et déduire les points de transformation au cours du chauffage, pendant le maintien bainitique et (ou) durant le refroidissement final d'arrêt.

De plus, la variation de volume liée à l'avancement de la réaction étant proportionnelle au taux de phase transformé, il est donc possible de déterminer la cinétique de transformation bainitique.

I.4 - TRAITEMENT DES ECHANTILLONS MASSIFS

Les traitements bainitiques mis en oeuvre et déterminés par dilatométrie pour des éprouvettes de faible massiveté (4 x 40 mm) ont été appliqués à des éprouvettes d'usure de plus forte massiveté (11 x 55 mm).

Nous avons traité les éprouvettes dans un four à lit fluidisé de particules d'alumine pour l'austénitisation et dans un four à bain de sels nitrates, nitrites pour le maintien isotherme bainitique.

Afin d'éviter une oxydation superficielle, le gaz porteur de particules était neutre. Seul le passage très bref dans l'atmosphère durant le transfert d'un four à un autre n'a pu être évité.

I.5 - DILATOMETRE DE REVENU

La dilatométrie différentielle est une méthode permettant de mettre facilement en évidence toutes les transformations survenant au cours du chauffage, mais elle peut également être utilisée durant le maintien isotherme.

Le dilatomètre qui a été utilisé est le dilatomètre Adamel "D.I. 24" assisté par un microprocesseur. Nous avons pu faire varier à souhait la dilatation d'un étalon fictif en fonction de l'alliage étudié.

I.6 - MICROSCOPIE

I.6.1 - Microscopie optique

L'examen micrographique des échantillons a été effectué après préparation de la surface par polissage mécanique au papier abrasif, suivi d'un polissage à la pâte de diamant, de façon à obtenir un poli spéculaire. Les différentes structures ont été révélées par attaque au nital à 4 % d'acide

nitrique ou au réactif de Klemm. Les observations ont été effectuées sur un microscope optique Olympus type "VANOX".

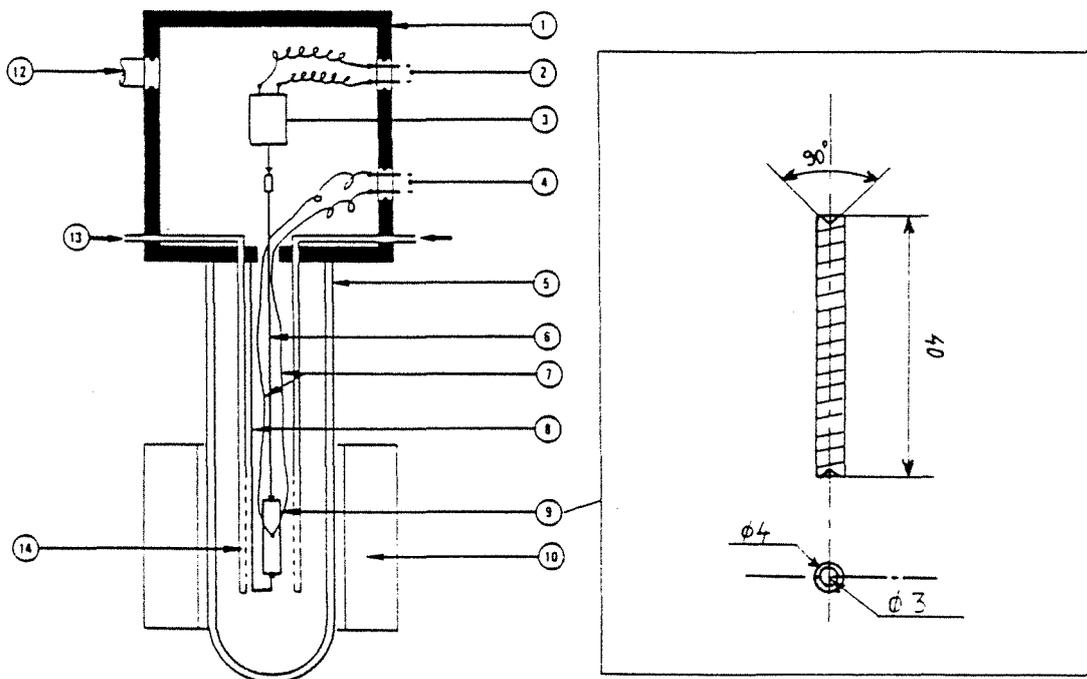


Figure I.3 - Représentation schématique du dilatomètre utilisé

- 1 - Enceinte dilatométrique
- 2 - Sortie du signal dilatation
- 3 - Capteur de dilatation
- 4 - Sortie du signal température
- 5 - Enceinte en silice
- 6 - Tige mobile (silice)
- 7 - Thermocouple
- 8 - Etrier fixe (silice)
- 9 - Eprouvette
- 10 - Four à lampe
- 12 - Vers pompe à vide
- 13 - Entrée gaz refroidissement
- 14 - Rampe de soufflage.

I.6.2 - Microscopie électronique à balayage

L'appareil utilisé est le "SEM 500". Après nettoyage aux ultra-sons, les faciès d'usure présentent suffisamment de relief et se prêtent parfaitement à l'analyse topographique. De plus, nous avons procédé à une attaque chimique au nital de la face usée afin de révéler la microstructure avant ou après essais d'usure de l'échantillon.

- Avant usure, la structure a été étudiée après poli spéculaire au 3 μm ou après polissage électrolytique en cellule.

- Après essai d'usure on a simplement procédé à un nettoyage de la surface par ultra-sons.

I.7 - DIFFRACTOMETRIE DES RAYONS X

Après traitement thermique bainitique et après les tests d'usure, nous avons eu recours à la détermination de phases en présence par diffraction des rayons X. Les diagrammes de diffraction ont été enregistrés à l'aide d'un goniomètre à compteur Siemens type "D 500" piloté par un ordinateur PDP 11/23. Il utilise une source de rayons "X" $\text{K}\alpha_1$ du cobalt de longueur d'onde

1,788 Å. Le détecteur est de type à localisation linéaire Elphyse. Après diffraction en réflexion sur les échantillons massifs, il a été possible de calculer le degré éventuel d'enrichissement en carbone de l'austénite et d'observer aussi la disparition ou l'apparition de phases après traitement bainitique et (ou) après le test d'usure.

I.8 - ANALYSE A LA MICROSONDE DE CASTAING

Le balayage linéaire, l'analyse ponctuelle, l'imagerie en R.X., en électrons secondaires et en électrons rétrodiffusés ont été utilisés. Ces moyens nous ont permis de mettre en évidence l'allure des profils de concentration des principaux éléments d'alliage. Ils nous ont également renseigné sur la nature des couches superficielles de l'échantillon restées en contact avec l'abrasif pendant l'usure.

I.9 - ANALYSE D'IMAGE QUANTITATIVE

Nous avons fréquemment eu recours à la micrographie quantitative même si cela nécessite une préparation des matériaux qui soit la plus parfaite possible. Cette méthode est indispensable lorsqu'il s'agit de quantifier les taux de martensite, de ferrite et d'austénite.

Par exemple, la teneur de la phase austénitique n'ayant pu être quantifiée par analyse diffractométrique aux R.X., nous avons eu recours à l'analyse d'image.

I.10 - PROFILOMETRIE

La rugosimétrie tridimensionnelle par palpement mécanique est une technique quelquefois négligée en analyse d'usure. Le principe du rugosimètre à palpeur mécanique est celui d'une tête de lecture de tourne disque : une pointe en diamant, de forme généralement conique palpe une surface à analyser suivant une ligne et traduit ses oscillations verticales par un signal électrique. Le profil de la surface apparaît donc comme reconstituée et les données verticales relatives à des points régulièrement espacés sont stockées et analysées.

L'étude de l'évolution de la microgéométrie de la surface d'un échantillon ayant subi l'usure ne suffit pas pour comprendre l'essentiel des mécanismes d'usure mis en jeu. Il faut compléter cette méthode d'analyse par d'autres méthodes telles que la microscopie électronique à balayage et la microsonde électronique de Castaing.

Une méthode de relocalisation a permis d'étudier l'évolution des profils d'une phase à l'autre, en se plaçant rigoureusement avant et après au même endroit avec une précision de $\pm 1,5 \mu\text{m}$. L'utilisation d'empreintes de microdureté préalablement effectuées servant de repères ont permis cette précision.

I.11 - ESSAIS DE DURETE

Les duretés relevées étaient de type Vickers 300 N et les microduretés de type Vickers 3 et 2 N.

Les différents produits de la transformation bainitique constituant un agrégat assez fin, les filiations de microduretés menées tant sous la surface d'usure après section de l'échantillon que sur la coupe transversale nécessitent environ 30 mesures. Bien que ce type d'essai ne soit pas en corrélation étroite avec la résistance à l'usure, il renseigne néanmoins sur la présence d'éventuelles transformations structurales intervenant en cours d'usure.

I.12 - MESURES D'AIMANTATION

Les mesures d'aimantation spécifique à saturation σ_s (Tesla.m³.Kg⁻¹) furent effectuées à l'aide d'un appareil commercialisé par Welding Society sous le nom "Magne Gage".

Bien évidemment, l'application aux structures bainitiques est intéressante car le partage entre phases ferromagnétiques et paramagnétiques permet de déterminer l'avancement de la transformation. De plus, les évolutions des caractéristiques magnétiques ont pu être reliées aux résultats d'analyses quantitatives de l'austénite.

I.13- PESEES DES EPROUVETTES

Cette méthode a permis de mesurer la cinétique d'usure. Les essais d'usure étaient interrompus à des intervalles de temps déterminés et un double nettoyage aux ultra-sons et à l'acétone suivi d'un séchage a permis d'éliminer totalement les débris d'usure évitant ainsi toute source d'erreur de la mesure. Les éprouvettes ont été pesées à l'aide d'une balance à fléau asymétrique constituée de deux couteaux avec une précision de l'ordre de 5.10^{-5} g.

I.14 - PRECISION DES RESULTATS

Lorsque les barres d'erreurs ne sont pas représentées sur une figure, la dimension des signes ou symboles sont du même ordre de grandeur que la barre d'erreur.

CHAPITRE II

**CHOIX DE LA FONTE G.S. ET TYPES DE TRAITEMENTS
BAINITIQUES UTILISES**

SOMMAIRE

1 - TRAITEMENT THERMIQUE BAINITIQUE

I - Cas d'un alliage homogène Fe-C-Si

II - Cas d'un alliage hétérogène Fe-C-Si : exemple de la fonte G.S. non alliée

II.1 - Hétérogénéité de la composition chimique des fontes G.S

II.1.1 - Influence de l'hétérogénéité des fontes G.S. sur les courbes TTT et TRC

II.2 - Transformation bainitique des fontes G.S. non alliées

II.2.1 - Choix des paramètres de traitement bainitique

II.2.1.1 - Traitement d'austénitisation

II.2.1.2 - Trempe bainitique

II.2.1.3 - Maintien isotherme bainitique

II.3 - Particularités de la transformation bainitique des fontes G.S. résultant des hétérogénéités chimiques

II.3.1 - Taux de phase γ non transformée

II.3.2 - Zone III vierge de martensite après traitement thermique bainitique

II.3.3 - Influence de la taille de cellules sur les retards de transformation entre première et deuxième étape bainitique

II.3.4 - Définitions des fins de première étape apparentes et réelles

II.4 - Principales caractéristiques d'une fonte G.S. non alliée traitée par trempe étagée à 380°C

2 - CAPACITE DE TRANSFORMATION DE L'AUSTENITE POST-BAINITIQUE

I - Localisation de l'austénite

II - Transformation martensitique de l'austénite post-bainitique

II.1 - Transformation isotherme à 20°C

II.2 - Transformation anisotherme

II.3 - Transformation en cours d'usure

CONCLUSION.

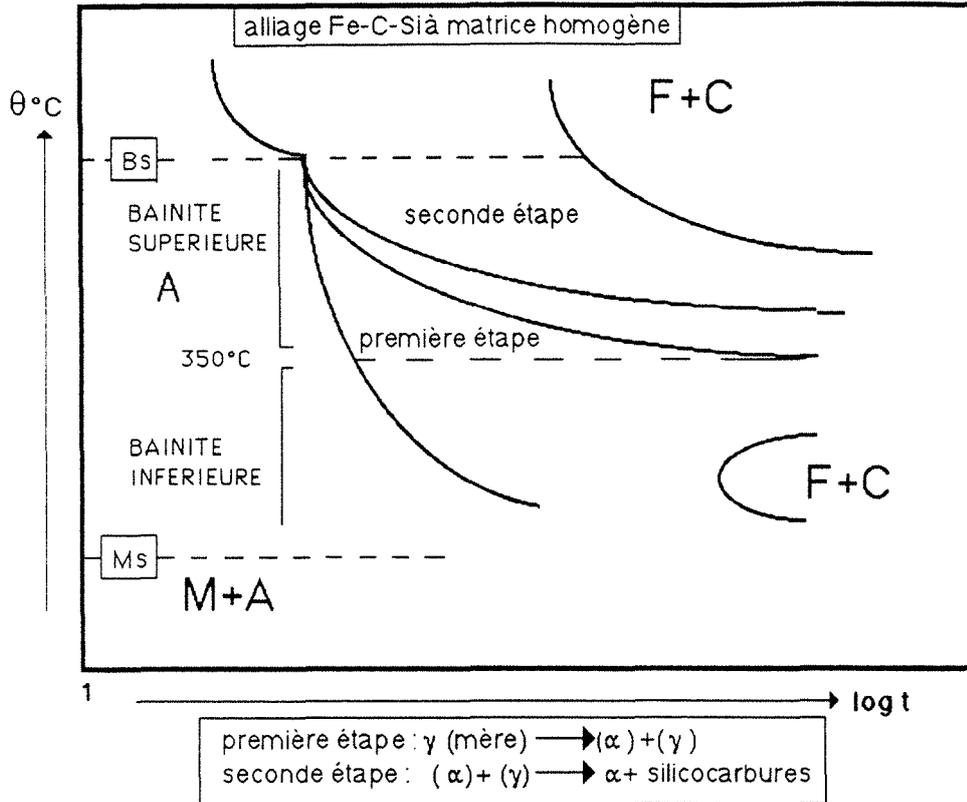


FIGURE II.1
Schématisation des différents types de bainite et des diverses réactions

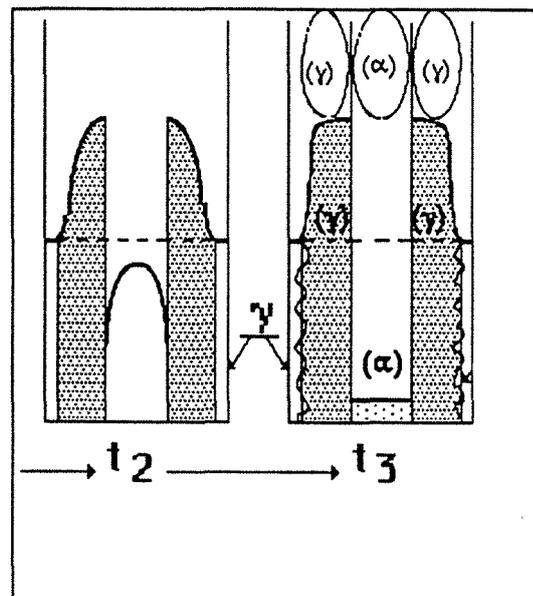
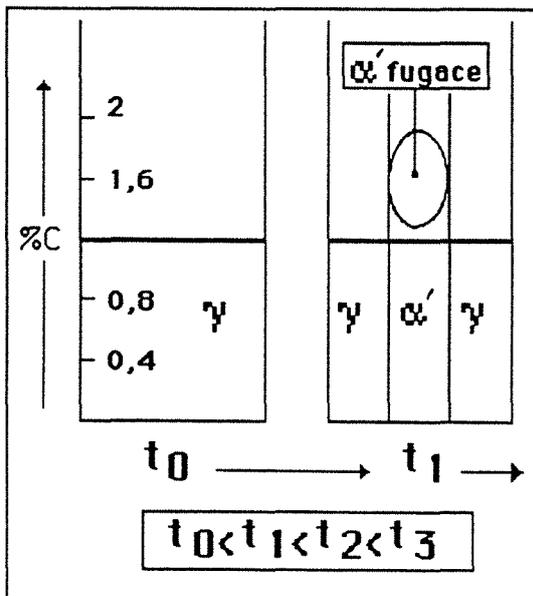


FIGURE II.2 Evaluation schématique de la transformation bainitique et variation schématique du taux de carbone dans les différentes phases au cours de la première étape

FIGURE II.3

D'après [1].

CHAPITRE II

1 - TRAITEMENT THERMIQUE BAINITIQUE

I - CAS D'UN ALLIAGE HOMOGENE Fe-C-Si

La transformation bainitique n'est pas spécifique des alliages ferreux, on la rencontre dans de nombreux autres alliages. Cependant, c'est dans le cas des aciers qu'elle a été le plus étudiée (1). La transformation bainitique des aciers est un problème très complexe qui fait intervenir simultanément, une redistribution du carbone entre la ferrite et l'austénite, une précipitation de carbures stables ou métastables, le tout associé à un phénomène de relaxation de contraintes.

La transformation bainitique se situe dans une position très particulière car elle met en oeuvre à la fois un mécanisme de cisaillement et un mécanisme de diffusion.

La bainite se forme dans un domaine de température situé entre celui de la perlite et celui de la martensite. Dans le cas des aciers, on distingue habituellement deux types de bainite : la bainite supérieure et la bainite inférieure (figure II.1).

Pour des teneurs en carbone supérieures à la valeur eutectoïde, la température de transition entre bainite supérieure et bainite inférieure est pratiquement insensible à la teneur en carbone de l'alliage et se situe aux environs de 350°C.

- En fin de réaction, la bainite supérieure obtenue entre 350°C et 420°C est constituée d'un agrégat ferrite + carbures. Ces carbures sont situés aux interfaces entre les lattes de ferrite et la densité de précipitation s'accroît si la température baisse.

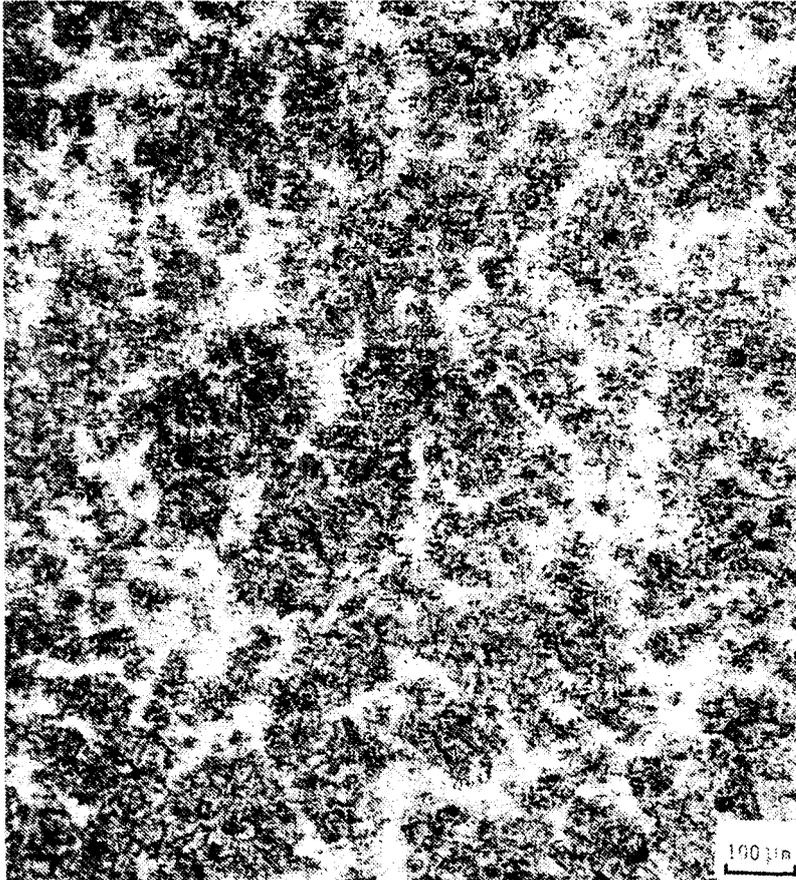
- La bainite inférieure est constituée de plaquettes de ferrite à l'intérieur desquelles la précipitation de carbure est alignée dans une direction formant un certain angle avec l'axe longitudinal de la plaquette. Naturellement, à ces basses températures de formation la précipitation de carbures a de plus en plus de difficultés à s'amorcer.

Le traitement bainitique de type supérieur entraîne l'apparition d'une nouvelle austénite associée à de la ferrite. Cette nouvelle austénite est enrichie en carbone à un taux de l'ordre de 2 % et est stable à la température ambiante. L'ensemble est dénué de toute autre phase.

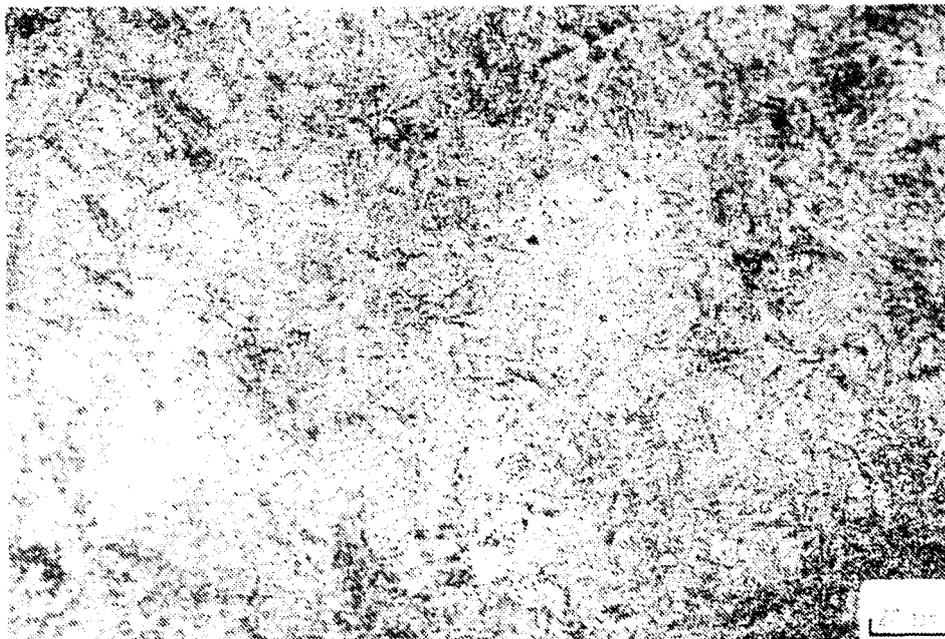
Entre 350°C et 420°C, la transformation qui est du type "bainite supérieure" s'effectue en deux étapes distinctes qui sont :

Réaction 1 : γ mère \rightarrow (α) + (γ) (1ère étape)

Réaction 2 : (α) + (γ) \rightarrow α + silicocarbures (2ème étape)



Micrographie 1



Micrographie 2

FIGURE II.4

Agrégat de ferrite et de silicocarbures dans la structure obtenue après 72 heures de maintien à 380°C (NITAL - 4 %)

γ mère = phase austénitique de haute température (γ) = phase austénitique enrichie en carbone (α) = phase ferritique sursaturée α = phase ferritique d'équilibre.
--

Au cours de la première étape, il apparaît d'abord une transformation martensitique donnant une martensite fugace permettant de passer d'un réseau C.F.C à un réseau Q-C par application initiale de la distorsion de Bain (figure II.2).

Les relations d'orientation entre la phase α' fugace et l'austénite sont alors du type WASSERMANN-NISHIYAMA : $(111)\gamma // (011)\alpha'$ (2).

A la suite de ce cisaillement de type martensitique, il y a diffusion du carbone dans l'austénite proche ; celle-ci conduit à une structure ferrite + austénite enrichie (figure II.3). La diffusion en carbone ne modifie pas les relations d'orientation existant entre la ferrite et la phase mère γ en voie d'enrichissement.

A l'issue de la première étape, la ferrite forme un réseau de type widmanstätten qui est constitué de chapelets résultant de l'alignement de sous-unités lenticulaires.

La taille des sous-structures bainitiques reste limitée par les contraintes accumulées dans la phase mère, la croissance pourra se poursuivre par relaxation de ces contraintes.

A ce stade de la transformation bainitique, de part son action de type "retardateur", le silicium a inhibé la formation de carbures mais à partir d'un temps Δt_i qui est fonction de la température de maintien, son action diminue et la deuxième étape de la transformation bainitique commence. L'austénite qui est enrichie à près de 2 % de carbone se décompose par précipitation de carbures ou plus précisément de silicocarbures (1). Le degré d'enrichissement en carbone de l'austénite résiduelle ne varie pas.

Cette seconde phase qui est associée à la formation de carbures se traduit par une légère contraction. La décomposition de l'austénite enrichie commence à l'interface $(\alpha) - (\gamma)$ puis elle progresse vers le centre des plages d'austénite enrichie, jusqu'à ce que l'austénite enrichie disparaisse complètement. A la fin de la deuxième étape, la microstructure sera composée de ferrite et de précipités très fins. La morphologie de ces précipités ne peut d'ailleurs être déterminée que par l'observation de lames minces par microscopie électronique.

En fin de réaction de seconde étape, et après attaque au nital, l'observation par microscopie optique révèle un agrégat sombre qui est constitué de ferrite et de carbures (figure II.4).

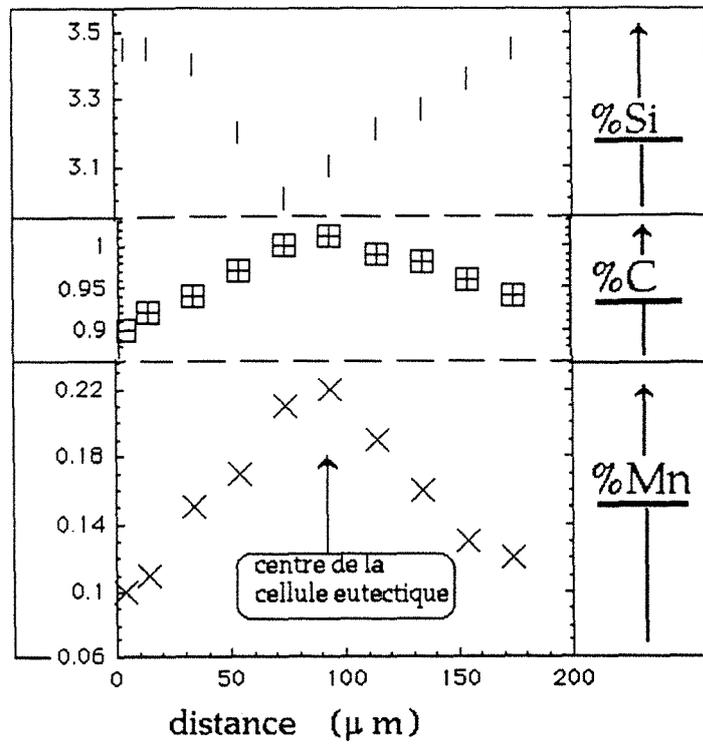


FIGURE II.5

Analyse à la microsonde électronique de la répartition des teneurs en carbone, manganèse et silicium entre deux nodules de graphite.

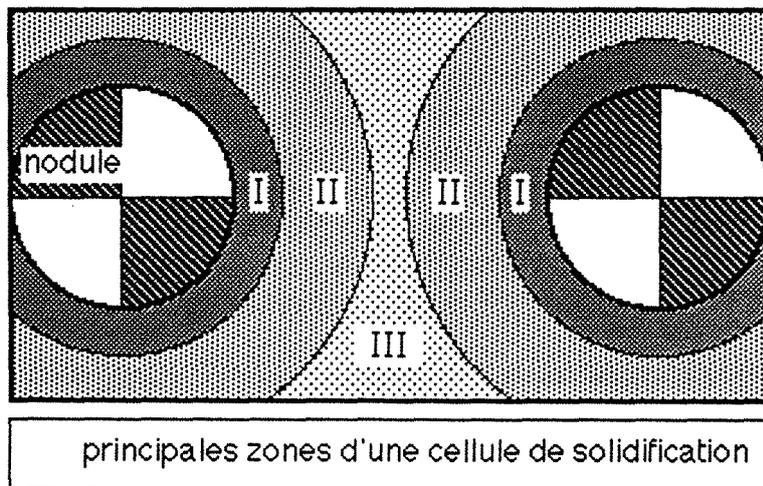


FIGURE II.6

Répartition surfacique "idéale" des zones I, II et III entre deux nodules de graphite

II - CAS D'UN ALLIAGE HETEROGENE Fe-C-Si : EXEMPLE DE LA FONTE G.S. NON ALLIEE

II.1 - HETEROGENEITE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE DES FONTES G.S.

Lors du refroidissement du métal liquide autour des nodules de graphite, il s'opère une répartition des éléments d'alliages. Les sphéroïdes de graphite s'entourent d'une gaine d'austénite et croissent par migration des atomes de carbone provenant du métal liquide, à travers cette couche périphérique.

Les éléments substitutionnels tels que le Silicium et le manganèse subissent quant à eux un phénomène de partition au sein de cette couche périphérique.

Après solidification et trempe depuis l'état austénitique, la répartition des éléments d'alliage est celle qui est représentée sur la (figure II.5). L'étude de la répartition des divers éléments au sein d'une cellule de solidification permet de distinguer trois zones (figure II.6).

- La zone I, située près du graphite, est celle qui contient le plus de silicium et le moins de carbone.
- La zone II est la zone intermédiaire représentative de la plus grande partie de la matrice.
- La zone III, qui est située au niveau du joint de cellule de solidification, est celle qui est la plus pauvre en silicium mais la plus riche en carbone et en manganèse.

C'est à l'intérieur de la zone II que le gradient des divers éléments évolue le moins. La zone la plus étendue est la zone II, mais nous verrons que la zone III plus restreinte est parfois le siège de transformations lourdes de conséquence. L'aspect bien connu de la ferrite autour des nodules et de la perlite au joint de la cellule de solidification est en relation directe avec la ségrégation des éléments substitutionnels tels que le silicium et le manganèse qui influencent par ailleurs le degré de trempabilité locale.

Au cours d'une austénitisation, ces ségrégations ne disparaissent pas totalement et différentes études ont montré que leurs atténuations étaient lentes.

La (figure II.7) illustre l'aspect classique d'une fonte G.S. non alliée à l'état brut de coulée. Il est évident que les éléments interstitiels tels que le carbone continuent de diffuser au cours du refroidissement dans l'état solide, surtout lors de la transformation eutectoïde stable ou métastable. L'hétérogénéité en carbone et en silicium de l'austénite favorisera l'apparition de ferrite autour des nodules là où le taux de silicium est le plus élevé et de perlite au niveau du joint de cellule, là où le taux de manganèse augmente.



FIGURE II.7

Aspect d'une fonte G.S. de base non alliée à l'état brut de coulée (NITAL - 4 %)

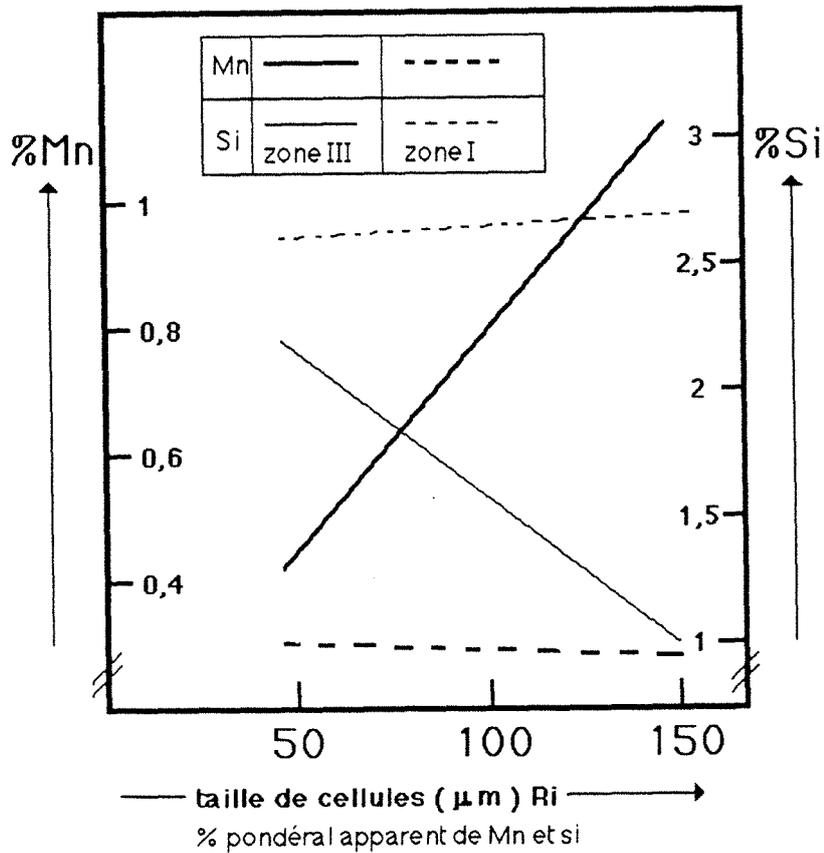


FIGURE II.8

Evolution des teneurs apparentes (poids) de manganèse et de silicium dans les zones I et II en fonction de la taille des cellules de solidification

D'autre part, les travaux antérieurs ont mis l'accent sur la relation qui existe entre la taille de cellule et le niveau de ségrégation. Plus la taille des cellules est importante, plus le taux des éléments ségrégés en zone III sera élevé, cela est particulièrement net dans le cas du manganèse.

II.1.1 - Influence de l'hétérogénéité des fontes G.S. sur les courbes TTT et TRC

Après austénitisation, l'hétérogénéité de la phase austénitique-mère de la fonte G.S. (phase de haute température) entraîne la création d'une famille de courbes TTT et TRC représentatives des diverses zones I, II et III.

Le paramètre "taille de cellule" joue ici un rôle non négligeable puisqu'il accentue les écarts entre les familles de courbes.

Rappelons que pour des conditions d'élaboration identiques, l'augmentation de la vitesse de refroidissement en cas de solidification, accroît la surfusion associée au palier eutectique et augmente le nombre de cellules eutectiques et ou de nodules de graphite dans le produit entièrement solidifié.

Ces caractéristiques mettent en évidence l'étroite relation qui existe entre la germination et la croissance des entités eutectiques lors de la solidification des fontes. Cette relation définit la microstructure finale du produit entièrement solide (3).

Lorsque les cellules de solidification sont de taille très différente, la variation de concentration en carbone associée à celle du silicium entraîne un décalage très net entre les courbes TTT représentatives de chaque zone, comme par exemple les zones I et III.

Des relevés des taux de silicium et de manganèse dans les zones proches et éloignées des nodules et dans des massives différentes montrent clairement l'influence de la taille de cellule (figure II.8).

A partir de ces écarts de composition, on conçoit aisément l'existence de plusieurs lois critiques perlitiques et bainitiques telle qu'elle sont définies sur la (figure II.9) (4).

En zone I, le temps d'incubation des transformations perlitique et bainitique est diminué alors qu'en zone III les éléments ségrégés entraînent une germination plus tardive.

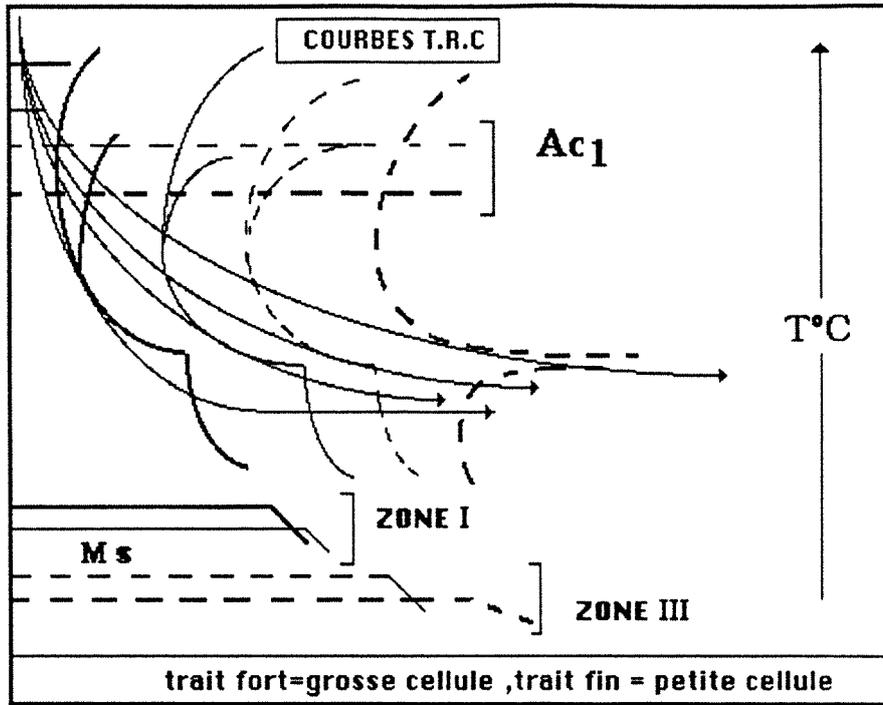


FIGURE II.9

Courbes T.R.C. d'une fonte G.S. non alliée et schématisation de différentes "lois de refroidissement".

D'après [4].

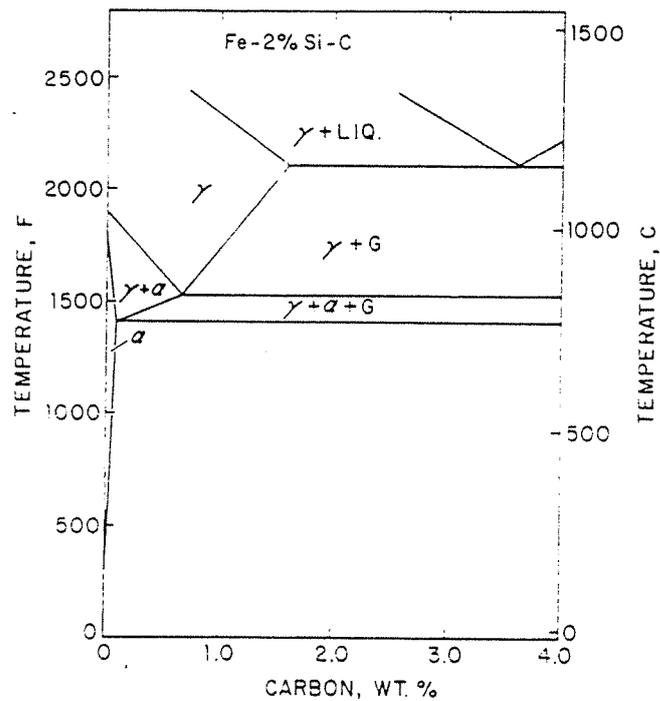


FIGURE II.10

Représentation schématique du diagramme pseudo-binaire Fe-C-% 2 Si.

D'après [5]

II.2 - TRANSFORMATION BAINITIQUE DES FONTES G.S. NON ALLIEES

II.2.1 - Choix des paramètres de traitement bainitique

II.2.1.1 - Traitement d'austénitisation

Ce traitement initial est primordial car il représente une étape obligatoire avant toute transformation bainitique. D'après le diagramme pseudo-binaire Fe-C-Si (5) représenté sur la (figure II.10), la température de 930°C représente une température d'austénitisation qui peut être appliquée industriellement. Des températures supérieures pourraient peut-être entraîner un pseudo-grossissement de grain γ et des températures plus basses, une limitation de la saturation de carbone en insertion dans l'austénite.

De façon à assurer une bonne reproductibilité de l'ensemble de notre étude, la vitesse de chauffe à 930°C a été fixée à 5°C/s. La durée d'austénitisation a été fixée à 30 minutes à 930°C d'autant plus que cela est également comparable à des cycles de type industriel relativement économiques.

L'essentiel est néanmoins d'obtenir une matrice saturée en carbone afin de favoriser la trempabilité optimale à l'austénite (6). Il faut cependant rappeler la valeur du terme "homogénéisation" dans une fonte G.S. Des études antérieures ont montré que l'atténuation des ségrégations était lente, et même un maintien de 4 h ou plus ne suffisait pas à rendre homogène la matrice austénitique des fontes G.S. Cela est dû à l'écart de concentration en silicium au sein de la cellule de solidification (6).

De ce fait, il est impossible d'homogénéiser réellement une fonte G.S. puisqu'à un profil de ségrégation donné, correspond un équilibre local "C-Xi" induit par les effets synergiques des divers éléments d'alliage (4).

II.2.1.2 - "Trempe" bainitique

Rappelons que mis à part les éléments d'alliages tels que le manganèse, le molybdène et d'autres éléments retardant la transformation, les principaux facteurs de trempabilité sont la température initiale de l'échantillon, la température de trempe, la nature et les mouvements du liquide de trempe, et la massivité de l'échantillon trempé.

Les résultats des différents essais effectués sur les échantillons de plus forte massivité (soit 12 mm de diamètre et 60 mm de long) aux températures de trempe bainitique les plus défavorables, c'est à dire à 400°C et sans brassage du bain de sel, prouvent que le "nez" de la perlite est évité et qu'aucun constituant de réaction eutectoïde ne s'est formé au bord comme au centre de l'échantillon.

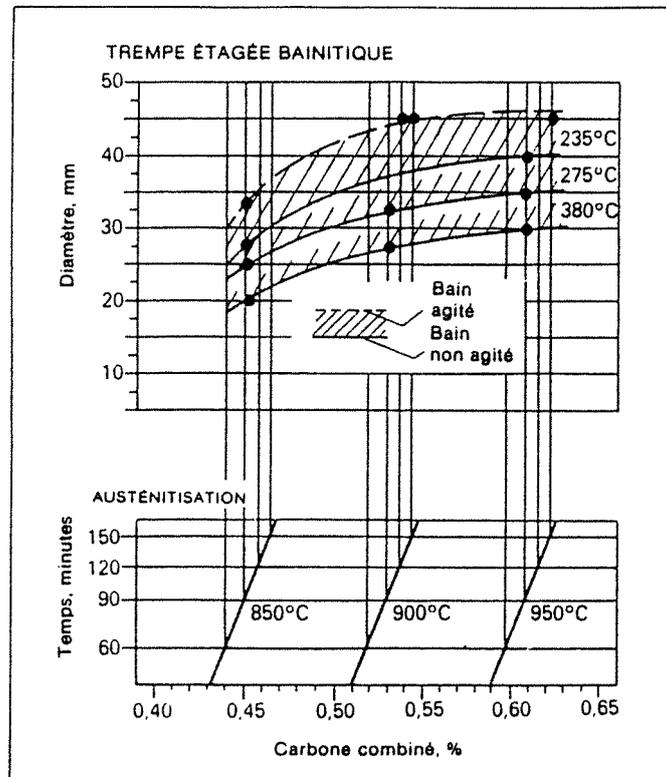


FIGURE II.11

Taille limite des sections permettant la trempe à coeur en bain de sel d'une fonte G.S. ferritique non alliée contenant 0,45 % Mn, en fonction des conditions d'austénitisation et de la température de transformation (éprouvettes cylindriques de longueur = 2,5 x diamètre).

D'après [7]

En cela, nous rejoignons les résultats de K. HORNING et W. HAUKE (7) concernant les dimensions limites des sections permettant la trempe à coeur en bain de sel d'une fonte G.S. ferritique non alliée.

La (figure II.11) illustre la confortable tolérance obtenue si, d'une part, la température de maintien est à 380°C et si d'autre part, la température d'austénitisation est de 930°C, à noter toutefois que le taux de 0,45 % de manganèse utilisé était légèrement supérieur à celui de notre alliage.

Durant cette phase obtenue par soufflage d'air comprimé, depuis la température d'austénitisation ou par immersion en bain de sels nitrates-nitrites jusqu'à la température du palier de maintien isotherme, nous avons dû veiller à ce qu'aucune transformation ne puisse se produire.

II.2.1.3 - Maintien isotherme bainitique

En début de transformation, la formation de ferrite (α) provoque l'enrichissement en carbone d'une partie de l'austénite γ et entraîne une expansion volumique ainsi qu'une diminution de dureté Hv, liée à la chute du taux de martensite après retour à l'ambiante.

Contrairement à ce que l'on observe après traitement bainitique d'un acier corroyé (1), dans une fonte G.S., lorsque le maximum de dilatation est atteint, la formation de ferrite (α) n'est pas terminée : cependant l'enrichissement en carbone de l'austénite (γ) est à son taux maximal (1,9 à 2 % C) avec $a_\gamma = 3,63 \text{ \AA}$ et les duretés ont alors atteint leur valeur les plus faibles.

En zone III, la réaction se poursuit et la formation de phase (α) dans cette zone s'accompagne d'une réduction des taux locaux de phase austénitique (γ) et martensitique α' d'une augmentation de la valeur de σ_s , et de la valeur Hv30. Il y a donc un décalage entre cette fin de réaction apparente (dureté minimale) et fin de réaction réelle (présence unique d'austénite de type (γ) et de ferrite (α)).

En ce qui concerne la température de transformation bainitique supérieure, que nous avons fixée à 380°C, le décalage entre ces deux temps de réaction est fonction de la nature et des taux des éléments d'alliage.

II.3 - PARTICULARITES DE LA TRANSFORMATION BAINITIQUE DES FONTES G.S. RESULTANT DES HETEROGENEITES CHIMIQUES

Puisqu'il y a ségrégation d'éléments au sein de la cellule, nous avons vu que l'existence des zones I, II et III pouvait décaler les débuts de transformation locales de type perlitique et bainitique.

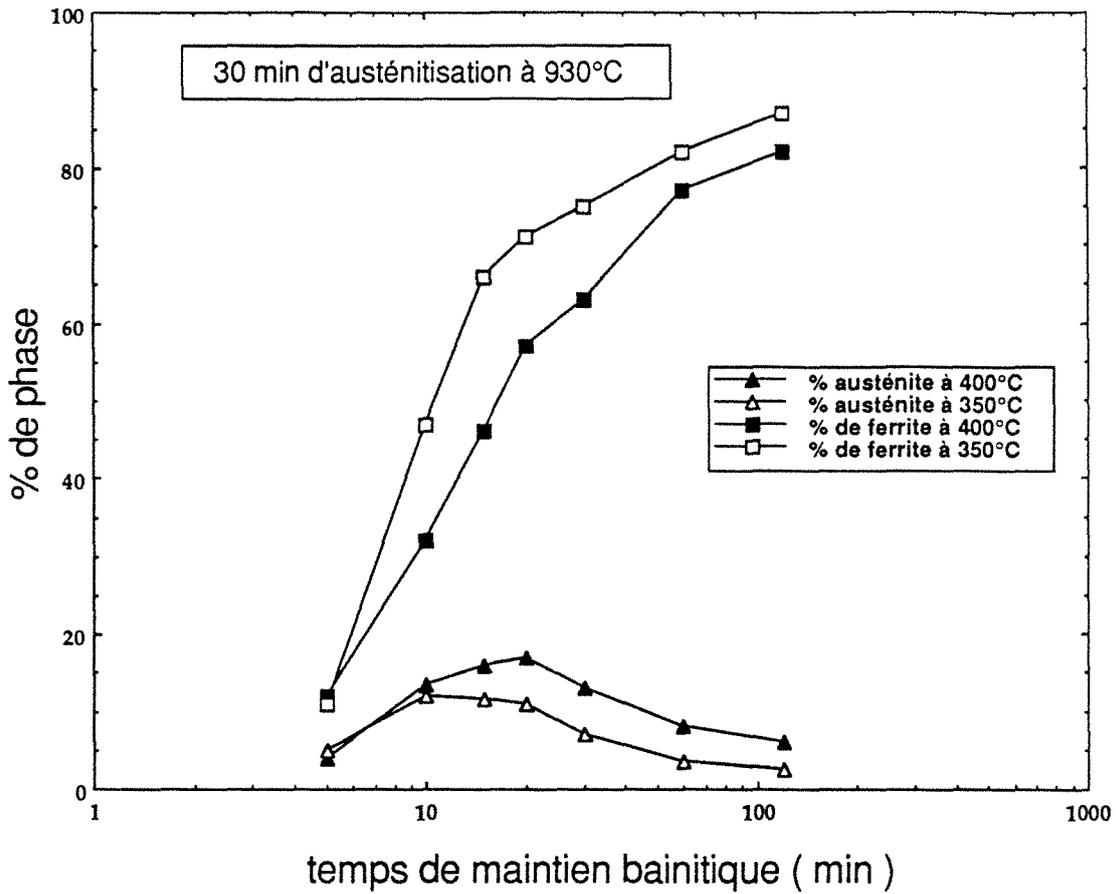


FIGURE II.12

Influence de la température de maintien bainitique sur le taux des phases austénitiques et ferritiques (fonte G.S. non alliée)

D'après [4].

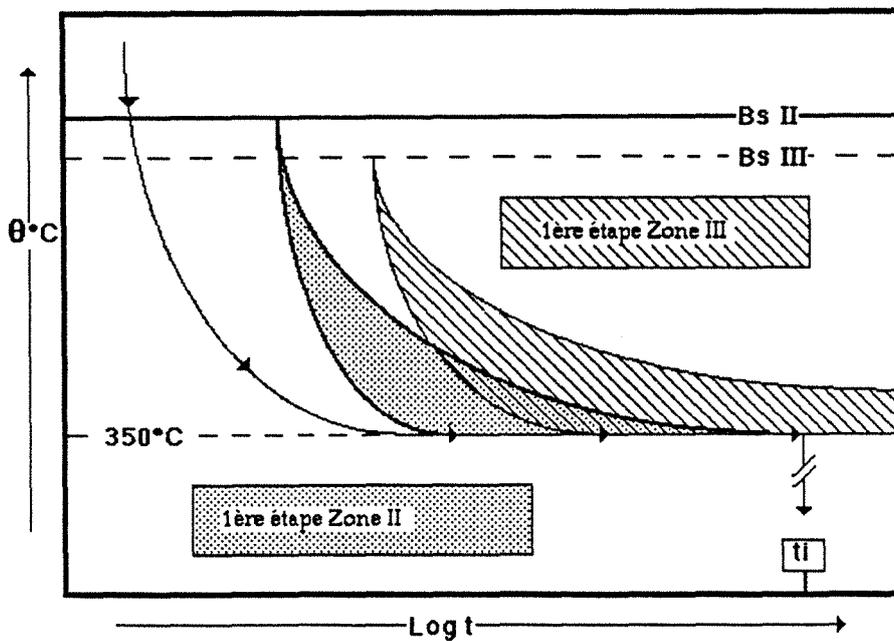


FIGURE II.13

Séparation en temps et en température des courbes TTT induites par les ségrégations.



FIGURE II.14

Aspect micrographique obtenu après refroidissement à l'ambiante alors que la fin de 1ère étape en zone III n'est pas effective.

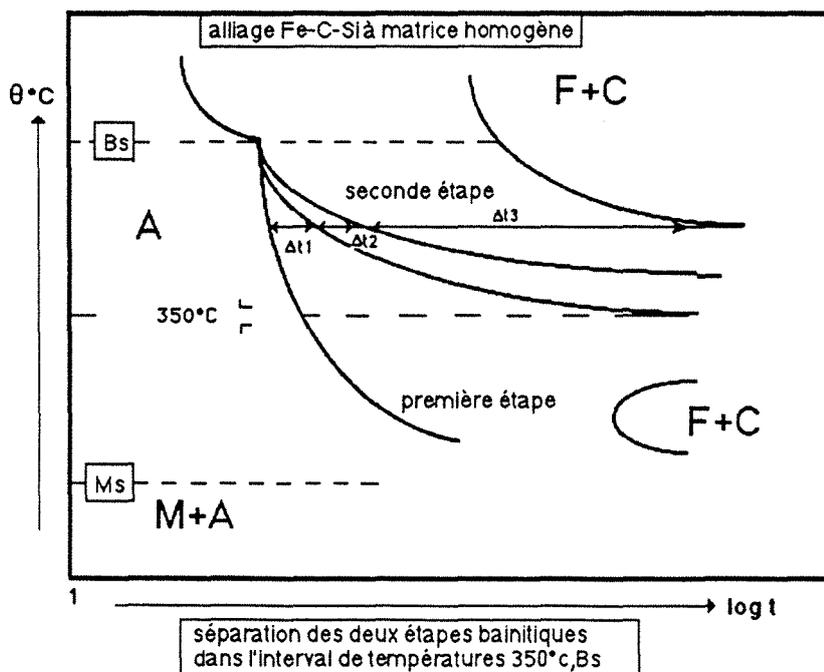


FIGURE II.15

Influence de la température sur l'écart Δt_2 séparant la première de la seconde étape.

D'après [8]

II.3.1 - Taux de phase γ non transformée

C'est au cours de la première étape que l'austénite s'enrichit en carbone. Cet enrichissement se traduit par un abaissement des points de début de transformation martensitique M_s , lors du retour à l'ambiante, un maximum d'austénite non transformée correspondra à la fin de 1ère étape. En fait, la fin de 1ère étape concerne surtout la zone II qui dans une première approximation représente l'essentiel de la matrice mais cela ne représente pas, on l'a précisé, la zone III.

A 380°C, l'austénite a la possibilité de s'enrichir suffisamment pour que la majorité des points M_s des différentes zones I, II et III se situent à des températures inférieures à l'ambiante.

La (figure II.12) représente les taux d'austénite non transformée à l'ambiante après revenu à 200°C. On constate que c'est à 400°C que le degré d'enrichissement est le plus important, et, si seul le critère "taux d'austénite" importait, c'est à cette température que nous effectuerions notre traitement. (4).

II.3.2 - Zone III vierge de martensite après traitement thermique bainitique

La (figure II.13) montre la séparation des courbes TTT (au niveau bainitique) induite par les ségrégations. Cette diversification des réactions bainitiques de 1ère étape en temps comme en température n'est pas sans conséquences. La majeure partie de la matrice étant constituée par la zone II, la fin de 1ère étape ne peut être qu'apparente puisqu'elle ne prend pas en compte la zone III.

L'incidence de ces décalages est parfois mise en évidence assez facilement par microscopie optique. La (figure II.14) est le résultat d'un traitement bainitique stoppé alors que la fin de 1ère étape en zone III n'est pas effective. Ainsi l'austénite de la zone III qui est insuffisamment enrichie et dont la température M_s est encore supérieure à 20°C s'est transformée partiellement en martensite.

Il n'est possible d'éviter la formation de cette martensite fragilisante qu'en augmentant considérablement le temps de maintien, mais cela devient plus coûteux. Il faut donc attendre la fin de première étape en zone III sans débiter la seconde étape en zone II et I. Ceci nécessite un Δt_1 noté Δt_2 important séparant la 1ère étape de la 2ème étape en zone II (figure II.15) (8).

II.3.3 - Influence de la taille de cellule sur les retards de transformation entre première et deuxième étape bainitique

Si les conditions de solidification (type de moule...) ou la massivité de la pièce varient, le fait le plus important qui en résulte sera la différence des niveaux de ségrégation de répartition des éléments d'alliage.

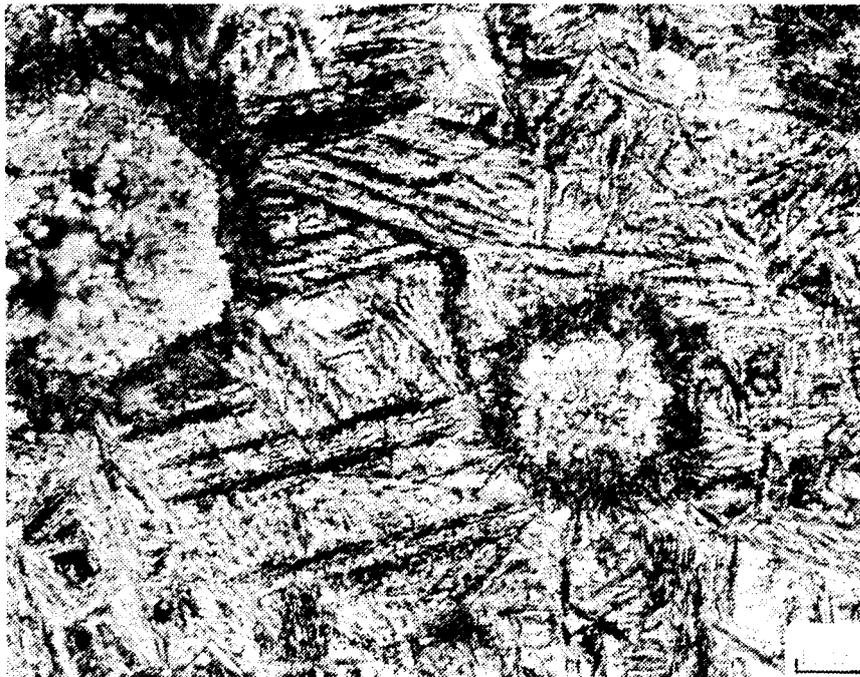


FIGURE II.16

Aspect de la zone I dont la transformation en ferrite et silicocarbures est très avancée par rapport à celle des zones II et III.

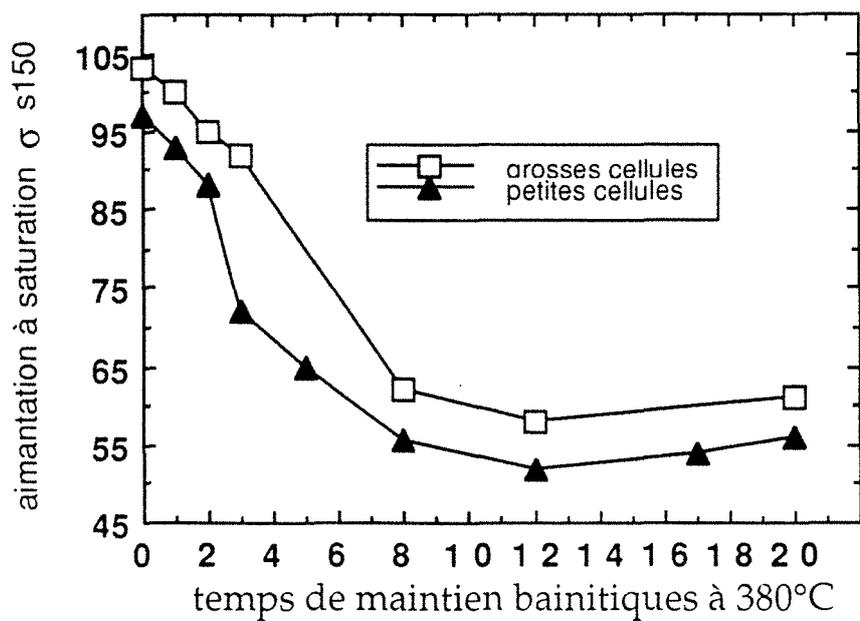


FIGURE II.17

Décalage de transformation relevé par mesures d'aimantation entre les grosses et les petites cellules d'une fonte G.S. non alliée

Comme nous l'avons déjà vu, les taux de Si et Mn relevés dans les zones proches et éloignées des nodules dans des cellules situées dans des pièces de massivité différente, montrent clairement l'influence de la taille de ces cellules (**figure II.8**).

Ce phénomène va donc amplifier les décalages locaux propre à un seul type de cellule présentant une taille bien définie.

Au sein de grosses cellules, les écarts de concentration sont très importants et cela va se traduire par un écart entre le début de première étape des zones I et III très important.

Les éléments ségrégués en zone III sont alors assez influents pour entraîner une germination plus tardive et donc un temps d'incubation assez long. De ce fait, la trempabilité du joint de cellule en zone III sera d'autant plus élevée que la taille de cellule sera importante. Par contre, en zone I, on observera plutôt le contraire.

Après austénitisation à 930°C suivi d'un maintien bainitique à 350°C, pendant 40 minutes, une fonte G.S. à grosses cellules présente des écarts d'avancement de réaction assez considérables entre la zone I et les zones II et III.

La (**figure II.16**) montre d'ailleurs que la zone I est composée de ferrite et de silicocarbures donc que la deuxième étape a débuté alors qu'en zone II et surtout en zone III, cette deuxième étape n'a même pas été enclenchée.

Des relevés d'aimantation spécifique à saturation permettent de constater un retard de la cinétique de la transformation globale au cours de la première étape des grosses cellules par rapport à celles observables dans les petites cellules (**figure II.17**). Dans le cas de grosses cellules et pour un temps de réaction bainitique donné, la quantité d'austénite enrichie (γ) est plus faible que celle observée dans le cas de plus petites cellules.

Le taux d'austénite enrichie (γ) relevé à 20°C en fin de première étape apparente (taux d'austénite maximum) diminue si la taille de cellule augmente. Ceci entraîne d'ailleurs une augmentation de σ_s si l'épaisseur d'une paroi de fonte augmente (**figure II.18**). L'enrichissement en carbone de l'austénite au cours de la réaction de première étape est plus faible lorsque la taille de cellule augmente. L'espace libre situé entre les lamelles de ferrite, et occupé par l'austénite, augmente également.

Cette dernière remarque peut entraîner un état de contrainte de l'austénite différent. La quantité d'austénite se transformant en martensite, suite à une trempe et maintien de 2 heures à - 40°C est ainsi d'autant plus importante que la dimension des cellules eutectiques augmente.

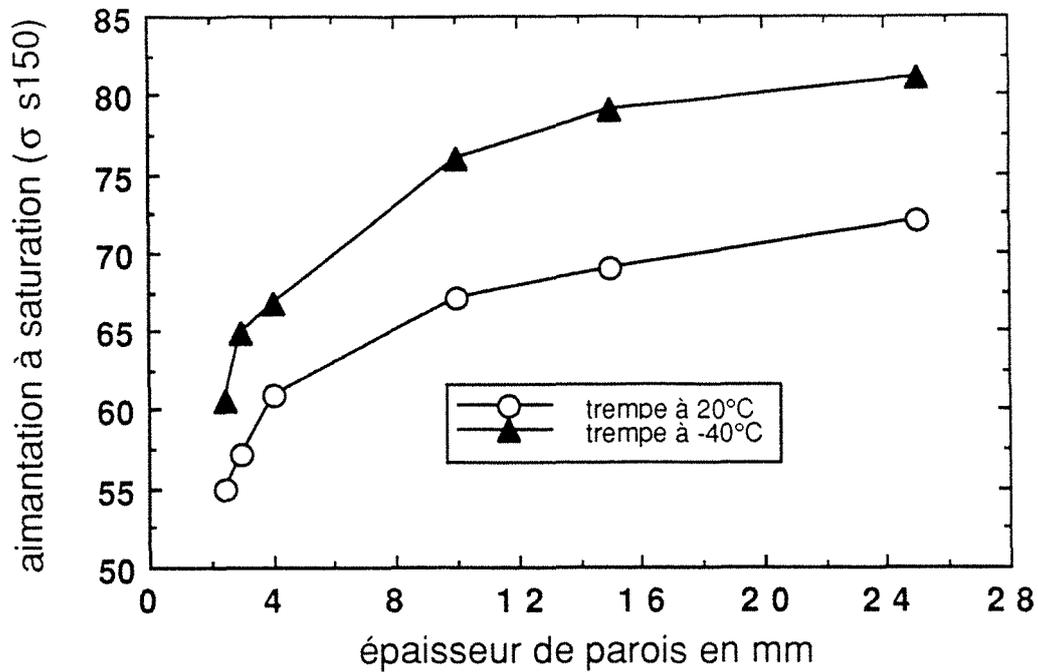
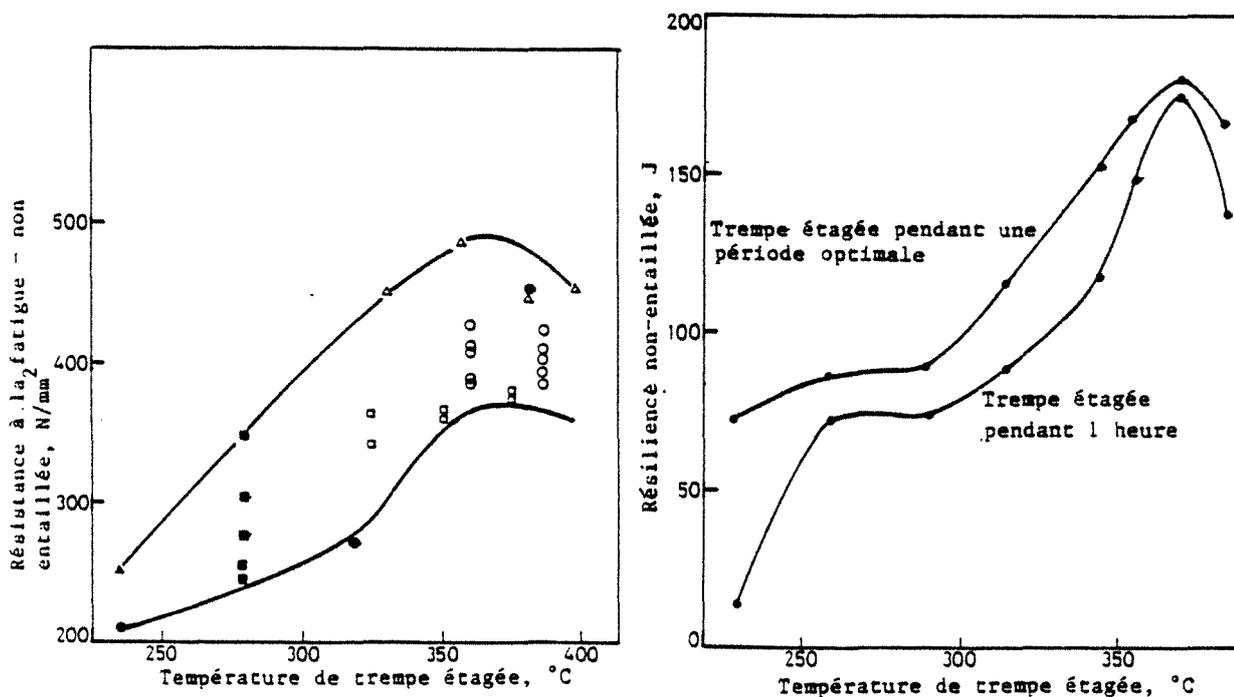


FIGURE II.18

Retard de transformation observé par mesure d'aimantation entre les faibles épaisseurs 2,5/4 mm et les plus fortes épaisseurs après maintien de fin de première étape apparente (faible épaisseur)



FIGURES II.19

Effet de la température de trempe étagée sur la résilience et sur la résistance à la fatigue en flexion rotative sur éprouvette non entaillée (fonte à 1,5 % de nickel et 0,3 % de molybdène)

D'après [9]

II.3.4 - Définitions des fins de première étape apparentes et réelles

La recherche de caractéristiques mécaniques optimales après traitement thermique bainitique des fontes G.S., doit obligatoirement débiter par une bonne définition de la fin de première étape réelle. Cette démarche est nécessaire, car ainsi qu'on l'a déjà précisé, dans le cas des fontes G.S., le paramètre hétérogénéité de composition chimique, entraînant des décalages de cinétique de transformation, s'ajoute à l'existence d'une réaction bainitique s'opérant en deux temps.

Comme nous l'avons déjà noté, la transformation bainitique de type "supérieure" s'effectue en deux étapes distinctes qui sont :

- réaction 1 : γ mère \rightarrow (α) + (γ) : 1ère étape
- réaction 2 : (α) + (γ) \rightarrow (α) + silicocarbures : 2ème étape.

Le problème posé par ces définitions est très complexe, car la séparation des courbes TTT induites par les ségrégations entraîne une diversification des réaction bainitiques de 1ère étape, aussi bien en temps qu'en température. Diversification amplifiée si on observe une variation de taille de cellules.

Si la fin de première étape n'est pas connue, la présence de martensite induite en zone III va obligatoirement entraîner une chute sensible de certaines caractéristiques comme, par exemple, la résilience. La formation de cette martensite fragilise cette fonte G.S. bien que le reste de la matrice soit stable.

Si on veut éviter ce phénomène, il faut donc atteindre la fin de la première étape "réelle" en zone III.

Il est possible de suivre la cinétique de réaction bainitique par de nombreuses méthodes d'analyses et parmi celles qui sont les plus utilisées, on peut citer la dilatation, la dureté, le paramètre cristallin, la caractérisation magnétique et l'analyse d'image.

La confrontation des résultats obtenus par ces différentes méthodes montre bien la relation qui les lie, relation qui est le taux d'avancement de la réaction.

Lorsque le maximum de dilatation est atteint, la réaction bainitique n'est pas terminée. La formation de ferrite (α) continue bien que l'enrichissement en carbone de l'austénite relevé par exemple soit à son taux maximal (1,9 à 2 % de C avec $a\gamma = 3,63 \text{ \AA}$.) La poursuite de la formation de phase (α) s'accompagne d'une réduction du taux de phase austénitique donc de martensite après retour à 20°C. La dureté, d'abord décroissante au début de la réaction, augmentera ensuite lorsque la formation de silicocarbures sera suffisante.

L'aimantation spécifique à saturation est également décroissante avec l'enrichissement de l'austénite en carbone et la disparition de la martensite mais elle augmentera au cours de la seconde étape suite à la formation de ferrite (α) et la baisse du taux d'austénite enrichie.

Par contre, la séparation entre première et seconde étape reste toujours délicate puisque mis à part l'analyse optique, le principe même de ces méthodes (relevé global) est de prendre en compte à la fois les zones I, II et III qui sont très différentes.

On doit donc faire les deux commentaires suivants :

- la transition entre les deux étapes de la réaction bainitique est déterminée pour l'ensemble de la matrice mais non pour une seule zone.
- quelle que soit la technique utilisée, il faut nécessairement déterminer la fin de première étape par un contrôle micrographique de chaque zone.

Tout cela est observable si une éprouvette de fin de 1^o étape apparente est refroidie progressivement jusqu'à la température de l'azote liquide. L'étude dilatométrique révèle l'existence d'une ou de plusieurs températures de formation martensitique "Ms". On constate que la majorité des points Ms se situe dans l'intervalle de température "20°C, - 40°C".

Pour des temps de réaction bainitique correspondant au maximum d'austénite retenue à température ambiante, donc en fin de 1^o étape apparente, nous constatons une transformation martensitique d'environ 10 % de l'ensemble à - 40°C et on peut en déduire les points suivants :

- la quantité "Max % γ " représente une austénite dont la qualité est disparate, toute cette austénite de fin de 1^o étape apparente n'est pas stable de + 20°C à - 40°C.
- il est nécessaire de définir une fin de 1^o étape "vraie" telle que l'ensemble de la phase γ soit stabilisée et réellement du type (γ).

On comprend dès lors pourquoi on n'enregistre plus de transformation de l'austénite en martensite dans cet intervalle de température, si le temps de maintien bainitique est plus long. Ce temps est donc naturellement supérieur à celui correspondant à "Mini Hv" et à fortiori "Max % γ " qui ne sont que des concepts applicables que dans le cas d'alliages Fe-C-Si de type corroyés donc homogènes au sens strict.

II.4 - PRINCIPALES CARACTERISTIQUES D'UNE FONTE G.S. NON ALLIEE TRAITEE PAR TREMPE ETAGEE A 380°C

Les fontes G.S. à matrice bainitique supérieure possèdent des duretés de l'ordre de 280-330 Hv30 mais il est bien évident que ces caractéristiques varient avec le temps de maintien. Ce sont surtout pour d'intéressantes combinaisons de propriétés mécaniques que les fontes G.S. bainitiques peuvent supplanter certains aciers équivalents, lorsqu'il s'agit d'utiliser un

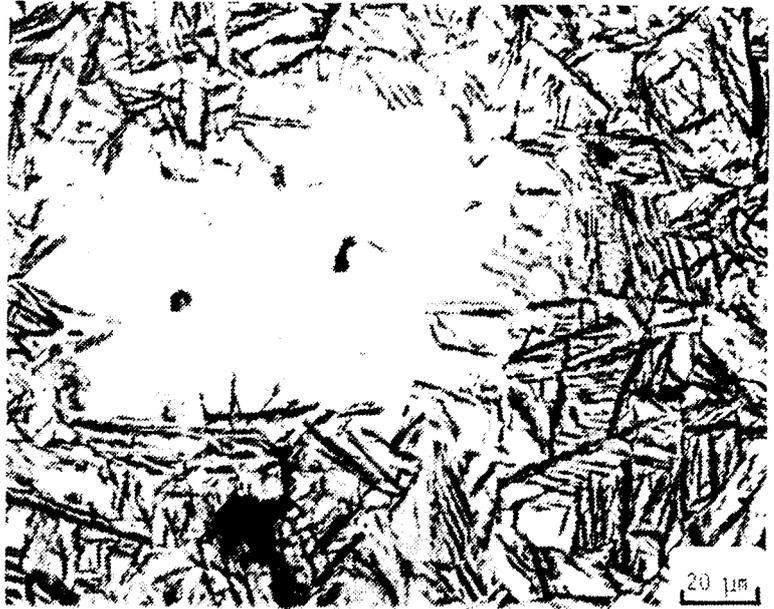
matériau en fatigue en résilience et possédant une bonne ténacité, c'est le cas.

Les figures II.19 indiquent deux propriétés importantes et surtout que le taux d'austénite n'est pas étranger à celles-ci (9). Une charge à la rupture de 950 à 1020 N/mm² et un allongement compris entre 6 et 12 % permettent aussi de situer les capacités de ce matériau.

Le facteur d'intensité de contrainte critique noté K_{IC} , calculé à partir de la ténacité à la rupture est compétitif avec les aciers forgés et il s'explique en partie avec les modifications structurales d'ordre mécaniques et métallurgiques apparaissant en service.

Micrographie 1

Aspect d'une structure
de fin de 1ère étape non
revenue



Micrographie 2

Aspect d'une structure
de fin de première étape
revenue à 200°C, 1/2 h



Micrographie 3

Aspect d'une structure
de fin de première
étape contenant 1 % de
manganèse (revenue à 200°C)



FIGURES II.20

2 - CAPACITE DE TRANSFORMATION DE L'AUSTENITE POST-BAINITIQUE

I - LOCALISATION DE L'AUSTENITE

L'observation de la localisation de l'austénite par microscopie optique après interruption de la transformation bainitique en fin de 1ère étape doit obligatoirement être précédée d'un revenu à 200°C pendant 1/2 h ou 1 heure.

En effet, de larges plages blanches (figures II.20 - micrographie 1) apparaissant à l'ambiante et pouvant être assimilées à de l'austénite se trouvent "transformées" après revenu en plages noires car elles étaient en fait constituées de martensite (figures II.20 - micrographie 2) blanche avant revenu (micrographie 1).

Il ne s'agit pas à proprement parler d'une transformation de l'austénite en martensite, mais d'une inversion de teinte de la martensite par précipitation de carbure ϵ . Le taux minimum de carbone de l'austénite entraînant une température $M_s < 20^\circ\text{C}$ doit être supérieur à 1,4 % environ.

Le degré d'enrichissement en carbone entraîne une augmentation de volume de la phase (γ) et engendre un gradient de contrainte dans la phase austénitique.

Même si l'austénite post bainitique apparaît blanche après revenu, celle-ci est disparate en composition et on se trouve en présence de différentes "familles" dont les teneurs en carbone et silicium sont différentes mais suffisantes pour empêcher la transformation en martensite à 20°C mais pas nécessairement à - 40°C.

L'austénite enrichie observable à l'ambiante après revenu est située entre les lamelles de ferrite saturée en carbone et l'ex-austénite mère où la martensitique qui en résulte (figures II.20 - micrographie 2).

Dans certains cas, pour des combinaisons particulières du silicium et du manganèse, le faible enrichissement consécutif au retard de l'avancement de transformation bainitique en zone III est tel qu'une importante fraction de martensite apparaît au joint de cellule.

On constate sur la (figure II.20 - micrographie 3) que le centre de la zone III est souvent constitué d'austénite et que seule la partie extérieure proche de la ferrite est transformée. Ce type de répartition observé lorsque le taux de manganèse est de 1 %, montre la complexité des interactions entre taux de carbone initial avant transformation et taux de carbone après transformation, taux de manganèse et contraintes associées à l'enrichissement local de l'austénite.

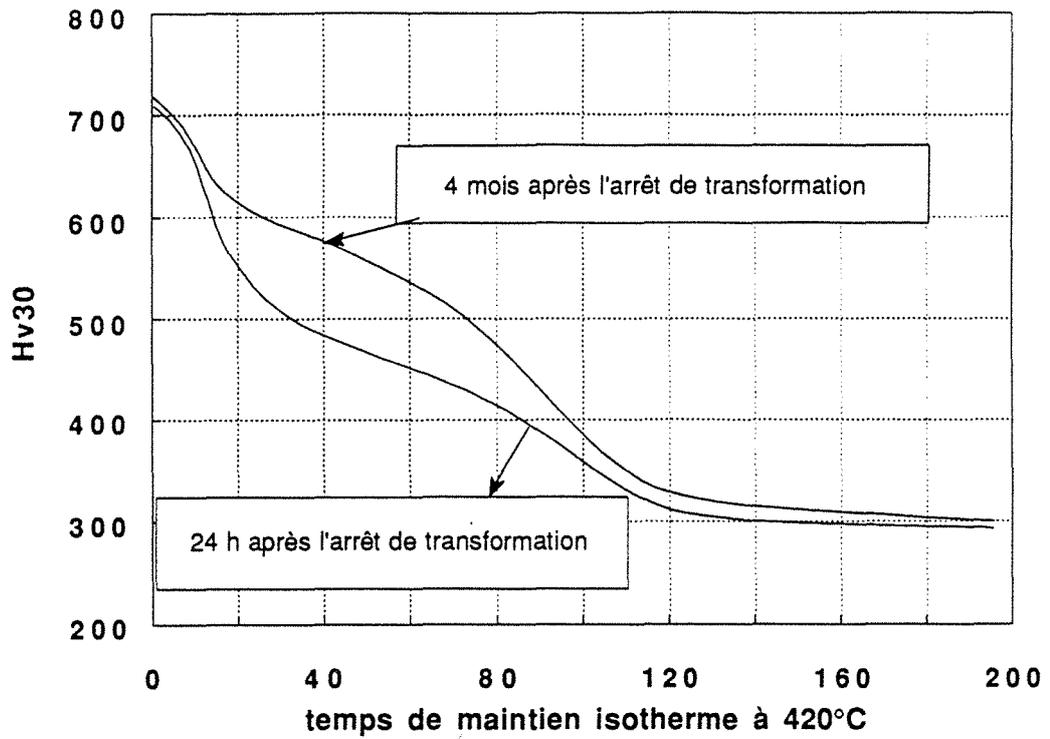


FIGURE II.21

Variations de la dureté en fonction de la durée du maintien isotherme à 420°C (Fe-1C-4Si)

D'après [1]

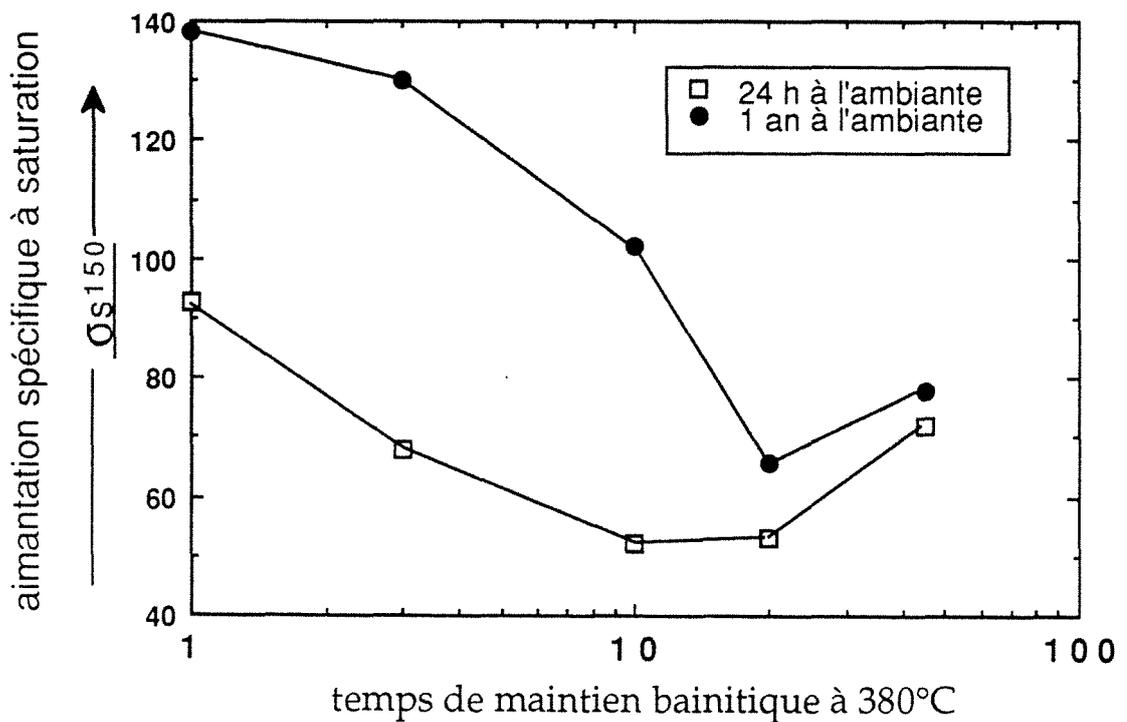


FIGURE II.22

Relation entre temps de maintien bainitique à 380°C et création de phase ferromagnétique à l'ambiante durant un an (fonte G.S. non alliée)

II - TRANSFORMATION MARTENSITIQUE DE L'AUSTENITE POST-BAINITIQUE

II.1 - TRANSFORMATION ISOTHERME A 20°C

Si l'austénite mère et post bainitique subissent en partie la transformation martensitique au cours du refroidissement de la température de maintien bainitique jusqu'à la température ambiante, il y a tout lieu de penser qu'elle peut se poursuivre soit en condition isotherme, soit au cours d'un refroidissement ultérieur.

A la suite d'études portant sur un éventuel durcissement de l'agrégat austénite-ferritique, au cours du maintien à température ambiante, J.M. SCHISSLER a constaté que les valeurs de dureté mesurées 24 h et 4 mois après le traitement bainitique s'écartaient de façon significative lorsque le mélange austénite vierge et austénite enrichie était important (figure II.21) (1).

Les duretés restent constantes lorsqu'elles correspondent au début et à la fin de réaction. Un enregistrement dilatométrique en température croissante atteste qu'il s'agit bien d'une transformation de l'austénite en martensite, puisque la variation de pente liée au taux d'austénite et de martensite est différente dans les 2 cas.

Ces résultats ont été obtenus à partir d'un acier à 1,17 % de carbone et de 3,9 % de silicium et en ce qui concerne les fontes G.S. non alliées des évolutions similaires ont été observées après maintien d'un an à 20°C.

La formation de produit de cisaillement à 20°C au cours du temps résulte d'une modification du niveau de contraintes à l'interface des différentes "austénites enrichies" nombreuses pour un matériau hétérogène comme la fonte G.S.

La (figure II.22) illustre une variation importante de l'aimantation spécifique à saturation significative de la création d'une phase ferromagnétique au détriment d'une autre phase paramagnétique.

J.P. CHOBAUT a montré que cette formation de martensite a lieu au détriment d'une famille d'austénite stable 24 h après la réaction, mais dont la température M_s est très peu inférieure à 20°C (4).

En d'autres termes, et comme l'indique la (figure II.23), il s'est produit une remontée de M_s au cours du temps puisque l'anomalie dilatométrique n'existe plus à - 30°C, un an après la réaction (4).

La dilatométrie différentielle (figure II.24) au revenu révèle la création d'une quantité de martensite non négligeable puisqu'il y a apparition d'une contraction vers 150°C significative du stade I du revenu de la martensite.

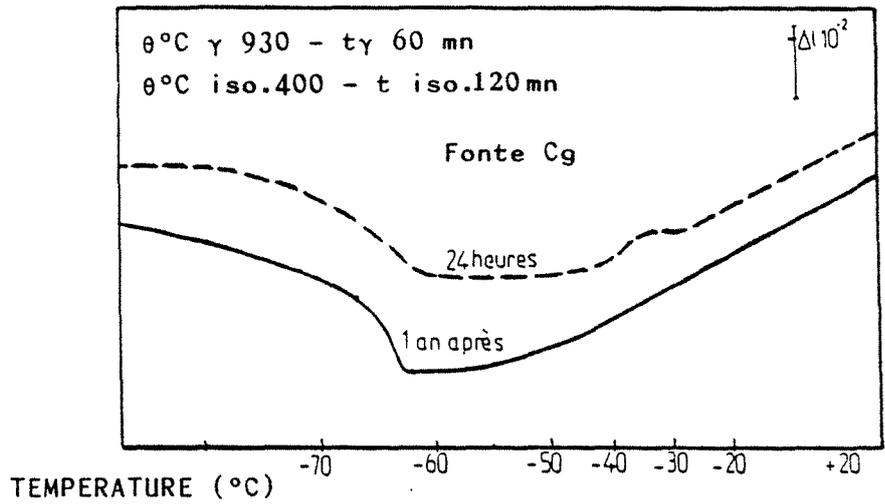


FIGURE II.23
 Comportement dilatométrique d'une fonte G.S. bainitique dans l'intervalle de température + 20°C ; - 70°C, effectué 24 heures et 1 an après l'arrêt de la réaction de 1ère étape
 D'après [4]

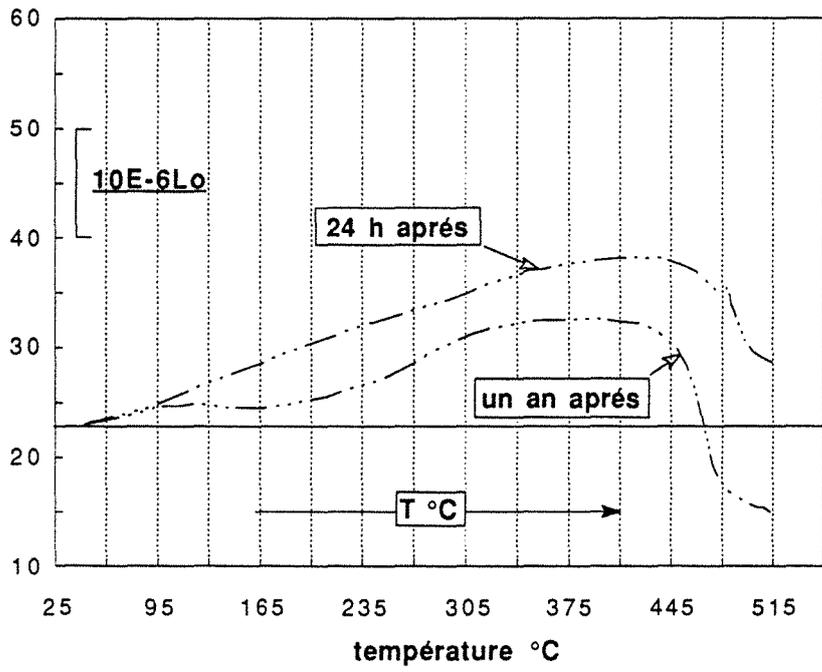


FIGURE II.24
 Apparition d'une contraction à 150°C représentative du premier stade de revenu de la martensite.

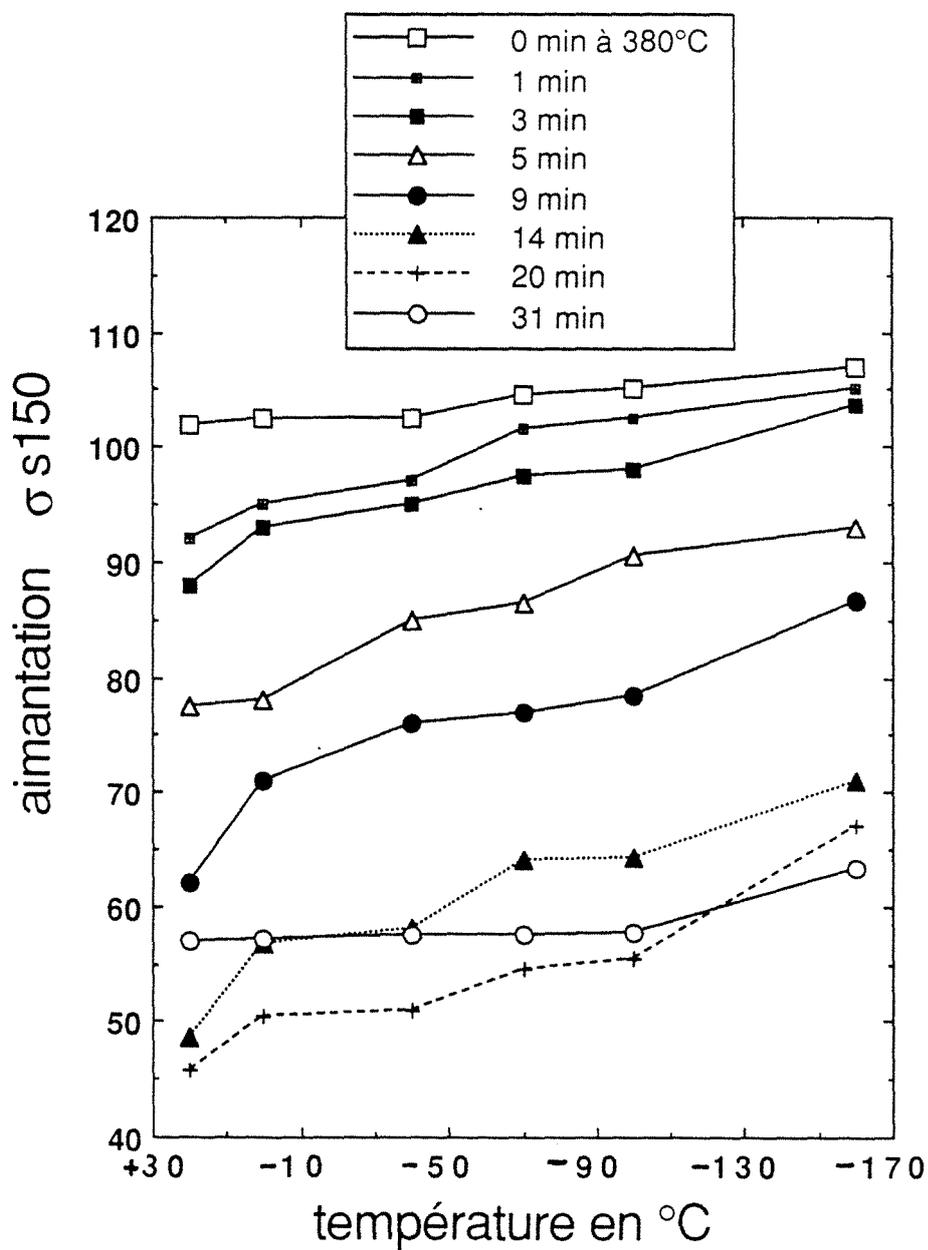


FIGURE II.25

Evolution de l'aimantation lorsque la température de trempage décroît de 20°C à -160°C pour divers temps de maintien à 380°C de 0 minutes à 31 minutes

A partir de ces résultats, il est facile d'envisager les éventuels problèmes se posant à des pièces mécaniques sollicitées après plusieurs mois à la température ambiante. Aussi, nous sommes nous intéressés aux évolutions intervenant lorsque la température de service diminue en dessous de 0°C.

II.2 - TRANSFORMATION ANISOTHERME

Ces variations furent obtenues par immersion des échantillons dans l'alcool éthylique refroidi à l'azote liquide, le temps de maintien à chaque température est de 1/2 heure.

La caractéristique de l'aimantation spécifique à saturation convient parfaitement lorsqu'il s'agit d'étudier les variations du taux d'austénite, aussi nous nous limiterons ici à cette technique rapide et non destructive.

L'évolution observée dans l'alliage non allié est très complexe. On note sur la (**figure II.25**) des écarts d'aimantation importants séparant le début de réaction (0 et 5 min) et la fin de 1ère étape (20 min). De plus, la pente de transformation ou de reprise de transformation martensitique (selon le degré d'enrichissement de l'austénite concernée) est d'autant plus importante que les taux de transformation intermédiaires sont situés entre le début et la fin de 1ère étape.

Au début de la réaction, seule l'austénite située près des nodules subit un enrichissement, les autres familles ne sont pratiquement pas altérées. Il en résulte qu'au cours du refroidissement, seules ces dernières se transformeront en martensite à partir de 200°C environ et ne seront plus affectées par les basses températures. Dans ces conditions, on comprend pourquoi seule l'austénite de zone I contribuera à la faible évolution observée durant la chute de température.

En fin de première étape apparente (20 min), la presque totalité des familles d'austénite est enrichie et la conséquence de cet enrichissement est importante puisque nous constatons une pente de transformation plus faible. En fin de première étape réelle (31 min) le taux d'austénite initial est moins important et la nouvelle température M_s est inférieure à - 100°C.

Cette étonnante stabilité ne peut être uniquement liée au taux de carbone important, puisque ce dernier n'évolue plus que de façon asymptotique à partir de 20 minutes environ. Pour tenter d'expliquer cette faible évolution, il faut résoudre le rôle du nouvel environnement de l'austénite enrichie, non seulement en zone III mais dans l'ensemble de la microstructure, constitué davantage de ferrite bainitique là où l'austénite mère a complètement disparu (**figure II.25**).

Il faut noter enfin les différentes températures M_s enregistrées pour les temps de 3, 5, 9 et 14 minutes, elles témoignent d'un enrichissement en carbone discontinu des zones I, II et III.

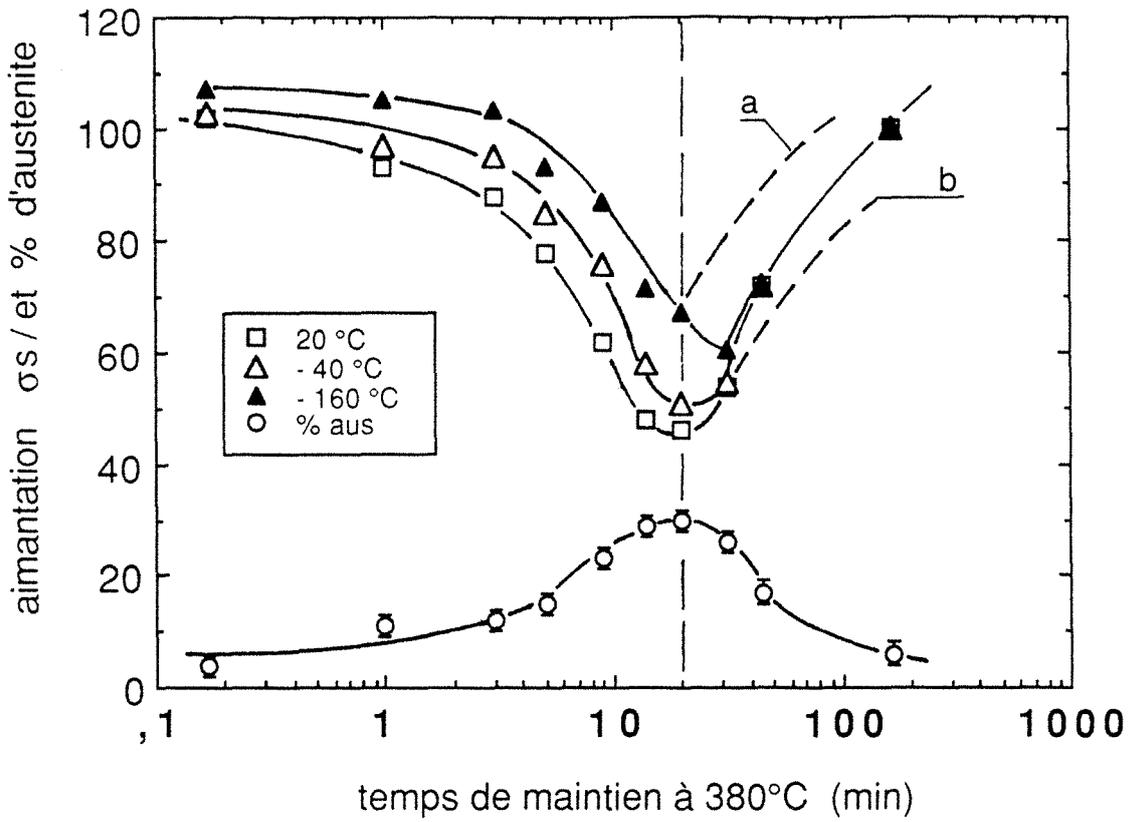


FIGURE II.26

Influence du temps de maintien à 380°C sur la quantité de produit martensitique formé à -40°C et à -160°C

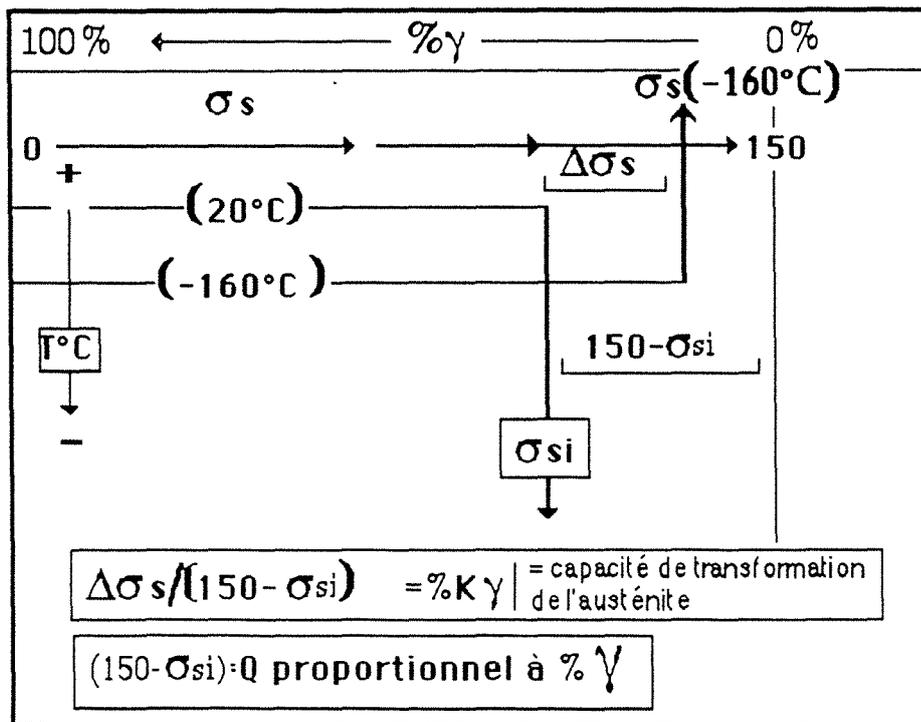


FIGURE II.27

Définition de la capacité de transformation de l'austénite.

A ce propos, signalons qu'il est impossible de vouloir établir des relations simples entre teneur en carbone d'une famille d'austénite et température M_s lui correspondant, puisque les contraintes apportées lors de la transformation d'autres austénites modifient sans cesse les conditions d'initiation de la transformation martensitique.

Si la fin de première étape réelle se situe à 31 minutes pour une stabilité par trempe à -40°C , il faut attendre 45 minutes pour une stabilité par trempe à -160°C (figure II.26). On conçoit donc que la notion de fin de première étape doit être également relativisée en fonction de la température de stabilité.

La courbe représentant l'aimantation (figure II.26) à -160°C n'est pas symétrique à (a), pour une même quantité d'austénite, la reprise n'est pas identique selon qu'elle se situe en première ou en seconde étape. De même, (b) n'est pas symétrique à l'aimantation à 20°C , ceci témoigne de la formation de ferrite à partir de la décomposition de l'austénite enrichie.

D'un point de vue qualitatif, quelle est la famille d'austénite γ qui possède la meilleure propension à créer des produits de trempe martensitique ?

Nous avons défini le critère "capacité de transformation de l'austénite", en faisant l'hypothèse suivante :

En première comme en seconde étape bainitique, la seule phase paramagnétique présente est l'austénite, d'autre part, en l'absence d'austénite (en début ou en fin de réaction) l'aimantation spécifique (pour un tige-étalon sélectionnée) est de 150 graduations.

Ainsi, la différence d'aimantation $\Delta\sigma_s$ ($\mu\text{T.m}^3/\text{kg}$) entre l'état initial et l'état final sur la quantité proportionnelle d'austénite ($150 - \sigma_s$ initial) détermine la capacité de cette austénite à se transformer. De même, $\Delta\sigma_s$ est proportionnelle à la quantité de martensite formée en cours de refroidissement ou par un autre procédé (figure II.27).

Tout d'abord rappelons qu'il s'agit de résultats obtenus après maintien à 380°C , retour à l'ambiante et trempe dans l'azote liquide. A la suite de l'étude de la figure II.28 deux remarques s'imposent : la première concerne le décalage entre les valeurs maximales d'austénite et les capacités de transformation et la seconde concerne le taux de martensite formé. Ce n'est donc pas l'austénite de fin de première étape qui se transforme le plus, mais celle issue d'enrichissement intermédiaire.

En effet, en ce qui concerne les fontes G.S. bainitiques, la capacité de transformation de l'austénite liée à l'enrichissement en carbone chute lorsque la quantité d'austénite affectée par cet enrichissement augmente. C'est pourquoi la capacité de transformation de l'austénite la plus grande est située entre le début et la fin de réaction de 1ère étape bainitique.

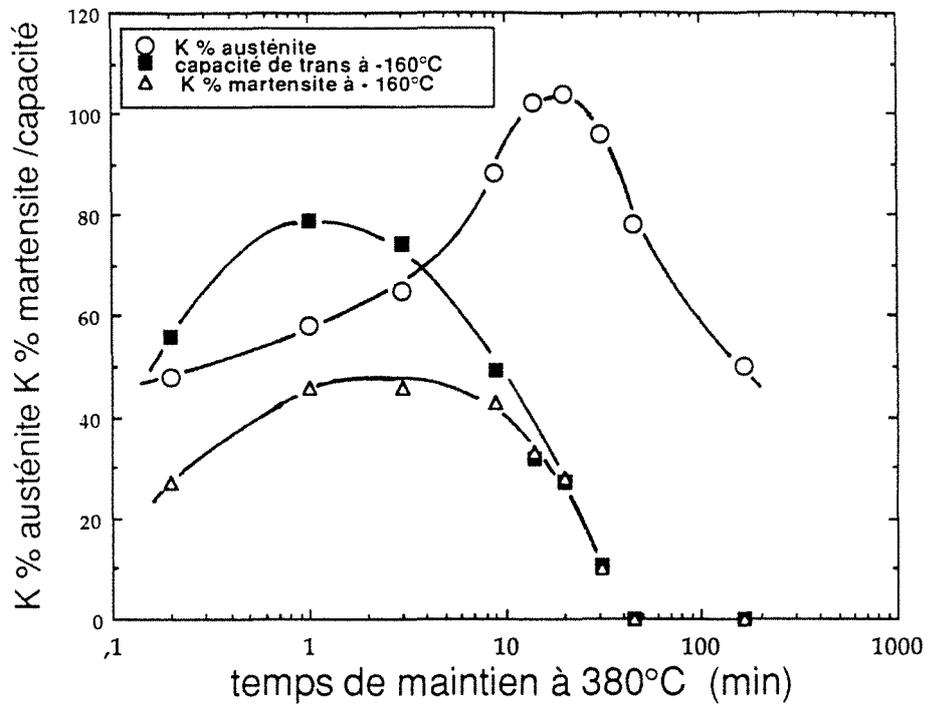


FIGURE II.28

Influence du temps de maintien à 380°C sur le décalage de temps observé entre le maximum d'austénite et capacité de transformation à -160°C.

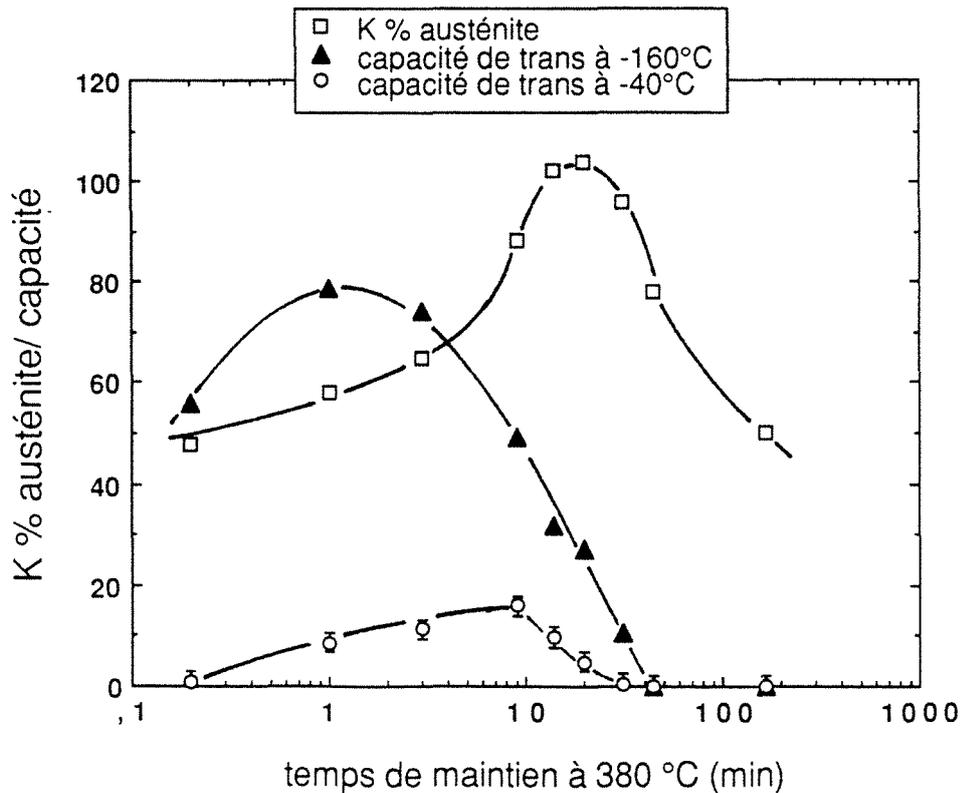


FIGURE II.29

Relation entre temps de maintien à 380°C et le décalage observé pour les capacités de transformation à -40°C et à -160°C.

Ce n'est donc pas l'austénite de fin de première étape qui se transforme le plus, mais celle issue d'enrichissement intermédiaire. Le taux maximum de martensite réellement formée se rapproche de celui de la capacité de transformation, mais demeure plus étalé vers les temps de maintien supérieurs. Evidemment, une austénite dont la capacité de transformation est plus faible, mais dont la quantité est supérieure à une autre, peut produire le même taux de martensite.

La relation liant le taux de carbone en insertion dans l'austénite et la quantité d'austénite affectée, est, comme nous venons de le voir, une façon d'approcher le taux de martensite formée, mais la répartition de l'ensemble de l'austénite en sous-groupes de composition chimique initiale peut perturber les résultats.

La (figure II.29) représente le coefficient K proportionnel à la quantité d'austénite à l'ambiante et les capacités de transformation à -40°C et à -160°C . Nous constatons que les maximums atteints par ces dernières se situent à des temps de maintien bainitique différents.

Pour les différentes zones austénitiques, la transformation s'effectue donc par palier et selon la température d'arrêt de trempe, les taux de transformation sont différents et entraîne les décalages constatés.

II.3 - TRANSFORMATION EN COURS D'USURE

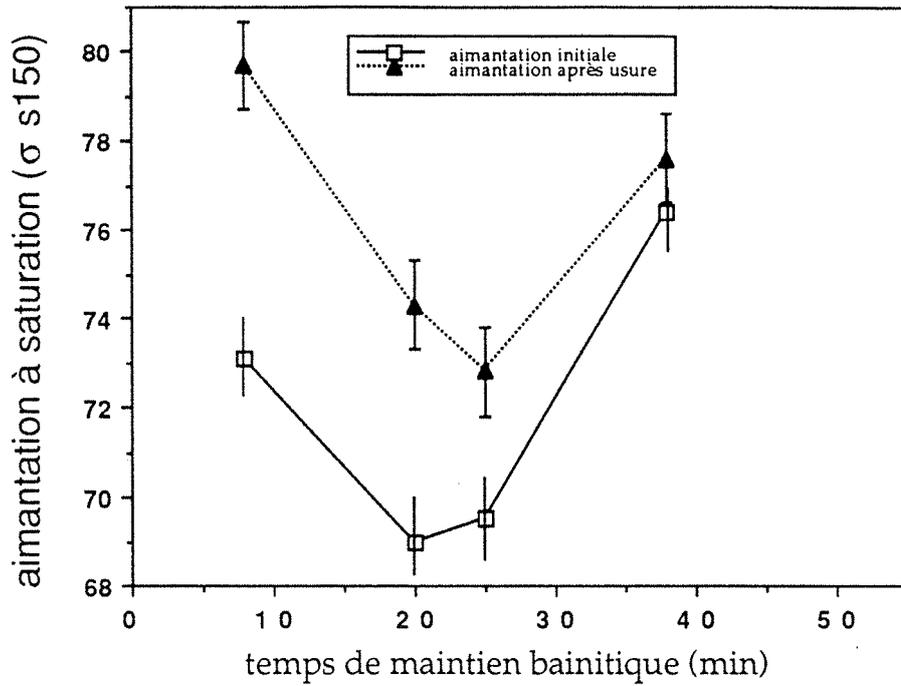
L'austénite évolue dans le temps et, ou en cours de refroidissement, mais il n'est pas impossible qu'elle évolue également en cours d'usure. Ceci est important.

Nous exploitons ici les évolutions du taux d'austénite de manière qualitative, que ce soit en aimantation spécifique ou en dureté.

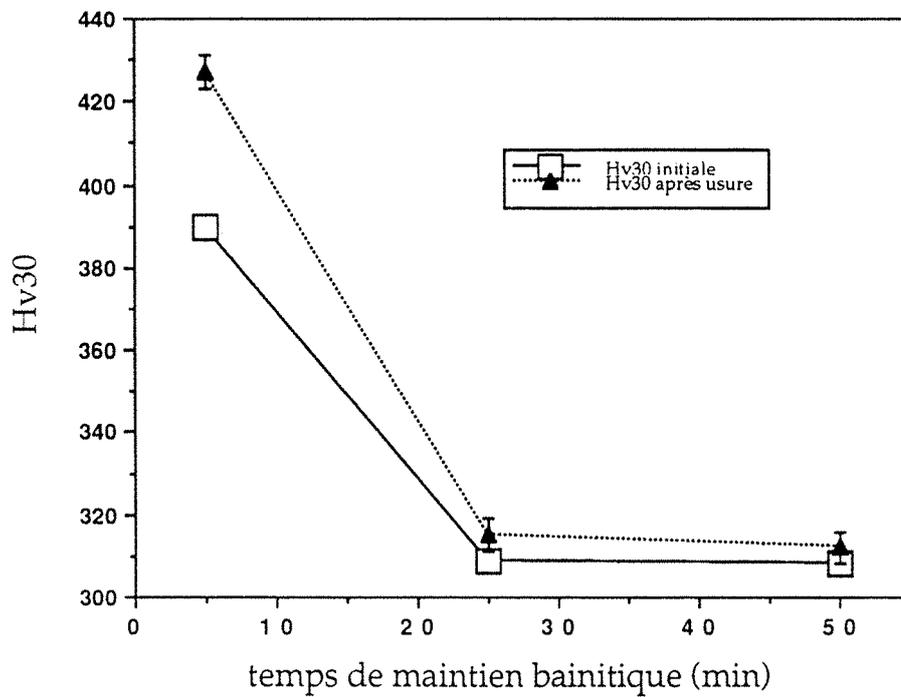
Bien entendu, l'essai d'usure que nous avons utilisé est relativement court lorsqu'il est comparé au temps nécessaire pour déstabiliser l'austénite à température ambiante dans les conditions que nous avons décrites précédemment. Les mesures physiques ont été effectuées avant et après usure, dans un délai de quelques jours seulement afin d'éviter, là aussi, la déstabilisation de la phase austénitique.

De ce fait, il n'y a aucune possibilité d'interaction entre une transformation martensitique isotherme sans contraintes et une transformation martensitique initiée par des contraintes en cours d'usure ou non.

Néanmoins, la structure évolue. Ainsi, après 120 heures d'usure, soit $1.5 \cdot 10^6$ rotations dans le lit d'abrasif, on observe une augmentation des valeurs d'aimantation et de dureté (figure II.30a et b), et cela, même après la fin de première étape apparente.



- 30a -



- 30b -

FIGURES II.30

Influence de l'usure abrasive sur l'évolution de l'austénite, contrôlée en fonction du temps de maintien à 380°C par aimantation (30a) et par dureté (30b)

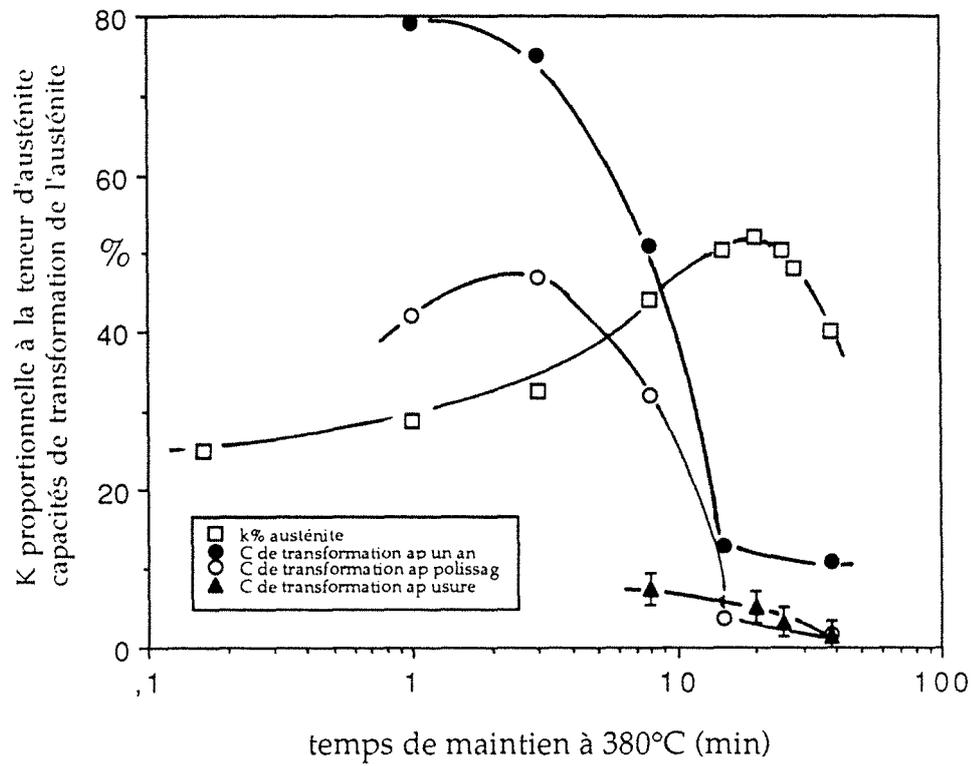


FIGURE II.31

Capacités de transformation de l'austénite après un an à l'ambiante, après polissage au papier abrasif n°80 et après usure en fonction du temps de maintien à 380°C.

De plus, il ne faut pas sous estimer l'influence d'un autre type de sollicitation souvent rencontré au cours de la préparation métallographique de l'échantillon. Il s'agit de l'action des particules de SiC durant le polissage qui précède le poli spéculaire. Il détermine de façon irréversible l'état de la surface du matériau, surface qui sera observée.

La (figure II.31) représente les évolutions des capacités de transformation de l'austénite après un an de maintien suivant l'arrêt de la réaction bainitique ou après polissage sévère appliqué dans les 24 heures après arrêt de la réaction et après usure appliquée à la structure dans les 24 heures.

L'importance quantitative des différentes capacités de transformation doit cependant être relativisée puisque dans le cas de l'usure ou de la préparation sévère de la surface, seule la couche extérieure est affectée. Le principe des mesures effectuées minimise les valeurs d'augmentation d'aimantation puisque ces dernières prennent en compte l'ensemble de l'échantillon et pas uniquement la couche proche de la surface.

Le plus intéressant concerne néanmoins le décalage dans le temps, observé sur la (figure 31) entre les maxima de capacité de transformation que nous avons évoqué plus haut. Les débuts de réaction en cours d'usure n'ont pas été présentés sur cette figure car ils n'apportent pas d'éclaircissements supplémentaires. Les "pics" se déplacent d'autant plus vers la droite que le type de contraintes augmente ou que la relaxation dans le temps s'effectue.

L'application d'un champ de contraintes tend à favoriser la transformation martensitique : il est ainsi possible d'effectuer cette transformation à une température supérieure au point M_s (10).

Dans les 24 h qui suivent l'arrêt de la réaction avant la fin de 1^o étape réelle, la transformation n'a normalement pas lieu si il n'y a pas apport de contraintes externes. L'application d'un champ de contraintes entraîne en fait une réactivation de la transformation martensitique donc la pseudo-remontée de M_s .

On définit ainsi une nouvelle température notée M_d au dessus de laquelle aucune transformation n'est possible.

Ainsi, si on applique une contrainte normale σ_n et une contrainte tangentielle τ_m convenablement dirigées, le terme Δg_v et donc la barrière de potentiel sont ainsi abaissés. La taille critique de l'embryon est diminué, la transformation martensitique est donc favorisée.

$$\Delta M_s = \left(\sigma_n \Delta V + 4\tau_m \frac{\theta}{3} \right) \frac{\partial \Delta g_{vo}}{\partial T} \quad (11)$$

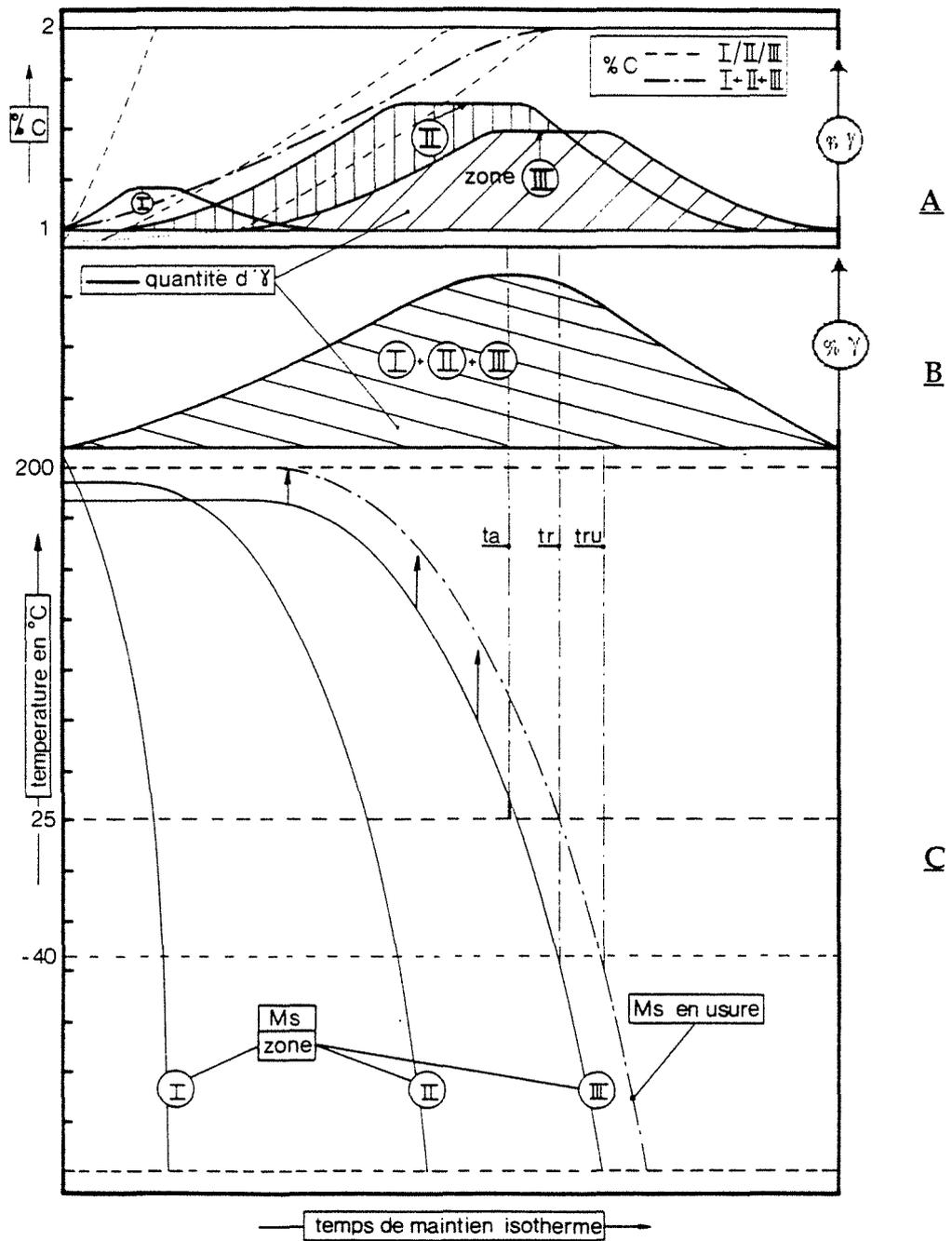


FIGURE II.32

Diagramme représentant le rôle des différentes zones de la cellule de solidification sur l'évolution de l'austénite au cours du refroidissement et au cours de l'usure.

où σ_n est la contrainte appliquée

Δv la variation relative de volume accompagnant la transformation

τ_m la contrainte de cisaillement parallèle au plan d'habitat

θ l'angle de cisaillement

Δg_0 l'enthalpie libre de transformation en l'absence de contraintes

Notons enfin que si la barrière de nucléation et la taille critique de l'embryon sont diminuées, pour des déformations plastiques préalables importantes la tendance est inversée, et le taux de formation ultérieure de martensite est abaissé.

Enfin, afin d'éclaircir les différentes relations que nous venons d'aborder, nous avons imaginé la construction de courbes schématiques simplifiées illustrant le rôle des différentes zones d'une cellule de solidification type, sur la quantité et la qualité de l'austénite.

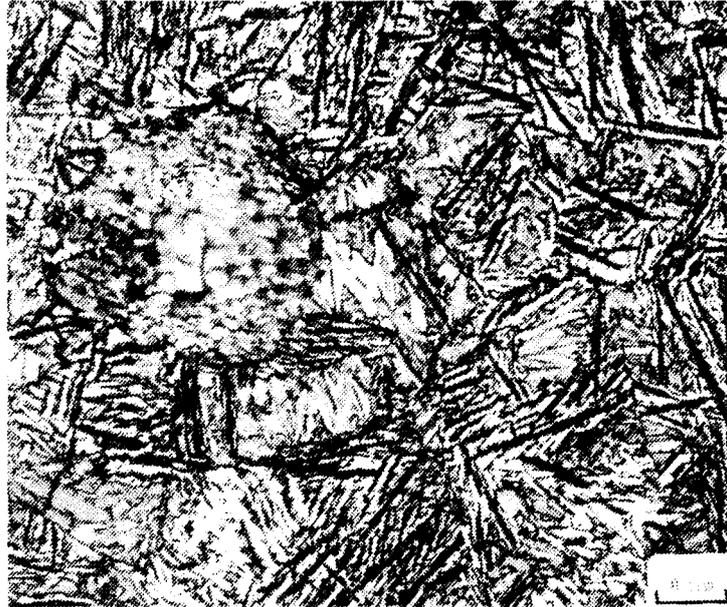
La quantité d'austénite retenue à l'ambiante ainsi que le taux de carbone correspondant aux trois zones I, II et III sont représentés figure II.32a, la somme des trois grandes familles d'austénites est la valeur mesurée à l'ambiante (figure II.32b) et les courbes Ms de chacune des familles évoluant avec le temps de maintien isotherme constituent l'essentiel de la figure II.32c.

Le taux de contraintes apporté par l'usure abrasive provoque une remontée des températures Ms. Dans un souci de simplification, nous n'avons représenté ici que la "nouvelle" température Ms de la zone III.

Cette élévation traduite sur la figure II.32c par les flèches verticales engendre un déplacement général de toutes les lignes de débuts de transformation martensitique (les fins ne sont pas représentées).

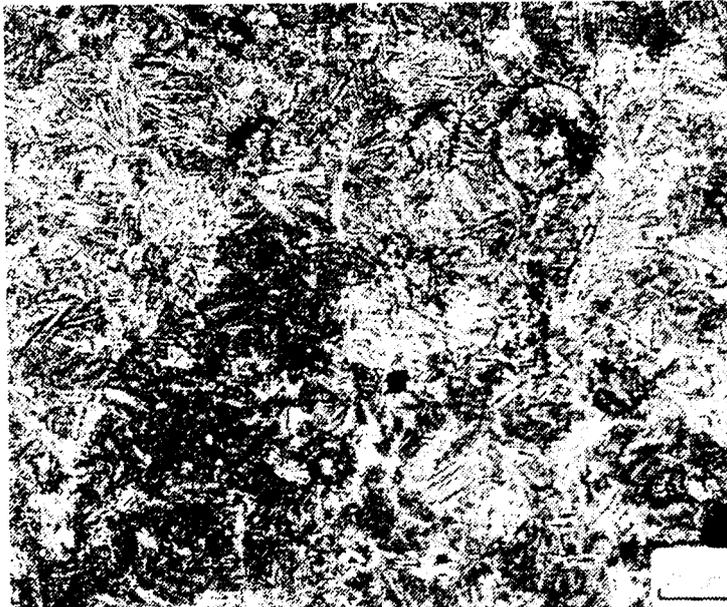
La figure II.32 permet de distinguer les différences entre fin de première étape apparente notée $t.a$ où le taux d'austénite est maximum avec toutefois des traces de martensite en zone III, et fin de première étape "réelle" noté t_r , où la structure est stable jusqu'à -40°C et la fin de première étape "réelle" en condition d'usure notée $t.r.u$.

L'observation de la microstructure en dessous de la couche usée de l'échantillon permet d'illustrer l'influence des contraintes d'usure. La figure II.33 - (micrographie 1) révèle la présence de martensite contre les nodules, elle n'est peut-être pas représentative de l'ensemble de la microstructure, mais témoigne néanmoins d'une forte montée de la température Ms de la zone I.



Micrographie 1

Structure "5 min à 380°C" après usure - Présence de martensite contre les nodules



Micrographie 2

Structure "5 min à 380°C puis revenu", sans usure - Présence de martensite en zones II et III

FIGURES II.33

A 5 minutes de maintien à 380°C, l'essentiel de la zone I est normalement enrichie et la **figure II.33 (micrographie 2)** montre en effet que sans usure ce sont la zone III et une partie de la zone II qui sont transformées en martensite (zones noires).

CONCLUSION

La transformation bainitique des alliages "homogènes" tels que l'acier est complexe car elle fait intervenir non seulement une diffusion du carbone entre l'austénite et la ferrite mais aussi une précipitation de carbures et une relaxation de contraintes.

Dans le cas des alliages hétérogènes Fe-C-Si tels que les fontes G.S., il est important de définir "l'état initial" avant traitement bainitique. Après un traitement d'austénitisation suivi d'une trempe à l'eau, l'étude de la répartition des éléments d'alliage permet de distinguer les trois zones I, II et III.

Cette hétérogénéité de composition chimique entraîne la création d'une famille de courbe TTT et TRC. La transformation bainitique d'une fonte GS est alors plus complexe que celle d'un acier "homogène" puisque le temps d'incubation de la réaction est court en zone I et la germination est plus tardive en zone III.

Il est ainsi nécessaire de bien maîtriser les paramètres de traitement bainitique suivants :

- le traitement d'austénitisation
- la trempe bainitique
- le maintien isotherme bainitique.

Les ségrégations des éléments d'alliages qui résultent de la création du graphite dans l'état liquide ne peuvent totalement disparaître. L'influence de la taille de cellule de solidification sur les retards de transformation entre première et deuxième étape bainitique a été démontrée. Plus la taille de cellule initiale est importante, plus le retard de transformation augmente. Ainsi, pour un temps donné, l'enrichissement en carbone de l'austénite au cours de la réaction est plus faible lorsque la taille de cellule augmente.

Les conditions des fins de réaction de première étape bainitique sont délicates à caractériser dans les différentes zones puisque les principales techniques utilisées prennent en compte l'ensemble du matériau. Néanmoins, il est possible de montrer qu'en fin de première étape apparente, lorsque la quantité d'austénite est maximale, la qualité de celle-ci est très disparate. Au contraire, lorsque la fin de réaction est "réelle", l'ensemble de la phase austénitique est stable et est réellement de type (γ).

C'est pourquoi, la recherche et la maîtrise des caractéristiques mécaniques optimales d'une fonte G.S. bainitique doit débiter par une définition des fins apparentes et réelles de première étape bainitique.

J.M. SCHISLER a montré que pour un alliage "homogène" Fe-C-Si la phase mère austénitique subit d'autant plus facilement une transformation martensitique que le degré de contrainte lié à l'enrichissement à l'interface γ mère/ γ enrichie est important.

Dans les fontes G.S. bainitiques, l'évolution de l'austénite post-bainitique est encore plus complexe puisqu'il est nécessaire de tenir compte de la présence des différentes familles d'austénite.

L'évolution des structures ferrito-austénitiques a permis de montrer que la transformation de l'austénite en martensite est possible en condition isotherme par maintien à température ambiante et en condition anisotherme par refroidissement jusqu'à la température de l'azote liquide ou sous contraintes (usure abrasive et polissage sévère).

En condition anisotherme et pour une structure intermédiaire située entre le début et la fin de première étape, l'évolution des caractéristiques d'aimantation s'effectue par paliers. Au contraire, une structure de fin de première étape réelle subit une transformation sans paliers, beaucoup plus faible et à des températures plus basses. Cela traduit bien les influences de la qualité et de la quantité de l'austénite post-bainitique.

La "capacité de transformation de l'austénite" en produit martensitique évolue en fonction du temps de maintien bainitique et des paramètres initiant cette déstabilisation de l'austénite.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) **J.M. SCHISLER**
Thèse Docteur-ès-Sciences - 1972.
- (2) **G. WASSERMANN, Z. NISHIYAMA**
Arch. Für das Eisenhutt 16 (1933) p. 647
Sc. Rep. Tokohu University 23 (1934) p. 638.
- (3) **J. LACAZE, M. CASTRO, N. AICHOUN, G. LESOULT**
Influence de la vitesse de refroidissement sur la
microstructure et la cinétique de solidification des fontes
G.S. Expérience et simulation numérique de
solidification dirigée.
- (4) **J.P. CHOBAUT**
Thèse de l'INPL - 1987.
- (5) **R.B. GUNDLACH, J.F. JANAWAK**
A review of austempered ductile iron metallurgy. 1st
International conference on austempered ductile iron.
2-4 April 1984 - Hyatt Regency O'Hure, Chicago, Illinois.
- (6) **J.M. SCHISLER, J.P. CHOBAUT, C. BAK, D. GOUVENEL**
La transformation bainitique hétérogène observée dans
les fontes G.S. alliées et non alliées.
- (7) **K. HORNING and W. HAUKE**
Austempered Ductile Iron (ADI)
1st International conference on ADI, April 1984.
- (8) **J. SAVERNA, J.M. SCHISLER, R. BELLOCI, C. BAK**
Vol. 3 "Applications and Technology" of the
international Seminar hel at Düsseldorf (1984) 144-153.
Ed by Commission of the European Communities -
Brussels.
- (9) **HARDING, RICHARD**
BCIRA,
La production, les propriétés et les applications des fontes
G.S. bainitiques (conférence présentée aux 50^e Journées
d'Etudes de la Fonderie de l'ATF, 3-5 juin 1987).
- (10) **E. DORAZIL et M. HOLZMANN**
Fracture behaviour of A.D.I (AFS) 1991.
- (11) **J.C. FISCHER et D. TURNBULL**
ACTA Met., (1953), 1, 310.

CHAPITRE III

**DEFINITION ET CARACTERISATION DE LA PHASE DE
RODAGE DE L'USURE ABRASIVE A TEMPERATURE
AMBIANTE**

SOMMAIRE

1 - QU'EST-CE QUE L'USURE ?

- I.1 - Généralités
- I.2 - Définition de l'usure
- I.3 - Types et mécanismes d'usure
 - I.3.1 - Usure par adhésion
 - I.3.2 - Usure par abrasion
 - I.3.2.1 - Usure par abrasion 2 corps
 - I.3.2.2 - Usure par abrasion 3 corps
 - I.3.3 - Usure par fatigue

2 - CHOIX DU TEST D'ABRASION UTILISE

- Introduction
- II.1 - Description du système tribologique utilisé
 - II.1.1 - Caractéristiques de l'abrasif
 - II.1.1.1 - Dureté de l'abrasif
 - II.1.1.2 - Granulométrie de l'abrasif
 - II.1.1.3 - Evaluation des débris d'usure
- II.2 - Comment mesurer l'usure ?
 - II.2.1 - Caractérisation de l'usure par mesure de profondeur d'une indentation
 - II.2.1.1 - Résultat des mesures

3 - CARACTERISTIQUE DE LA PHASE DE RODAGE

- Introduction
- III.1 - Evolution macrogéométrique
- III.2 - Evolution statistique de la topographie de surface
 - III.2.1 - Résultats de la caractérisation statistique des paramètres de position de formes et de la perte de poids correspondant
 - III.2.1.1 - Conclusion partielle
- III.3 - Evolution des profils de surface après relocalisation
 - III.3.1 - Résultats
 - III.3.2 - Conclusion partielle

CONCLUSION

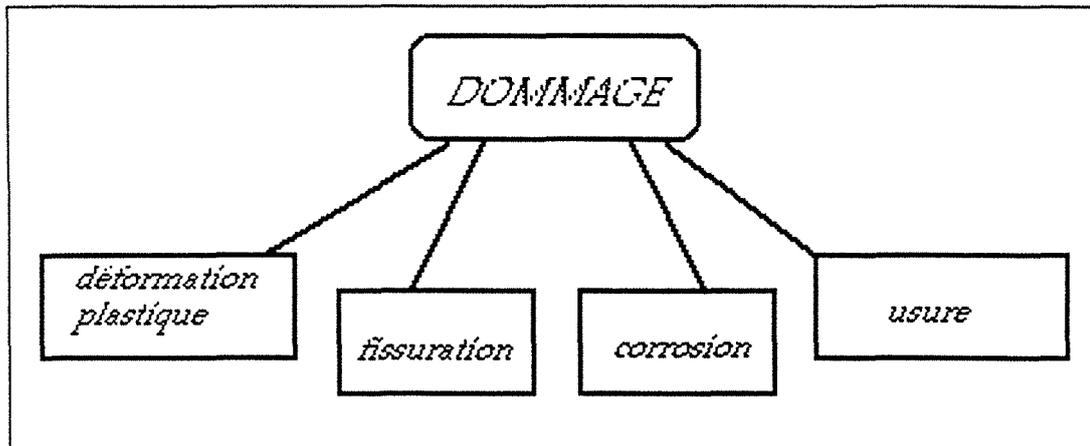


FIGURE III.1

Aperçu de différents mécanismes pouvant causer des dommages.
D'après (1)

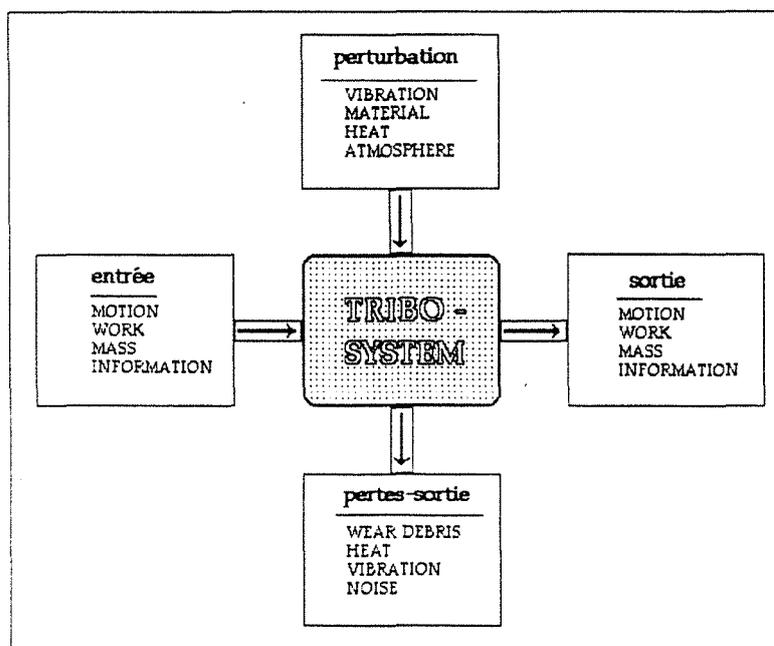


FIGURE III.2

Description des entrées-sorties dans un tribosystème
D'après (2).

1 - QU'EST-CE QUE L'USURE ?

I.1 - GENERALITES

Le frottement et l'usure sont des phénomènes aussi vieux que l'humanité. On trouve des études datant des civilisations Egyptienne et Sumérienne portant sur l'utilisation de certains lubrifiants pour réduire le frottement et l'usure lors du transport de lourdes charges.

Dès la Renaissance, Léonard de Vinci définit quelques principes de base confirmés par Guillaume Amontons 2 siècles plus tard. Il s'agissait principalement d'études portant sur le coefficient de frottement, la surface apparente de frottement, les lubrifiants et sur l'utilisation d'un alliage à base de cuivre et d'étain pour la fabrication de paliers de glissement.

A l'heure actuelle, l'intérêt de l'étude de l'usure est double ; en effet, on peut distinguer deux objectifs : celui de réduire les dommages des outils et des matériaux sollicités et celui de définir et de concevoir de nouveaux matériaux pouvant résister à des conditions d'utilisation de plus en plus sévères. Ces deux objectifs devant aboutir en principe à la performance et à la durabilité des matériaux ne sont atteints que si la diversité des paramètres étudiés correspond au système "tribologique" utilisé.

Sans cette prise de conscience, des erreurs d'interprétation peuvent apparaître ; par exemple, le fait de considérer que la résistance à l'usure est une caractérisation intrinsèque du matériau ou bien l'existence de relations directes entre la perte de poids et la dureté initiale d'un matériau sont typiquement deux approches différentes traitant du même sujet.

Une tentative de simplification ne faisant apparaître que les mécanismes de base générant des dégradations pose déjà des problèmes. La figure III.1 (1) illustre cette tentative, mais cette représentation est en fait inachevée. En effet, à partir de celle-ci, il est possible de concevoir un réseau complexe de ramifications secondaires.

L'ambiguïté réside dans le fait que ces mécanismes, considérés "à priori" de base, peuvent agir l'un sur l'autre dans un ordre qui n'est pas toujours possible à définir. Ainsi, la corrosion peut apparaître sans fissuration mais aussi faciliter cette dernière. De même, en cours d'usure après ou pendant la déformation plastique, des fissures peuvent se propager et favoriser la dégradation par corrosion. Ces deux exemples illustrent la difficulté de classer l'usure.

I.2 - DEFINITION DE L'USURE

Selon la définition du Larousse, l'usure est la détérioration par l'usage. Plus récemment d'après l'O.C.D.E., (groupe de recherche sur l'usure des matériaux industriels), l'usure est la perte progressive de matière de la surface active d'un corps par suite du mouvement relatif d'un autre corps

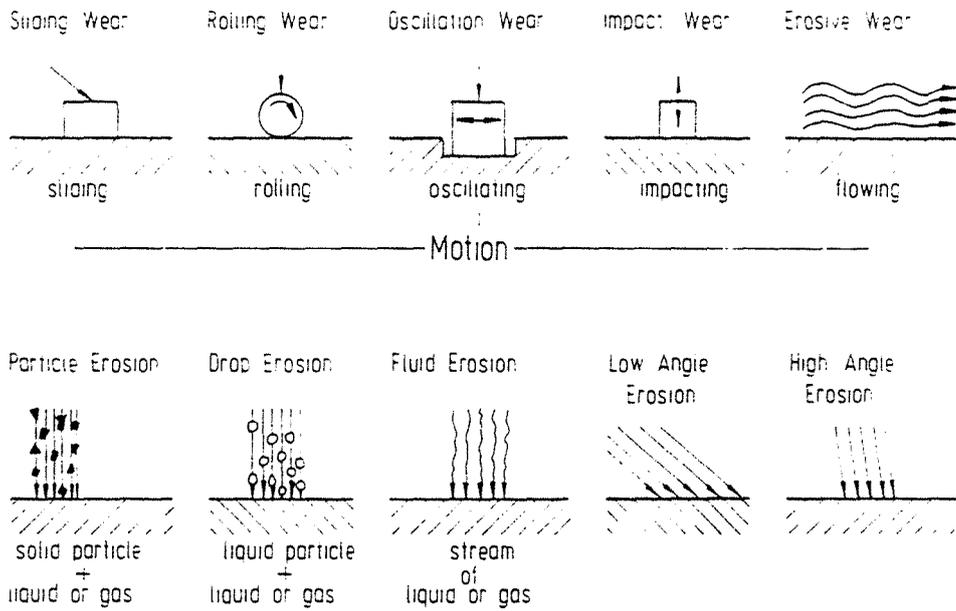


FIGURE III.3

Classification de l'usure par mode d'action.

D'après (3).

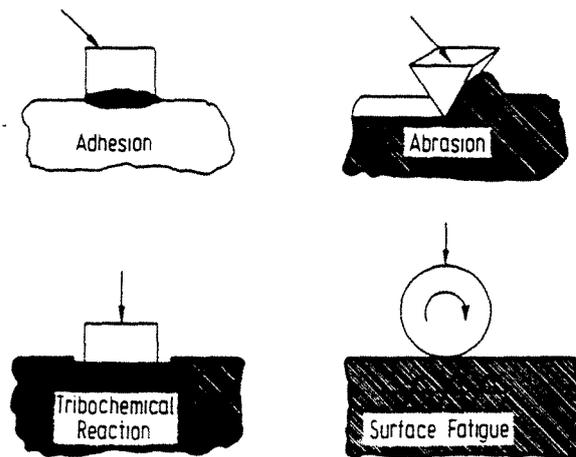


FIGURE III.4

Description schématique des 4 principaux mécanismes d'usure.

D'après (4).

sur cette surface. Ces deux définitions se différenciant par la notion de mouvement, on peut être tenté d'y associer la définition de l'usure.

Après ce problème de définition générale de l'usure on rencontre un autre problème lorsqu'il s'agit de détailler les types d'usure existant.

I.3 - TYPES ET MECANISMES D'USURE

L'erreur communément commise consiste à ne considérer qu'une partie du système tribologique pour établir une classification de mécanisme d'usure. A partir de l'exemple de tribosystème établi par ZUMGARH (2) et représenté sur la **figure III.2**, on comprend que l'étude d'un mécanisme ou d'un type d'usure n'est possible que si les fonctions entrée et sortie du système tribologique utilisé sont connues.

Il est possible de constater une dégradation d'un échantillon usé par fissuration et conclure un type d'usure par fragilité, mais un autre matériau soumis aux mêmes conditions tribologiques subira une simple déformation plastique et un labourage.

En général, la classification est établie par les modes d'action et par les mécanismes d'usure. Dans le 1er cas, les mouvements possibles générateurs d'usure, sont nombreux et peuvent engendrer moult mécanismes d'usure (3) (**figure III.3**).

Le classement des processus d'usure par les mécanismes est celui qui est plus souvent utilisé et, d'après de nombreux auteurs, quatre mécanismes principaux sont discernables (**figure III.4**). Ils agissent parfois simultanément ou successivement (4). Nous verrons que pour ce qui concerne notre étude, le mécanisme d'usure dominant est l'abrasion avec des composantes de coupe et de labourage.

I.3.1 - Usure par adhésion

Sous l'effet d'une force appliquée F_N , il peut y avoir une formation de jonctions et puis cisaillement dans "la masse". Le cisaillement des jonctions est possible selon le rapport des sections à cisailier aussi bien dans le corps mou que dans le corps dur. L'étape suivante est l'arrachement de particules puis le transfert d'une des pièces frottantes sur la surface du corps antagoniste.

I.3.2 - Usure par abrasion

Ethymologiquement, abrasion signifie (ab : enlever, radère = racler) soit enlever en grattant. Le terme abrasion fait son apparition en 1611 grâce à A. DUCHESNE, il est extrait du latin abrasio, uniquement utilisé dans le vocabulaire technique, le verbe abraser apparaît en 1928. L'usure abrasive est le déplacement de matière causé par la présence de particules dures placées entre ou enfoncées dans une ou 2 surfaces en mouvement relatif ou par la présence de protubérances dures.

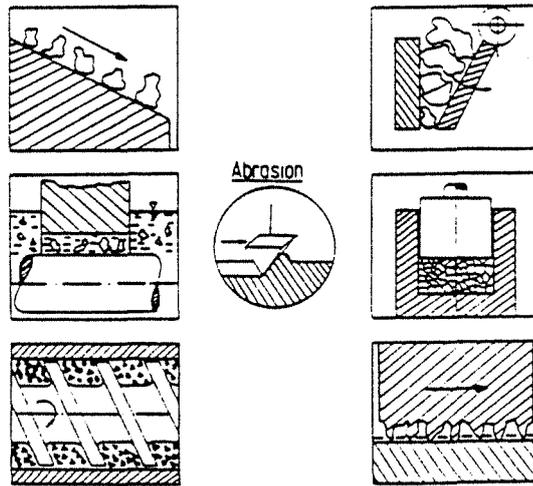


FIGURE III.5
 Principaux systèmes tribologiques engendrés par l'usure abrasive.
 D'après (5)

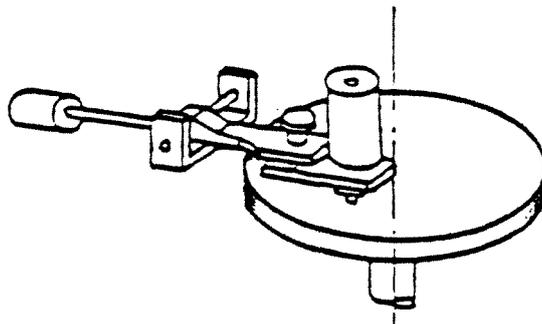


FIGURE III.6
 Exemple type d'abrasion deux corps.
 D'après (6)

Une particule dure peut être créée en cours de travail de concassage de minerais ou par l'introduction, en général involontaire, de corps étrangers dans le système tribologique.

La **figure III.5** illustre les systèmes tribologiques dans lesquels le mécanisme d'usure abrasive est dominant. Ce mécanisme représenterait, à lui seul, de l'ordre du tiers des dégradations possibles causées par l'usure (5). Selon les configurations de la mécanique de l'abrasion nous pouvons considérer les abrasions 2 et 3 corps comme bien distinctes.

I.3.2.1 - Usure par abrasion 2 corps

Surface en opposition à un corps abrasif ou contenant des abrasifs. Le polissage sur papier abrasif est de l'abrasion 2 corps tant que les particules ne se détachent pas de leur support.

L'exemple de l'abrasion 2 corps est très fréquent et rencontré dans le travail du sol en agriculture, les travaux publics, l'extraction, le concassage et dans tous les secteurs gros consommateurs d'énergie. L'érosion est considérée comme de l'abrasion 2 corps sous faibles contraintes (grenailage, ventilateurs, appareils à jets, canon à eau, découpe sous jet d'eau, etc...) L'exemple type de l'essai d'abrasion 2 corps est le "pin test" (figure III.6) (6).

I.3.2.2 - Usure par abrasion 3 corps

L'abrasion 3 corps oppose 2 surfaces avec interpositions de particules abrasives libres pouvant avoir des mouvements relatifs. Dans les conditions 3 corps, il faut distinguer celles où la distance séparant les surfaces en opposition est du même ordre de grandeur que la dimension du grain abrasif, de celles où la distance est plus importante.

Dans le 2ème cas, (distance importante) les caractéristiques d'une surface n'ont plus d'incidences sur l'autre surface. L'abrasion peut être localisée sur l'une des 2 surfaces et les chocs éventuels sont en partie amortis par un réarrangement des particules abrasives.

Les cas "d'abrasion - trois corps" sont probablement les plus répandus et concernent l'injection ou l'extrusion de granulat par vis ou par goulottes, le broyage par écrasement de produits non polluables et les secteurs d'application se retrouvent au niveau de la production ou de la mise en oeuvre tels que les matières plastiques, les matériaux de construction, la métallurgie des poudres, la minéralogie, etc...

Selon les sollicitations d'abrasion, nous pouvons distinguer l'abrasion sous faible contrainte (érosion, chocs accidentels) l'abrasion sous forte contrainte (meulage ou moulage) et l'abrasion sous très fortes contraintes (abrasion gougeage, chocs élevés, abrasifs coupants se déplaçant parallèlement à la surface).

Le système d'usure utilisé dans notre machine d'essais peut être assimilée à l'abrasion 3 corps. L'observation des traces laissées par l'abrasif

témoigne d'une usure "3 corps", car la particule abrasise peut se trouver en rotation à la surface de l'échantillon mais en même temps, le troisième corps qui est constitué par le fond de l'enceinte, est trop éloigné pour être influent. Il s'agirait en fait d'une usure abrasive 3 corps composés de l'échantillon, de l'abrasif en contact à l'interface et du reste de l'abrasif faisant masse et opposition.

I.3.3 - Usure par fatigue

L'usure par fatigue peut être caractérisée par la formation de fissure et d'écaillés causées par une charge alternativement appliquée sur la surface du solide. Les roulements, les glissements et les impacts de solide ou de liquide, peuvent engendrer un cycle de contraintes surfaciques et/ou en sous-couches.

En fatigue, l'endommagement d'un matériau apparaît même si les sollicitations sont effectuées à des contraintes inférieures à la limite élastique. Toutefois plusieurs millions de cycles sont nécessaires pour que l'effet des contraintes se fasse sentir. Pour notre système, la composante fatigue intervient à partir de quelques 10^5 révolutions. Les fissures responsables de la dégradation par fatigue peuvent être bloquées si on impose une seule tension ou compression.

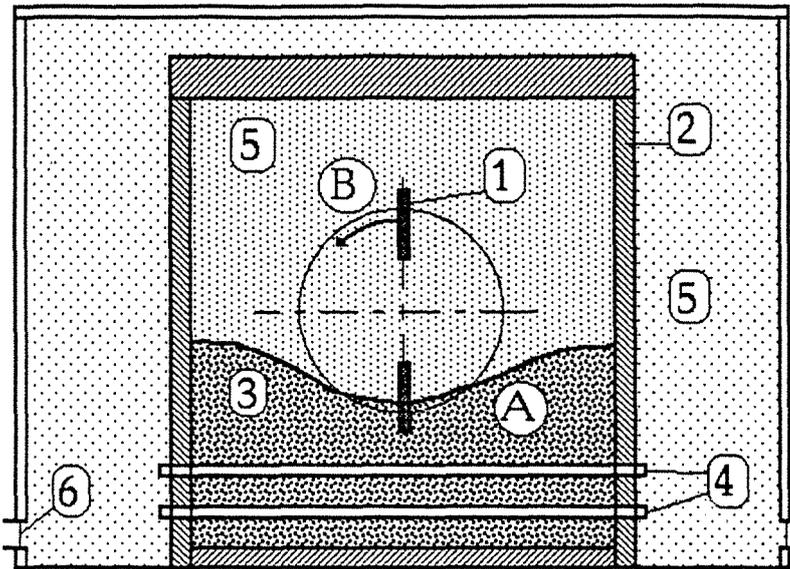
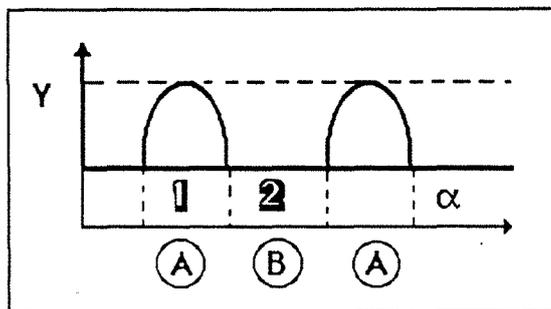


FIGURE III.7a

Représentation schématique du système tribologique utilisé au laboratoire

- 1) éprouvettes (corps mobiles)
- 2) parois
- 3) abrasif
- 4) éléments chauffants
- 5) milieu environnant
- 6) contrôle de l'atmosphère

- A) pénétration de l'éprouvette dans l'abrasif
- B) éprouvette non sollicitée



- 1) Période de croissance et de décroissance de la contrainte positive appliquée en tête d'éprouvette alors que celle-ci parcourt l'abrasif (phase A)
- 2) la contrainte est nulle, l'éprouvette est sortie du lit d'abrasif (phase B).

FIGURE III.7b

Schématisme de la contrainte appliquée en tête d'éprouvette en fonction de l'angle α de rotation.

FIGURES III.7

2 - CHOIX DU TEST D'ABRASION UTILISE

Introduction

Un des problèmes majeurs rencontrés lors des essais d'usure est l'accélération du test. En effet on peut être tenté, par rapport aux conditions réelles industrielles, de gagner du temps et dans ces conditions, le comportement du matériau et la nature du processus d'usure peuvent être altérés d'une manière différente et les résultats de laboratoire sont alors souvent irréalistes et non transposables au cas réel.

A ce propos, signalons le compte rendu effectué par l'O.F.C.D. (organisation for economic co-operation and development) sur les différents tests d'usure utilisés par un grand nombre de laboratoires : "les valeurs absolues de frottement et d'usure doivent être traitées avec une extrême prudence et la reproductibilité est restreinte à un mécanisme d'usure à la fois".

Ce constat assez sévère confirme l'absence d'appareil universel d'essai d'usure et il montre le danger de l'utilisation de tests "conventionnels" non adaptés aux conditions précises d'un cas étudié .

Dans la mesure ou dans le cadre de cette étude aucune demande très précise ne nous a été imposée, nous avons donc construit notre propre essai d'abrasion. Malgré tout, des applications et des essais sur sites industriels sont en cours.

II.1 - DESCRIPTION DU SYSTEME TRIBOLOGIQUE UTILISE

Notre dispositif type "agitateur" comporte un ensemble de caractéristiques favorables à l'étude de l'usure abrasive et dans une moindre mesure de l'influence de la fatigue. Le schéma de la machine test est représenté sur la figure III.7a et il est possible de faire varier plusieurs paramètres d'usure tels que :

la nature et la dimension de l'abrasif, la vitesse de déplacement des éprouvettes par rapport à l'abrasif et l'angle d'impact. Dans un souci de simplification et de par la nature de cette étude, nous n'avons pas varié ces paramètres. Les principales caractéristiques de la machine test sont les suivantes :

- Taille des éprouvettes : éprouvettes cylindriques \varnothing 11 mm, L = 60 mm
- Nombre d'éprouvettes possibles : 1 à 12
- Essais : mode manuel et mode automatique si l'on désire programmer le nombre de cycles.
- Intensité des sollicitations : moyenne et fixée constante de par la nature et la quantité de l'abrasif et par la vitesse de déplacement des éprouvettes par rapport à l'abrasif.
- Vitesse de déplacement des éprouvettes par rapport à l'abrasif : rotation de 210 trs/min, soit 2,5 m/s linéaire en tête d'éprouvette.

Les efforts transmis sur l'éprouvette sont représentés schématiquement sur la figure III.7b.

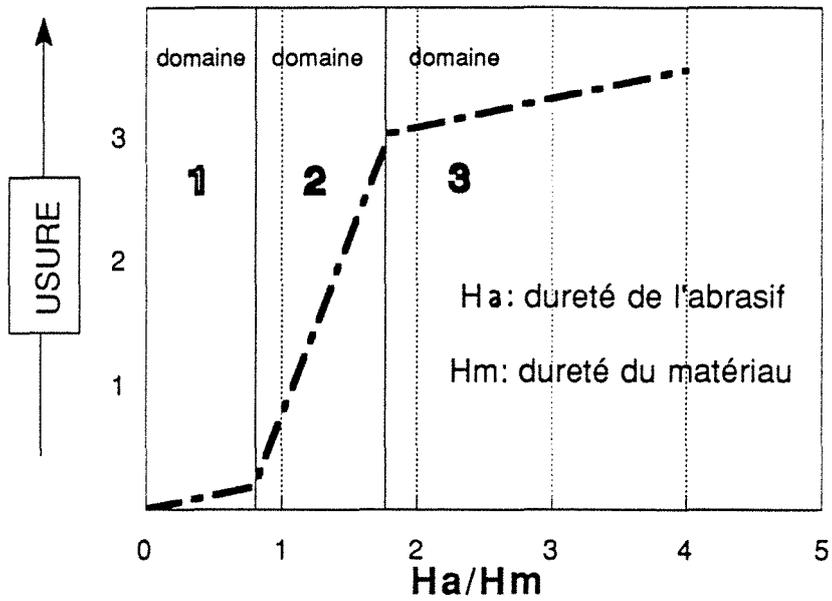


FIGURE III.8

Influence de la dureté de l'abrasif sur l'usure.

D'après (7)

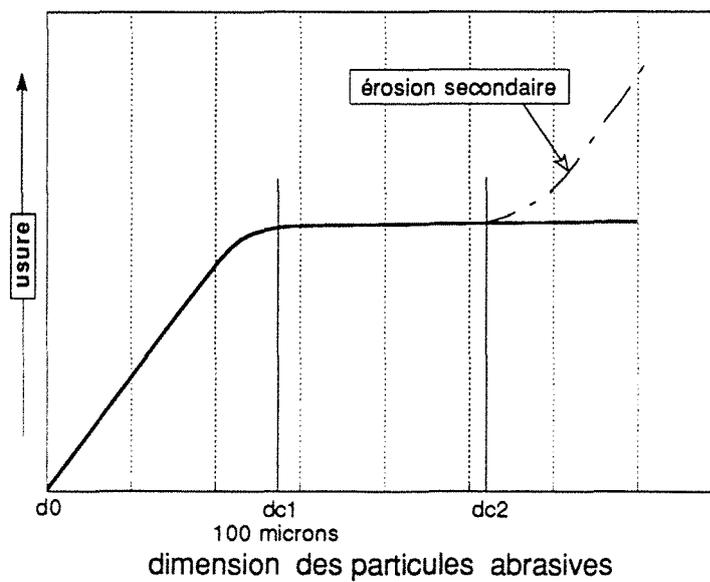


FIGURE III.9

Influence de la dimension des grains sur l'usure.

D'après (8).

- Température d'essais : la gamme de température d'utilisation s'étend de 20°C à 760°C. Des sondes ont été placées à différents endroits dans l'enceinte en cours d'usure et les résultats montrent que les fluctuations de température sont très faibles.

- Nature de l'atmosphère : il est possible de contrôler la nature du gaz environnant l'éprouvette et l'abrasif. Le couvercle est alors remplacé par un filtre ne laissant pas s'échapper les particules abrasives mais assurant la circulation du gaz. Nous avons eu recours à cette solution afin d'effectuer un cycle d'aspiration et de filtration des poussières produites en cours d'abrasion, de manière à limiter la pollution.

- Caractéristiques de l'abrasif.

Dureté de l'abrasif

Il existe 3 régimes d'usure ; l'usure douce où $H_{\text{abrasif}} < H_{\text{matériaux}}$, l'usure intermédiaire où $H_a \simeq H_m$, et l'usure sévère où $H_a > H_m$ (figure III.8). La dureté du carbure de silicium utilisé se situe en troisième position dans l'échelle de dureté des abrasifs les plus couramment utilisés. D'une valeur de 3500 Kg/mm², elle est plus de 3 fois supérieure à la dureté des fontes G.S. bainitiques les plus utilisées (7).

De ce fait, nous situant toujours en régime d'abrasion sévère nous ne risquons pas de basculer en régime intermédiaire si la dureté des couches superficielles des fontes G.S. bainitiques évoluaient en cours d'usure. Cette dernière remarque a son importance, dans l'hypothèse où les caractéristiques des fontes G.S. bainitiques évoluaient en cours d'usure donc modifiaient la vitesse d'usure.

Granulométrie de l'abrasif

Elle influe considérablement sur l'usure, en effet on peut relever un régime de croissance rapide si la granulométrie augmente, un régime stable et éventuellement un phénomène d'érosion secondaire (figure III.9) (8). Au delà de 100 µm et si il n'y a pas éclatement des grains d'abrasifs, la dimension n'influence plus l'usure.

Nous avons prélevé des particules abrasives au début de son utilisation puis après 10⁶ cycles et mesuré l'évolution éventuelle de sa granulométrie. On observe deux périodes :

- Au cours de la première période de 0 à 10⁶ tours environ. Il y a création de nouvelles arêtes vives et la fragmentation s'effectue selon des plans particuliers dits de "clivage" (figure III.10a). Le résultat est le transfert de classes de granulométrie (figure III.11). La classe 1,6/2 mm diminue au profit de la classe 1,6/1,25 mm, mais le plus important est la production en cours d'usure de nouvelles classes de granulométrie inférieures au mm. De manière générale, cette période de fragmentation n'est pas préjudiciable à la



FIGURE III.10a

Observation des plans de clivage des particules de SiC par microscopie électronique à balayage



FIGURE III.10b

Aspect de l'abrasif SiC après plus de 10^6 cycles d'usure observé par microscopie électronique à balayage

FIGURES III.10

nature même de l'abrasion puisque les arêtes tranchantes sont toujours présentes.

- La deuxième période se situe après 10^6 tours. Les particules ne se fragmentent pratiquement plus mais interagissent entre elles. Les arêtes vives disparaissent et l'abrasif s'arrondit (figure III.10b). Il est donc conseillé de changer l'abrasif car on risque de voir le galetage dominer le phénomène d'abrasion si on poursuit l'essai avec cet abrasif modifié.

Evacuation des débris

Puisqu'il y a fragmentation de l'abrasif au cours de l'usure, il y a donc création de débris d'abrasif et enlèvement de matière de l'échantillon.

Il y a aura nécessairement contamination si ces débris s'accumulent et cela va former une nouvelle interface entre l'abrasif et l'échantillon entraînant une diminution des propriétés abrasives. Ce processus est appelé "circuit fermé". Si les débris sont évacués, l'abrasif reste toujours en contact direct avec la surface usée et on dit alors qu'on est en circuit ouvert.

Nous avons installé un système d'évacuation des poussières formées en cours d'usure et avons effectué un nettoyage complet de l'ensemble du dispositif d'usure avant chaque essai. Cela nous a donc permis de contrôler l'essentiel de la contamination.

Malgré tout, si le cycle d'usure est supérieur à 500 000 rotations sans interruption ni nettoyage, notre système d'usure se trouve dans une situation de "circuit fermé".

II.2 - COMMENT MESURER L'USURE ?

Les techniques classiques de mesure du taux d'usure sont nombreuses et on peut citer l'utilisation de traceurs radioactifs, l'usage du Talysurf ou les mesures de longueur c'est probablement la perte de poids de l'échantillon qui est la méthode la plus utilisée, mais elle implique une conception de l'éprouvette de poids total assez faible comparé aux pertes de poids (0,005 g pour 100 g par ex.).

Les mécanismes et les procédures permettant de déplacer et de peser les éprouvettes ne doivent pas influencer le processus d'usure. Le système porte-échantillon utilisé pour notre abrasimètre autorise un démontage facile et rapide et nous a aussi permis d'effectuer des mesures de perte de poids et des mesures de microgéométrie sur Talysurf. Cette dernière méthode est nécessaire lorsqu'il s'agit de fournir des renseignements complémentaires à la perte de poids qui n'est pas suffisamment sélective. En effet, des détériorations locales peuvent se produire à l'interface lors de phases préliminaires à l'usure et les évolutions des profils de surface ne signifient pas obligatoirement des pertes de poids.

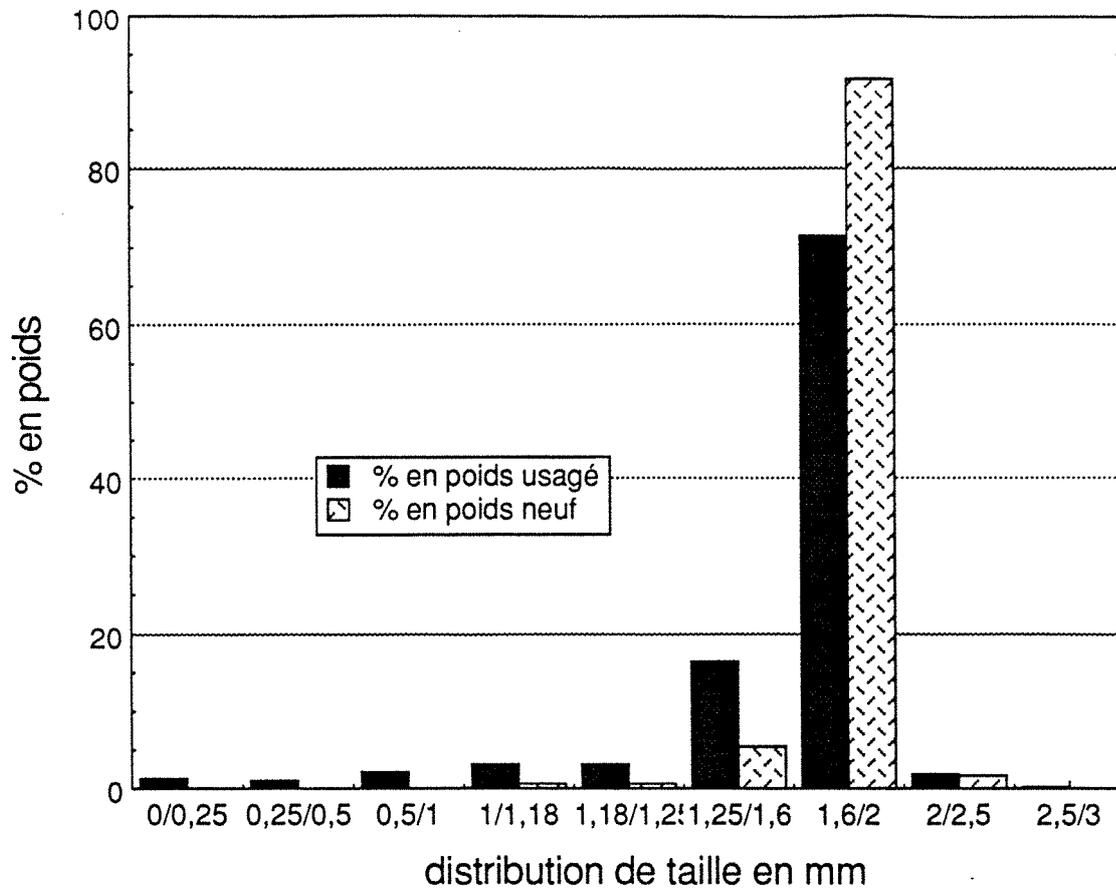


FIGURE III.11

Transfert de classe de granulométrie des particules abrasives relevé entre 0 et 10^6 cycles d'usures

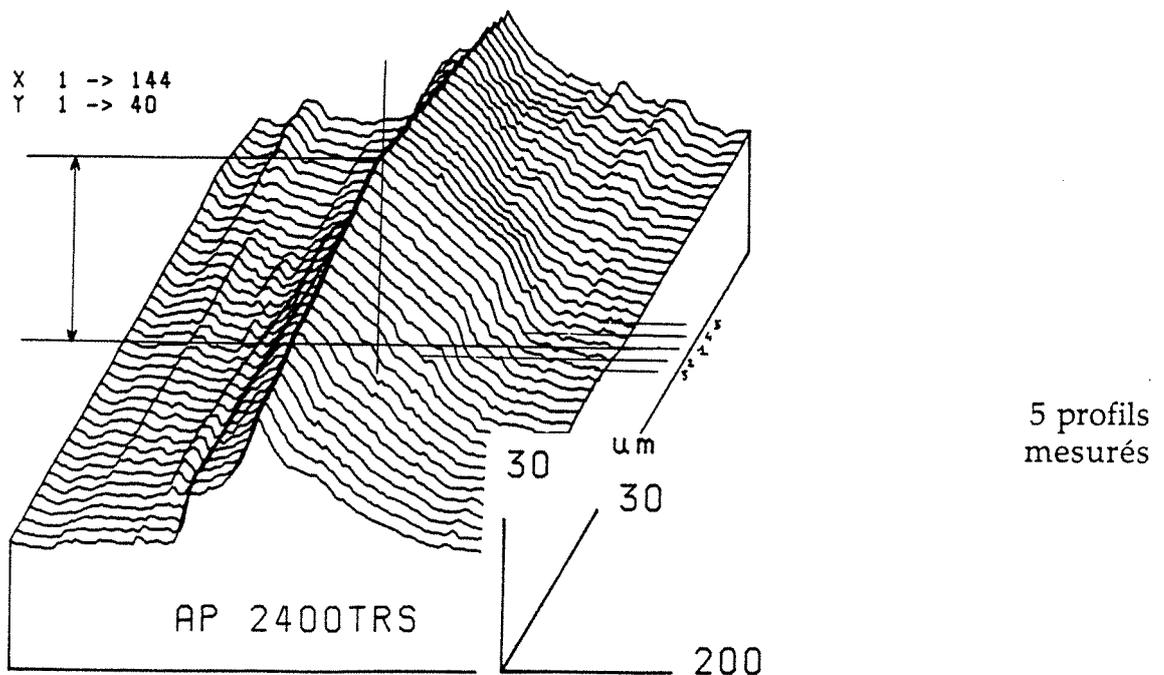


FIGURE III.12

Représentation tridimensionnelle inversée d'une empreinte de microdureté effectuée sur un XC10 et d'une méthode de mesure de la profondeur moyenne de l'indentation à l'aide de 5 profils.

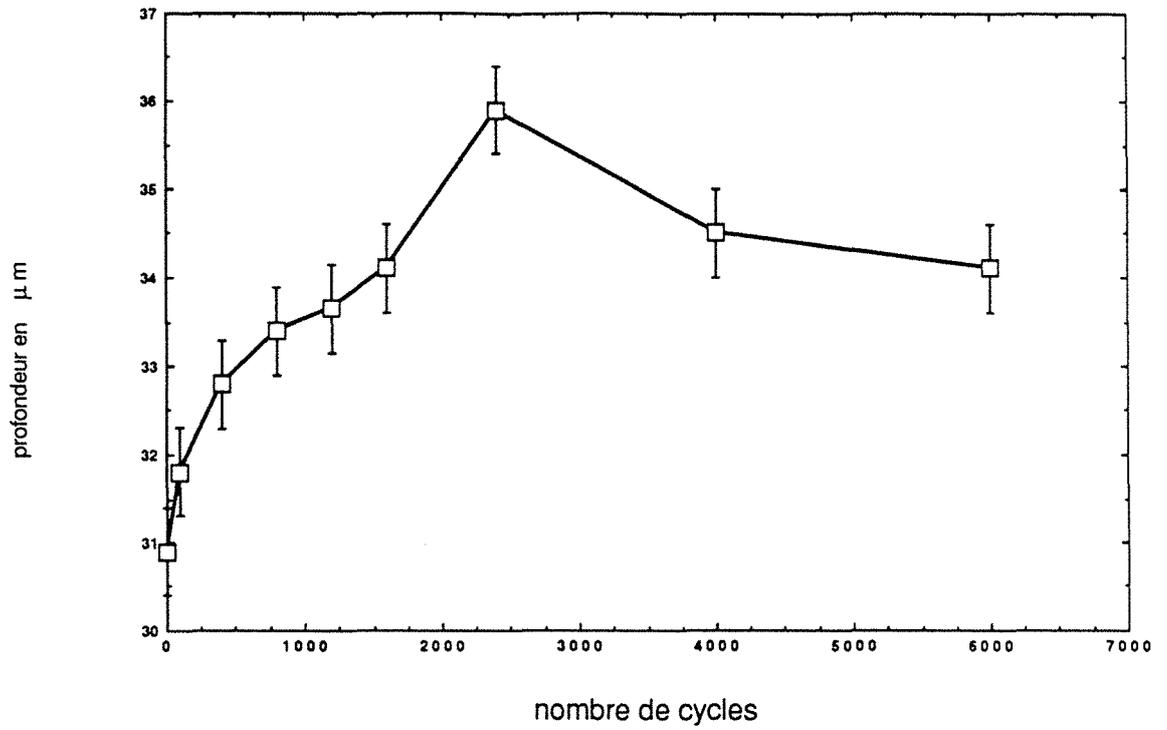


FIGURE III.13

Variation de la profondeur d'une indentation en fonction du nombre de cycles d'usure.

C'est grâce à la profilométrie que nous avons étudié les possibilités de quantifier l'usure par mesure de profondeur d'empreinte de microdureté.

II.2.1 - Caractérisation de l'usure par mesure de profondeur d'une indentation

Ces essais ont été effectués à partir d'un acier doux faiblement chargé en carbone, la surface étudiée étant polie à la pâte diamantée au 3 μm et l'empreinte pyramidale Vickers avant usure étant profonde de 31 μm .

Après chaque cycle d'usure, la surface a été nettoyée aux ultra-sons et dégraissée à l'acétone, les mesures de profondeur ont été effectuées après acquisition de tous les points constituant la plage de mesure. On peut mesurer la profondeur de l'indentation suivant deux méthodes :

- Soit à partir de la ligne moyenne des moindres carrés relative à ces points, un logiciel déterminant ensuite la profondeur de cette orientation après mesure de la profondeur de celle-ci et comparaison à la ligne moyenne. Cette méthode s'applique si, et seulement si, le nombre de points acquis situés à droite comme à gauche des bords de l'empreinte est supérieur à 8,
- Soit à partir des mesures de profondeur directement effectuées sur la représentation "inverse" de l'indentation, le profil définitif étant déterminé et centré sur 5 profils (figure III.12). Les deux méthodes quoique différentes aboutissent à 1 μm près aux mêmes résultats.

II.2.1.1 - Résultats des mesures

En fonction du nombre de cycles d'usure, on note que la profondeur de l'indentation calculée suivant les deux méthodes citées ci-dessus augmente rapidement de 4 à 5 μm puis décroît plus lentement (figure III.13).

Les étapes principales correspondant à ces variations ont été représentées sur la figure III.14. On constate qu'à partir de 32000 rotations de l'éprouvette, il ne subsiste qu'un vague souvenir de l'empreinte.

Ces résultats surprenants peuvent être expliqués ainsi :

- l'empreinte de microdureté ne nous fournit pas de plan de référence puisque non seulement la surface environnante de l'empreinte s'use mais l'intérieur de l'empreinte s'use également mais de façon différente. De part la dimensions de sa base pyramidale (270 μm) cette empreinte au départ de l'essai d'usure, a pour effet de "piéger" toutes les particules de taille inférieure à la base de l'empreinte. Ces particules usant le fond de l'empreinte représentent environ 5 % en poids de l'ensemble de l'abrasif. Lorsque la base de l'empreinte s'élargit, le piégeage des particules diminue et la profondeur chute.

En résumé, nous pouvons dire que cette méthode ne convient pas à la détermination de l'usure abrasive 3 corps, mais elle nous a permis de mesurer le rôle des petites particules d'abrasif lorsque la surface usée contient des cavités initiales.

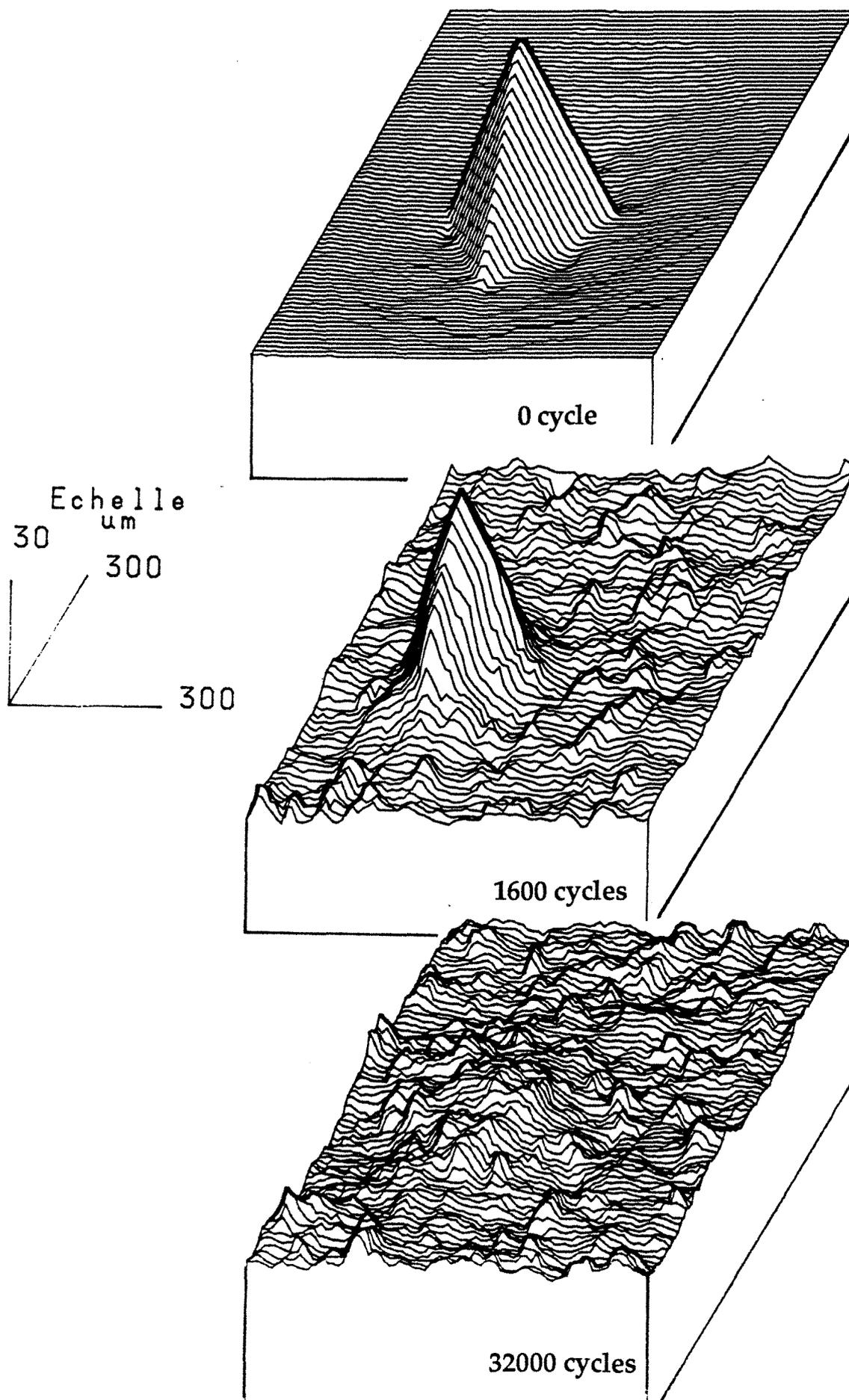


FIGURE III.14

Représentation tridimensionnelle inversée d'une empreinte de microdureté subissant l'usure abrasive

3 - CARACTERISTIQUE DE LA PHASE DE RODAGE

Introduction

D'une manière générale, l'usure est mesurée en fonction de variables telles que le temps, la distance, le nombre de cycles etc... . Ces variables dépendent du tribomètre utilisé et d'après la plupart des auteurs on peut distinguer plusieurs étapes. L'usure en fonction du temps (par exemple) n'est pas constante et comporte trois périodes (figure III.15). Ces trois périodes (I, II et III) se différencient facilement non seulement par la variation de pente globale de chaque zone mais également par la variation du temps durant lequel s'effectue cette phase d'usure (9).

Dans notre étude sur les fontes G.S. de type ADI, après de nombreux essais effectués sur la phase préliminaire appelée "phase de rodage", il est apparu que selon les méthodes d'observations de cette usure, celle-ci pourrait se présenter sous différents aspects.

L'intérêt de diversifier les techniques d'investigation est amplement justifié car sans une analyse précise des profils de surface, nous aurions confondu les différentes causes du rodage. Durant cette phase peuvent se produire successivement, les phénomènes suivants : des modifications microgéométriques des couches superficielles de la face usée et une évolution de la géométrie initiale de la partie de l'éprouvette sollicitée à l'usure vers une géométrie plus stable. Dans cette étude relative à la résistance à l'usure des fontes G.S. bainitiques, l'intérêt de contrôler la phase de rodage est important puisque cela nous permet de mettre en exergue les éventuelles transformations métallurgiques et (ou) physiques du matériau en cours d'usure.

III.1 - EVOLUTION MACROGEOMETRIQUE

D'une manière générale, la principale cause du changement de pente observé lors du passage d'une zone à l'autre durant la perte de poids en fonction du temps (figure III.15) est l'évolution de la géométrie de la face en contact avec l'abrasif en cours d'usure.

Pour pouvoir juger de l'effet de ce paramètre, nous avons effectué une modification de forme de l'éprouvette avant le test d'usure. Cette modification a consisté en un méplat fraisé en tête d'éprouvette formant un angle variable de pénétration dans l'abrasif. L'idée de ce changement n'est pas fortuite car il résulte de l'observation de l'aspect de la tête de l'éprouvette obtenu après un nombre de cycles important.

La rotation de l'éprouvette au sein du milieu abrasif explique cette évolution géométrique représentée sur la figure III.16.

Dans le cas d'usure appliquée à une fonte G.S. de type ferrito-perlitique, nous avons mesuré l'évolution de la perte de poids tout au long

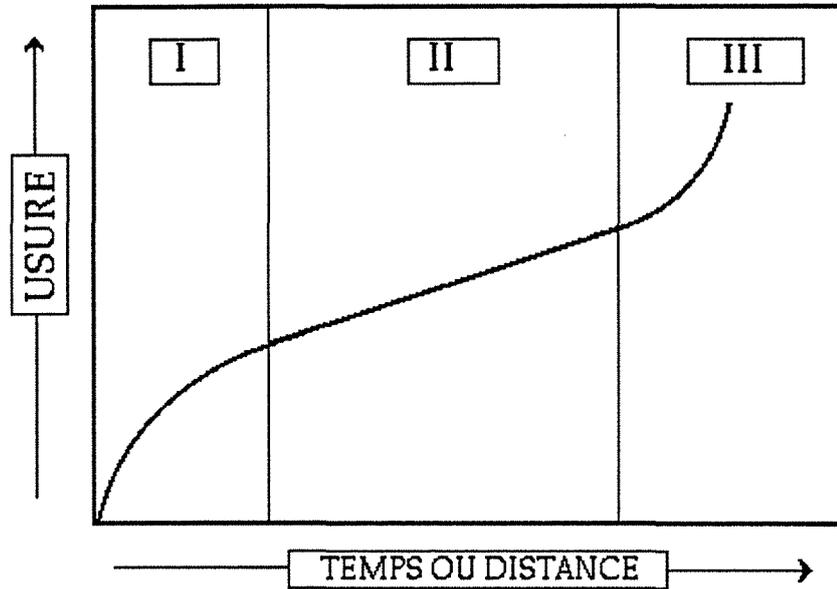
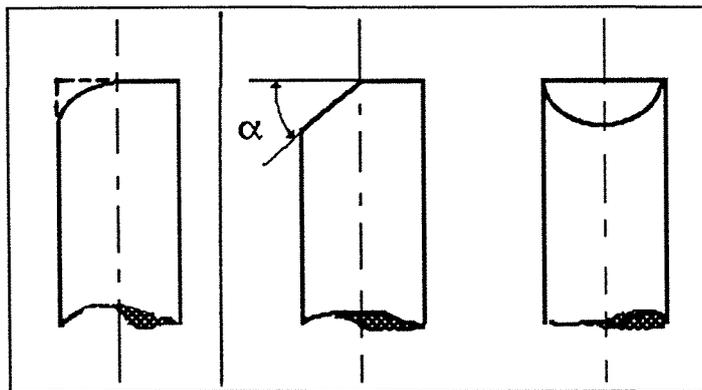


FIGURE III.15

La perte de poids est une fonction du temps ou de la distance mais dépend des mécanismes d'usure prédominant
D'après (9)



usée après
 10^6 cycles

Tête d'éprouvette usinée
non usée

FIGURE III.16

Evolution de l'extrémité de l'éprouvette en contact avec l'abrasif après 10^6 cycles d'usure.

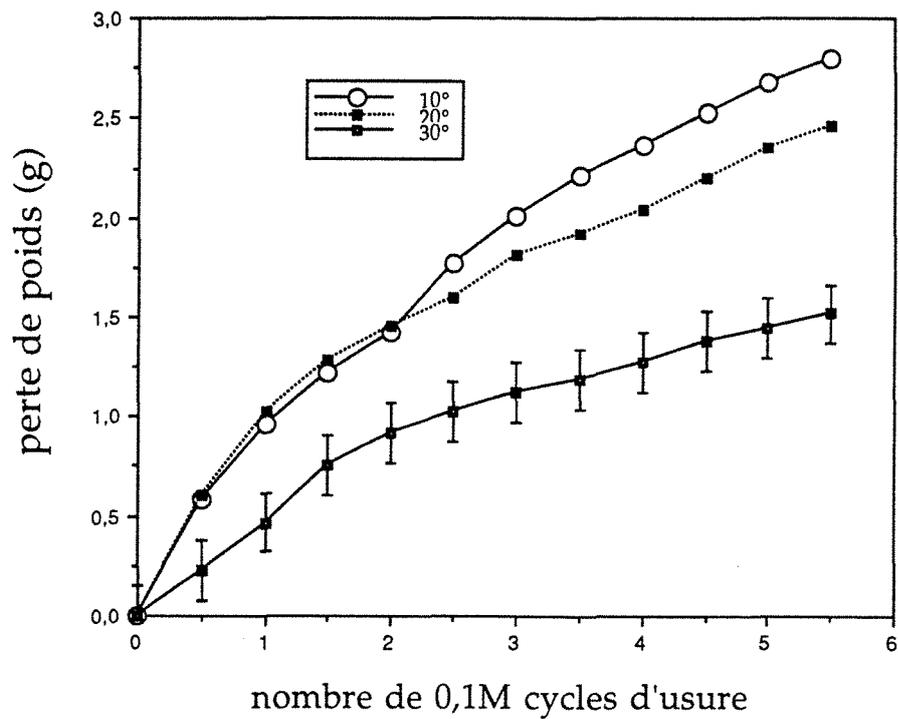


FIGURE III.17

Courbures et point d'inflexion de la perte de poids cumulée en fonction de l'angle α .

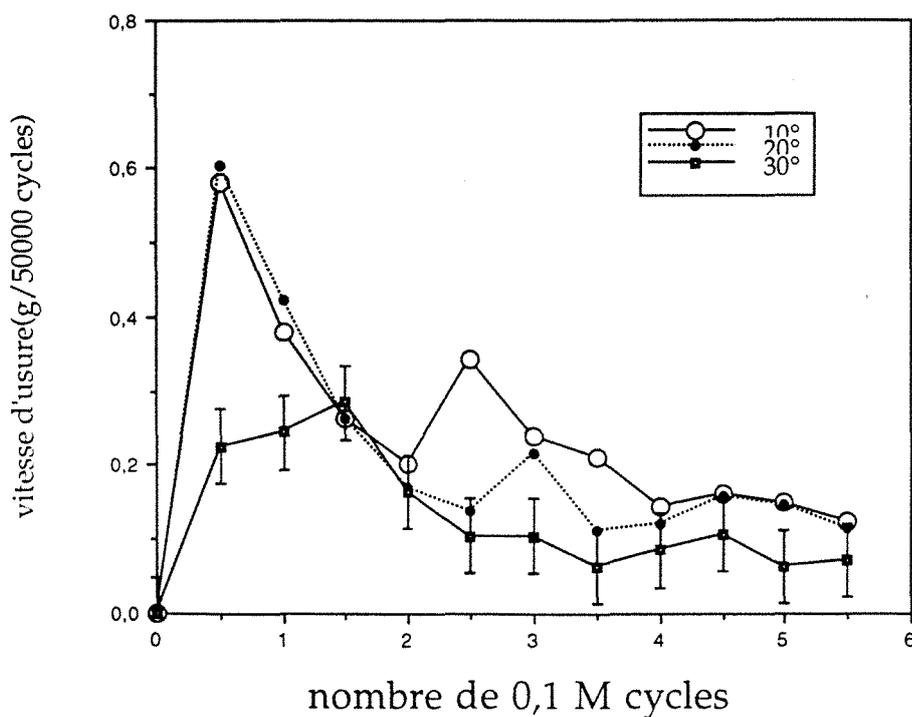


FIGURE III.18

Influence de l'angle α sur la vitesse d'usure.

du test en fonction de la perte initiale donnée à l'éprouvette. Les légères courbures observées sur la **figure III.17** dépendent du passage d'une forme d'éprouvette instable à une forme plus stable.

Lorsque la pente fraisée est de 30° , la phase de rodage est la plus précise : le point d'inflexion se situe vers 200-250 000 cycles. On a représenté la vitesse d'usure en fonction de l'angle initial sur la **figure III.18**. Il apparaît immédiatement que l'amplitude du rodage est moindre si l'angle est de 30° . Ce comportement s'explique puisque l'angle moyen mesuré sur l'échantillon rodé est proche de 30° .

L'idéal pour la suite de l'étude eut été de reproduire la forme de l'éprouvette rodée par usinage avant de débiter les cycles d'usure, ceci afin de diminuer au maximum l'importance du rodage.

Nous avons préféré garder la forme fraisée à 30° puisqu'elle permet l'étude statistique des profils de surface sans avoir recours à des programmes de lissage de rugosité du premier ordre. De plus, les observations micrographiques auraient été impossibles sur une surface courbe.

III.2 - EVOLUTION STATISTIQUE DE LA TOPOGRAPHIE DE SURFACE

Dans la plupart des surfaces étudiées, une "longueur d'onde" de rugosité appelée "vague" est observée et peut être schématisée en différentes composantes de la géométrie de surface (**figure III.19**). Nous ne nous intéresserons qu'à l'étude de la forme (b) représentant la microrugosité, car la forme (c) apparaissant après un nombre de cycles plus important ne concerne plus la phase de rodage mais plutôt une phase finale où les formes (a) et (b) coexistent.

L'étude de la microgéométrie de surface a permis de caractériser les paramètres de position et de forme. A l'aide de relocalisations effectuées en cours d'usure, nous avons pu suivre l'évolution des profils associés aux diverses phases issues de la réaction bainitique.

Afin d'éviter les problèmes liés à la répétitivité et à l'influence de l'état initial sur le comportement à l'usure, chaque échantillon a été poli sur feutre diamanté à $3 \mu\text{m}$ et nettoyé à l'acétone. Les paramètres d'acquisition des profils comme le pas, la vitesse, la dimension de la plage etc... ont fait l'objet d'études préalables qui ont permis de dégager deux types d'acquisitions : l'acquisition des paramètres statistiques de position et de forme nécessitant 96 profils de 96 pas de $24 \mu\text{m}$ et l'acquisition de profils effectués avec des pas plus petits relevés après relocalisation.

La **figure III.20** représente une structure bainitique n'ayant pas subi d'abrasion mais seulement une attaque au nital observée par contraste interférentiel après relevé profilométrique. Elle fait apparaître la trace du palpeur sous forme d'une série de lignes parallèles.

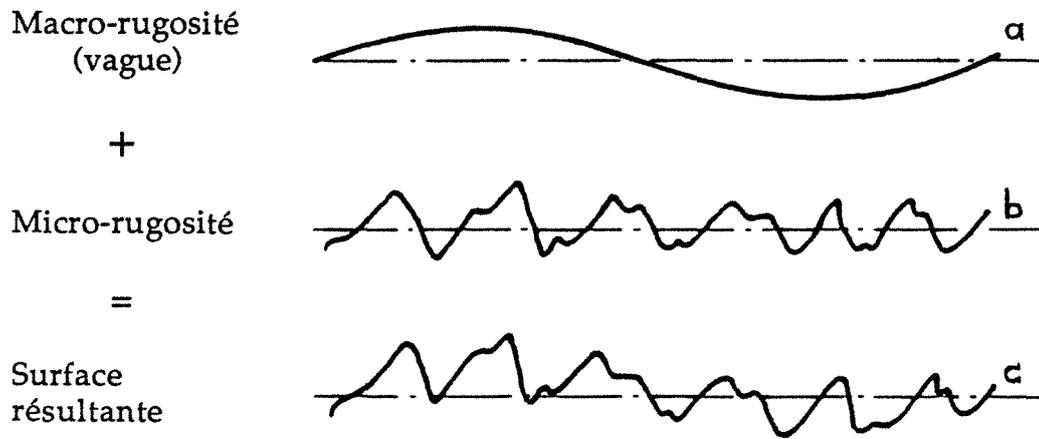


FIGURE III.19
Schématisation des différentes composantes de la surface



FIGURE III.20
Observation de la trace du palpeur sur la surface bainitique
(espacement entre chaque ligne = 16 μm).

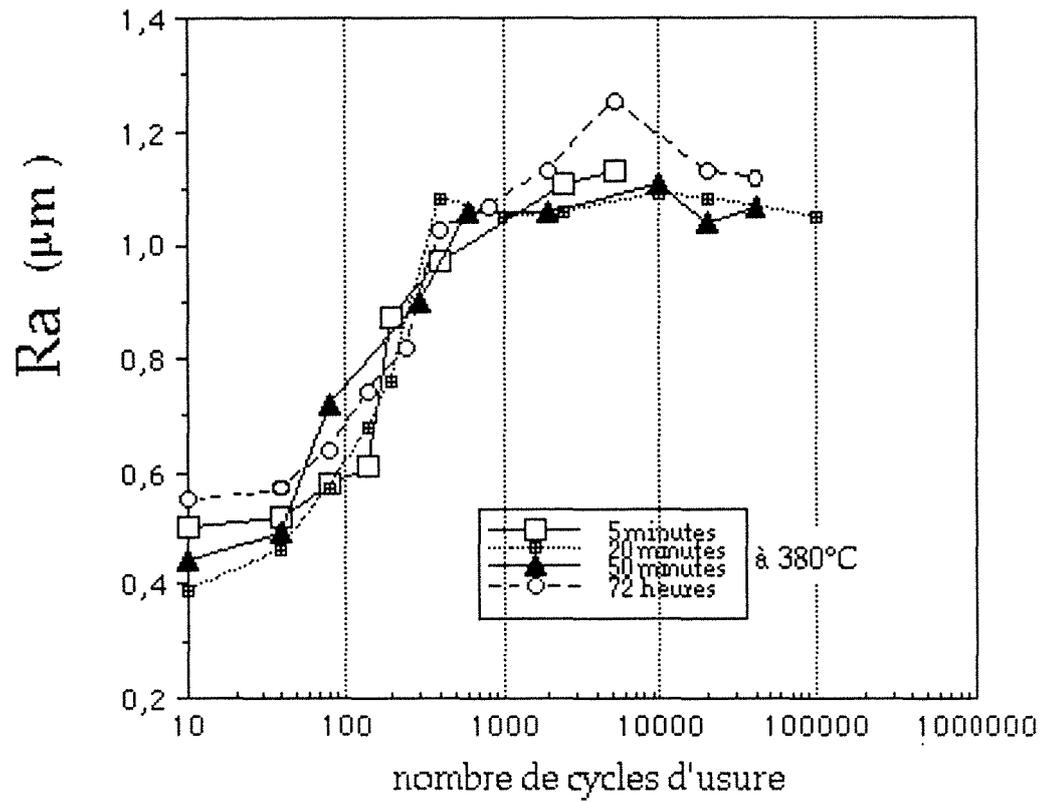


FIGURE III.21

Evolution de Ra en fonction du nombre de cycles d'usure à différents temps de maintien bainitique

Ce type d'observation est nécessaire lorsque l'on désire effectuer la relocalisation par rapport au sommet d'une empreinte de dureté Vickers. Après chaque cycle d'usure, plusieurs indentations ont donc été effectuées et enregistrées par profilométrie, les nouveaux repères ainsi constitués, subissent les dommages de l'abrasion pendant un seul cycle.

On a également vérifié que l'écart moyen entre les lignes était bien adapté à la dimension moyenne des phases bainitiques transmises à l'usure. Dans ces conditions, il a alors été possible d'étudier les variations de hauteur au cours de l'usure des zones austénito-ferritiques et martensitiques.

III.2.1 - Résultats de la caractérisation statistique des paramètres de position et de forme

Pour l'ensemble des résultats obtenus, les paramètres tribologiques imposés au système sont restés constants et cette condition a été d'autant plus facilement remplie que la phase de rodage microgéométrique est très courte.

La figure III.21 illustre les variations de Ra en fonction du nombre de cycles d'usure pour des temps de maintien bainitique à 380°C de 5, 35, 50 minutes et 72 heures. Malgré les différences microstructurales assez importantes existant entre le début de première étape (5 min) et la fin de seconde étape (72 h) aucune variation sensible de la moyenne arithmétique des déviations verticales n'est apparue. Par contre la structure type 20 min. contenant le maximum d'austénite possède une fin de rodage très précoce.

L'allure de la courbe est caractéristique de la phase de rodage. On peut constater une période de croissance des valeurs de Ra de 10 à 1000 cycles puis une période plus stable de 1000 à 100 000 cycles. Pendant la première période, la surface est en évolution constante, ensuite les valeurs de Ra se stabilisent et toute la surface est endommagée et renouvelée.

La variation de la moyenne arithmétique des déviations verticales ne donne pas d'indications quant à la forme du profil.

D'autres paramètres statistiques tels que Rpm et Rvm peuvent être interprétés en tant que volume en plein et volume en creux. Les variations de Rvm et Rpm représentées sur les (figures III.22a et b) sont similaires à celle de Ra et le palier de stabilisation des valeurs est identique. Néanmoins si l'on représente le rapport Rvm/Rpm en fonction du nombre de cycles, on constate sur la (figure III.23) les points suivants :

Rvm est supérieur à Rpm si le nombre de cycles est faible. Cela s'explique par le fait qu'initialement la surface est essentiellement constituée de cavités de graphite déchaussé et de quelques rayures de polissage. Rpm augmente plus rapidement que Rvm si le nombre de cycles s'accroît.

En fait, à mesure que des indentations et des endommagements se produisent, les bourrelets prennent de l'importance et les pics sont de plus

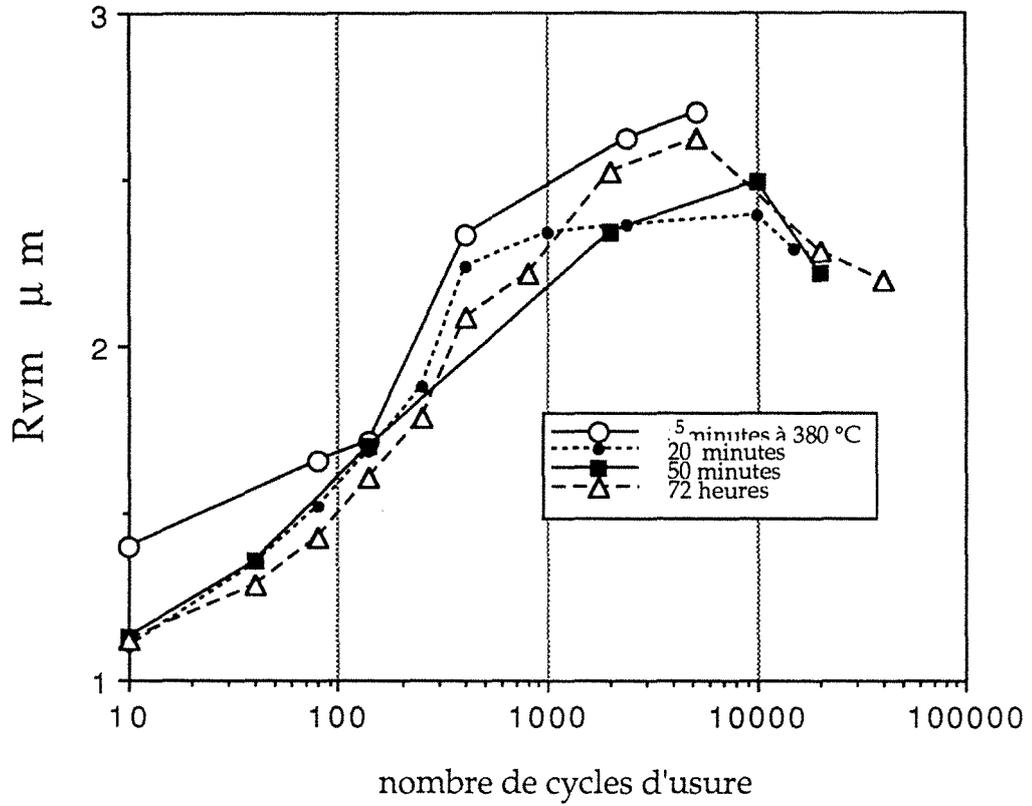


FIGURE III.22a

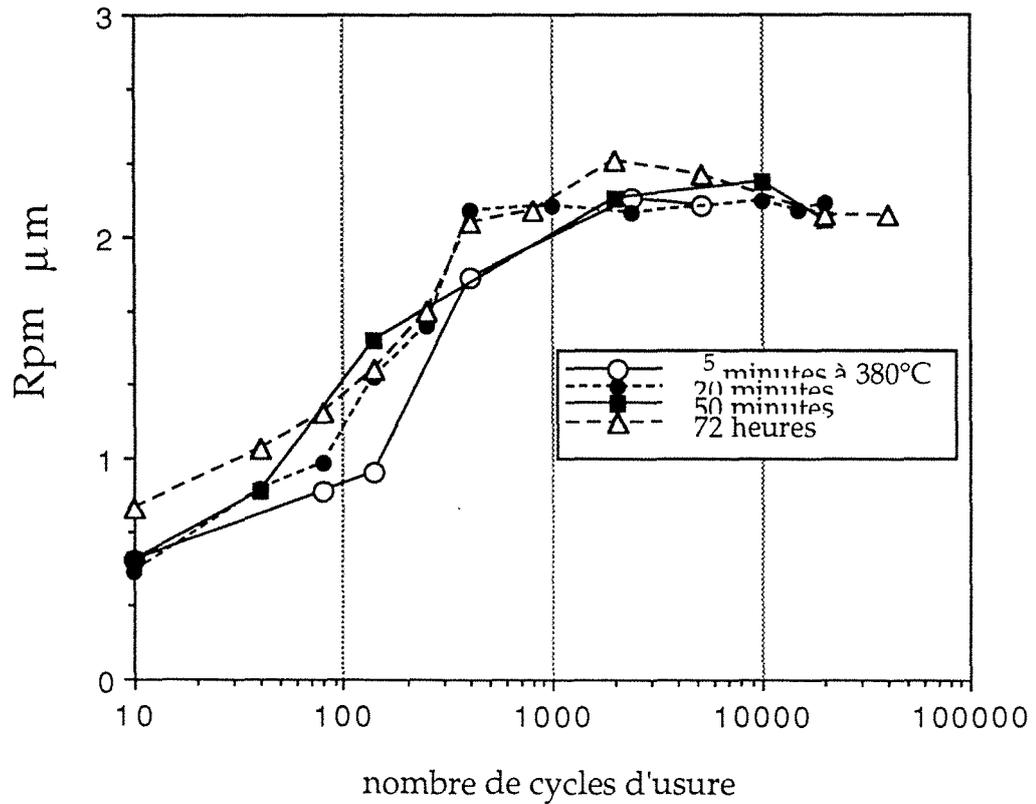


FIGURE III.22b

FIGURE III.22

Variations de Rvm (21a) et de Rpm (21b) en fonction du nombre de cycles d'usure.

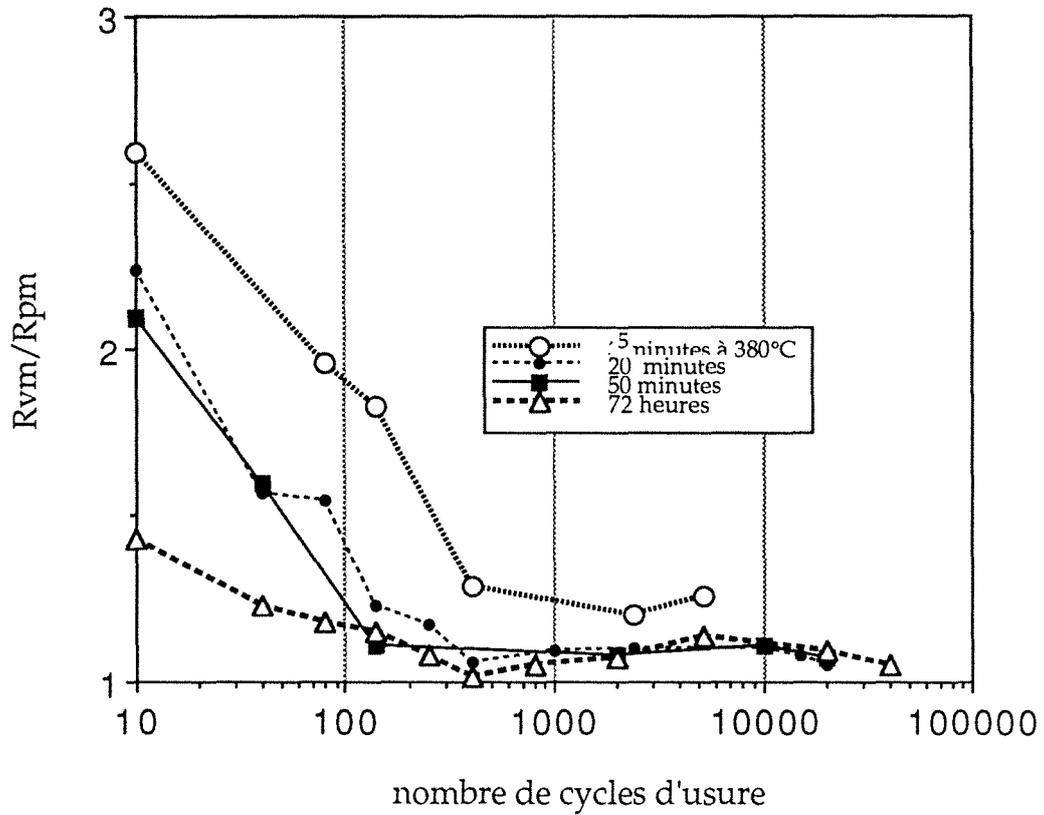


FIGURE III.23

Rapport de Rvm sur Rpm en fonction du nombre de cycles d'usure pour différents temps de maintien isotherme à 380°C



FIGURE III.24

Traces des endommagements subis par la surface d'une structure de fin de première étape réelle après 10 cycles d'usure.

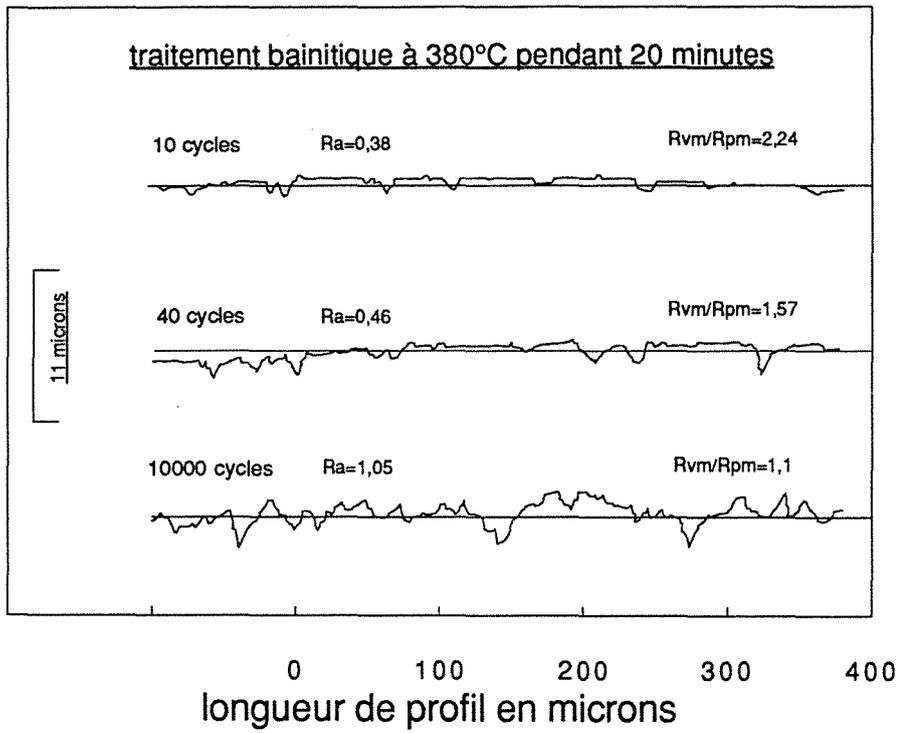


FIGURE III.25

Evolution type de profils de 10 à 10.000 cycles d'usure pour une structure obtenue après maintien de 20 minutes à 380°C

en plus nombreux, le rapport R_{vm}/R_{pm} diminue et tend vers 1 (figure III.24). On peut estimer qu'au delà de 10 000 cycles, et pour l'ensemble des structures, le volume en plein et le volume en creux s'équilibrent approximativement (figure III.23).

Nous avons représenté cela sur la figure III.25, l'évolution des profils type d'un échantillon maintenu 20 min à 380°C correspondant à 10, 40 et 10.000 cycles.

La nature des profils rencontrés lors de cette phase de rodage évolue rapidement. De plus, il apparaît une différence plus nette encore en ce qui concerne les temps de maintien correspondant au début de la 1ère étape et à la fin de la 2ème étape (5 min et 72 heures à 380°C).

L'évolution du rapport R_{vm}/R_{pm} est moins importante lorsque la structure est surtout composée de ferrite bainitique et de silicocarbures.

Pour juger des effets respectifs de la vitesse de variation de la rugosité, mais aussi de cette "micropériode" de rodage, nous avons effectué des mesures de perte de poids.

Jusqu'à 400 rotations, la mesure de perte de poids est impossible car l'erreur relative est trop importante, ensuite les valeurs peuvent être enregistrées et comparées (figure III.26 a et b).

La figure III.26a représente la perte de poids cumulée en fonction du nombre de cycles d'usure, on retrouve la variation de pente liée à la phase de rodage microgéométrique, mais on note également des différences de comportement assez nettes selon le temps de maintien à 380°C. La résistance la plus élevée durant cette phase de rodage et jusqu'à 50 000 cycles, correspond à la structure de fin de 1^o étape, là où le taux de phase austénitique est très important (20 min. à 380°C).

Les pertes de poids maximum sont enregistrées pour la structure à dominante martensitique (5 min. à 380°C). Même s'il est un peu prématuré, à ce niveau de l'étude, d'expliquer ces différences de comportement, il est probable que les plus grandes capacités de déformation de la phase austénitique contribuent à favoriser la création de bourrelets frontaux et latéraux et par là-même à minimiser la perte de poids.

La vitesse d'usure ou différence de perte de poids par nombre de cycles d'usure a été représentée sur la figure III.26b. On y constate que le pic le plus important correspond à la fin de la période de microrodage telle qu'elle a été définie sur les figures III 21, 23 et 24.

Ensuite, la vitesse d'usure décroît et se stabilise. La corrélation entre l'évolution des paramètres caractéristiques de la surface et un fort taux d'usure dans le cas où l'abrasion est de type 3 corps est évidente et peut s'expliquer ainsi :

- jusqu'à 500 000 tours on établit une microgéométrie stationnaire à partir de la surface polie d'origine, ensuite, cette surface rugueuse recule dans son ensemble.

III.2.1.1 - Conclusion partielle

Les principaux résultats de l'évolution statistique de la topographie de surface sont les suivantes :

1. Il existe une "micropériode de rodage" au cours de laquelle les caractéristiques de la surface évoluent notablement avant de se stabiliser. Nous avons pu constater que les premières modifications de profils reflétant les premiers endommagements ne se traduisaient pas par une perte de poids suffisante pour être quantifiée, mais qu'ensuite le maximum de perte de poids correspondait au passage de la période de croissance à la période de stabilité des déviations verticales après 500 à 1000 cycles d'usure.
2. L'étude du rapport R_{vm}/R_{pm} permet de noter une différence de comportement lors de la micropériode de rodage selon que l'on se situe en début de première étape bainitique (5 min) en fin de 1ère étape bainitique (en général) (20-50 min) ou en fin de seconde étape bainitique (72 h à 380°C).

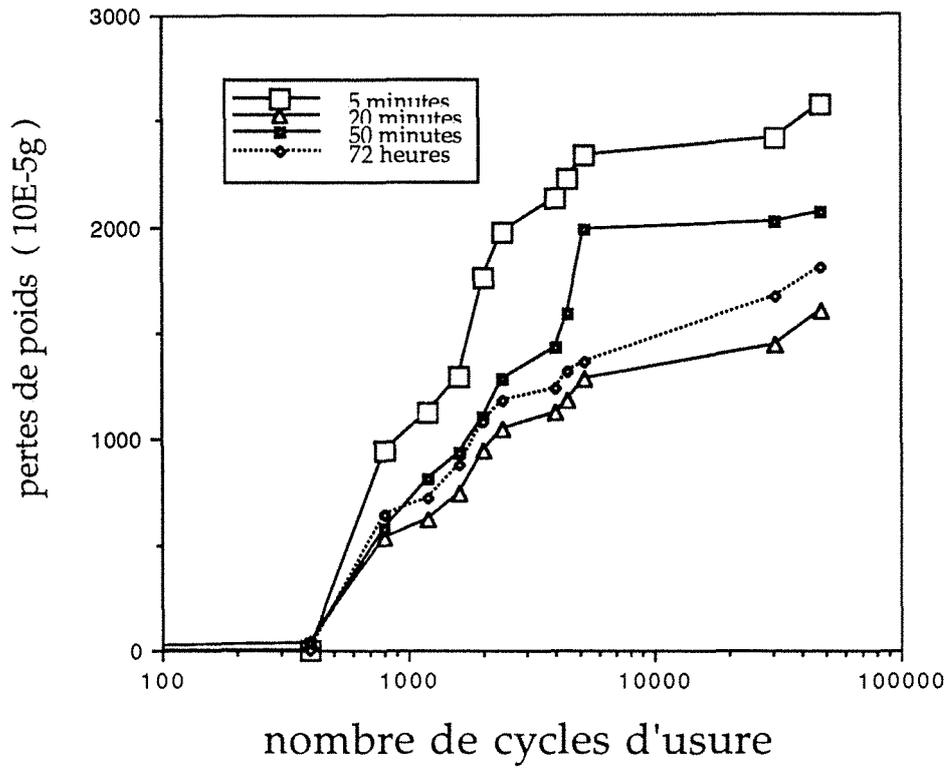
Ces résultats illustrent bien que les capacités de déformation des structures sont plus importantes pour celles obtenues après 20-50 minutes et 72 h de maintien bainitique que pour celle obtenue après 5 minutes de maintien bainitique à 380°C. Lorsque la dureté augmente, le mode de dégradation se rapproche de la coupe. Inversement pour les faibles duretés, le labourage augmente et les bourrelets frontaux et latéraux prennent de plus en plus d'importance vis à vis des "vallées" ou du volume en creux.

Les pertes de poids sont plus faibles pour les structures plus rapidement rodées, même si les micro-déformations sont plus importantes.

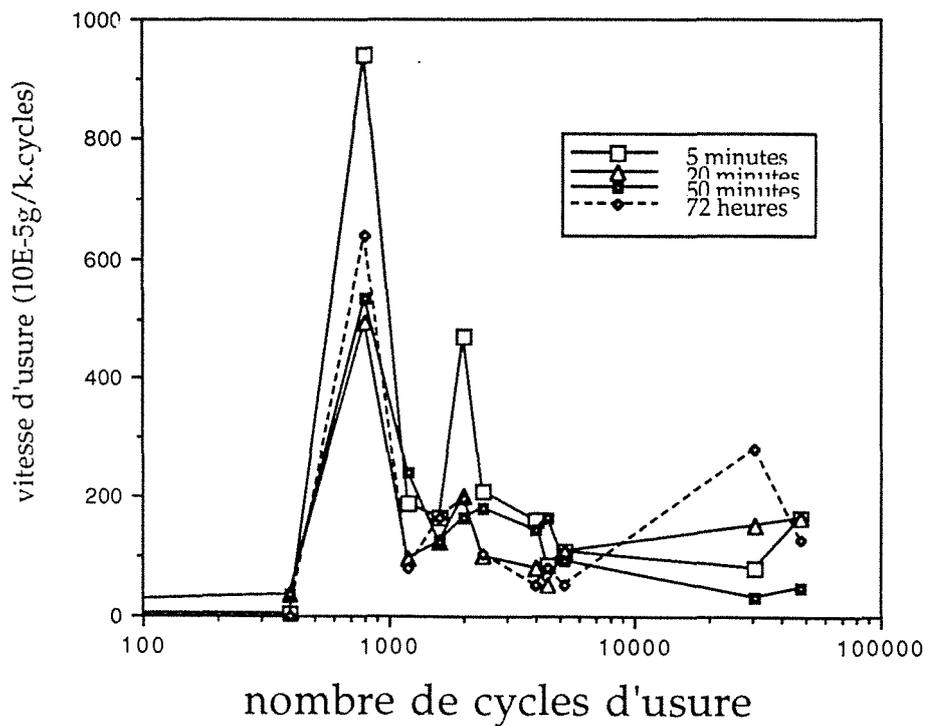
III.2.2 - Evolution de profils après relocalisation

L'avantage d'observer les déplacements de matière "in situ" en cours d'endommagement et de pouvoir les corrélérer avec les microstructures est important car cela permet l'approche de la compréhension des mécanismes mis en jeu et de les rattacher au système tribologique. Les deux questions suivantes nous ont paru particulièrement importantes :

- 1) Les différences statistiques concernant les principaux paramètres de rugosimétrie associées aux temps 5, 35, 50 minutes et 72 h de maintien ayant clairement été mises en évidence, comment peut-on relier ces différences à la morphologie de la matrice initiale et avec quelle rapidité les profils évoluent-ils ?
- 2) Les faibles temps de maintien bainitiques montrent une microstructure qui est composée non seulement d'austénite enrichie et



26a



26b

FIGURES III.26

Pertes de poids cumulées (26a) et vitesse de pertes de poids (26b) correspondant à la phase de microrodage

(ou) en cours d'enrichissement, de ferrite bainitique mais également de zones martensitiques, zones martensitiques qui sont regroupées au joint de cellule de solidification. Les "amas" de martensite ont une dureté élevée et, de ce fait, vont-ils s'opposer aux attaques répétées de l'abrasif ou au contraire faciliter une dégradation par décohésion et amorce de fissures ?

III.2.2.1 - Résultats

Dans la majeure partie des cas, la finesse de la structure bainitique est telle que l'espace séparant les cellules de ferrite et les plages d'austénite enrichie est si petit que les acquisitions de rugosimétrie tridimensionnelle classiques ne reflètent plus cette microstructure.

En aucun cas, on ne peut faire correspondre la microstructure avec les reliefs créés en cours d'usure, seuls les nodules de graphite sont localisables et peuvent servir de repères.

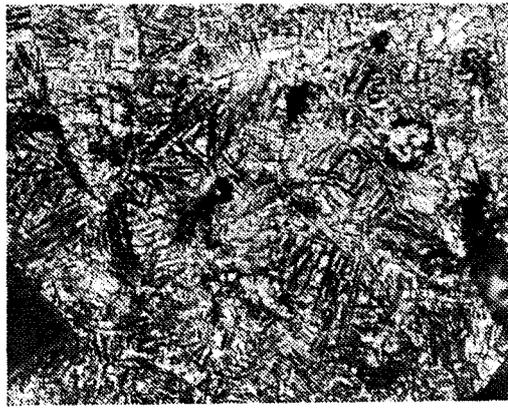
Après quelques centaines de cycles d'usure, la microstructure observée (figure III.27a) ne peut plus servir de référence car les déformations et déplacements verticaux sont de l'ordre de grandeur des lamelles bainitiques. La surface vierge est "effacée" et aucune méthode permettant de retrouver la microstructure en cours d'usure n'est satisfaisante.

Cela est particulièrement visible sur la figure III.27. Si on reconnaît bien la microstructure bainitique, représentée par la figure III.27a, on ne reconnaît pas son "équivalent" par palpation et cela que ce soit après 200 cycles d'usure (figure III.27b) ou 300 cycles d'usure (figure III.27c).

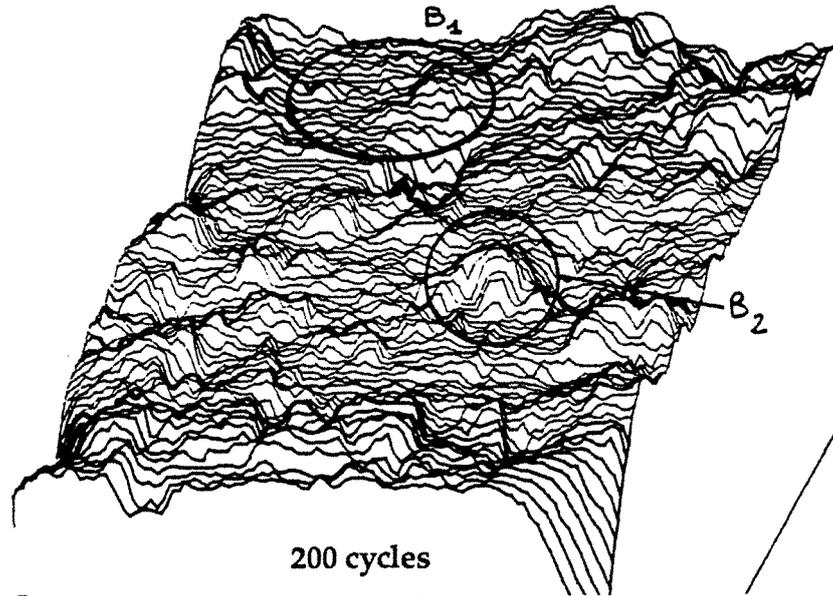
Une attaque chimique au Nital 4 % et l'observation au MEB permettent de révéler la structure mais cela détériore quelque peu la surface réelle et l'usure ultérieure sera affectée par le nouveau relief ainsi créé par l'attaque. Des plages repérées en forme de plateau (III.27b1) sont constituées de crêtes 100 cycles plus tard (III.27c1) et on observe aussi la disparition de crêtes (III.27c2) ou déplacement de celles-ci (III.27c2).

Pour de faibles intervalles de cycles d'usure et grâce à l'aide d'empreintes de microdureté, il est possible de relocaliser la plage étudiée avec suffisamment de précision pour constater les points suivants :

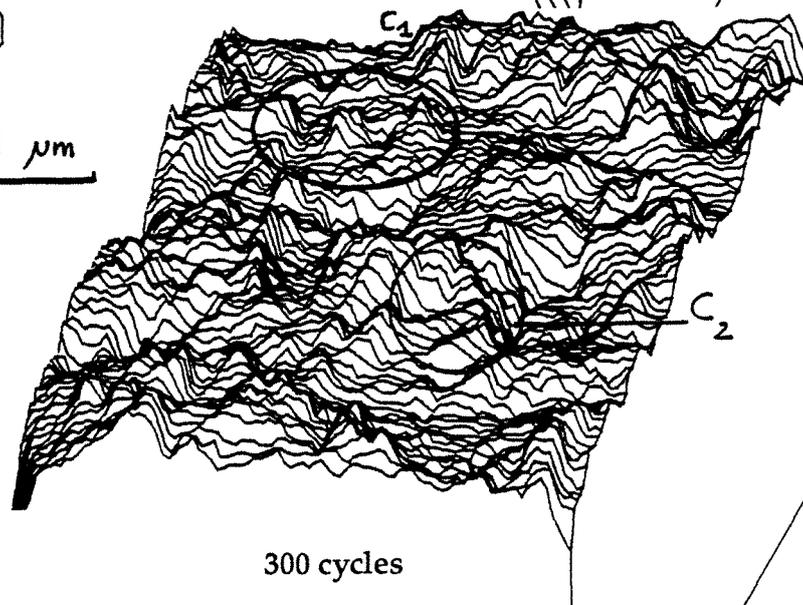
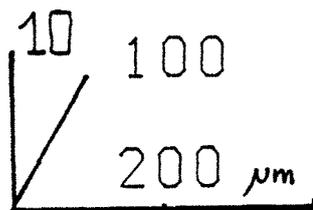
- Le recouvrement plastique lié à l'"écoulement" de matière est identique à des plis ou des vagues. Il est important lorsque le temps de maintien bainitique augmente (figure III.28a) mais il diminue progressivement lorsque le taux de martensite est plus important donc lorsque le temps de maintien bainitique est relativement court (figure III.28b).
- Les fluctuations de profils sont plus intenses lorsque la dureté du matériau diminue (72 h de maintien bainitique) mais un calcul de P_m à 300 cycles nous confirme bien que, dans tous les cas, le pas moyen n'est nullement comparable aux dimensions des constituants bainitiques. (Tableau III.1).



27a



27b

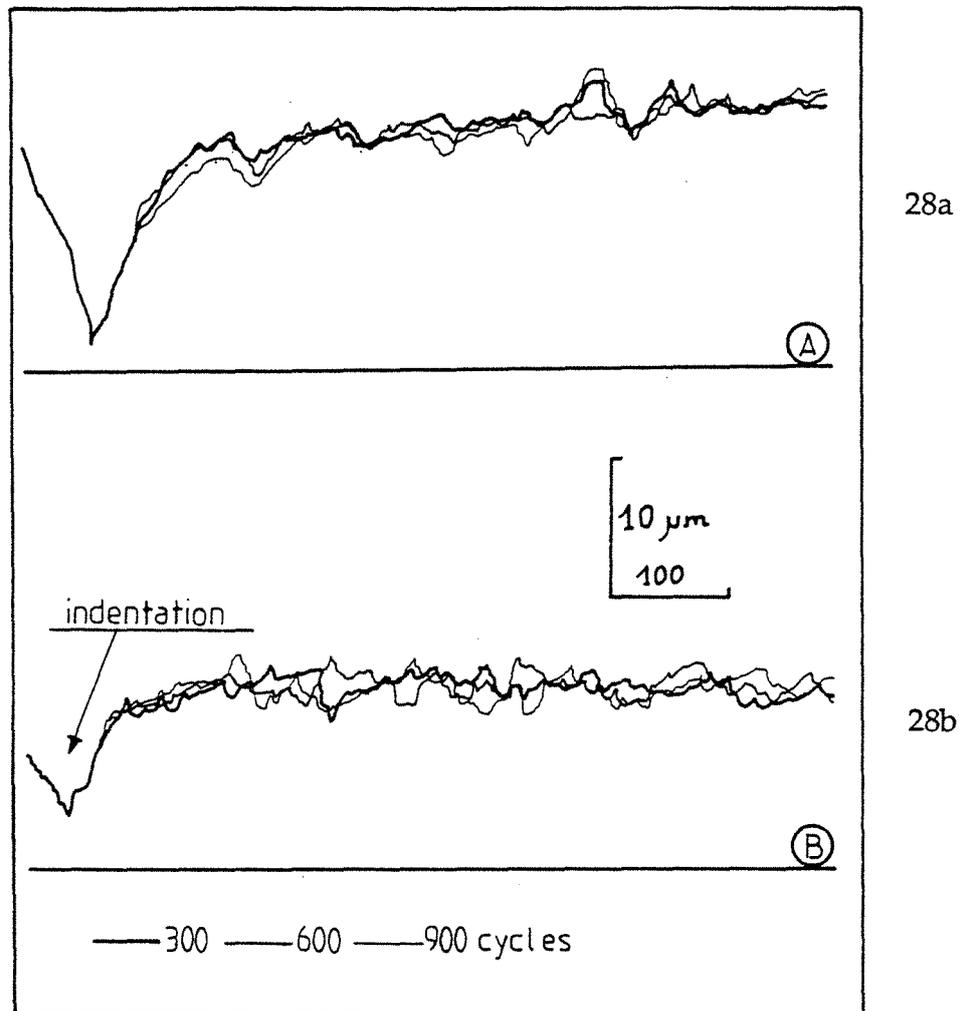


27c

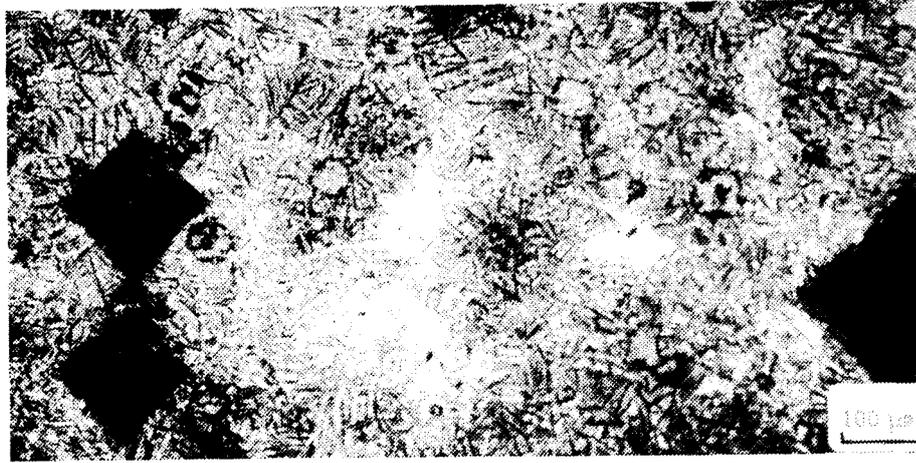
FIGURES III.27

Micrographie initiale de la zone ayant subi une usure (27a). Représentations tridimensionnelles de cette zone effectuées après 200 cycles (27b) et 300 cycles (27c).

Zones	B1	→	C1
	B2	→	C2
	200 cycles		300 cycles

**FIGURES III.28**

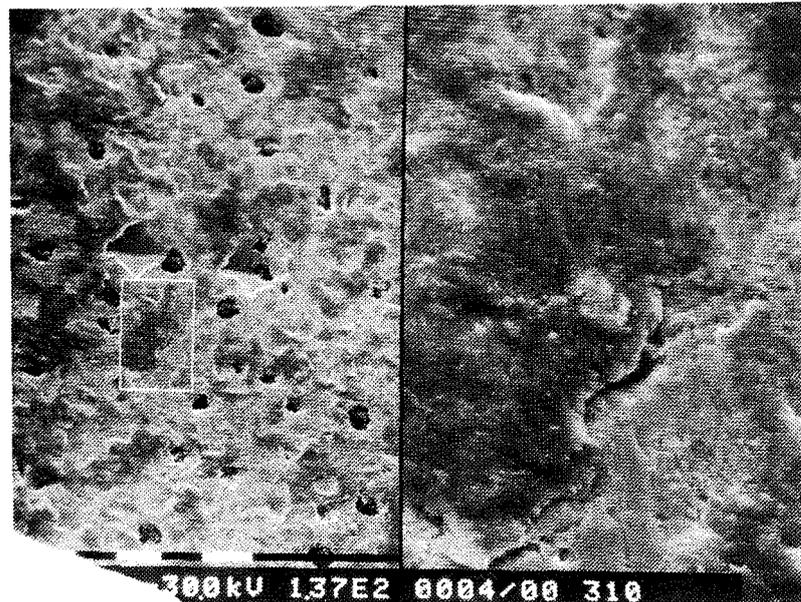
Superposition de profils effectués sur des structures obtenues après différents temps de maintien à 380°C "5 min (28a), 10 min (28b)" après 300, 600 et 900 cycles d'usure.



29a

FIGURE III.29a

Aspect micrographique de la zone non revenue, analysée par le palpeur avant usure (attaque au NITAL)



29b

FIGURE III.29b

Observation par microscopie à balayage d'une fissure située dans les zones martensitiques du joint de cellule après usure de 400 cycles

FIGURES III.29

Influence d'une usure de 400 cycles sur l'évolution structurale.

Temps de maintien bainitique à 380°C	5 min	10 min	72 h
Pm (µm) 300 cycles	231	200	142
Hv30	385	358	363
Dimension moyenne des principales phases	30-80 µm	20-40 µm	lamelles très fines alternées de ferrite bainitique et de silico-carbures
	Plaquettes de martensite		de l'ordre du µm

TABLEAU III.1 - Relation entre le pas moyen Pm et la dimension des principales phases bainitiques

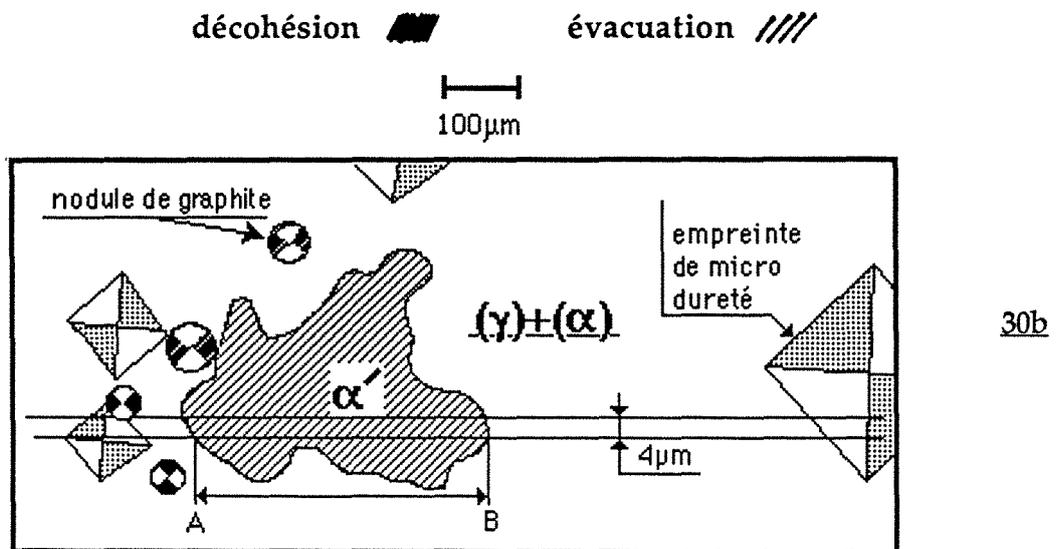
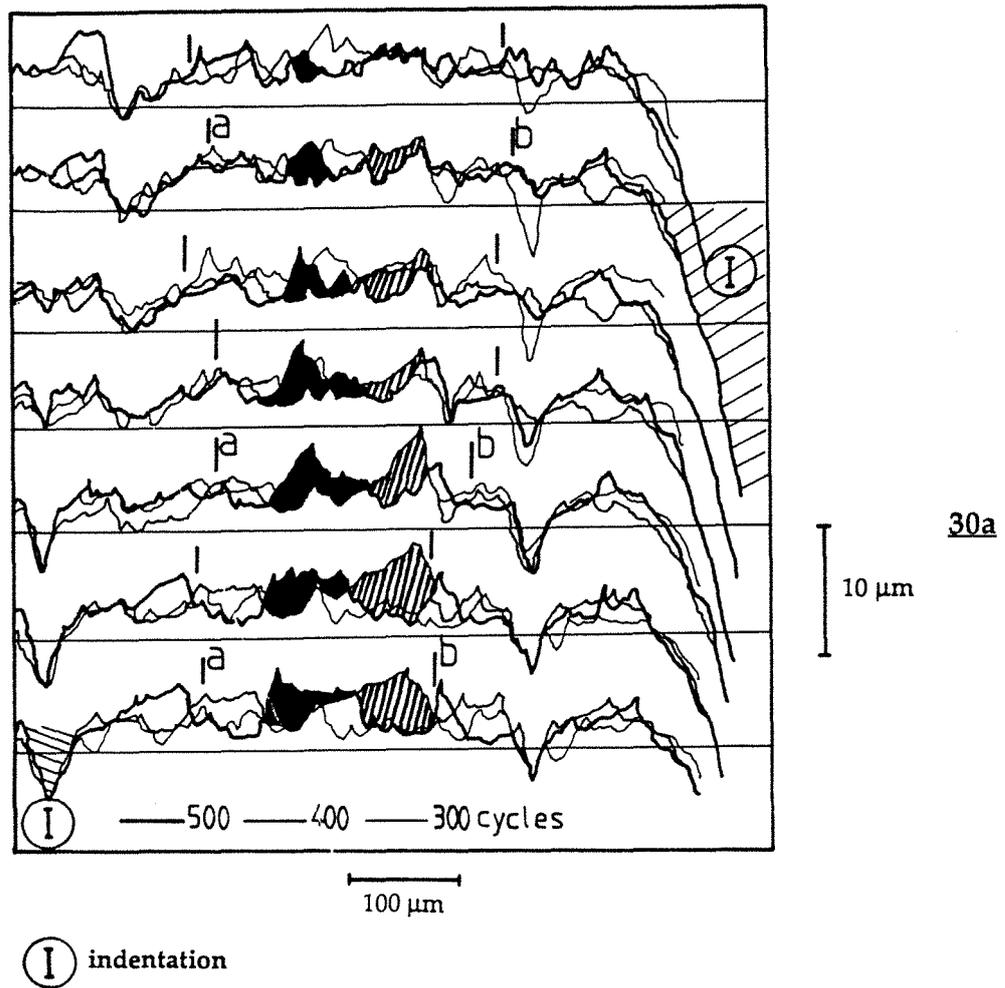
Nous avons vu que la zone III de la cellule de solidification pouvait être le siège d'un retard de la transformation bainitique. Ce retard se traduit par un enrichissement en carbone de l'austénite beaucoup plus lent.

Si pour des raisons d'hétérogénéité chimique liée à la solidification, la zone III est importante et que la transformation bainitique est arrêtée alors que l'austénite n'est pas encore suffisamment enrichie pour être stable à l'ambiante, la matrice en zone III est alors essentiellement constituée de zones martensitiques de plusieurs centaines de µm.

Ce type de structure peut être obtenu pendant toute la durée de la 1^o étape. Nous avons représenté sur la **figure III.29** la structure correspondante à un maintien bainitique de 10 minutes à 380°C. Les zones martensitiques apparaissent en blanc puisque l'inversion de teinte n'a pas été effectuée. Un grand nombre de relocalisations effectuées à partir de 10 cycles, jusqu'à 10.000 cycles d'usure a permis d'observer des variations sensibles de profils. Nous avons retenu les profils traversant une zone III assez vaste, représentée schématiquement sur la **figure III.30a**. 7 profils espacés de 4 µm chacun rendent compte des variations de hauteurs correspondant à deux groupes de phases : ferrito-austénitiques et martensitiques (**figure III.30b**).

En dehors de l'intervalle AB (**figure III.30a**), et dès que les zones martensitiques ne dépassent pas 20 µm, on retrouve des variations déjà observées (**figure III.28b**), mais entre A et B on constate de fortes variations de profils (**figure III.30b**).

Ces variations de profils peuvent être positives ou négatives et les pertes de matière enregistrées entre 400 et 500 cycles ont été visualisées. L'analyse par microscopie optique et MEB des profils compris dans



FIGURES III.30

Profils obtenus après 300, 400 et 500 cycles par relocalisation (30a). Représentation schématique des différentes phases traversées (30b) sur une structure type bainite de première étape.

l'intervalle AB montre qu'il ne s'agit pas ici de matière déplacée par déformation plastique.

En effet, si on observe la figure III.29b qui représente la zone étudiée par profilométrie après 400 cycles, on retrouve les deux empreintes de microdureté présentes sur la photo 4 mais à droite de celles-ci on remarque une fissure de dimension supérieure à 100 μm . Cette fissure se situe exactement dans la zone martensitique et explique la remontée des profils observés par la figure III.30a.

Ce type de mécanisme n'est pas représentatif de l'évolution de l'ensemble de la surface. Il n'existe que lorsque les plages de martensite sont très étendues et entourées de la matrice austénite-ferritique bainitique classique.

Ces zones martensitiques fragilisées lors de l'usure sont très sensibles aux vibrations donc, par nature, à l'abrasion. Des essais de nettoyage aux ultra-sons de différentes durées le prouvent très clairement car on observe alors un phénomène de micro-écaillage.

La figure III.31 illustre le profil obtenu après 500 cycles suivi d'un nettoyage aux ultra-sons (US) de courte durée et le même profil après un nettoyage d'une durée de 5 minutes. Des arrachements de matière se sont produits (représentés en noir) et ils se situent juste entre les zones A et B témoignant ainsi du manque important de cohésion des zones martensitiques vis à vis du reste de la matrice.

III.2.2.2 - Conclusion partielle

Pendant cette période de "microrodage" ou rodage microgéométrique, le labourage et la coupe sont les principales actions d'abrasion. Un micro-écaillage témoigne de la décohésion de la martensite initiée à partir de la surface ou juste en dessous de celle-ci. Ce point particulier associé au joint de cellule de solidification reflète bien l'évolution de la structure pendant la première étape bainitique. Une différence très locale de comportement élasto-plastique entre les zones martensitiques et austénite-ferritiques pourrait expliquer ce phénomène de micro-écaillage. Cependant cela n'est pas la conséquence de la fatigue puisque le nombre de cycles d'usure est trop faible.

Les pertes de poids les plus faibles correspondent à la dominante labourage et coupe et les plus élevées aux dominantes coupe et fissuration.

évolution des profils après ultra-sons

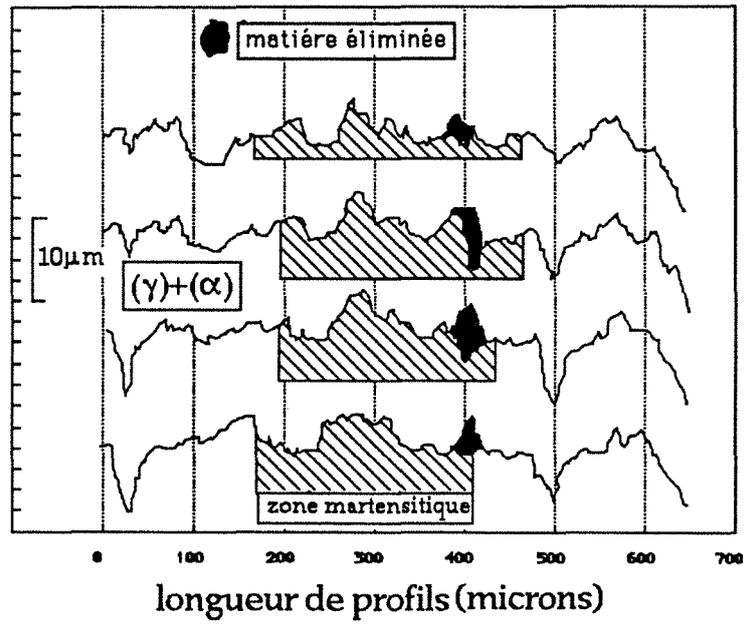


FIGURE III.31

Décohésion d'une partie des bourrelets (hachures noires) dans les zones martensitiques après nettoyage aux ultras sons.

CONCLUSION

Une des causes les plus couramment citées dans le cas du rodage est la modification géométrique des pièces en cours d'usure.

En effet, d'après les définitions, le rodage est une période pendant laquelle les pièces mobiles d'un système neuf s'ajustent les unes aux autres. Le rodage macrogéométrique plutôt considéré comme un artefact lors des études de caractérisation de matériaux a pu être minimisé, grâce à des essais de modifications préalables de forme de têtes d'éprouvettes. Un méplat de 30° en tête d'éprouvette diminue de façon sensible les variations de perte de poids par nombre de cycles et a permis d'observer une autre cause de rodage. Cette phase de rodage de la tête d'éprouvette étant très courte, l'amplitude de ce phénomène étant très petite par rapport à la taille des éprouvettes, nous avons nommée cette période : "microrodage", ou rodage microgéométrique.

Pendant la période de microrodage, les principales dégradations sont la micro-coupe, le micro-labourage et l'écaillage pour les structures de début de première étape.

Même si les structures à dominante austénitique correspondant à la fin de première étape bainitique se déforment plus rapidement pendant la période de rodage microgéométrique, la perte de poids est la plus faible.

Nous avons fixé les limites de la technique de relocalisation dans le cas des structures bainitiques fines et surtout montré que la prise en compte de tous les paramètres statistiques quantifiant et qualifiant la surface n'étaient efficaces que si on y associait une analyse par microscopie optique et (ou) par M.E.B.

Enfin, il apparaît que la période de rodage microgéométrique est négligeable vis-à-vis de la dégradation totale du matériau, même si elle permet déjà de différencier les structures bainitiques par l'évolution du rapport R_{vm}/R_{pm} et par la perte de poids.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) (2) (9) **K. H. ZUM GAHR**
Microstructure and wear of materials
Tribology series, 10. 1987
- (3) **MOLGAARD**
The dur wear of metals as a process in a open system. ASLE.
TRANS, 1975 SALOMON - Application of systems thinking to
tribology ASLE. TRANS. 1974.
Norme DIN 50 320 Wear : Terms, systems analysis of wear
processes, classification of the field of wear.
- (4) **DIN 50320**
Verschleiß - Begriffe, analyse von Verschleiß vorgängen,
Gliederung des Verschleißgebietes. Beuth Verlag, Berlin 1979.
- (5) **M.B. PETERSON and WINER**
WoO., Eds : Wear Control Handbook. ASME, New-York 1980.
- (6) **M.M. KHRUSCHOV**
Usure, techniques de l'ingénieur.
- (7) **M.M. KHRUSCHOV**
Résistance of metals to wear by abrasion as related to hardness
Institution of Mechanical Engineers IME 1957 p. 655-659.
- (8) **G.P. TILLY, W. SAGE**
Wear, 16 (1969) p. 241-248.

C H A P I T R E I V

**STABILITE DE L'AUSTENITE POST-BAINITIQUE
ET SON ROLE AU COURS DE L'USURE**

SOMMAIRE

GENERALITES

- 1 - PRECAUTIONS NECESSAIRES QUANT A L'ETUDE DE LA DETERMINATION DE LA RESISTANCE A L'USURE ABRASIVE DES FONTES G.S. BAINITIQUE EN FONCTION DU TAUX D'AUSTENITE.
- 2 - RELATION ENTRE QUANTITE D'AUSTENITE ET RESISTANCE A L'USURE.
- 3 - EVOLUTION DE L'AUSTENITE EN COURS D'USURE SUR LA RESISTANCE A L'USURE.
- 4 - CONCLUSION PARTIELLE.

GENERALITES

Le réseau cubique à faces centrées de l'austénite permet à cette phase de subir des déformations plastiques importantes et il est bien connu que cela entraîne un niveau élevé de certaines caractéristiques comme, par exemple, l'allongement.

De ce fait, on conçoit aisément que l'austénite résistera mieux à un phénomène de fissuration si, toutefois, la contrainte appliquée n'engendre pas un mécanisme de transformation structurale par cisaillement.

Dans le cas des fontes G.S. bainitiques, la structure mixte composée de pseudo-lamelles de ferrite et d'austénite est intéressante. En effet, outre le fait de contenir de l'austénite, cette structure extrêmement fine va également notablement allonger le parcours d'une microfissuration.

Des observations confirment que la propagation d'une fracture par clivage n'est pas aisée dans une fonte G.S. à matrice bainitique car la propagation doit s'effectuer de la ferrite à l'austénite puis vice versa. Un tel passage est rendu difficile par les discontinuités structurales existant à la frontière entre les deux phases. En ce qui concerne les zones étendues d'austénite, la propagation d'une fracture par clivage est difficile. Seuls des défauts importants, situés notamment en zone III, pourraient entraîner la baisse de cette résistance. On note d'ailleurs de nombreuses fissures dans les zones intercellulaires surtout si celles-ci contiennent de larges plages de martensite initiées par un retard de la transformation bainitique liée à des ségrégations de Mn.

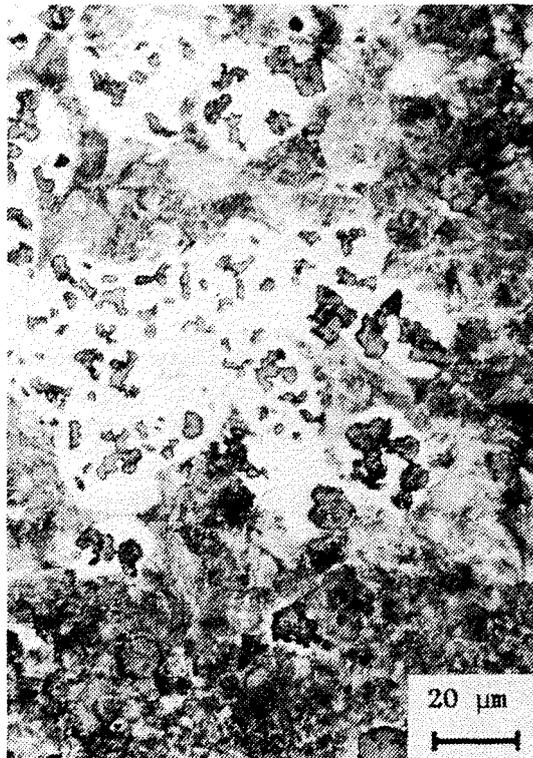
1 - PRECAUTIONS NECESSAIRES QUANT A L'ETUDE DE LA DETERMINATION DE LA RESISTANCE A L'USURE ABRASIVE DES FONTES G.S. BAINITIQUES, EN FONCTION DU TAUX D'AUSTENITE

Si on veut étudier l'influence de l'austénite sur la résistance à l'usure, il est impératif de définir avant tout traitement bainitique, l'uniformité de la répartition des nodules de graphite, donc l'uniformité de la taille des cellules eutectiques initiales.

Il est évident qu'il serait illusoire de comparer des taux d'austénite si la répartition de celle-ci fluctue au sein de la matrice de par la non-uniformité de la taille de cellule.

En effet, nous avons vu qu'il existait une hétérogénéité importante de composition chimique liée à la ségrégation des éléments d'alliage, au sein même d'une cellule de solidification. Cela crée localement des zones différentes au sein de la cellule et entraîne des décalages locaux des courbes TRC ou TTT. Ce degré d'hétérogénéité dépend de la dimension de la cellule de solidification.

Il est évident que les phénomènes de remplissage et d'alimentation jouent un rôle extrêmement important sur la garantie de la distribution



IV.1.1



IV.1.2

FIGURES IV.1

Aspects d'une fonte G.S. non alliée à l'état brut de coulée présentant du graphite en "amas".

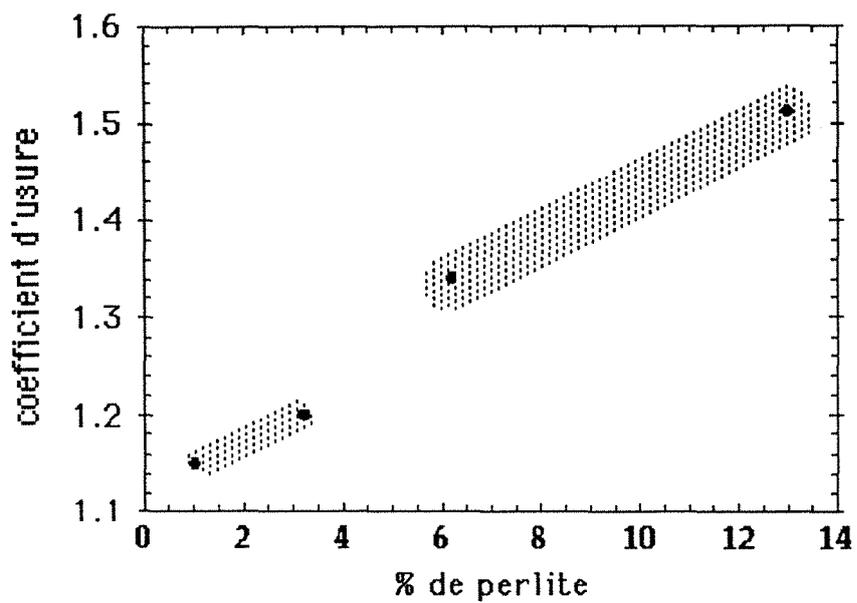


FIGURE IV.2

Evolution du coefficient d'usure mesurée à partir de structures brutes de coulée dont le taux de sphéroïdité varie de 50 à 90 % (essais effectués au laboratoire).

uniforme des cellules. La taille des cellules quant à elle, sera dépendante des conditions de germination donc, essentiellement, des conditions d'inoculation.

De plus, si les conditions d'inoculation ne sont pas totalement satisfaisantes, des défauts structuraux majeurs peuvent alors apparaître. Nous citerons par exemple :

- la perte de sphéroidicité du graphite,
- la production de graphite dégénéré,
- le regroupement des particules de graphite dégénérées.

Il en résulte qu'on peut observer à l'état brut de coulée, des regroupements d'îlots ferritiques associés à de très petits nodules. Cela est tout à fait conforme à l'évolution de l'amplitude des niveaux de ségrégation Si et Mn et par voie de conséquence du carbone.

On peut parfois observer ce type de structures à l'état brut de coulée (figure IV.1 - micrographie 2). Des amas de nodules de graphite dégénérés sont entourés de ferrite et le reste de la matrice est constituée de perlite. On retrouve bien le rôle prépondérant des éléments d'alliage qui initient cet éventail de transformation eutectoïdes pour une vitesse de refroidissement dans l'état solide bien déterminée.

Nous avons constaté que l'existence de cette hétérogénéité structurale importante entraînait une dégradation prématurée du matériau ferrito-perlitique de base en cours d'usure abrasive, ces effets négatifs sont représentés sur la figure IV.2.

Ces résultats prouvent qu'il faut écarter les échantillons possédant de telles structures, et cela même avant tout traitement bainitique isotherme.

De même, un faible écart de répartition et de taille de nodules entraîne des dispersions importantes de la réponse au traitement bainitique et cela nuit à toute répétitivité de résultats. Industriellement, ce problème peut se régler au niveau de l'élaboration. Dans le cadre de notre étude, un choix judicieux des échantillons nous a permis d'éviter ces erreurs.

L'approche de la résistance à l'usure abrasive sur des matériaux hétérogènes tels que les fontes G.S., ne peut s'envisager qu'après identification et contrôle des phases en présence. Le contrôle non destructif adéquat permettant de juger la qualité d'une série de microstructures reste et demeure encore l'analyse d'image.

Sans procéder à des attaques chimiques mais après poli spéculaire à 3 μm , le réseau de graphite apparaît suffisamment contrasté pour pouvoir être analysé sans difficulté. La densité de nodules dans les fontes G.S. est une des caractéristiques métallurgiques principales des fontes, au même titre que la taille de grain dans les aciers corroyés.

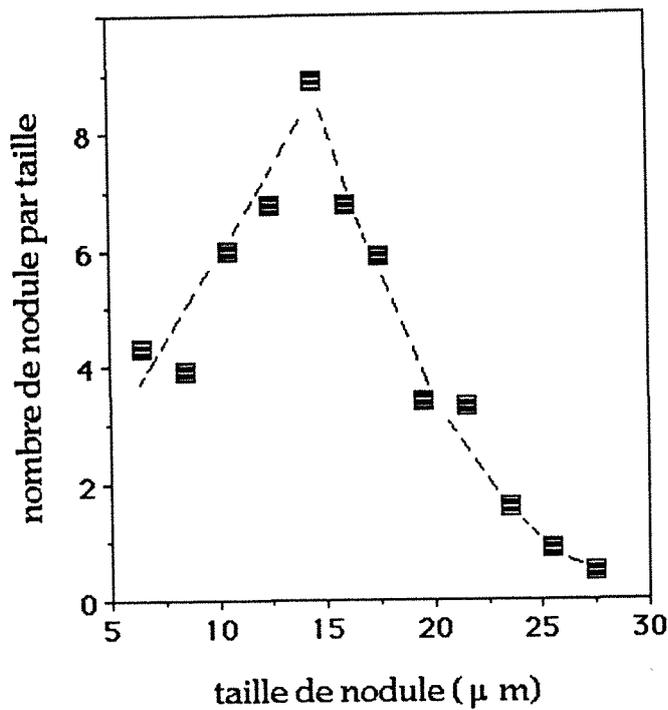


FIGURE IV.3

Hétérogénéité de répartition des tailles de nodule relevée au sein d'un échantillon de massivité donnée.

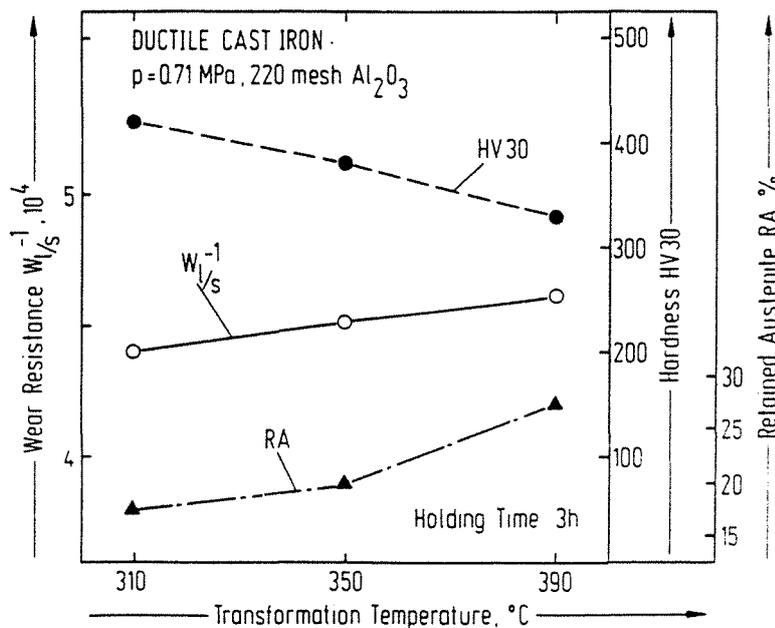


FIGURE IV.4

Relation entre la teneur d'austénite relevée dans diverses structures obtenues après maintien à différentes températures et la résistance à l'usure
D'après (1)

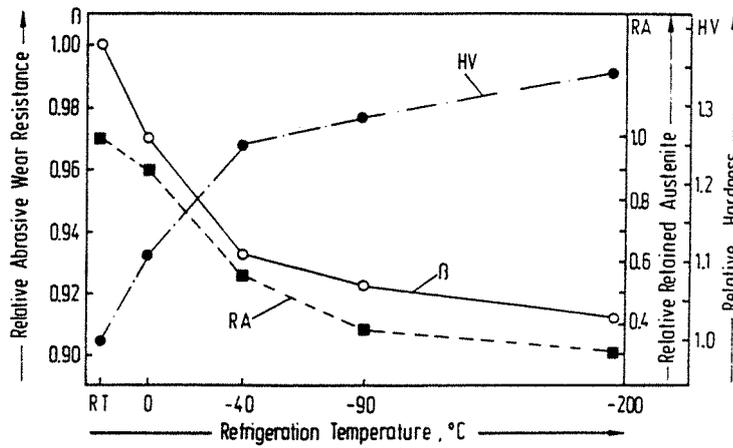


FIGURE IV.5

Relation entre la teneur d'austénite après traitement par le froid à diverses températures et la résistance à l'usure.

D'après (2)

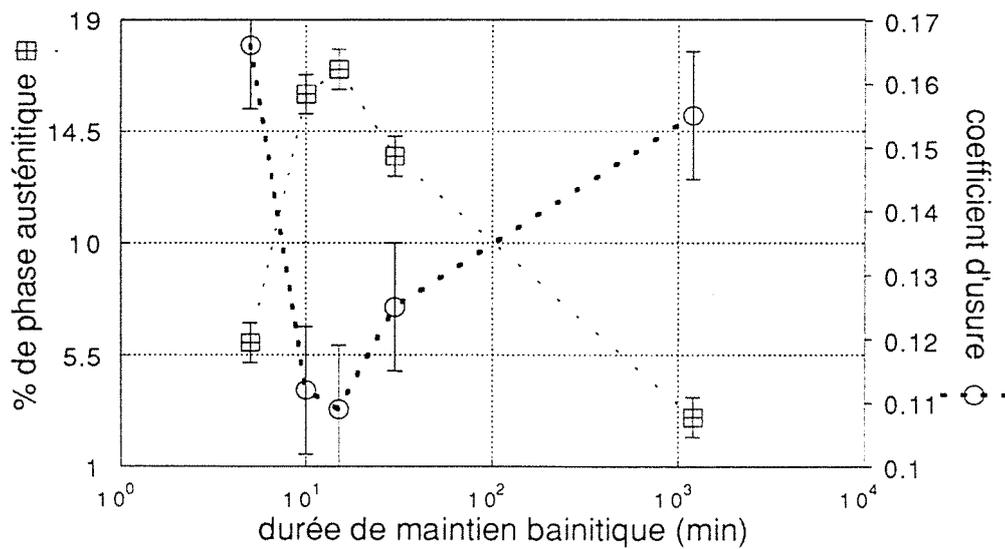


FIGURE IV.6

Relation entre la perte de matière mesurée après 1,5 M cycles d'usure, le taux d'austénite et le temps de maintien bainitique initial à 380°C .

La statistique classique de différents champs de mesures non liés permet d'établir entre autres, la variation du taux surfacique de graphite, du nombre de nodules par mm^2 , ou d'établir des répartitions par taille de nodule. La figure IV.3 représente la répartition du nombre de nodules par classe de taille et on peut constater que l'hétérogénéité existe au sein même d'un échantillon de massivité donnée.

Ayant sélectionné les éprouvettes présentant une quasi-uniformité de densité et de répartition de nodules, il nous a été possible de réduire l'écart type des mesures d'aimantation, de dureté ou d'analyse de phase effectuées à la suite du traitement bainitique.

2 - RELATION ENTRE QUANTITE D'AUSTENITE ET RESISTANCE A L'USURE

Les nombreux résultats obtenus dans le cas d'aciers austénitiques sont dans l'ensemble confirmés par ceux traitant des fontes G.S. bainitiques. Les résultats du "Pin abrasion test" montrent qu'après austénitisation à 880°C , et trempe en bain de sel à 310 , 350 et 390°C , pendant 3 heures, les structures bainitiques inférieures sont moins résistantes à l'usure que les bainites de type supérieure (1).

La figure IV.4 montre que la quantité d'austénite retenue à l'ambiante est étroitement liée à la résistance à l'usure ; la dureté dans ce cas est inversement proportionnelle à cette dernière puisque l'austénite est moins dure que la martensite qui croît aux basses températures. De même, des essais d'usure effectués avec le "Pin abrasion test" après refroidissement progressif à -40 , -90 et -196°C d'un acier 90 MnCrV8 austénitique à l'ambiante montrent que si la dureté augmente régulièrement, car associée à la formation de martensite, la résistance à l'abrasion diminue avec un taux d'austénite dégressif (figure IV.5).

Si une variation de la température de maintien bainitique modifie la quantité d'austénite et la résistance à l'usure, l'influence du temps de maintien est également très importante. Des essais d'abrasion effectués à température ambiante sur des structures bainitiques obtenues à l'issue de taux d'avancement de réaction différents, permettent de relier directement le taux de phase austénitique à la perte de poids observé après $1,5 \cdot 10^6$ cycles d'usure (figure IV.6).

Ce même type de comportement associé à l'austénite a pu être observé si la fonte G.S. était de type austénito-martensitique à taux d'austénite dégressif, grâce à des trempes martensitiques effectuées à 20°C , -40°C et -160°C . Les essais d'usure montrent alors que la diminution du taux initial d'austénite résiduelle était néfaste à la résistance à l'usure (figure IV.7).

Il est d'ailleurs très intéressant de noter que, là aussi, les structures austénito-martensitiques ont évoluées pendant l'essai d'usure puisqu'une

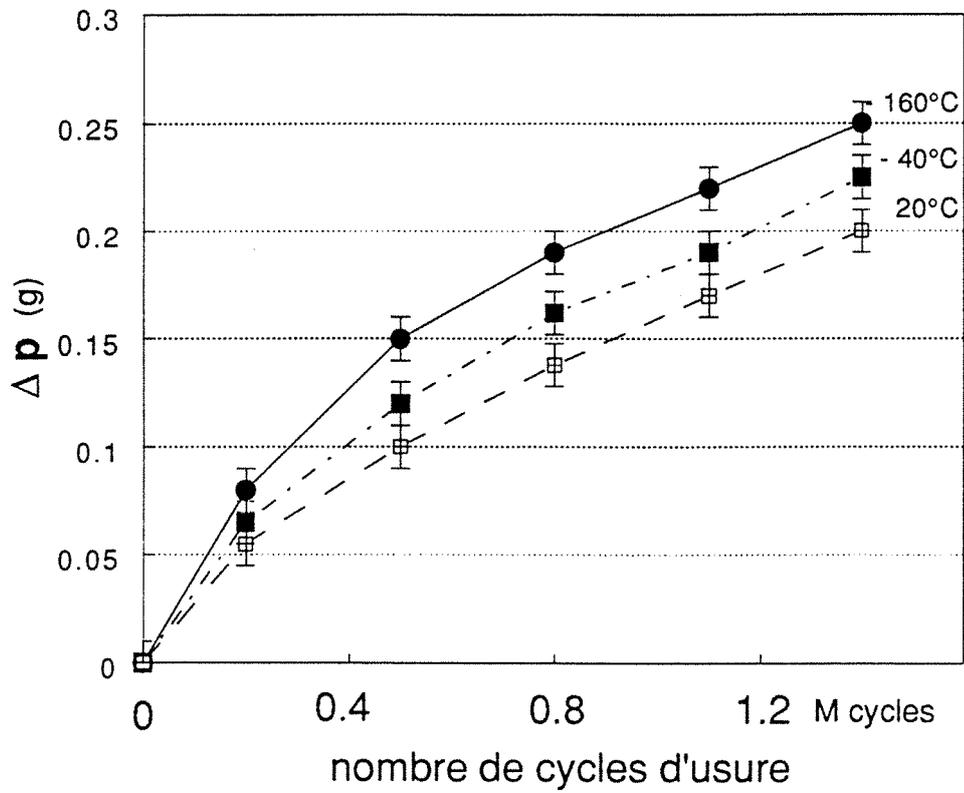


FIGURE IV.7

Evolution de la perte de poids en fonction de la structure initiale martensito-austénitique

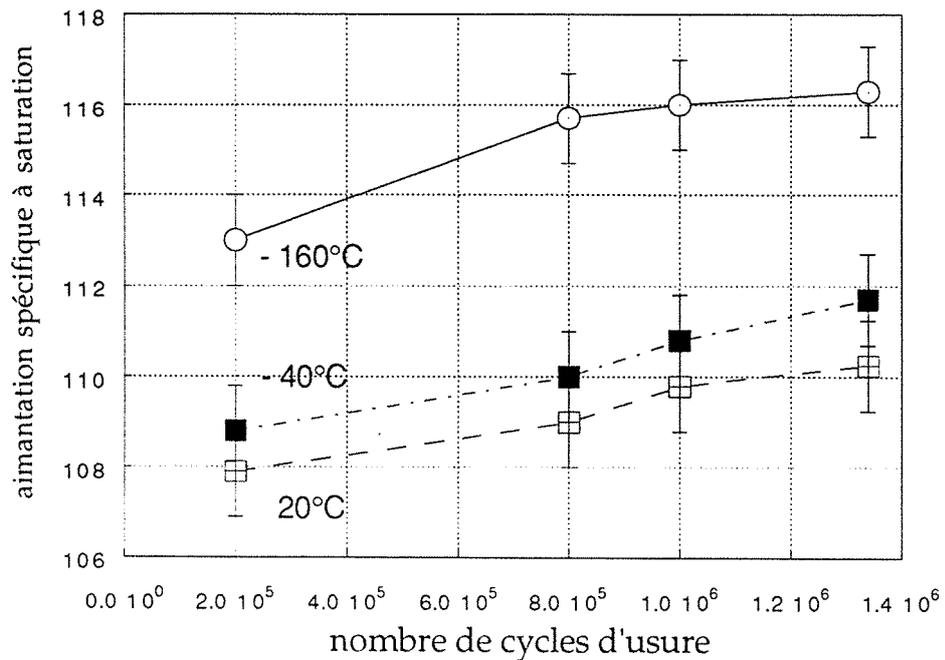


FIGURE IV.8

Influence de l'usure sur l'évolution de la caractéristique magnétique pour différentes structures martensito-austénitique obtenus après traitement par le froid

partie de l'austénite résiduelle s'est également transformée en martensite (figure IV.8).

La perte de poids mesurée après $1,5 \cdot 10^6$ cycles en fonction de la dureté initiale de ces structures a été représentée sur la figure IV.9. Bien que présentant une dureté plus faible, les fontes G.S. bainitiques sont beaucoup plus résistantes que les fontes G.S. martensitiques de même composition chimique initiale. Les repères a,b,c,d,e,f, représentent des structures à des taux d'austénite dégressifs et on voit bien que l'usure devient de plus en plus importante. L'influence de l'austénite sur la résistance à l'abrasion peut être beaucoup plus complexe.

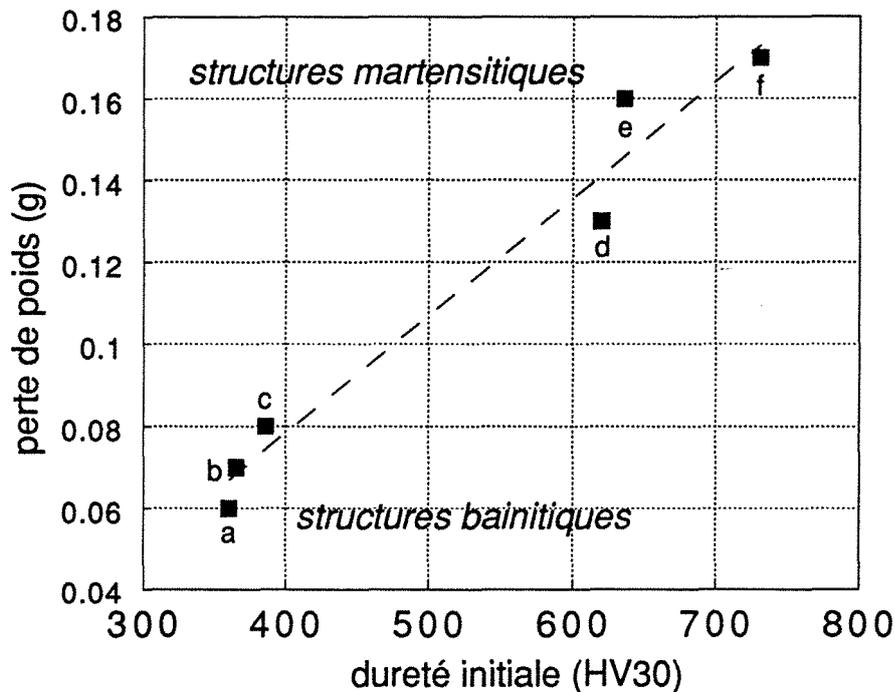


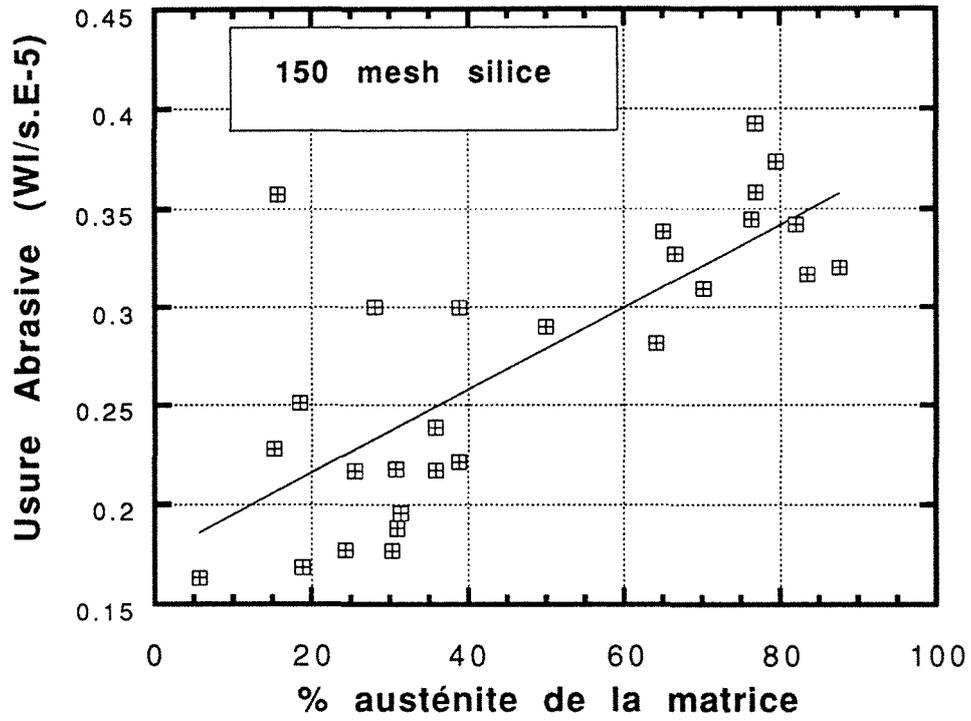
FIGURE IV.9

Relation entre la perte de poids et la dureté des structures bainitiques et martensitiques dans une fonte G.S. non alliée (usure après $1,5 \cdot 10^6$ tours).

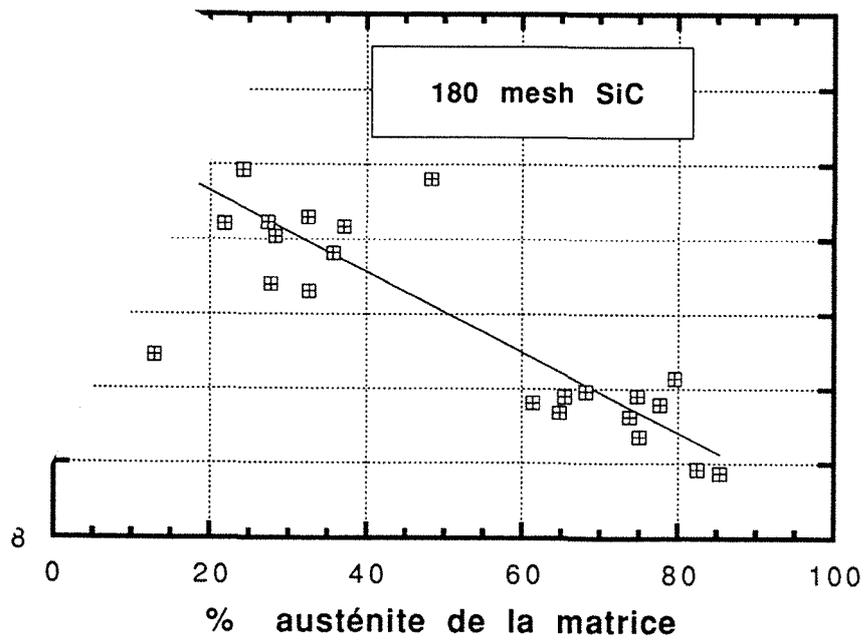
Des essais d'abrasion portant sur une trentaine de structures différentes de fonte blanche au Cr-Mo à 28 % de carbures eutectiques M_7C_3 et à des taux d'austénite variables l'ont parfaitement illustrés (figure IV.10 a et b).

L'apparition d'une variation de la nature de l'abrasif peut suffire à inverser le comportement des structures étudiées. L'augmentation du pourcentage d'austénite est favorable si l'abrasif est dur (SiC) mais il est néfaste si ce dernier est tendre (silice) (ces notions de dureté sont relatives).

Les carbures plus durs que la silice s'opposent à l'usure et la matrice est protégée. Le labourage et les déformations plastiques de la matrice par les particules abrasives du granulats ne peuvent avoir lieu dans cette structure.



10.1



10.2

FIGURES IV.10

Influence de la nature de la particule abrasive sur l'usure abrasive d'une fonte blanche alliée au Cr-Mo à 28 % de carbure eutectiques M_7C_3 .

D'après (3)

Au contraire, dans le cas de particules dures, abrasives, comme le SiC, les carbures subissent un cisaillement alors que la matrice subit une coupe et un labourage important. Les qualités premières de l'austénite sont ainsi mises à contribution, à savoir : grande déformation plastique et possibilité de durcissement structural avec une grande ductilité.

Cet exemple prouve que la résistance à l'usure dépend d'un ensemble de paramètres tels que dimension et dureté des carbures de l'abrasif mais que les effets interactifs de l'un sur l'autre peuvent inverser le sens des évolutions.

Les structures ferrito ou martensito-austénitiques étudiées dans les fontes G.S. ne contiennent pas de carbures et seuls des silicocarbures très fins non résolus en microscopie optique sont présents en deuxième étape. De ce fait, ces silicocarbures ne peuvent pas "perturber" l'analyse de la résistance à l'usure en cours d'usure car nous nous sommes intéressés principalement au cas où l'austénite était présente en grande quantité, donc bien avant la fin de deuxième étape sinon même au début de deuxième étape.

L'austénite différemment enrichie en début ou en fin de première étape se trouve dans un milieu structural variable. Dans le premier cas, c'est la martensite qui sans dépasser les 3500 Vickers du carbure de silicium avoisine les 1000 Vickers, alors que dans le deuxième cas, c'est la ferrite de faible dureté, puisqu'inférieure à 180 Vickers, qui constitue la phase (α) sursaturée en carbone, associée à (γ).

3 - EVOLUTION DE L'AUSTENITE EN COURS D'USURE SUR LA RESISTANCE A L'USURE

Nous avons voulu vérifier si l'austénite évoluait en cours d'usure. A cet effet nous avons donc effectué des analyses par diffraction des rayons X, des relevés d'aimantation et des mesures de dureté sur la tête d'éprouvette d'usure avant et après abrasion.

Nous avons pu démontrer que l'austénite se transformait en martensite α' . Cette transformation dépend, là aussi, de la qualité de l'austénite et elle est fonction du temps de maintien bainitique initial.

On peut observer sur la figure IV.11 les changements suivants :

- La création de nouveaux pics "NP" liés aux couches superficielles perturbées et usées, correspondant vraisemblablement à une contamination.
- Une variation de la forme et de la position des pics après usure témoignant des micro-déformations et des contraintes résiduelles.
- Une diminution de l'intensité des pics (111), (200) et (311), de l'austénite, associée à la transformation de cette phase en martensite dont les pics sont très faibles et qui atteste une évolution pratiquement localisée à la surface.

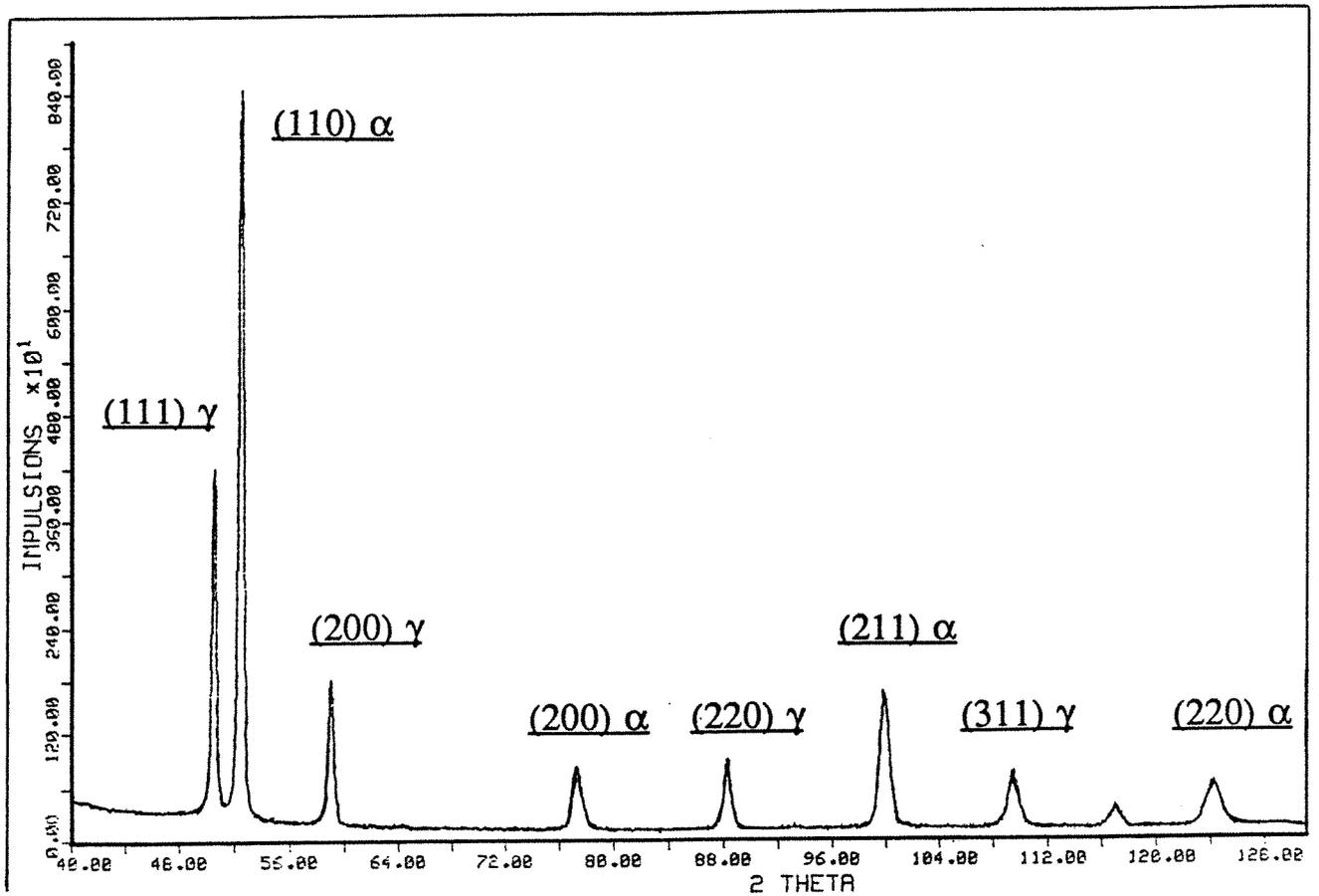


Figure IV.11a

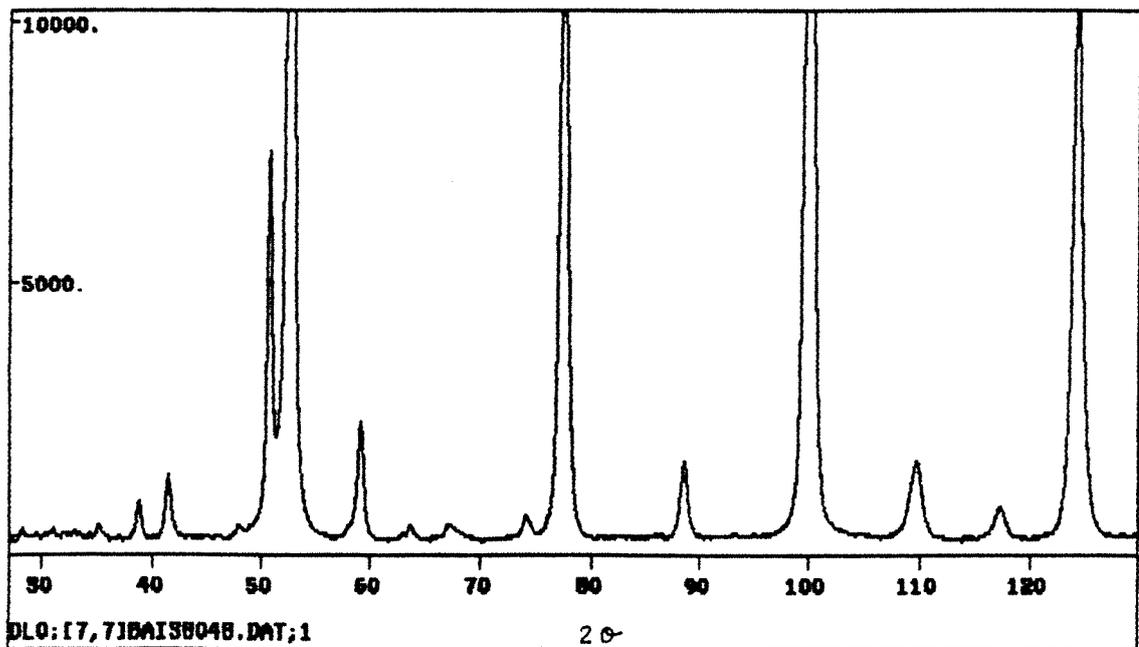


Figure IV.11b

FIGURES IV.11

Diagrammes de diffraction des rayons X obtenus pour différentes fontes G.S. bainitiques : traitement thermique : 930°C, 30 min/380°C, 22 minutes.

Figure IV.11a avant usure

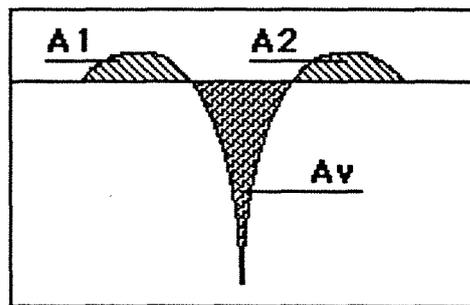
Figure IV.11b après usure.

Cette transformation de la microstructure qui n'affecte que la couche superficielle a pour conséquence de diminuer la déformation plastique et d'augmenter le risque de décohésion.

La figure IV.12 met en évidence le rapport entre produit enlevé et produit déplacé, défini par f_{ab} qui est mesuré lors d'une indentation ou d'une rayure.

Le facteur d'enlèvement de matière f_{ab} est déterminé suivant la

formule : $f_{ab} = \frac{A_v - (A_1 + A_2)}{A_v}$ où A_v représente l'aire de l'indentation et A_1 et A_2 représentent les aires des bourrelets latéraux.



A_v = aire de l'indentation
 A_1 et A_2 = aire des bourrelets latéraux

FIGURE IV.12

Illustration d'une indentation A_v et des bourrelets formés A_1 et A_2

Il est évident qu'entre un mode de coupe ou un mode de labourage, ce facteur f_{ab} évolue. De la coupe idéale où $f_{ab} = 1$ on peut passer à $f_{ab} = 0$ si on a un labourage idéal. Donc ce facteur f_{ab} est représentatif du mode d'endommagement. Mais le problème est encore plus complexe si on fait intervenir le type d'usure.

Lorsque l'endommagement à la surface de l'éprouvette testée n'est pas une usure de type 2 corps, il devient impossible de mesurer directement le facteur d'enlèvement de matière f_{ab} tel qu'il est décrit sur la figure IV.12.

C'est précisément le cas en usure abrasive de type 3 corps car les sillons produits en labourage ou en coupe se superposent et s'entrecroisent. De plus, la matière déplacée ($A_1 + A_2$) sous forme de bourrelets peut également être disloquée sous l'action des impacts successifs.

Compte tenu de ces remarques et malgré ce handicap, dans le cas de l'usure abrasive 3 corps de la fonte G.S. bainitique, nous avons néanmoins tenté une autre approche qualitative de la déformation plastique de la surface.

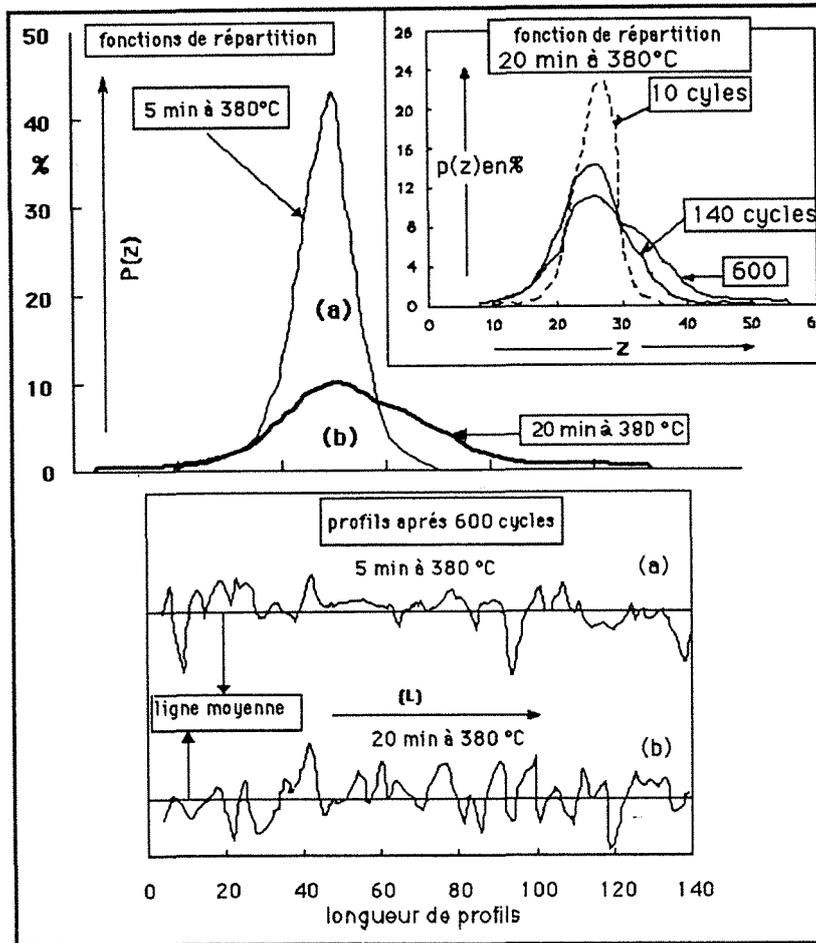


FIGURE IV.13.1

- Evolution de la fonction de répartition des hauteurs de pics $P(z)$ à 10, 140 et 600 cycles d'usure dans le cas de la structure de fin de première étape apparente à 380°C
- Evolution de la fonction de répartition des hauteurs de pics pour des structures martensito-bainitiques (5 min) (a) et bainitique de fin de première étape apparente (20 min) (b) après 600 cycles d'usure
- Profils caractéristiques pour les structures (a) et (b) après 600 cycles.

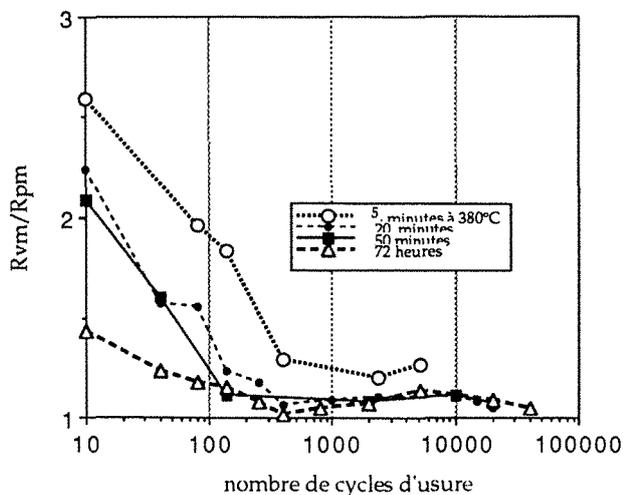


FIGURE IV.13.2

Rapport de R_{vm} sur R_{pm} en fonction du nombre de cycles d'usure pour des structures obtenues après différents temps de maintien isotherme à 380°C.

Au lieu d'utiliser le facteur f_{ab} inutilisable ici, nous nous sommes intéressés aux évolutions des paramètres R_{pm} et R_{vm} qui représentent les valeurs moyennes des "pics" et "vallées" de la surface déformée.

Les paramètres R_{vm} , R_{pm} et les courbes de distribution des hauteurs, permettent de montrer que les différences de comportement de la surface en cours d'usure sont bien sensibles à la microstructure.

Pour une structure bainitique donnée, donc obtenue à l'issue d'un temps de maintien bainitique déterminé, la fonction de distribution des hauteurs de pics évolue au cours de la période de microrodage (figure IV.13.1).

La figure IV.13.1 montre que pour une structure correspondant à 20 minutes de maintien bainitique à 380°C, si le nombre de cycles d'usure croît de 10 à 600, il y a passage d'une distribution "serrée" à une distribution normale quasi-gaussienne.

Cette évolution de la fonction de densité peut également être associée au temps de maintien bainitique, donc à la variation du taux et de la qualité de l'austénite. Après 600 cycles d'usure, la différence de densité de répartition associée à des structures obtenues après un faible temps de maintien (5 minutes) ou un temps de maintien correspondant à la fin de première étape apparente (20 minutes) est importante.

Les profils type représentés sur la figure IV.13.1 et les fonctions de répartition $P(z)$ leur correspondant témoignent d'une plus faible capacité de déformation dans le cas de la structure "5 minutes" (courbes a) que dans le cas de la structure de fin de 1^o étape apparente (20 minutes) où il y a plus d'austénite (courbes b).

La figure IV.13.2 rappelle toutefois que, dans le cas des structures de 1^o étape et pour un nombre de cycles d'usure donné, la capacité de déformation la plus importante est associée au maximum d'austénite stable et non au maximum d'austénite retenue.

L'évolution de la forme des profils et de la surface endommagée est fonction à la fois de la nature des phases bainitiques et de leur stabilité. En effet, il faut rappeler que si le nombre de cycles d'usure croît, l'augmentation des niveaux de dureté dans les couches superficielles associé à la nouvelle création potentielle de martensite, doit être prise en compte. Cette évolution de dureté n'affecte que la peau de l'éprouvette et chute rapidement si on s'éloigne de celle-ci.

Ce durcissement D exprimé par le rapport entre HV après usure/HV avant usure, évolue à la fois en fonction du lieu de mesure (surface ou 100 μm sous cette surface) et en fonction du temps de maintien bainitique initial (figures IV.14).

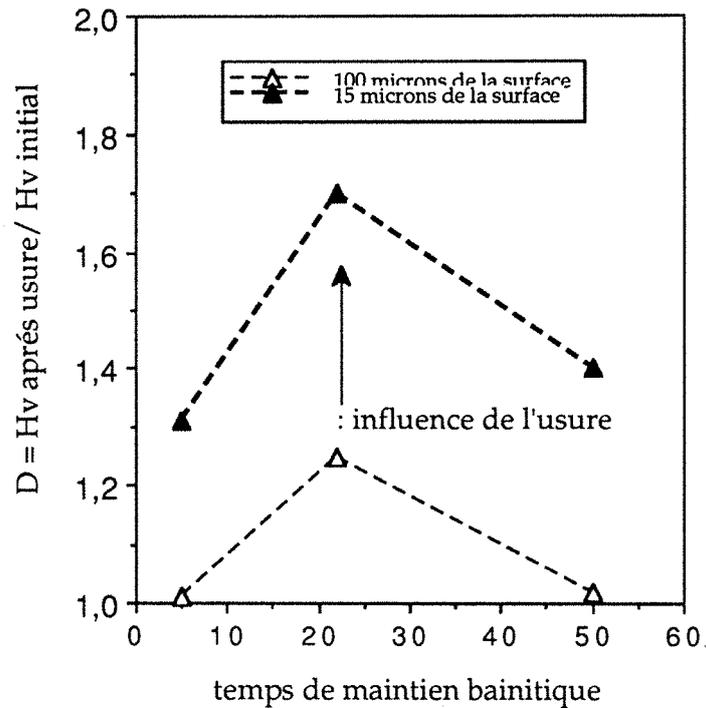


FIGURE IV.14a

Evolution du rapport D (HV après usure/HV avant usure) mesuré dans l'épaisseur de la couche superficielle (100 μm) après 400.000 cycles d'usure en fonction du temps de maintien bainitique.

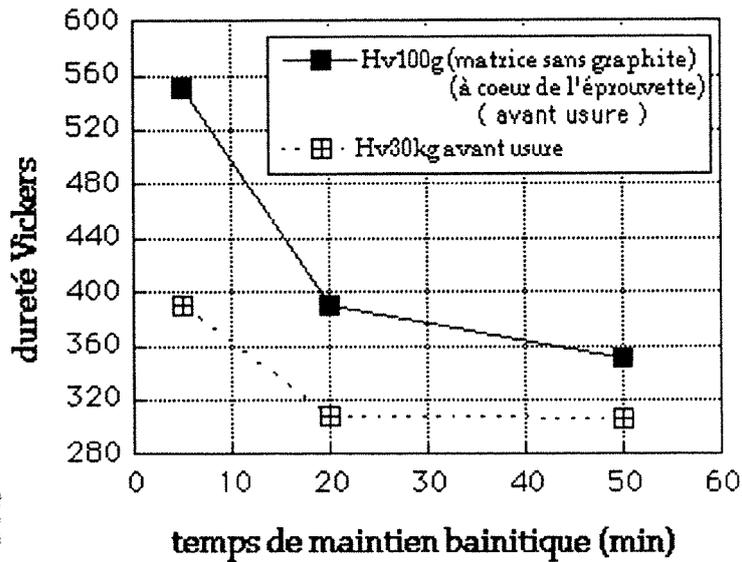


FIGURE IV.14b

Evolution de la dureté Vickers mesurée à 30 Kg et 100 g en fonction du temps de maintien bainitique avant usure.

Le maximum d'augmentation de ce rapport correspond à un temps de maintien bainitique de 22 minutes à 380°C donc pour une structure fin de première étape apparente ou la dureté est assez faible. Cela ne signifie donc pas que la transformation martensitique survenue en cours d'usure a atteint son niveau maximum. Après 400.000 cycles d'usure, la composante déformation plastique des couches superficielles est très importante. Toute l'austénite ne s'est donc pas encore transformée, mais cela ne signifie pas que cette phase soit vierge de toute contrainte assimilée sous forme de défauts.

On voit immédiatement que c'est bien la structure de fin de première étape qui résiste le mieux à l'usure abrasive, à condition qu'elle se situe dans l'intervalle de temps compris entre la fin de première étape apparente et la fin de première étape réelle, sinon la résistance à cette usure chute rapidement (figure IV.15).

La répétitivité des résultats de résistance à l'usure n'est jamais parfaite, c'est pourquoi l'écart de résistance à l'usure de 8 % seulement entre les 2 fins de première étape bainitique (apparente et réelle) ne doit pas nous conduire à des conclusions hâtives.

Un durcissement des couches superficielles en cours d'usure qui résultent essentiellement de la transformation de l'austénite en produits martensitiques entraîne une très faible résistance à l'usure abrasive, car la capacité de déformation plastique de ces produits de cisaillement est faible (figure IV.15).

Nous voyons donc, que dans le cas des fontes G.S. bainitiques comme pour d'autres matériaux, il est nécessaire de définir le durcissement des couches abrasées. En effet, les microstructures de début de réaction bainitique ne peuvent subir le même type de durcissement que les structures de fin de première étape.

4 - CONCLUSION

Pour notre système d'usure, la présence d'austénite (qualité et quantité) dans les structures de fonte G.S. bainitique et martensitique conduit à une meilleure résistance à l'usure.

En effet, si le taux d'austénite initial avant usure croît, la perte de poids diminue. Cela est valable si on compare les structures bainitiques aux structures martensitiques. De plus, nous avons pu également enregistrer l'évolution de la phase austénitique au cours d'usure.

En cours d'usure, la présence d'austénite dans les structures bainitiques peut évoluer de manière différente selon la qualité de cette phase, donc en fonction du traitement bainitique initial.

En particulier, un durcissement important des couches superficielles résultant de la transformation massive de l'austénite en martensite entraîne

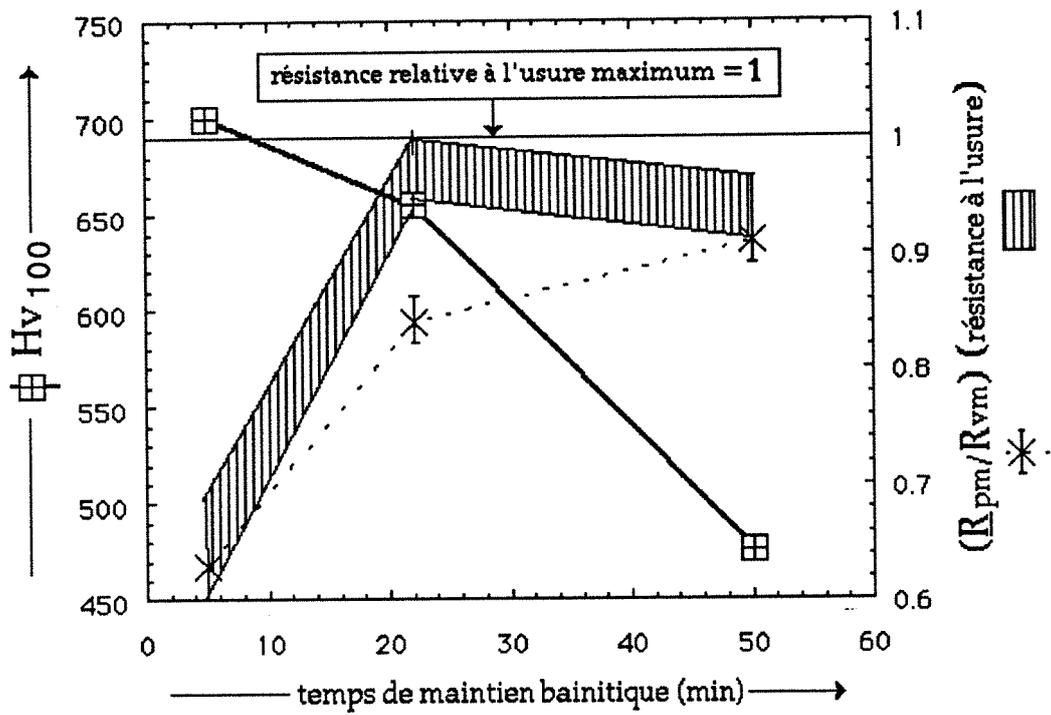


FIGURE IV.15

Evolution de la dureté des couches superficielles, du paramètre R_{pm}/R_{vm} et de la résistance à l'usure abrasive après 1,5 M cycles d'usure en fonction du temps de maintien bainitique initial à 380°C

inéluclablement une dégradation rapide de la résistance à l'usure. Au contraire, les structures de fin de première étape ne possèdent pas cet inconvénient puisque l'austénite plus stable subit davantage la déformation plastique.

Enfin, pour un taux initial identique d'austénite post-bainitique, il est plus judicieux d'opter pour un temps de maintien situé après la fin de première étape apparente plutôt qu'avant, car cela permet de répondre à la qualité structurale exigée pour une perte de poids minimale.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) **K.H. ZUM. GARH, L. WAGNER**
Abrasier Verschleißwiderstand von GuBei Sen Mit Kugelgraphit bei unterschiedlichem Sekundärgefüge. Arch. Eisenhüttenwes, 50 (1979) 315-320.
- (2) **T.E. NORMAN**
Factors influencing the resistance of steel casting to high stress abrasion. Mod. CASTING, 33 (1958) 89-90.
- (3) **K. RÖHRIG**
Gefüge und Beständigkeit gegen Mineralverschleiß von Carbideschem GuBeisen. Giesserei, 58 (1971).
- (4) **BUTTERY and ARCHARD**
1970-1971.

CHAPITRE V

RESULTATS ET ANALYSES DES ESSAIS D'ABRASION.

SOMMAIRE

INTRODUCTION

1 - ANALYSE DE LA FORME ET DE LA REPARTITION DANS LE PLAN HORIZONTAL DES ASPERITES DE SURFACE

2 - ANALYSE DES PLAQUETTES DE DELAMINATION

II.1 - Analyse par microsonde

II.1.1 - Analyse de l'oxygène

II.1.2 - Analyse du fer

II.1.3 - Analyse du silicium et de l'aluminium

II.2 - Etude des diagrammes de diffraction des rayons X obtenus en surface d'éprouvettes usées

II.3 - Etude des spectres obtenus en dispersion d'énergie

II.4 - Analyses morphologiques de la délamination

II.4.1 - Analyse statistique d'étalement vertical

II.4.2 - Représentation tridimensionnelle des surfaces usées après 4.10^5 cycles d'usure

3 - APPROCHE QUANTITATIVE DE LA DELAMINATION

III.1 - Evaluation de la perte de poids pendant la période de délamination

III.2 - Taux de délamination

III.3 - Evolution de la microdureté mesurée après délamination dans les couches superficielles des fontes G.S. bainitiques

III.4 - Influence de la dimension des particules abrasives sur la dégradation des plateaux de délamination

III.5 - Conclusion partielle

4 - APPROCHE MICROGRAPHIQUE DE LA DELAMINATION

IV.1 - Observation par microscopie à balayage de la surface endommagée

IV.2 - Analyse de la section perpendiculaire à la surface usée

IV.2.1 - Observation de décohésion dans la structure

IV.2.2 - Modifications et transformations structurales

IV.2.2.1 - Observations des modifications dans les structures bainitiques de type "5 minutes de maintien à 380°C"

IV.2.2.2 - Observation des modifications dans les structures bainitiques de type "22 minutes de maintien à 380°C"

IV.2.2.3 - Observations des modifications dans les structures bainitiques de type "50 minutes de maintien à 380°C"

IV.3 - Observation de sections parallèles à la surface usée

IV.3.1 - Aspect structural à 5 minutes de maintien à 380°C,
après 4.10^5 cycles d'usure

IV.3.2 - Nouvel aspect structural obtenu après 4.10^5 cycles d'usure
dans le cas des structures bainitiques type "22 minutes
de maintien à 380°C"

IV.3.3 - Nouvel aspect structural obtenu après 4.10^5 cycles d'usure
dans le cas des structures bainitiques type "50 minutes
de maintien à 380°C"

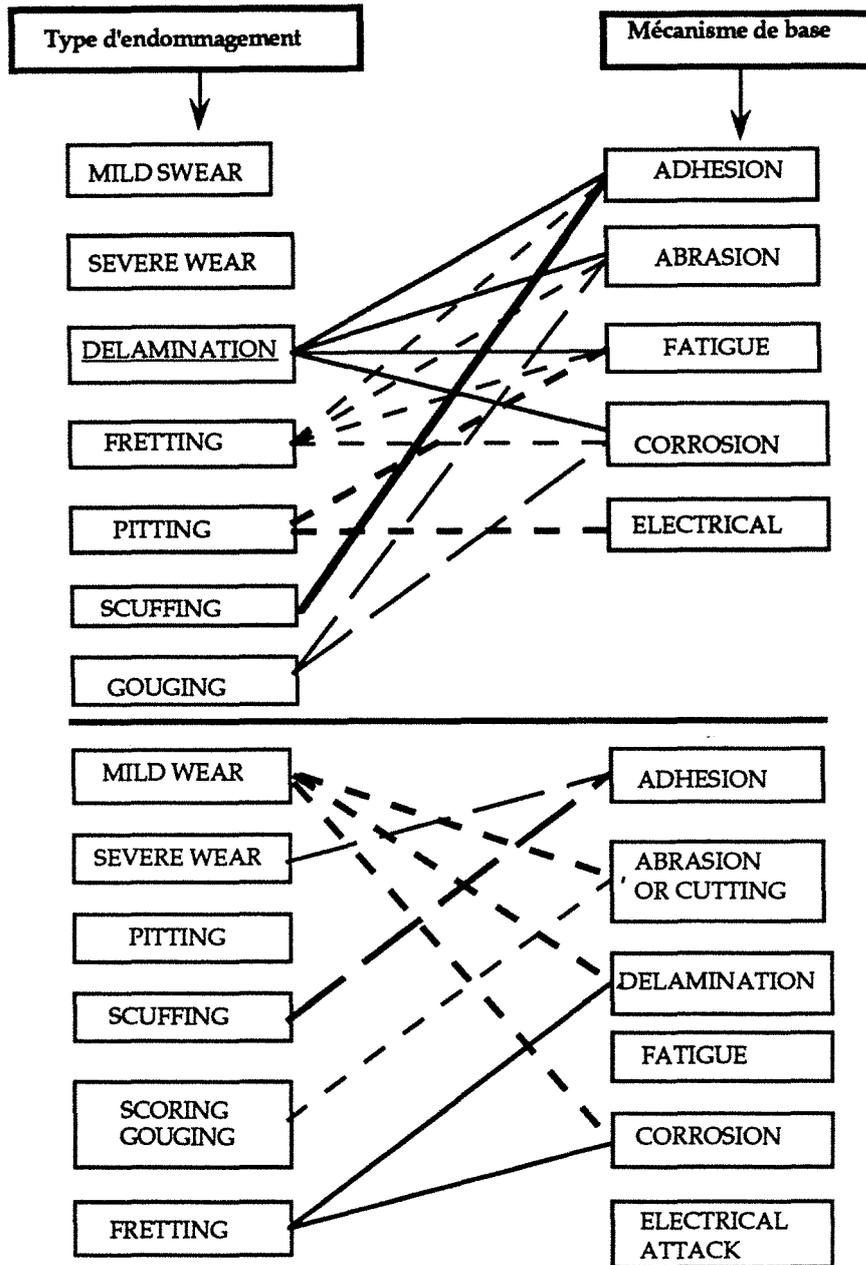
IV.3.4 - Conclusion partielle.

**5 - INTERPRETATION DES DEFAUTS STRUCTURAUX ET DES
EVOLUTIONS STRUCTURALES OBSERVES LORS DE LA PERIODE
DE DELAMINATION APRES 4.10^5 CYCLES D'USURE POUR
DIFFERENTES STRUCTURES BAINITIQUES****6 - ESSAI DE SCHEMATISATION DU PROCESSUS DE DELAMINATION**

VI.1 - Premier stade

VI.2 - Deuxième stade

CONCLUSION.



Types d'usure	Type de contact	Mouvement	Mécanisme d'usure
adhésion	élastique/plast.	glissement	adhésion
délamination	-	-	délamination
fretting	-	oscillations	adhésion, délamination, abrasion
abrasion	-	glissement	abrasion/délam.
érosion	-	impact/glissem.	-
usure par impact	-	impact	délamination / fatigue
fatigue	élastique	roulement	fatigue

FIGURES V.1

Classifications de la délamination

d'Après (1)

INTRODUCTION

Dans le chapitre précédent, nous avons montré que la nature et le taux des phases austénitique, martensitique et ferritique conditionnaient la résistance à l'usure.

Il était donc raisonnable d'observer l'influence de ces phases sur l'évolution de la surface exposée à l'usure et de relier cette évolution aux pertes de poids.

D'autre part, l'analyse de la forme et de la répartition horizontale des aspérités de la surface est révélatrice d'un changement fondamental du type d'endommagement créé par l'apparition de la délamination*. Ce nouveau phénomène est en relation avec la microstructure précédemment étudiée et, à partir de 400 000 cycles, il gouverne les mécanismes de dégradation de la surface.

* Délamination

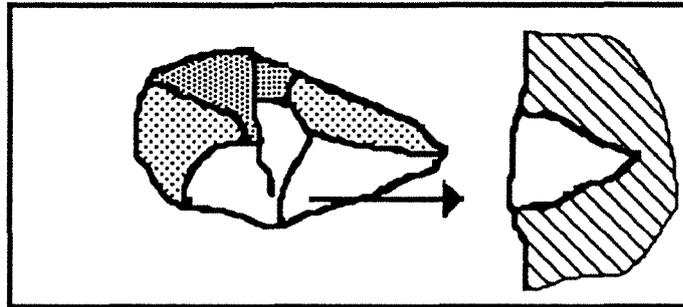
Terme anglais largement utilisé pour décrire le délaminage ou l'exfoliation lors de dégradations de fils laminés. En fait, pour les utilisateurs de la langue anglaise, la délamination concerne un décollement interlaminaire ou encore une fissilité ou une démasquation survenant sur des matériaux non laminés mais sollicités en fatigue. Du point de vue de la classification, la délamination, terme considéré à défaut comme un terme français, est répertoriée par les spécialistes de l'usure comme un type d'endommagement, ou comme un mécanisme de base (figure V.1) (1). On conçoit d'ailleurs que lors de l'examen des possibilités interactives entre les types d'usure, les types de contacts et les mouvements mis en jeu, cette ambiguïté soit compréhensible .*

D'une manière générale, la délamination est causée par les actions simultanées d'abrasion, d'adhésion de fatigue et même de corrosion. La perte de poids par "écaillage" est dûe aux mécanismes de type délamination. Lorsque des fissures créées par incrémentation des déformations permanentes par passage d'aspérités de SiC, jaillissent à la surface, des plaques minces "délaminent". L'épaisseur de ces plaques est contrôlée par l'emplacement initial des fissures et dépend non seulement des forces normales et tangentielles appliquées à la surface mais également de la nature des phases et constituants concernés.

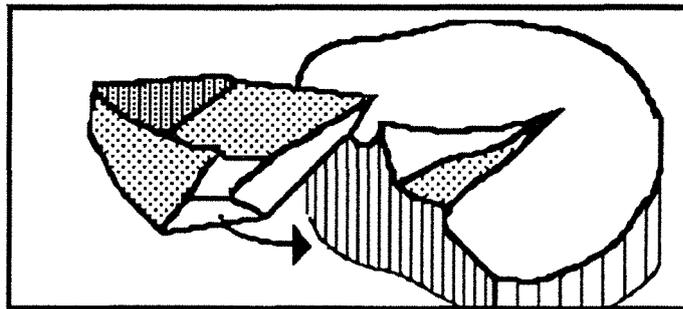
* ERNST - comprehensive dictionary of ENGINEERING AND TECHNOLOGY

I - ANALYSE DE LA FORME ET DE LA REPARTITION DANS LE PLAN HORIZONTAL DES ASPERITES DE SURFACE

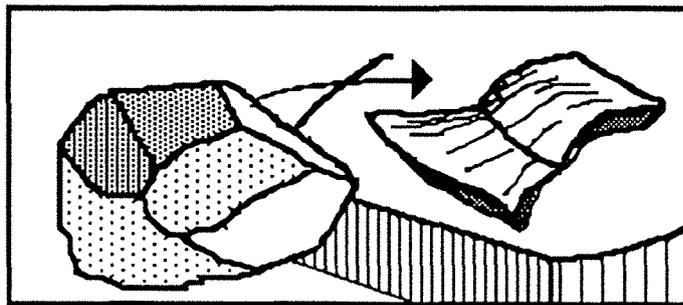
A partir de quelques cycles d'usure, les dégradations observées sur la surface polie des éprouvettes (figure V.2 - micrographies 1 et 2) peuvent être classées sur les schémas 1 sous les désignations suivantes :



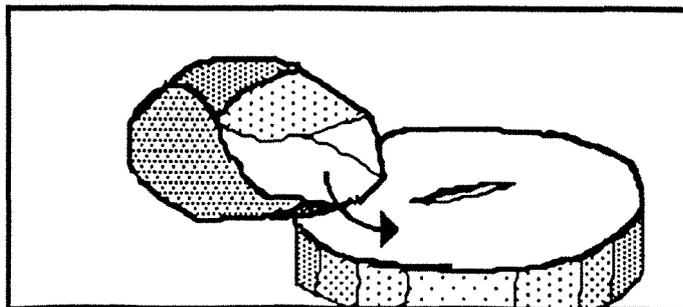
"pitting"
formation de cratères ou trous, identiques à l'indentation Vickers (pénétration normale)
Schéma 1a



"labourage"
formation de lèvres latérales (pénétration "rasante")
Schéma 1b



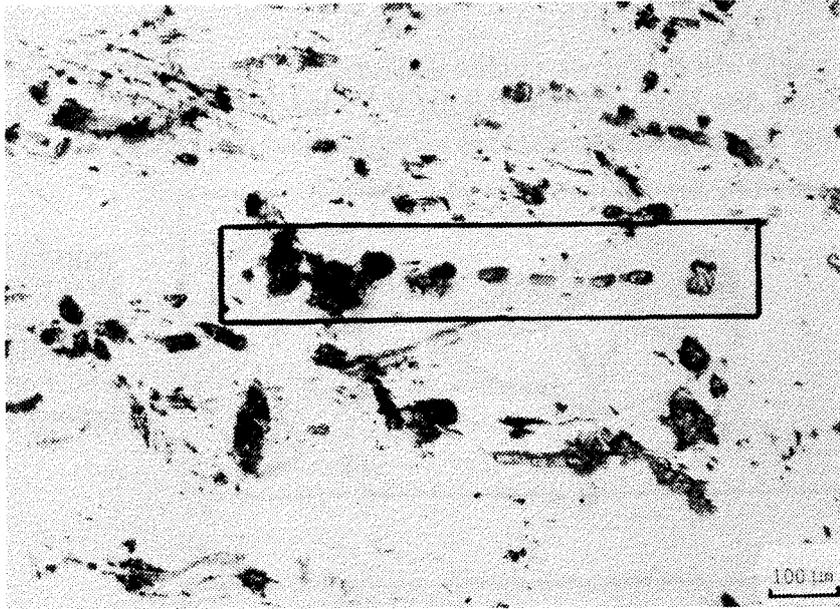
"Shoveling"
("pelletage")
cratère ou trou avec bourrelet frontal (pénétration sous incidence non normale)
Schéma 1c



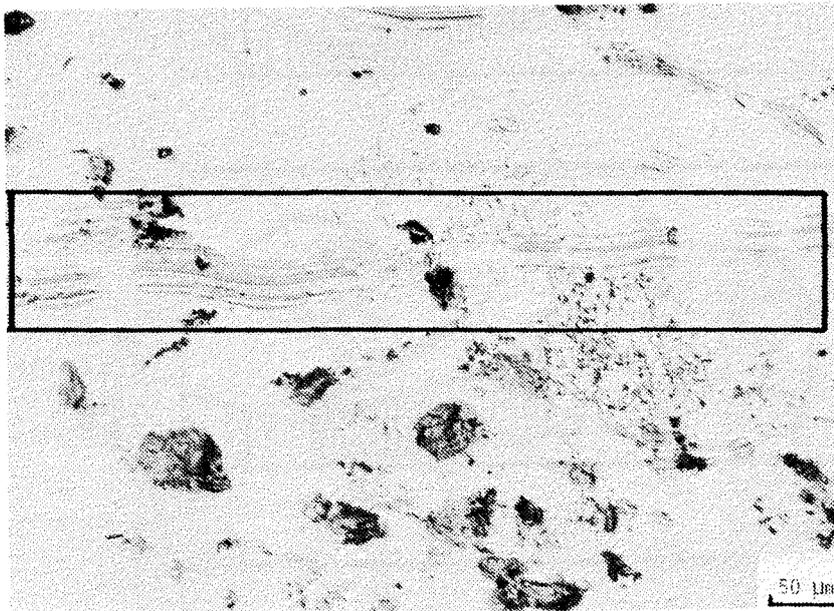
Chipping* ("écaille")
cratères de faible profondeur, l'abrasif ne fait qu'effleurer l'échantillon
Schéma 1d

Schémas 1 d'après (2)

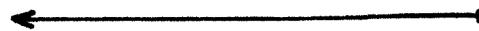
* ces termes spécifiques à l'usure n'ont pas d'équivalent français.



Micrographie 1



Micrographie 2



sens de glissement des particules abrasives

FIGURES V.2

Dégradations observées à partir de 4 cycles d'usure à la surface de fonte G.S. bainitique

Les rayures discontinues significatives de la rotation de l'abrasif sont représentées dans les cadres rectangulaires des micrographies 1 et 2 de la figure V.2. Cette observation est la preuve qu'un type d'abrasion 3 corps s'effectue. En aucun cas, nous pouvons rapprocher ces "traces à la structure sous-jacente. Il n'y a pas d'interaction apparente, nous pouvons simplement prévoir les différentes tendances en fonction de la plasticité moyenne ou des défauts du matériau étudié.

A partir de plusieurs dizaines de cycles d'usure, il n'est plus possible de qualifier les dégradations puisque ces dernières se chevauchent. Néanmoins, pour quelques centaines de milliers de tours, un profil particulier apparaît sous la forme de plateaux.

Les micrographies 1 et 2 de la figure V.3 ont été obtenues à partir d'échantillons ayant subis l'abrasion pendant 400 000 tours puis un nettoyage aux ultra-sons suivi d'une attaque au Nital. La micrographie 1 de la figure V.2 est représentative de l'état superficiel d'un échantillon ayant subi un faible temps de maintien bainitique. La micrographie 2 de la figure V.2 illustre la surface type d'un échantillon ayant subi un temps de maintien correspondant à la fin de la première étape réelle.

Pour ces deux types de microstructures, l'attaque au Nital n'a permis de révéler qu'une partie de la matrice, le reste se présentant sous forme de relief ou "couverture" d'aspect gris floconneux (figure V.3).

Le taux surfacique des plateaux de délamintion augmente d'autant plus que le temps de maintien à 380°C augmente. Ce taux évolue inversement au taux de martensite.

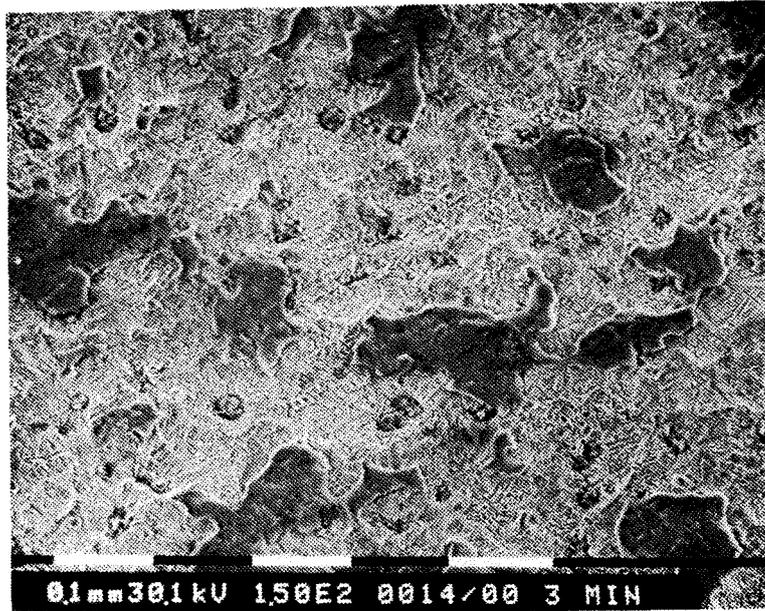
Il était intéressant de savoir si ces plateaux couvrant la matrice étaient constitués uniquement d'un dépôt de poussière polluante où étaient issus de la matrice. L'absence de réaction chimique au nital laisse penser qu'une fine couche de pollution avait été, en quelque sorte compactée plus que déposée à la surface de l'échantillon et cela sous l'action du carbure de silicium. A cet effet nous avons donc analysé ces plaques.

2) ANALYSE DES PLAQUETTES DE DELAMINATION

II.1 - ANALYSE PAR MICROSONDE

L'analyse de zones importantes située en tête d'éprouvette après 400 000 tours d'usure ont été effectuées après nettoyage aux ultra-sons. Les couches superficielles ou plaquettes de délamination avaient été repérées en image en électron-secondaire et rétrodiffusés.

Il était donc intéressant de faire correspondre les images X des éléments Fe, Si, Al et O₂ aux "vallées" ou "pics". Nous avons également effectué un comptage point par point ce qui permet d'indiquer l'importance respective des concentrations en éléments entre les "pics" et les "vallées".



Micrographie 1 - (3 minutes à 380°C)



Micrographie 2 - (50 minutes à 380°C)

FIGURES V.3

Observation après usure de 400 000 cycles de la surface usée de différentes structures bainitiques.

II.1.1 - Analyse de l'oxygène

Présent sur toute surface métallique exposée à l'air libre, il n'est pas surprenant de le retrouver ici. Toutefois une absence de ce dernier sur le bord d'une plaquette témoigne de deux phénomènes possibles :

- Soit un effet de masque vis-à-vis du détecteur résultant de l'importance du relief de la plaquette
- Soit une décohésion récente d'une partie de la matrice révélant ainsi une zone non ou peu oxydée.

Il faut noter que ces deux raisons exposées ci-dessus peuvent se compléter.

L'analyse de l'oxygène nous a permis de vérifier que les différences de concentration étudiées ici sur d'autres éléments ne résultaient pas du relief des vallées et des plateaux (figures V.4 - micrographie 1), puisque, outre l'effet de bord, la répartition était assez homogène sur toute cette surface composée de vallées et plateaux (figure V.4 - micrographie 5).

II.1.2 - Analyse du fer

Au cours de cette analyse, la somme des impulsions (Fe α) enregistrées point par point, ou les intensités des images X, révèlent que le fer est plus intense dans les vallées (10 - 13000 coups) que sur les plateaux (500 à 2500 coups).

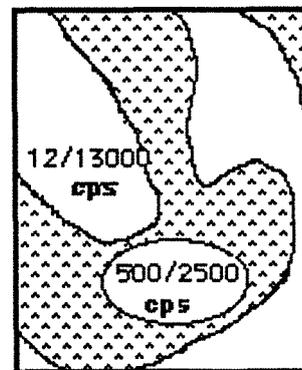
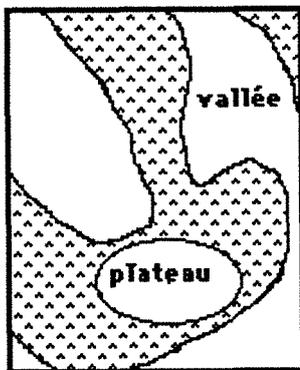
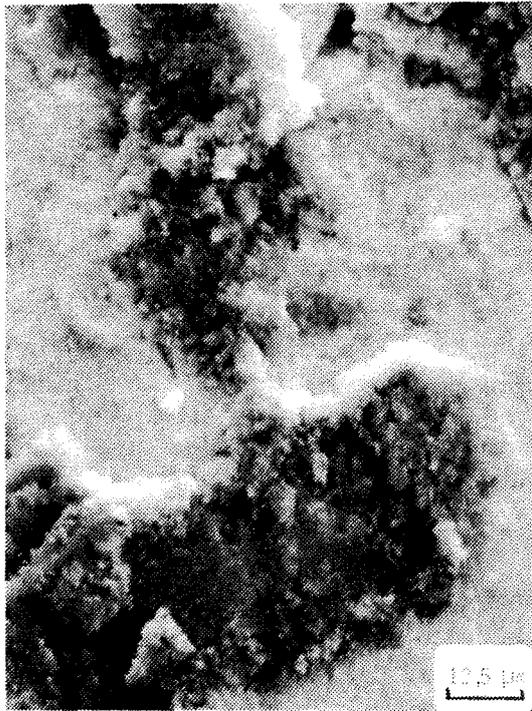
La figure V.4 - micrographie 2 l'illustre parfaitement. Cette différence d'intensité est en quelque sorte proportionnelle à la "durée de vie des plaquettes" et au temps d'exposition de celles-ci à l'abrasion et à la contamination associée à ce test d'usure. Ces considérations confirment l'hypothèse formulée à l'issue de l'analyse de l'oxygène à savoir : lorsque les plaquettes arrivent au terme de leur "durée de vie" elles délaminent et laissent place à la matrice vierge non oxydée et non polluée.

II.1.3 - Analyse du silicium et de l'aluminium

Suite à ce qui a été déduit des analyses de l'oxygène et du fer, on constate effectivement que les plateaux sont plus riches en éléments de contamination que les vallées car plus longtemps exposés à l'usure.

L'aluminium, qui est absent de la composition chimique initiale du matériau est entièrement apporté par la pollution. A lui seul, il représente l'élément caractérisant le mieux la plaquette de délamination (figure V.4 - micrographie 3).

Le silicium est présent dans la composition de l'alliage. On a vu qu'il ségrégeait entre les zones I, II et III mais les différences de concentration relevées entre les zones I, II et III des cellules de solidification n'excèdent



- image en électron secondaire
 - 80 s de pose

- image X. Fe $K\alpha$
 - 80 s de pose

Micrographie 1

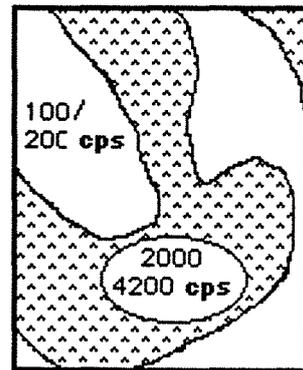
Micrographie 2

FIGURES V.4

Analyse des plaquettes de délamination après 400 000 cycles d'usure



Micrographie 3
 image X AlK α
 80 s de pose



Micrographie 4
 - image X. SiK α
 - 80 s de pose



Micrographie 5
 X 800
 Image X. O₂.k α
 80 s de pose

FIGURES V.4

Analyse des plaquettes de délamination après 400 000 cycles d'usure

jamais des rapports de 2 (voir figure 3 du chapitre II). Ici les écarts de concentration qui ont été observés sont beaucoup plus grands.

Nous avons relevé des rapports compris entre 10 et 40 entre les intensités en Si $K\alpha$ des vallées et des plateaux. La distribution du silicium observée n'est donc absolument pas tributaire de la solidification (micrographie 4 - figures V.4).

Il est clair que ces éléments silicium et aluminium sont apportés par la pollution créée en cours d'usure. Cette pollution résulte de la fragmentation de l'abrasif et de la lente et inévitable dégradation des matériaux constituant l'essentiel de l'enceinte d'usure.

Des tests de renouvellement de l'atmosphère de l'enceinte d'usure au cours d'essais n'ont pas permis d'éviter l'incrustation de fines particules.

II.2 - ETUDE DES DIAGRAMMES DE DIFFRACTION DES RAYONS X DE LA SURFACE D'ÉPROUVETTES USÉES.

L'identification radiocristallographique des phases obtenues après traitement thermique isotherme confirme la coexistence de ferrite et d'austénite, mais la figure V.5. représentant le diagramme de diffraction de la structure d'une éprouvette usée pendant plusieurs heures montre la présence d'autres pics non identifiés.

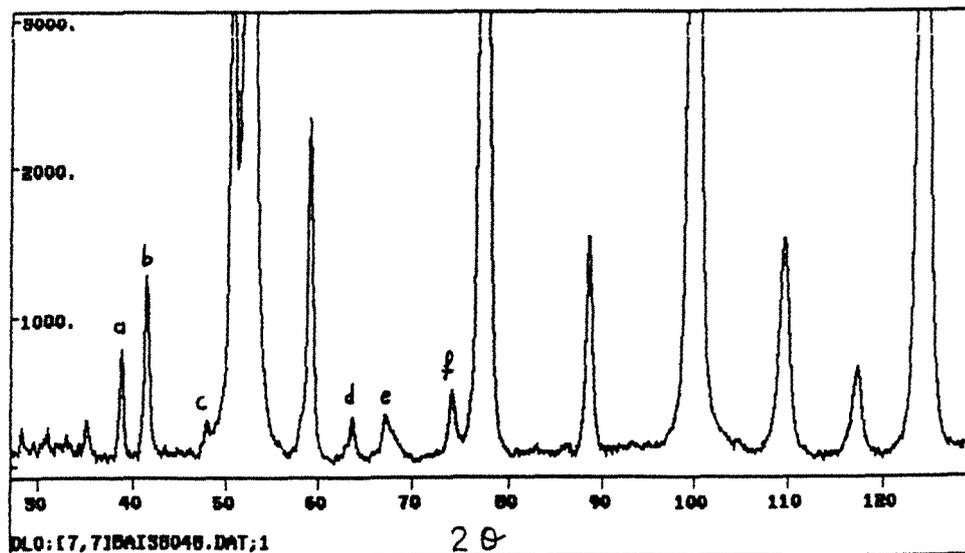


FIGURE V.5

Diagramme de diffraction des rayons X d'une structure bainitique (930°C, 30 min et 380°C, 40 min) ayant subi plusieurs heures d'usure.

Les pics repérés a, b, c, d, e et f ne correspondent pas aux phases habituellement présentes dans les structures bainitiques. Ceux-ci doivent être attribués à la fine couche de quelques microns déposée à la surface déjà constatée à la microsonde.

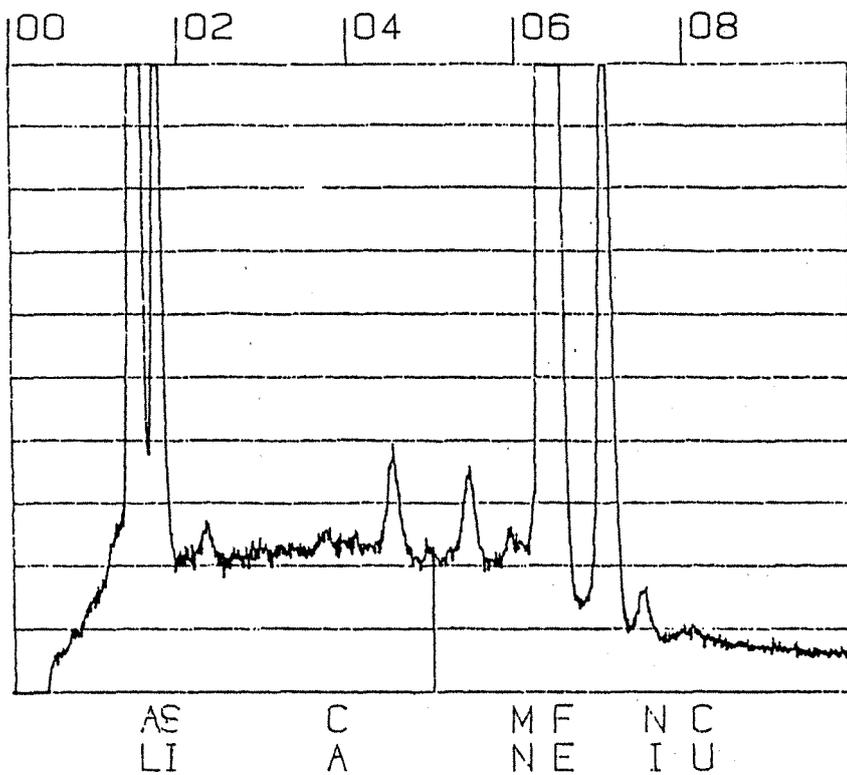


FIGURE V.6.1

Spectre enregistré après 200 s d'analyse sur la tête de l'éprouvette usée

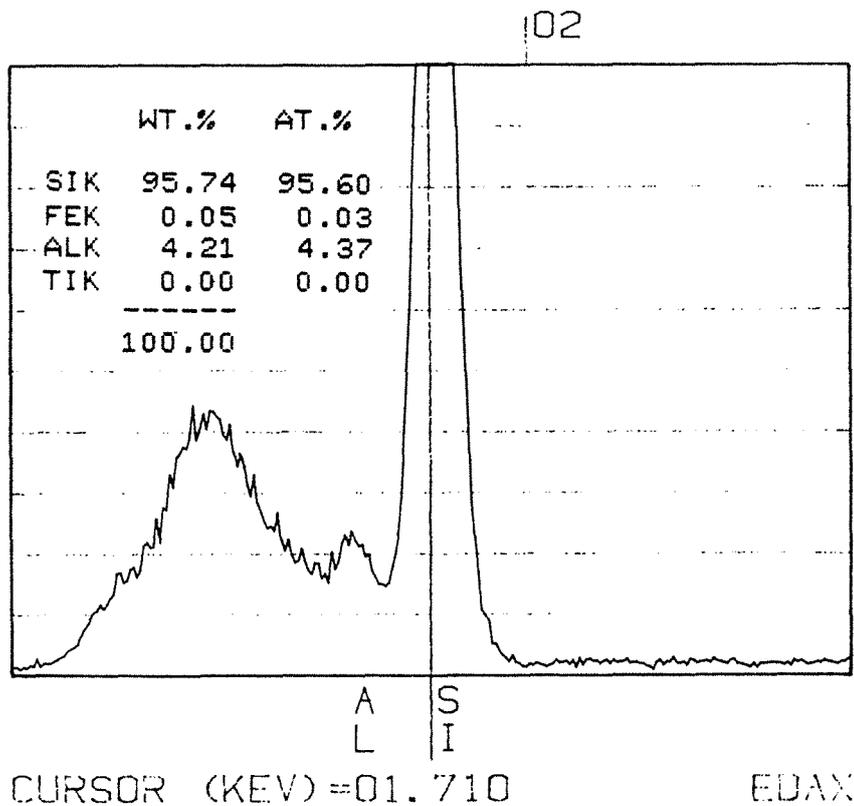


FIGURE V.6.2

Spectre enregistré après 200 s d'analyse sur le carbure de silicium

FIGURES V.6

II.3 - ETUDE DES SPECTRES OBTENUS EN DISPERSION D'ENERGIE

Le spectre enregistré en microscopie à balayage sur une zone riche en plateaux (donc correspondant à une fin de première étape réelle), est lui aussi révélateur.

En effet, la figure V.6.1 illustrant le spectre enregistré après 200 secondes d'analyse montre la présence de deux pics n'apparaissant pas s'il n'y a pas eu usure.

Ils correspondent à l'aluminium $K\alpha$, au silicium $K\alpha$ et à d'autres éléments mineurs dont les pics insuffisamment intenses n'ont pas pu être déterminés avec suffisamment de certitude.

La confirmation de ces deux pics apparaît clairement lorsque l'on effectue l'analyse sur l'abrasif. Les raies $K\alpha$ de l'aluminium et du silicium sont visibles (figure V.6.2). Une analyse semi-quantitative indique la proportion de ces éléments (figure V.6.2). Bien entendu, à l'état initial, ces éléments sont combinés sous forme de carbure SiC ou d'oxydes SiO_2 , $(Fe + Al) O_x$.

II.4 - ANALYSES MORPHOLOGIQUES DE LA DELAMINATION

II.4.1 - Analyse statistique d'étalement vertical

9216 points de coordonnées verticales représentant un masque de $5,2 \cdot 10^6 \mu m^2$ ($5,2 \text{ mm}^2$) ont été nécessaires pour procéder à des statistiques en relation avec les dimensions des dégradations de surface.

L'étude des résultats obtenus après $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure a été représenté dans le tableau I :

5 min	50 min	72 h	Temps de maintien isotherme à 380°C
9,07	3,64	5,23	Ra (μm)
51,30	40,50	46,30	Rt (μm)
10,08	4,71	4,89	Rpm (μm)
14,51	6,51	6	Rvm (μm)

TABLEAU 1

Ce tableau nous a permis de noter les points suivants :

- On a une augmentation très importante des valeurs de Ra, Rt, Rpm et Rvm.
- On observe une augmentation qui n'est en aucun point comparable à celle observée au cours de la phase de rodage.

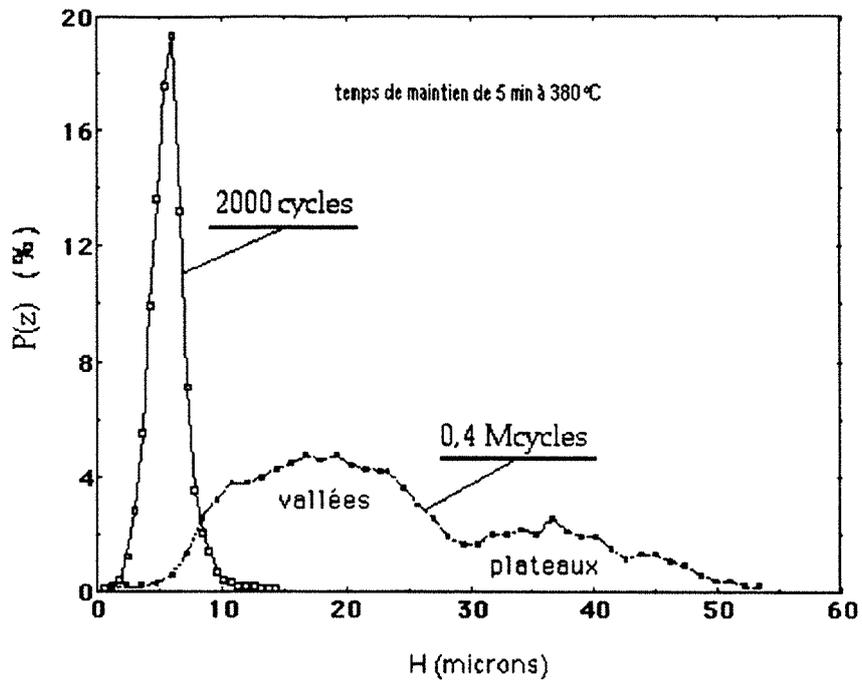


FIGURE V.7.1

Fonctions de distribution des hauteurs des profils pour des structures type "5 minutes de maintien" après 2000 et $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure

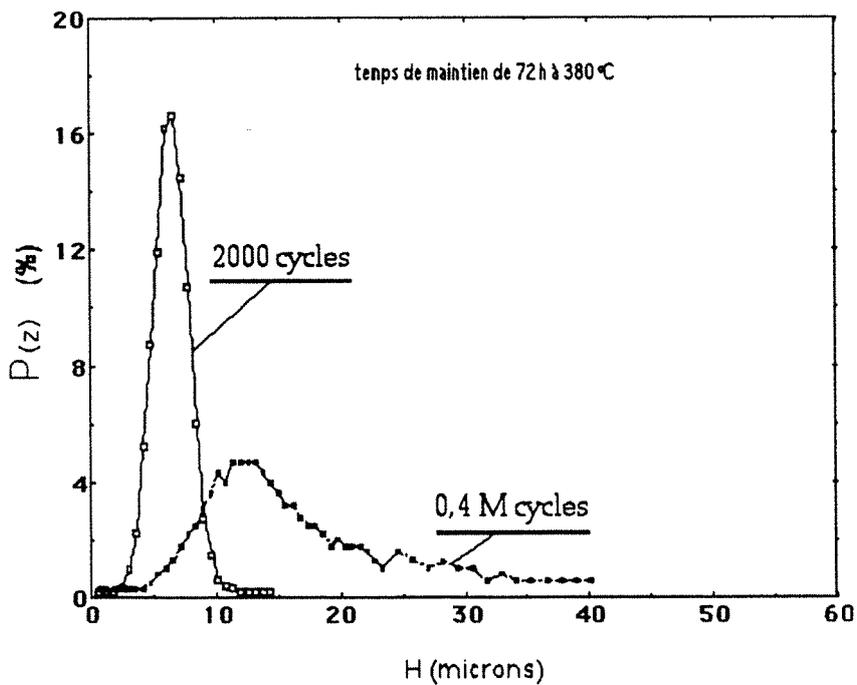


FIGURE V.7.2

Fonctions de distribution des hauteurs des profils pour des structures type "72 heures de maintien" après 2000 et $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure

FIGURES V.7

- On note une faible rugosité relative à la surface de l'échantillon maintenu 50 minutes à 380°C, ce qui correspond à la fin de première étape réelle. Ra et Rt augmentent si les temps de maintien bainitique sont plus courts (5 minutes) ou plus longs (72 h) donc avant ou après cette fin de 1^o étape réelle.

A titre de comparaison, une structure obtenue après 5 minutes de maintien à 380°C et ayant subi 2400 cycles d'usure présente un Ra de 1,08 µm, un Rt de 13,95 µm et Rpm et Rvm à 2,12 et 2,62 µm. Après 400 000 cycles les valeurs de ces paramètres ont au moins quadruplé.

L'évolution très surprenante des principaux paramètres statistiques à la surface des échantillons résulte de la phase "active" de la délamination. La phase "passive" concerne la propagation des fissures initiées ou non à partir de la surface.

Il est néanmoins nécessaire de comparer en continu l'évolution de la répartition des pics en fonction des coordonnées verticales. Les représentations tridimensionnelles ou en coupe des profils apportent également des renseignements éclaircissant ces chiffres.

Les différences les plus nettes concernent les structures associées aux début et fin de réaction bainitique. Les fonctions de répartition représentées sur les figures V.7 sont d'ailleurs très explicites.

Les fonctions de distribution des hauteurs des profils P(z) ont évolué avec la délamination.

La figure V.7.1 montre clairement que la fonction simple centrée à 20 % pour un écart de 5 µm enregistrée à 2000 cycles est devenue une fonction bimodale présentant deux maximums et s'étalant sur plus de 50 µm. De même, mais sans présenter l'aspect bimodale, pour un maintien de 72 h et après $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure, la fonction P(z) est répartie sur plus de 40 µm (figure V.7.2).

Les figures V.8 représentent l'évolution des courbes d'ABBOTT du régime de rodage à celui de délamination active entre le cas "72 heures" et le cas "5 minutes". L'étude de celles-ci entraîne les constatations immédiates suivantes :

- Puisque la délamination provoque la présence de profils importants, les courbes d'ABBOTT à $4 \cdot 10^5$ cycles prennent de l'ampleur, la surface est plus "ouverte" et à priori plus exposée.

- La forme caractéristique en S renversé (2) des courbes d'ABBOTT de la phase de rodage disparaît. A ce sujet, il faut noter que le sens de courbure renseigne sur la tendance de la forme moyenne des profils.

- Les courbures à tendance "pleines" (figure V.8.1 à 72 heures de maintien) indiquent que les profils tendent schématiquement vers la forme

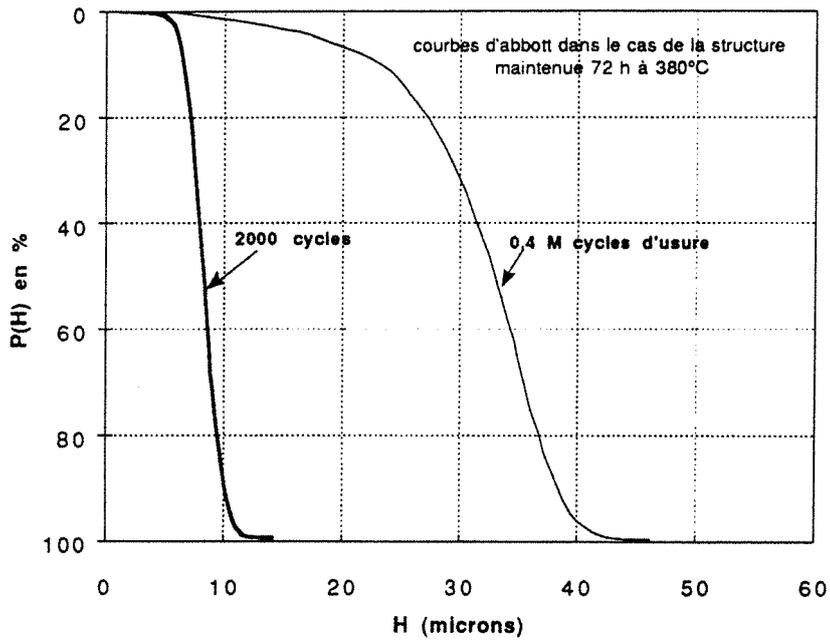


FIGURE V.8.1

Courbes d'ABBOTT obtenues 2000 et 4.10^5 cycles d'usure pour une structure de type "72 heures de maintien à 380°C"

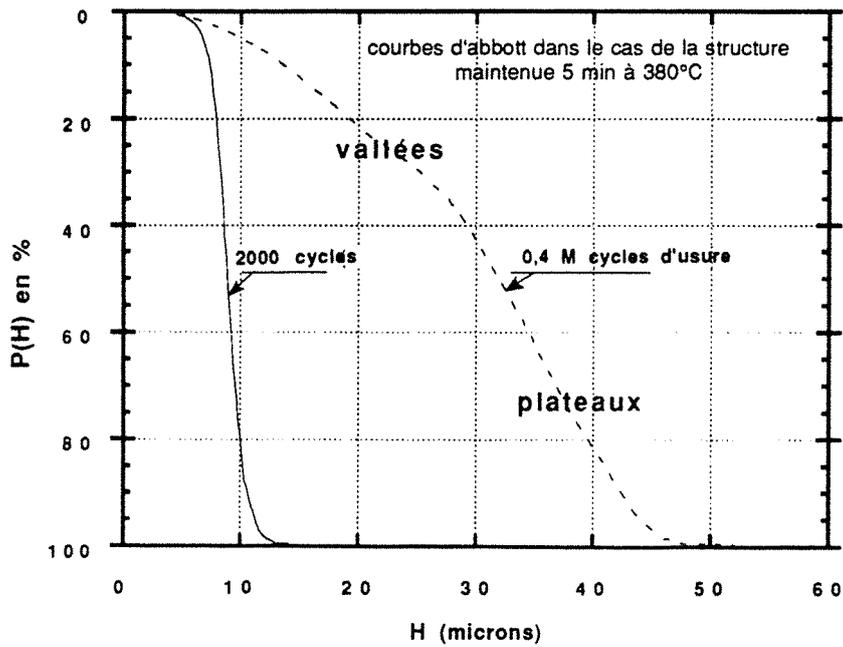


FIGURE V.8.2

Courbes d'ABBOTT obtenues après 2000 et 4.10^5 cycles d'usure pour une structure de type "5 minutes de maintien à 380°C"

suivante: , tandis que les courbures "creuses" (figure V.8.2 à 5 minutes de maintien) indiquent le contraire : 

- Nous retrouvons la fonction de répartition bimodale cette fois-ci en termes de répartition de pics sur la courbe d'ABBOTT de la figure V.8.2 à 4.10^5 cycles. Elle confirme ainsi la double évolution des hauteurs dans un domaine de basses altitudes (vallées) et dans un domaine de hautes altitudes (plateaux). La zone de transition moyenne est à $28 \mu\text{m}$ du niveau le plus bas, à plus ou moins $2 \mu\text{m}$ près. A cet effet, la figure V.9 représente deux profils significatifs de cette double répartition.

II.4.2 - Représentation tridimensionnelle des surfaces usées 4.10^5 cycles.

Utilisant un masque beaucoup plus réduit mais contenant encore suffisamment d'informations, nous avons analysé une surface de $1,64.10^{-2} \text{mm}^2$ (soit $128 \mu\text{m}$ de côté) avec un pas de $4 \mu\text{m}$ seulement.

Le caractère plus anguleux des profils pour une structure "5 minutes de maintien" apparaît clairement (figure V.10). Les plateaux très hauts en relief subissent des différences de niveaux très brutales. Pour les structures de fin de première étape, les "cassures" de profils sont moins importantes que dans le cas "5 minutes de maintien" (figure V.11). Lorsque le temps de maintien bainitique est de 72 h, l'observation du relevé tridimensionnel permet de constater que les plateaux deviennent plus "arrondis", à bords moins anguleux (figure V.12). Cela confirme la schématisation en  avancée par les courbes d'ABBOTT (figure V.8.1).

L'approche de la délamination par l'étude des paramètres statistiques et celle de la représentation tridimensionnelle nous permet donc de concrétiser les observations effectuées en électrons secondaires au microscope électronique à balayage.

De plus, suite à l'étude des profils observés et de part l'importance variable des plaquettes de délamination, il est évident que les forces de cohésion de ces dernières diffèrent d'un traitement bainitique à un autre.

Enfin, ces résultats montrent que la surface d'un échantillon subissant la délamination est profondément modifiée. Une structure composée d'austénite et de ferrite enrichie stable à l'ambiante, à -40°C et dans le temps, subit néanmoins la délamination mais de façon moins brutale, tant sur le plan horizontal que vertical (figures V.13).

3) APPROCHE QUANTITATIVE DE LA DELAMINATION

Il est impossible de quantifier réellement la délamination puisque celle-ci est tributaire d'autres mécanismes tels que, par exemple, l'adhésion, l'abrasion et la fatigue. La perte de poids résultant de la délamination pure est un non sens. De plus, d'un point de vue pratique, une différenciation

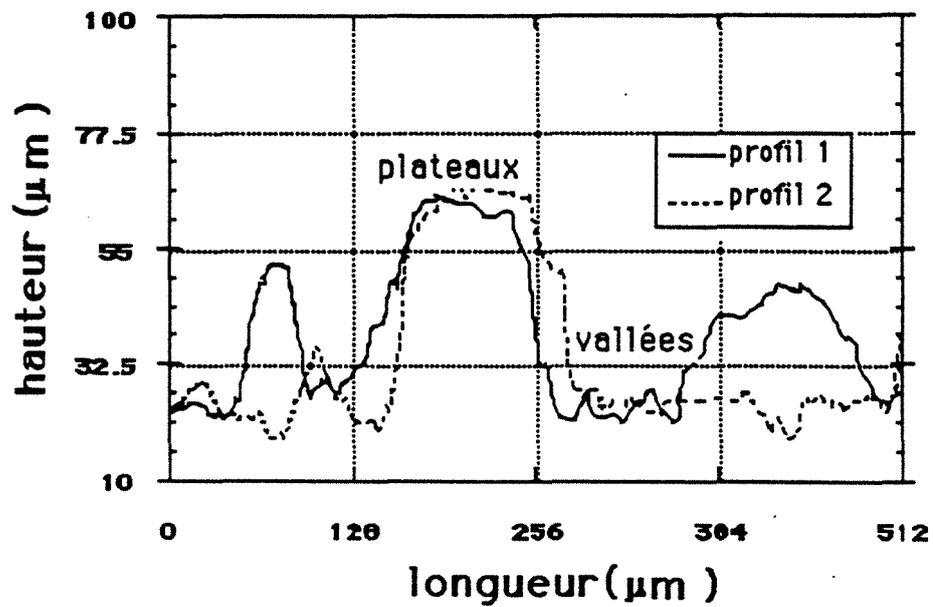
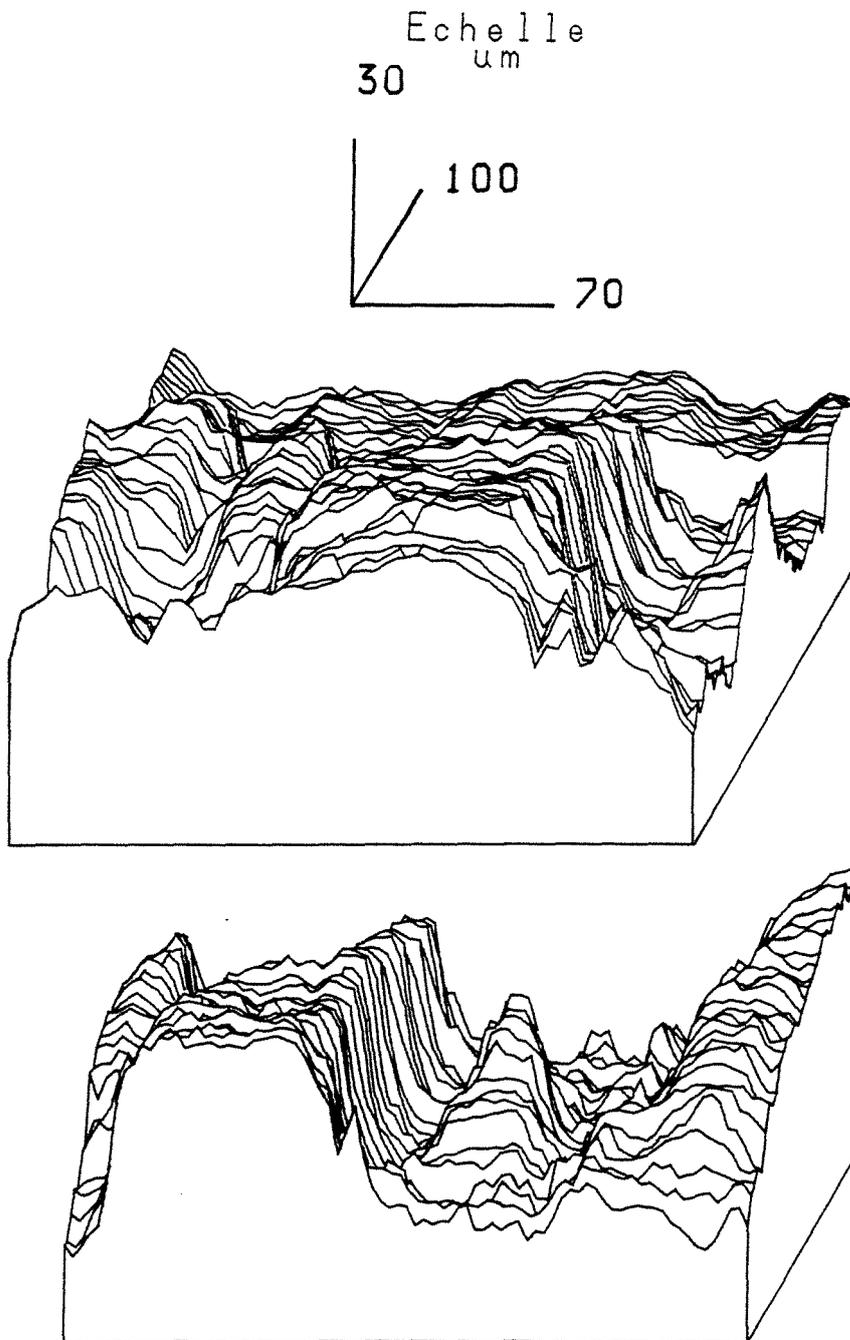
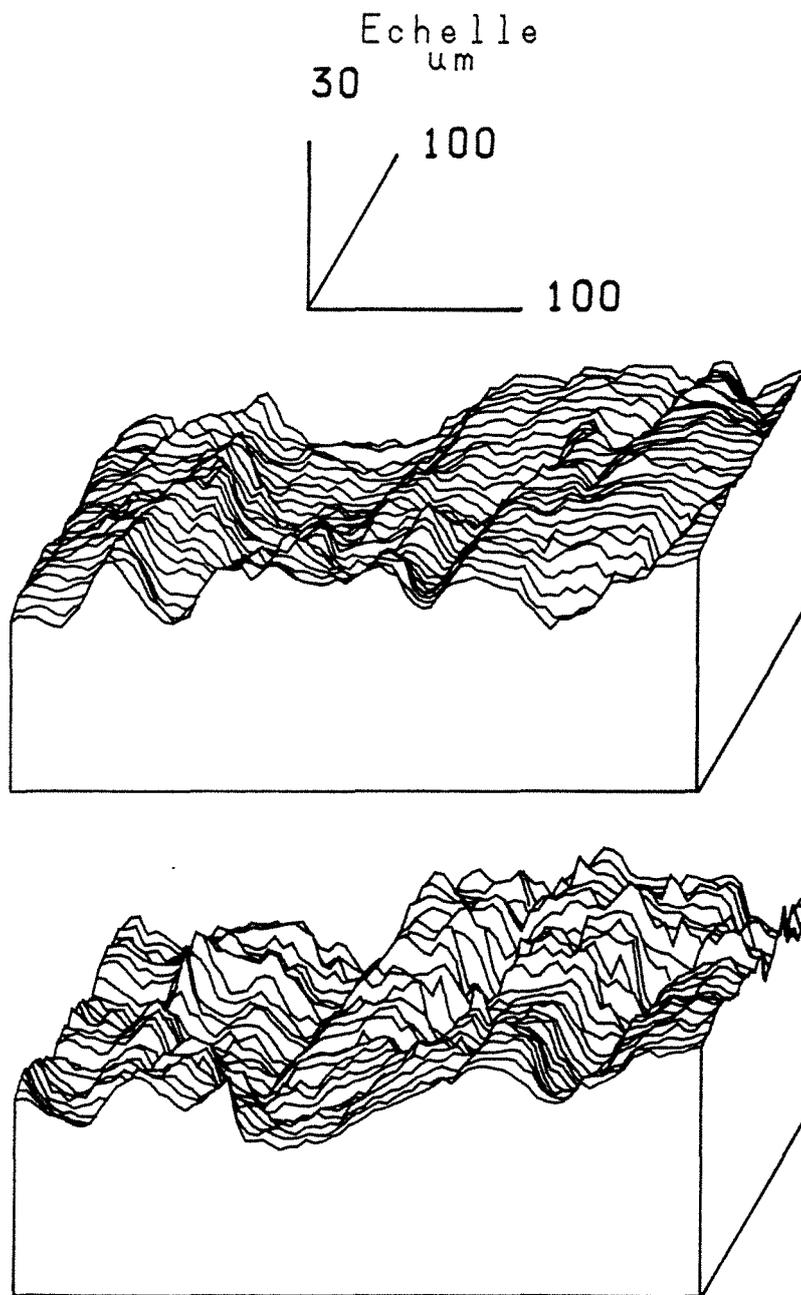


FIGURE V.9

Allure de deux profils espacés de 32 μm illustrant les deux niveaux caractéristiques des plateaux et des vallées obtenues dans une structure "5 minutes de maintien à 380°C" après $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure.

**FIGURES V.10**

Représentation tridimensionnelle de la dégradation par délamination après $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure de la surface de la structure bainitique obtenue après "5 minutes à 380°C "



FIGURES V.11

Représentation tridimensionnelle de la dégradation par délamination après $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure de la surface de la structure bainitique obtenue après "50 minutes à 380°C"

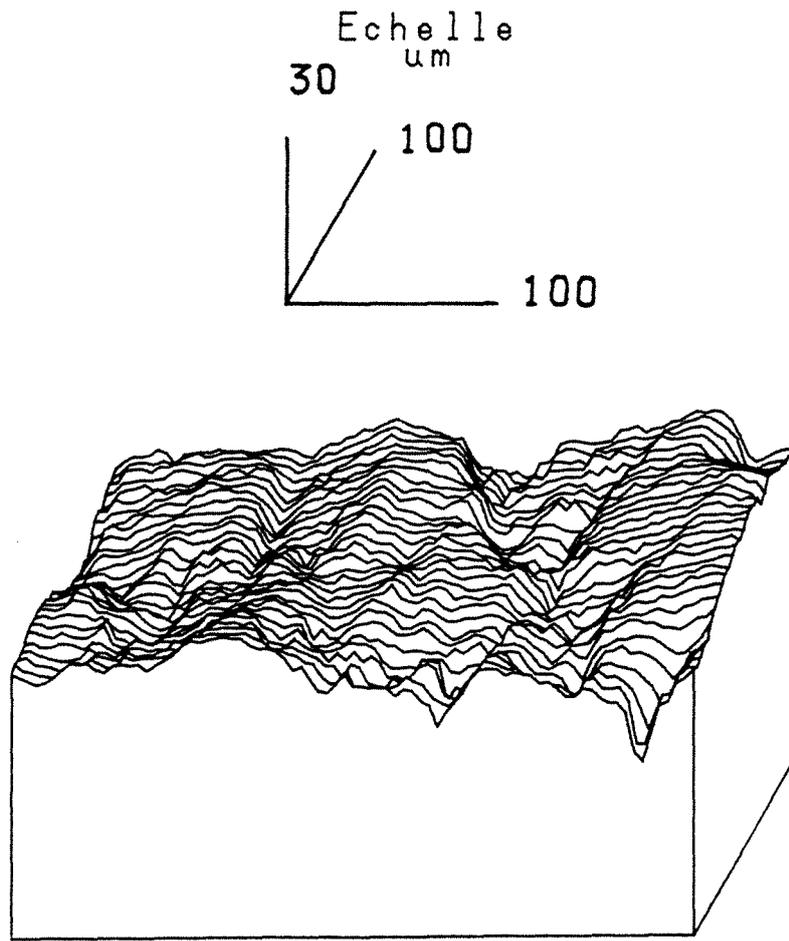
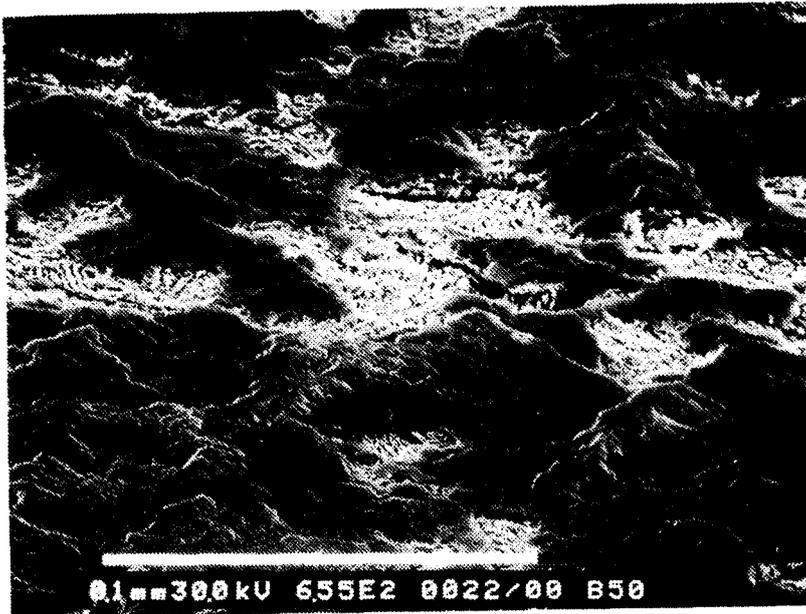


FIGURE V.12

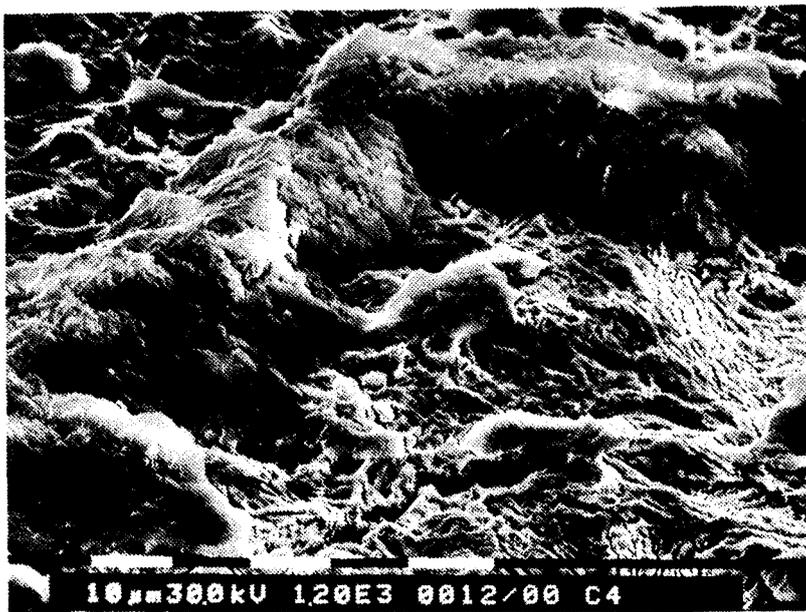
Représentation tridimensionnelle de la dégradation par délamination après 4.10^5 cycles d'usure de la surface de la structure bainitique obtenue après "72 heures à 380°C"



50 min
à 380°C

θ incidence = 36°
attaque nital

Micrographie 1



5 min
à 380°C

Micrographie 2

FIGURES V.13

Aspects de la délamination après $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure pour une structure de fin de première étape réelle (micrographie 1) et de début de première étape (micrographie 2).

entre perte de poids par délamination ou par coupe ou par labourage est impossible.

Face à ces différents problèmes, nous devons néanmoins comprendre pourquoi l'usure en terme de perte de poids subit une inflexion plus ou moins marquée pendant la période de délamination, selon le type de structure bainitique.

III.1 - EVOLUTION DE LA PERTE DE POIDS PENDANT LA PERIODE DE LAMINATION

Au chapitre IV nous avons vu que l'austénite pouvait se transformer sous l'action de contraintes en martensite. On sait qu'un accroissement important de dureté en cours d'utilisation s'accompagne d'une baisse des capacités de déformation et éventuellement de fissuration ou d'écaillage. Bien entendu, cette augmentation de dureté ne doit pas être entièrement imputée à la création de produit martensitique. Elle résulte aussi de la déformation plastique de la surface et du nombre croissant de dislocations qui en résulte.

La prise en compte de la perte de poids pour étudier la cinétique d'usure est ce qui intéresse le plus l'utilisation du matériau. Néanmoins, cette méthode cache l'importance des changements structuraux, puisque ces derniers ne se produisent que dans une partie souvent négligeable de l'éprouvette testée.

On peut cependant constater sur la **figure V.14** un changement de courbure significatif vers 400-500-10³ cycles d'usure. Les variations de vitesse d'usure évoluent selon l'importance de la durée du maintien bainitique à la température de 380°C.

L'examen de la **figure V.14** permet d'identifier 3 types de comportement :

- Premier type : on a un faible changement de pente si le temps de maintien bainitique est très court ou très long (5 min. ou 20 heures).
- Second type : la courbe d'usure s'infléchit sensiblement, la vitesse d'usure diminue pour un temps de maintien de 10 minutes qui correspond, rappelons-le à un temps de maintien intermédiaire entre le début et la fin de première étape.
- Troisième type : on observe une consolidation importante pour des temps de maintien de 20 et 30 minutes, qui correspondent à des temps de fin de première étape.

Nous pouvons donc noter que l'évolution structurale en cours d'usure peut être suivie grâce aux mesures de perte de poids et dépendent des taux d'austénite enrichies ou en cours d'enrichissement en carbone, du taux de martensite et du taux de ferrite bainitique.

Pour mieux comprendre l'origine de ces évolutions, nous allons étudier successivement le taux de délamination, les variations de

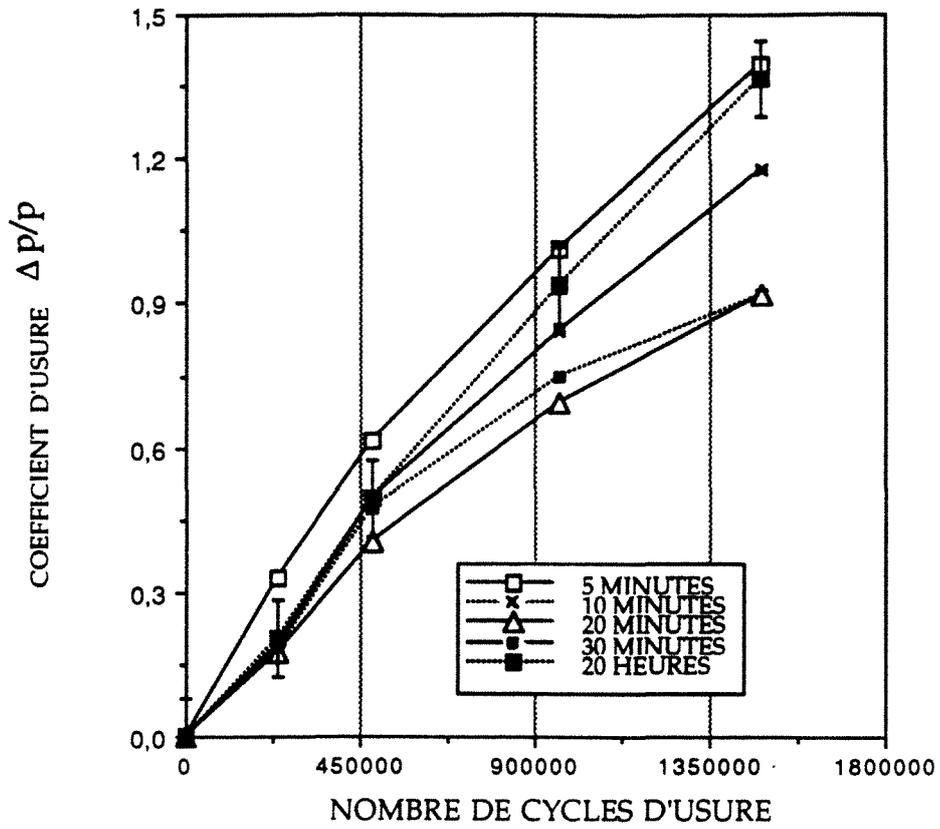


FIGURE V.14

Evolution de la perte de poids en fonction de la durée du maintien isotherme à 380°C de 0 à 1,5 10⁶ cycles d'usure

microdureté des couches usées et l'influence de la dimension des plateaux vis à vis des particules abrasives.

III.2 - TAUX DE DELAMINATION

Le taux de délamination est en fait une estimation surfacique de la décohésion des plateaux. Le contraste des images numériques obtenues directement grâce au système d'analyses d'image installé sur le M.E.B n'était pas suffisant, nous avons utilisé la méthode d'intercept à partir d'images polaroïd obtenues en électron secondaire de la surface de délamination. Plusieurs centaines de plateaux ont été mesurés en moyenne sur chaque masque et sur 3 directions différentes (0 ; 45 et 90°).

La figure V.15 montre l'augmentation rapide du taux de délamination avec la teneur initiale de martensite avant usure.

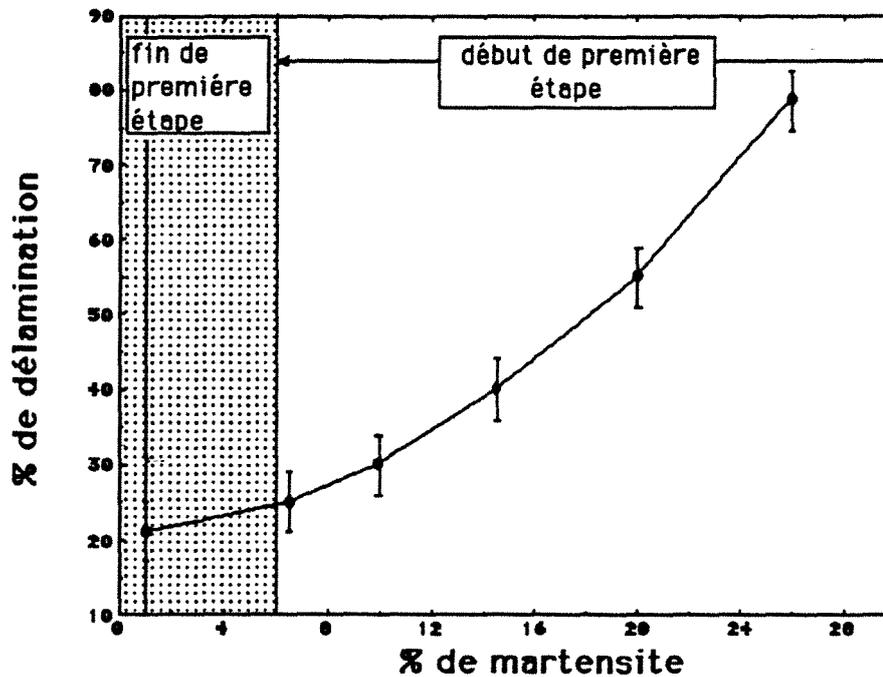
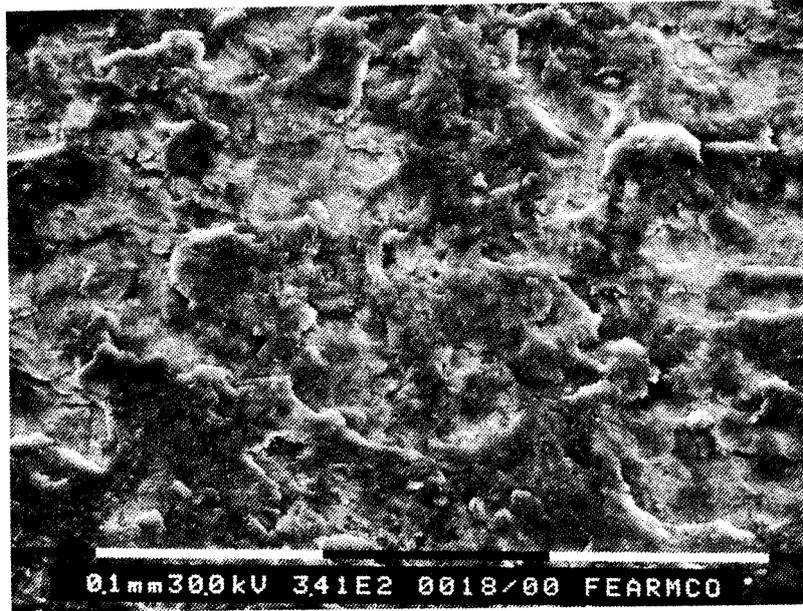


FIGURE V.15

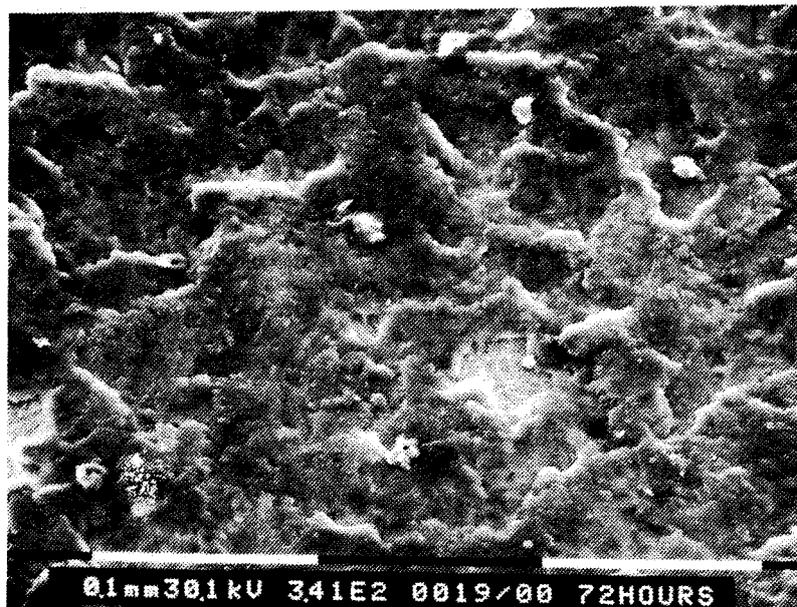
Corrélation entre la teneur en martensite initiale et le pourcentage de délamination mesuré au M.E.B

Nous n'avons pas établi de relations directes entre ces deux paramètres puisque la délamination existe encore s'il n'y a plus de martensite initiale (fin de première étape réelle). De même, pour les structures très différentes telles que le fer-Armco ou la structure bainitique obtenue après 72 heures de maintien à 380°C, (ferrite + silicocarbures) une



Micrographie 1

Aspect de la surface usée d'un fer ARMCO après 4.10^5 cycles d'usure



Micrographie 2

Aspect de la surface usée d'une structure bainitique de fin de deuxième étape (72 heures de maintien) après 4.10^5 cycles d'usure

forme apparente de délamination existe encore (figures V.16 - micrographies 1 et 2).

Le taux de martensite initiale n'est donc pas le seul paramètre pouvant expliquer la formation de la délamination, aussi nous sommes-nous intéressés à la microdureté des couches sous-jacentes à la surface de délamination.

III.3 - EVOLUTION DE LA MICRODURETE MESUREE APRES DELAMINATION DANS LES COUCHES SUPERFICIELLES DES FONTES G.S. BAINITIQUES

Les filiations habituellement utilisées pour mesurer des différences de duretés ne peuvent pas être appliquées après usure. En effet, la détermination par microdureté des variations structurales associées, par exemple, à la distance du lieu de mesure par rapport à la surface est une mesure délicate et les raisons sont les suivantes :

- La couche sous-jacente à la surface est déformée et dans certains cas de structures initiales (exemple du cas 5 min. de maintien) elle contient des défauts ou des cavités.
- L'hétérogénéité structurale des fontes G.S. résultant de la présence des nodules de graphite et de la répartition des éléments d'alliages entre ceux-ci entraîne une fluctuation de la mesure.
- La taille de l'indentation vickers doit être adaptée à la dimension de la zone affectée par l'écrouissage ainsi qu'aux constituants composant la structure bainitique.

Nous avons donc procédé à des filiations non pas perpendiculaires mais parallèles à la surface telle qu'elles sont décrites sur la figure V.17 En opérant de cette façon et à une distance donnée de la surface, l'ensemble des valeurs de microdureté mesurées est statistiquement assez représentatif et il est moins dépendant des défauts et hétérogénéités de la fonte.

De manière à estimer avec plus d'exactitude les profils de filiations, nous avons déterminé les états initiaux avant usure et avant revenu puisqu'on peut considérer ainsi qu'on a déjà signalé que l'usure associe un revenu (cf. § IV.3.2). Après traitement thermique bainitique à 380°C pendant 50 minutes, sans usure ni revenu, les écarts de filiations entre la base et la tête sont faibles et ne résultent probablement que de la préparation mécanique supplémentaire pour obtenir la pente de 30° (figure V.18).

La base de l'éprouvette est peu soumise à l'usure puisque les écarts "non usés" (NU) et "non revenus" (NR) par rapport à usés (U) et revenu (R) de cette base de l'éprouvette sont faibles (figure V.18). Il faut néanmoins remarquer une légère croissance de ces valeurs lorsque la distance du lieu de ces mesures par rapport à la surface augmente.

Cette dernière remarque est importante puisque l'examen de la figure V.19 révèle que la différence de dureté avant et après usure dans l'épaisseur

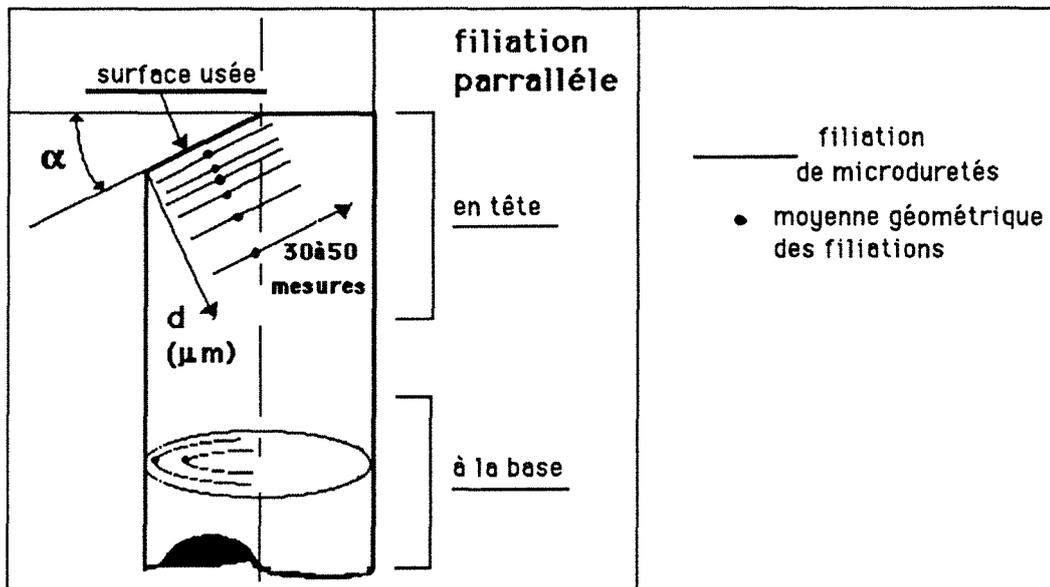


FIGURE V.17

Représentation schématique des filiations parallèles effectuées sur la tête et à la base des éprouvettes d'usure.

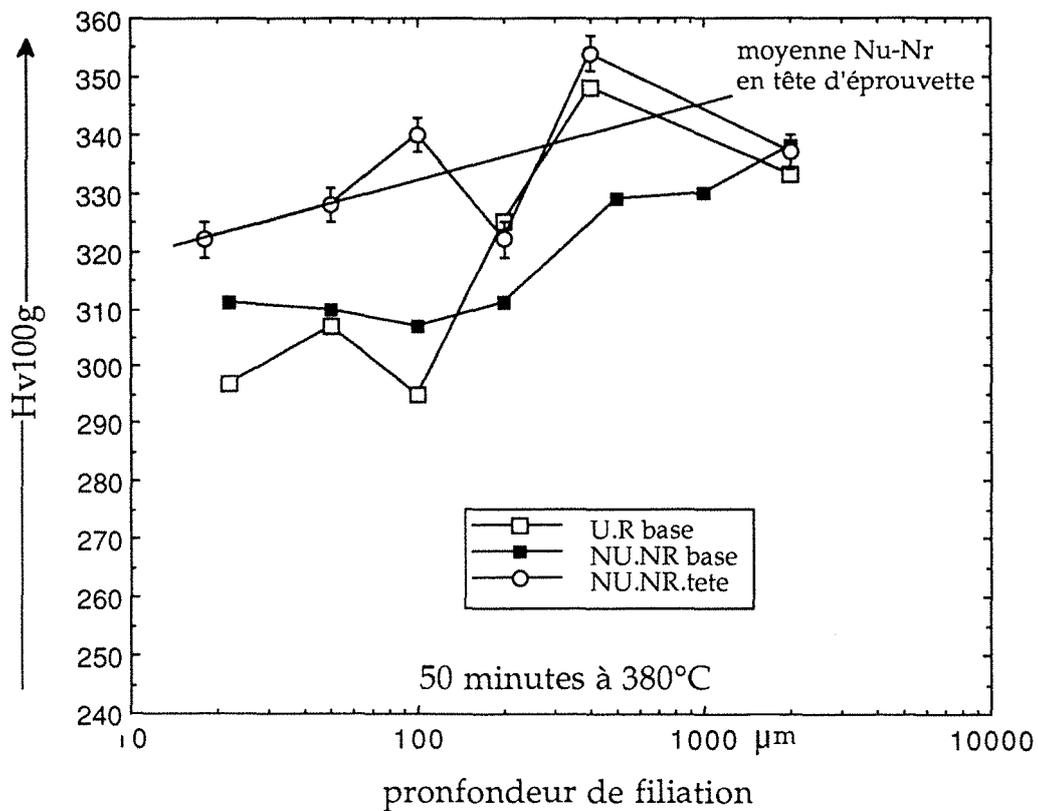


FIGURE V.18

Filiations de microduretés effectuées de façon suivante :
 U.R base : après usure et revenu 1/2 h à 200°C à la base de l'éprouvette
 NU.NR base : sans usure ni revenu à la base de l'éprouvette
 NU.NR Tête : sans usure ni revenu à la tête de l'éprouvette.

affectée par l'usure (0 à 100 μm) après usure de 4.10^5 cycles devra tenir compte de la correction dérivant de la **figure V.18** et représentée par la droite NU.NR tête d'éprouvette.

L'évolution des microduretés relevée à l'issue des différents temps de maintien bainitique est représentée sur la **figure V.20**. C'est après 5 minutes de maintien que le niveau de dureté de la zone située juste en dessous de la couche perturbée est le plus élevé (valeurs A). Si le temps de maintien bainitique augmente, la dureté diminue.

La structure de type 50 min à 380°C correspondant à la fin de première étape réelle reste stable du centre de l'éprouvette jusqu'à 50 μm sous la surface abrasée, ensuite elle augmente de 150 Vickers.

Il est bien connu que la résistance à l'abrasion est rarement dépendante de la dureté initiale, par contre il est très rare qu'elle soit indépendante de la dureté de la surface abrasée. Il est clair que les résultats obtenus dans notre système d'usure pour les fontes G.S. bainitiques forment une antithèse de la majorité des résultats publiés. En effet, la structure la plus dure (5 min à 380°C) est la moins résistante, de même les structures de type 22 et 50 minutes à 380°C de dureté assez différentes présentent des résistances très similaires (cf. Figure IV.15).

Il est certain qu'au delà de la dureté des couches résistant à l'usure, d'autres facteurs plus importants sont à prendre en compte si l'augmentation de dureté s'accompagne d'une création de défauts structuraux.

III.4 - INFLUENCE DE LA DIMENSION DES PARTICULES ABRASIVES SUR LA DEGRADATION DES PLATEAUX DE DELAMINATION

Si le taux surfacique des plateaux de délamination représente le degré de décohésion des couches superficielles du matériau, l'espace libre moyen entre les plateaux de délamination conditionne le passage ou non des particules abrasives dans les vallées et aussi la possibilité de "déchausser" les plateaux.

La **figure V.21** représente la longueur moyenne des vallées mesurée au microscope à balayage en fonction du temps de maintien bainitique à 380°C de la structure usée.

Plus le temps de maintien bainitique augmente, plus les vallées sont petites, cela veut dire que la dimension des débris d'usure diminue également.

Si on ajoute à cette dimension la distance séparant le fond des vallées de la surface des plateaux mesurée par profilométrie, on obtient alors les données nécessaires à la détermination de la taille limite de la particule d'usure assimilée à une sphère pouvant user le fond de ces vallées.

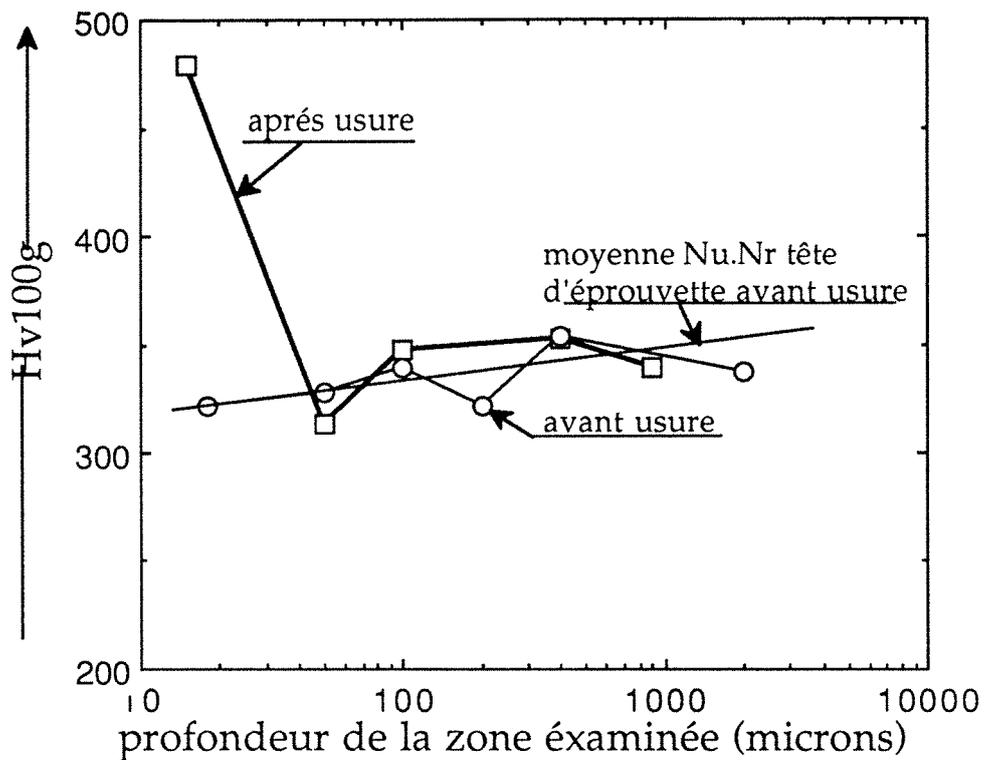


FIGURE V.19

Valeur des duretés relevées sur l'extrémité d'une l'éprouvette traitée "fin de 1ère étape bainitique réelle (50 min à 380°C)" avant usure NU.NR et après usure U.R.

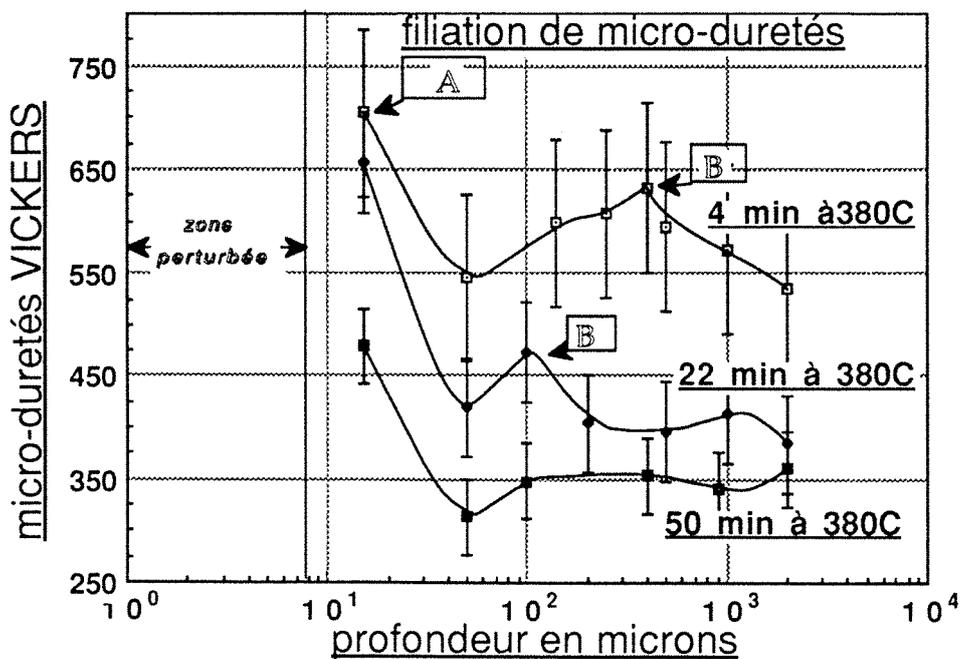


FIGURE V.20

Variation de la microdureté relevée après 4.10^5 cycles d'usure en fonction de la profondeur et du temps de maintien bainitique.

C'est ce qui a été calculé et représenté sur la figure V.22. Il apparaît immédiatement que les vallées de la structure de fin de première étape réelle (50 min) ne sont pratiquement pas usées. Au contraire, les vallées de la structure à dominante martensitique (5 min) sont soumises à l'usure et les plateaux beaucoup plus exposés à l'abrasif. Il est certain que la durée de vie de ces plateaux sera plus courte puisqu'ils sont soumis au cisaillement par 5 % de la totalité de l'abrasif.

III.5 - CONCLUSION PARTIELLE

Pendant la délamination, l'évolution de la perte de poids nous indique que les structures bainitiques de fin de première étape résistent mieux que les autres structures. Certains facteurs structuraux ou géométriques nous donnent un début d'explication :

- Si le pourcentage de martensite de la structure initiale chute, le taux de délamination diminue lui aussi.
- L'évolution de la dureté des couches sous-jacentes à la surface d'usure pendant la délamination n'est certainement pas en relation avec la résistance à l'usure.
- Les plateaux de délamination des structures de fin de première étape bainitique sont beaucoup moins sujets au déchaussement que les plateaux des structures de début de maintien bainitique. Les vallées des structures type (5 min) sont soumises à l'usure par 5 % en poids des particules abrasives. Par contre, moins de 1 % de l'abrasif peut user les vallées des structures de fin de première étape.

Les résultats montrent qu'il est nécessaire de procéder à une étude microstructurale des matériaux en cours de délamination pour cerner davantage les causes et les effets de cette dégradation.

4) APPROCHE MICROGRAPHIQUE DE LA DELAMINATION

Afin de répertorier tous les indices nécessaires à cette étude, nous avons utilisé la microscopie optique et la microscopie à balayage (électrons secondaires), et réalisé des filiations de microdureté dans des zones situées à différentes profondeurs parallèles à la face d'usure.

A l'aide de ces observations et de la théorie de la délamination, nous avons effectué une interprétation schématique de la formation de la délamination dans les fontes G.S. bainitiques.

IV.1 - OBSERVATIONS PAR MICROSCOPIE A BALAYAGE DE LA SURFACE ENDOMMAGEE

On pourrait penser que la délamination, donc les mécanismes de décohésion et de formation de plateaux, résulte de la pollution et de l'oxydation puisque ces derniers croissent et s'accumulent en cours d'usure, mais des essais effectués sur le fer ARMCO prouvent qu'il n'en est rien, car dans ce dernier cas, la contamination a bien lieu mais sans délamination.

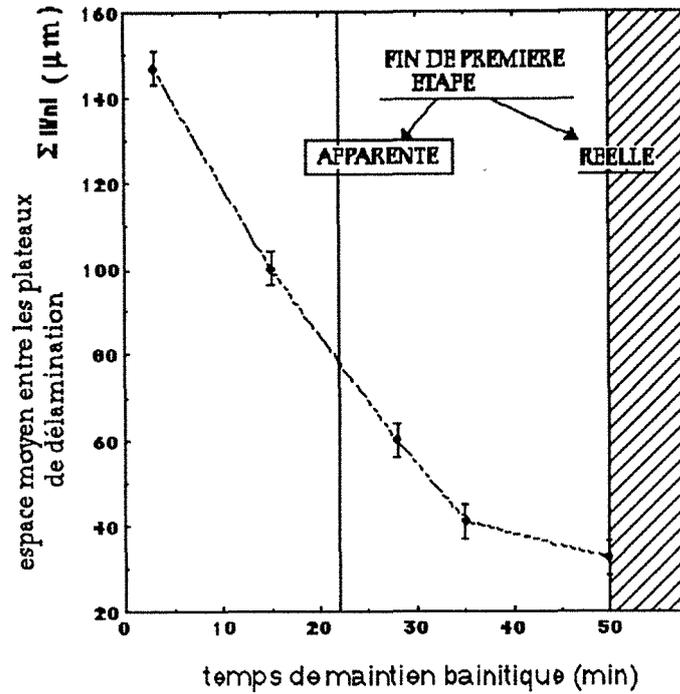
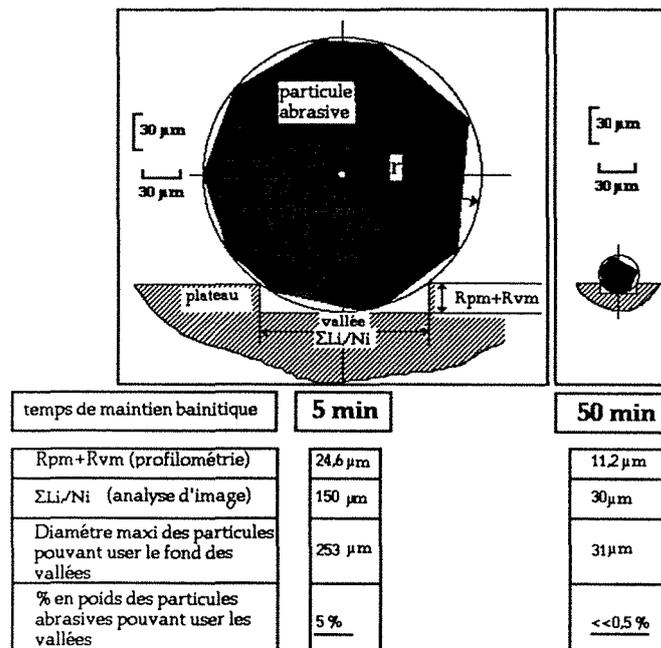


FIGURE V.21

Espace moyen mesuré au MEB entre les plateaux de délamination ou longueur moyenne des vallées Σ Li/Ni en fonction du temps de maintien bainitique



ASPECTS GEOMETRIQUE DE L'USURE DES PLATEAUX ET DES VALLEES EN COURS DE DELAMINATION

FIGURE V.22

Influence de l'espace libre moyen entre les plateaux et la hauteur de ceux-ci sur l'usure des vallées et le déchaussement de ces plateaux

Les plateaux observés en surface du fer ARMCO sont très arrondis et forment une alternance de plis couchés assez plats et, en aucun cas, il n'apparaît de cuvettes ou vallées. Il n'y a donc pas eu de décohésion mais seulement des bourrelets de déformations ou (et) écoulement plastique du métal.

Il est certain que d'une manière générale, l'oxydation influence l'usure par la modification du frottement et de l'adhésion. Dans le cas des fontes G.S. bainitiques, ce rôle de l'oxydation sur la formation de la délamination est négligeable. En effet, l'analyse de l'oxygène a bien montré que sa répartition était quasi-homogène et non uniformément localisée au niveau des plateaux (cf. § II.I.1 et figure V.4 - micrographie 5).

Par contre, nous pouvons associer la délamination à la présence de microfissures.

De nombreux exemples de fissuration ont été observés sur le faciès d'usure d'une structure à majorité martensitique obtenue après 5 minutes de maintien à 380°C.

Une plage (cercle de quelque 0,35 mm²) est visible sur la (micrographie 1 - figures V.23). A l'intérieur du cercle grossi sur les micrographies 2 et 3 - figures V.23, des fissures d'une centaine de µm traversent les plateaux de délamination depuis le substrat métallique.

Cette information met en relief une certaine fragilité de ces plateaux de délamination lorsque le temps de maintien bainitique est court. Cela correspond à une matrice à tendance martensitique et confirme ainsi les résultats précédents (cf. § III.4).

L'observation attentive des micrographies 2 et 3 de la figure V.23 peut se schématiser de la façon suivante (schéma 2) :

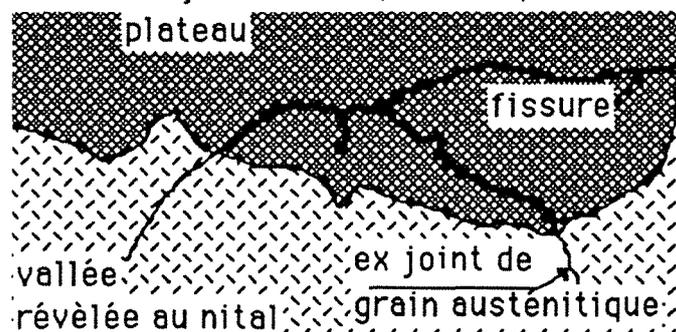
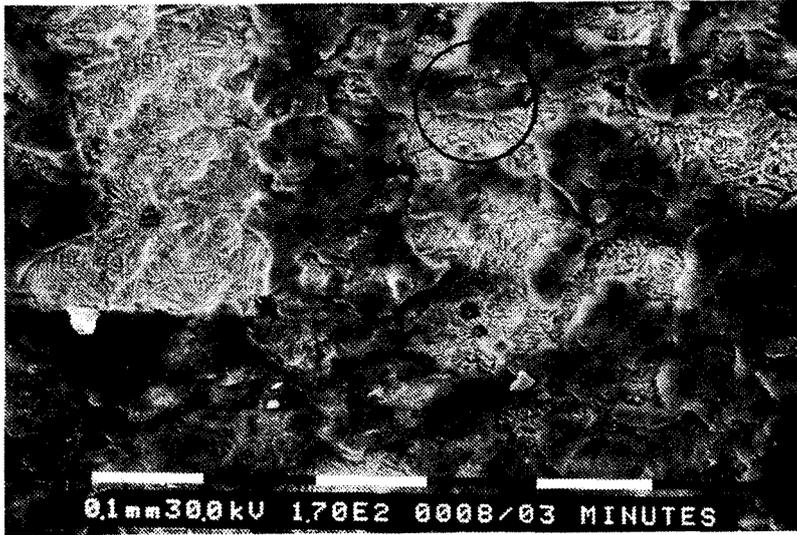


Schéma 2

Les fissures se propagent dans la prolongation des ex-joints de grain de la phase mère γ ayant donné naissance à la structure bainitique. Ainsi, les plateaux semblent présenter une certaine forme d'épitaxie avec le substrat donc avec la structure bainitique.

D'autres exemples de fissures ont également été observés dans des structures obtenues après 5, 35 et 50 minutes à 380°C et après $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure.

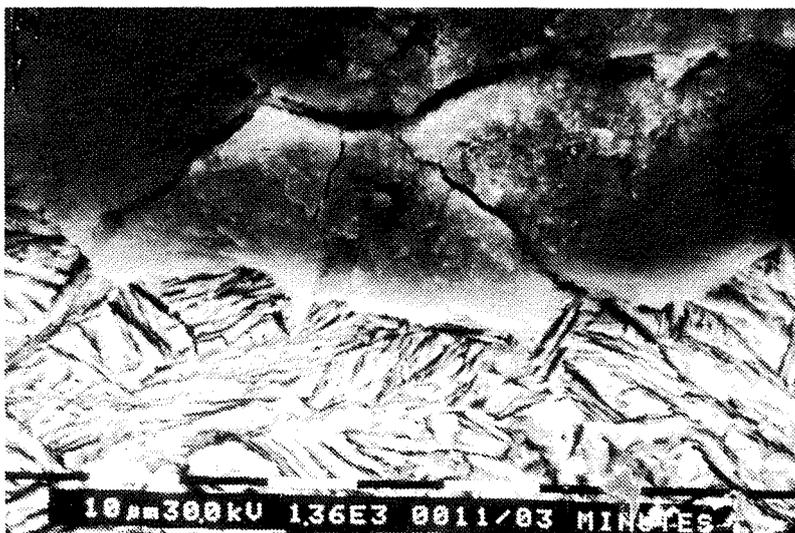


FIGURES V.23
 Fissuration des plaquettes de délamination observées dans le cas d'une matrice martensito-bainitique sur la surface après 4.10^5 cycles d'usure

Micrographie 1



Micrographie 2



Micrographie 3

(Attaque au Nital)

- Premier type : fissures initiées à partir d'un nodule de graphite.
Les schémas 3 et 4 distinguent deux cas :

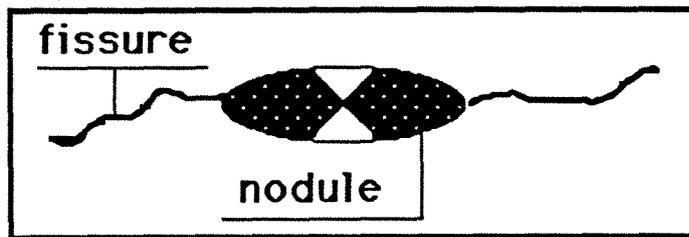


Schéma 3

1° cas : fissuration à partir d'un nodule

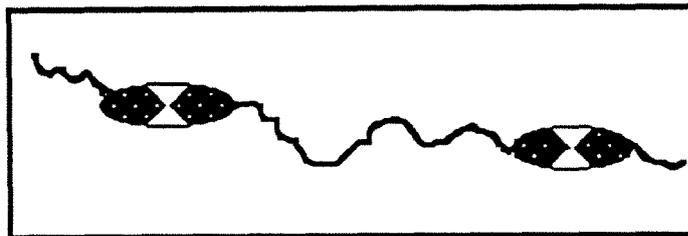


Schéma 4

2° cas : fissuration entre deux nodules

La fissure du premier cas est d'autant plus importante que le nodule est gros, dégénéré et étendu.

La fissure du deuxième cas peut être considérée comme l'extension du troisième cas par rencontre ou prolongation de fissures.

- Second type : (schéma 5)

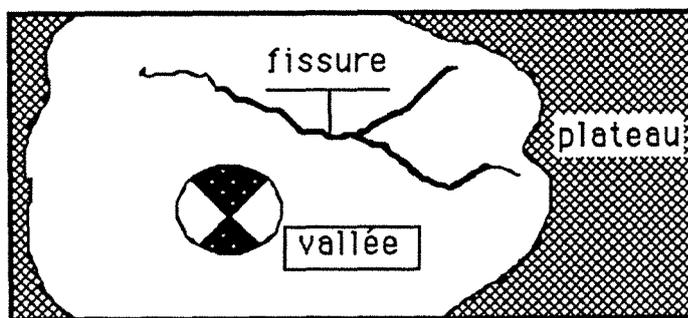
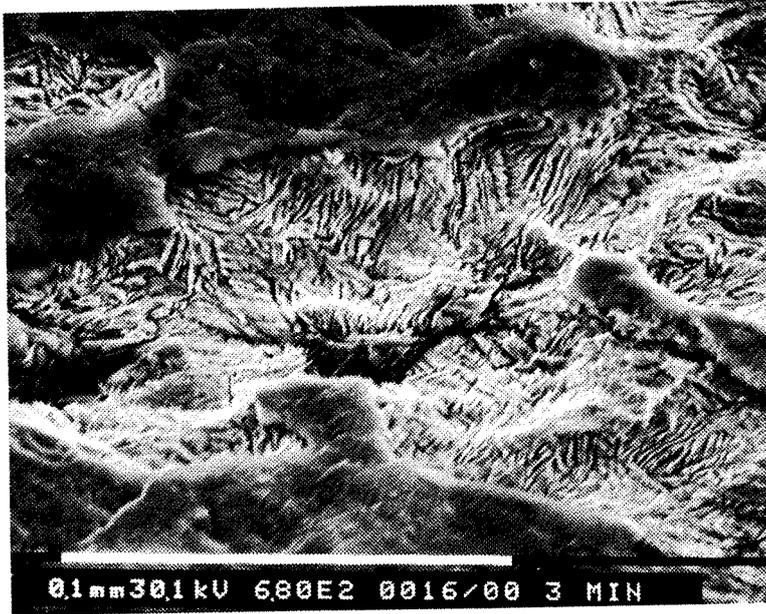


Schéma 5

On observe des fissures non initiées à partir d'un nodule mais apparaissant au sein de la cellule de solidification.

Une variante de ce second type est une fissure non initiée à partir d'un nodule mais marquant de façon brutale une frontière entre différentes phases. Ce type de fissure observée à l'interface austénito-martensitique après usure n'est pas présent à l'état initial mais peut être associé à l'apport de contraintes en cas d'usure.

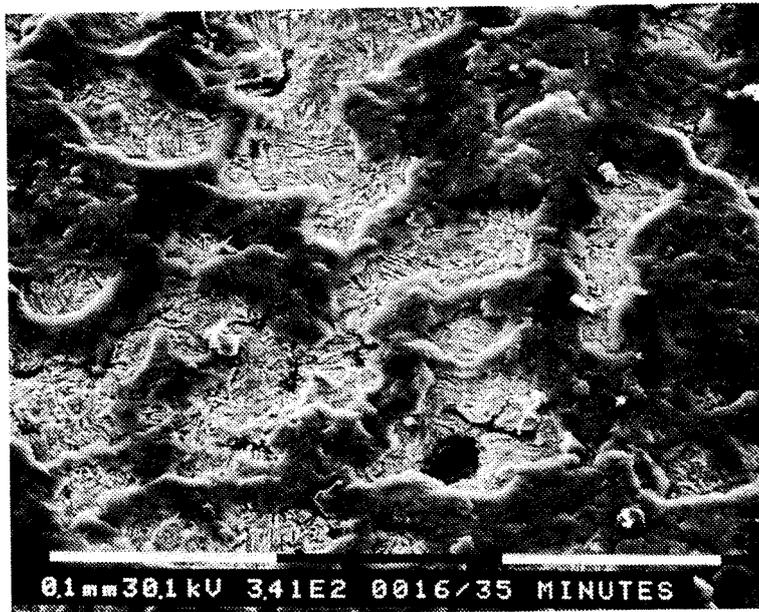


FIGURES V.24

Observation de fissures initiées dans les vallées de délamination après $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure

Micrographie 1

θ incidence = 25°
5 min à 380°C



Micrographie 2

θ incidence = 0°
35 min à 380°C



Micrographie 3

θ incidence = 36°
35 min à 380°C

(Attaque au Nital)

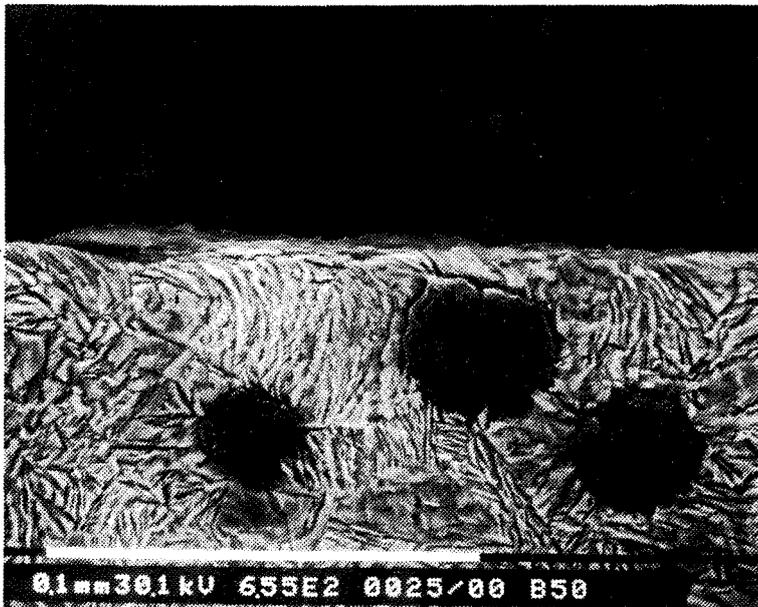


FIGURES V.25

Observations réalisées au MEB des sections perpendiculaires d'éprouvettes usées après $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure

Micrographie 1

5 min à 380°C
incidence nulle



Micrographie 2

50 min à 380°C
incidence nulle



Micrographie 3

5 min à 380°C
incidence nulle

Ces différentes fissures sont visibles sur les micrographies 1, 2 et 3 de la figure V.24.

IV.2 - ANALYSE DE LA SECTION PERPENDICULAIRE A LA SURFACE USEE

Après avoir observé la surface endommagée, il était intéressant d'observer la matrice sous-jacente et nous avons entrepris cette analyse structurale par microscopie optique et microscopie à balayage.

Nous avons pris garde d'éviter toute modification de la structure. A cet effet, nous avons utilisé le découpage à la scie à fil diamanté sans effort de coupe ou presque, suivi d'un léger polissage électrolytique permettant d'éviter une redistribution de matière.

IV.2.1 - Observation de décohésion dans la structure

Les nodules les plus proches de la surface (100 μm et moins) non déchaussés lors de la coupe et du polissage ont subi une sorte de désolidarisation.

Le phénomène a déjà été relevé dans le cas de cycles thermique $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ (3). Dans notre cas, nous estimons que seul un niveau de contraintes localement important peut expliquer ce phénomène.

La micrographie 1 (figures V.25) illustre le cas d'un nodule de 30 μm de diamètre situé à 30-40 μm de la surface d'usure (structure type 5 minutes de maintien à 380°C). L'espace vide créé autour de lui est important. Il semble néanmoins qu'à partir d'une profondeur de 100 μm , ce défaut associé aux nodules n'apparaît plus ou devient trop faible pour être observé.

Si le temps de maintien bainitique est du type "50 minutes", cette cavitation est beaucoup plus faible et disparaît pratiquement au delà d'une distance de 50 μm à partir de la surface (micrographie 2 - figures V.25).

La section observée révèle d'autres défauts tels que des fissures associées à la zone périphérique du nodule subissant la cavitation schéma 6 et microphotographie 3 (figures V.25).

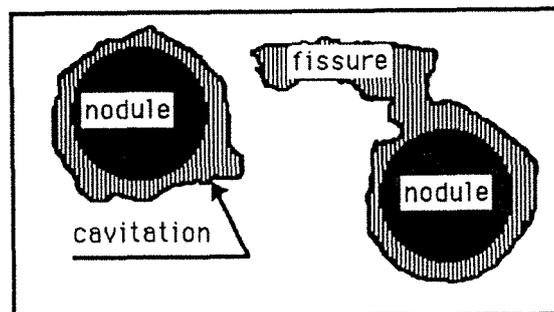


Schéma 6



Micrographie 1
(incidence nulle)



Micrographie 2
(incidence nulle)

FIGURES V.26

Observations réalisées au MEB des sections perpendiculaires après 4.10^5 cycles d'usure pour une structure de type "5 minutes à 380°C"

Indépendamment de la formation de cavités autour des nodules de graphite, des microporosités n'existant pas avant l'essai d'usure se localisent dans la matrice à des profondeurs plus importantes (100 μm et plus).

Lorsque la matrice ne contient que très peu de martensite initiale ou après usure, ces défauts ne peuvent être mis en évidence.

Dans une structure "5 minutes de maintien", les trous ou cavités sont répartis de façon préférentielle à une certaine profondeur. Cette distance semble correspondre à une zone de contraintes maximum.

Le premier type de défauts apparaît à la frontière des zones riches en martensite et des zones pauvres en martensite, le schéma 7 ainsi que les (micrographies 1 et 2 de la figures V.26) l'illustrent. On retrouve un certain parallélisme avec le front d'avancement de la réaction bainitique du type 1^o étape.

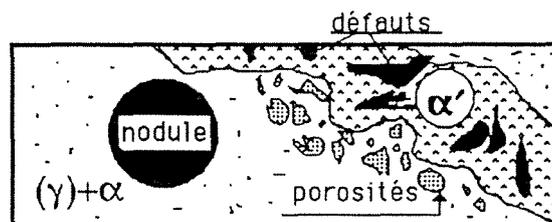


Schéma 7

Le second type n'est ni en relation avec les nodules ni avec les fortes concentrations de martensite mais se présente sous forme circulaire telles que les cupules caractéristiques d'une déformation à haute énergie observées sur certains faciès de rupture.

Il s'agit bien sûr d'un tout autre mécanisme, mais l'analogie pouvait être notée au moins sur le plan morphologique, schéma 8 et (micrographie 2 - figures V.26

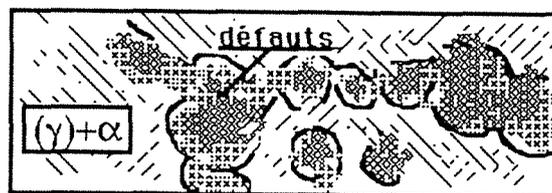
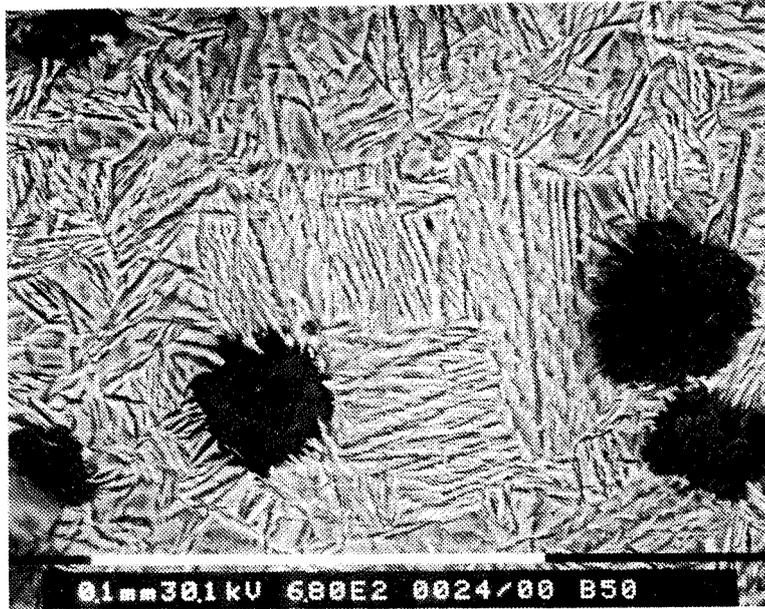


Schéma 8

IV.2.2 - Modifications et transformations structurales

L'évolution structurale après usure apparaît clairement si on procède à une analyse de l'éprouvette en partant du coeur de celle-ci pour se rapprocher de la surface.

En effet, comme le montrent les figures V.27 (micrographies 1 et 2), les structures à coeur sont conformes à celles observées avant l'usure et ne

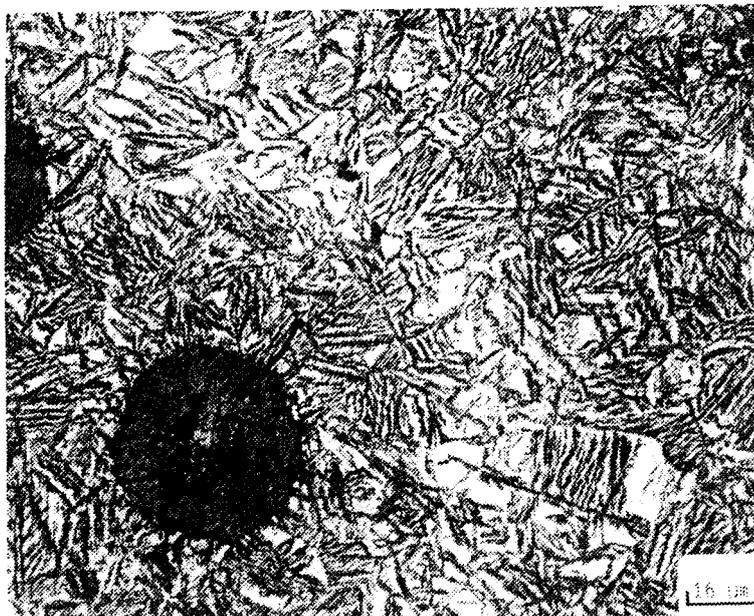


FIGURES V.27

Comparaison entre structure de base et structure modifiée obtenue après "50 minutes de maintien à 380°C"

Micrographie 1

4.10⁵ cycles d'usure
observation
à coeur



Micrographie 2

4.10⁵ cycles d'usure
après revenu

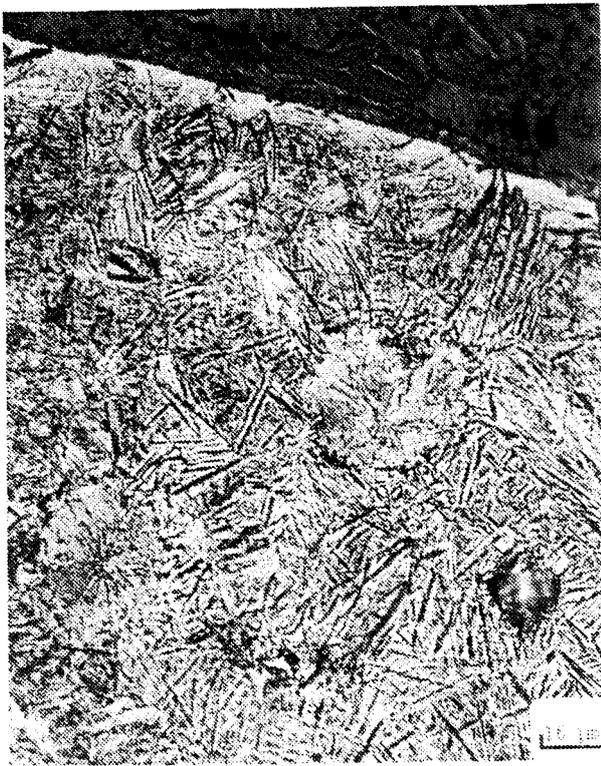
(Attaque au NITAL)

observations
à coeur

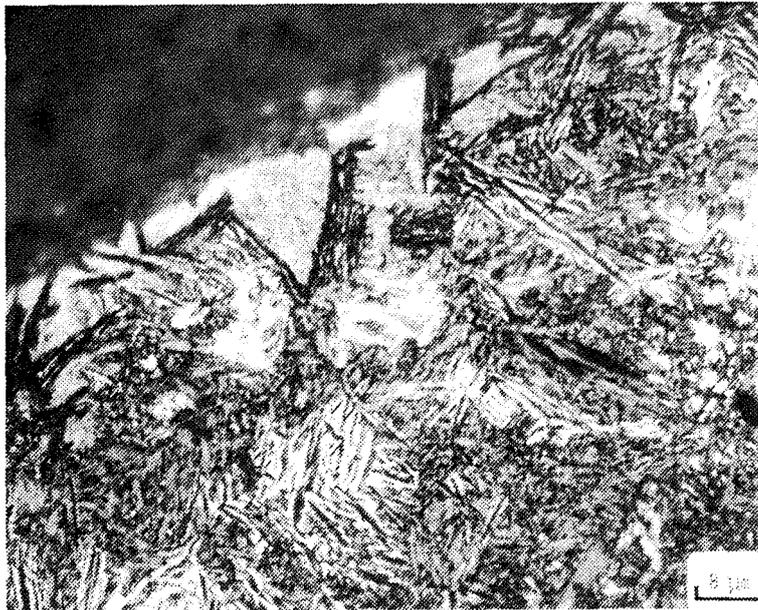


Micrographie 3

4.10⁵ tours d'usure
observation de la
section de
l'éprouvette sous la
surface



Micrographie 1



Micrographie 2

FIGURES V.28

Observation de sections perpendiculaires à la face usée après $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure pour une structure de type "5 minutes de maintien à 380°C"

sont pas modifiées. Par contre, en dessous de la surface d'usure, de grandes modifications apparaissent.

Comme le représentent les figures V.27 (micrographie 3), des lignes courbes apparaissent dans la microstructure de fin de 1^o étape réelle. Cela n'est jamais le cas dans ces structures bainitiques vierges. On a eu une déformation plastique.

IV.2.2.1 - Observations des modifications dans les structures bainitiques de type "5 minutes de maintien" à 380°C

Il n'y a pas de grandes déformations plastiques. Seules quelques lamelles ferritiques sont courbées et cela dans une profondeur n'excédant pas 10 µm (figures V.28 - micrographie 1).

On note un grand nombre de "pavés gris" révélés par attaque Nital et situés juste en dessous de la surface. Nous n'avons pu les identifier mais il est fort probable qu'ils résultent d'une réaction associant la contamination et l'effet de "microgaletage" (figures V.28 - micrographie 2). De grosses aiguilles de martensite dont l'angle formé entre le mibrid et la surface d'usure se rapprochant de 90° et situées à une dizaine de microns de cette surface subissent un maillage sous forme de bandes parallèles entre elles et parallèles à la surface (figures V.29 - micrographie 1). C'est la première fois que ce phénomène est observé dans le cas de l'usure des fontes G.S. bainitiques.

Ces observations concernent seulement la zone proche de la surface et on peut concevoir qu'au-delà d'une certaine distance les contraintes dues à l'abrasion ne sont plus assez intenses pour initier ce phénomène. Il est certain que les lignes parallèles de glissement observées dans les aiguilles de martensite résultent d'une déformation plastique de celles-ci (4). D'autres types de défauts rencontrés dans cette structure à dominance martensitique sont visibles sur la figure V.29 (micrographie 2). Il s'agit ici de l'exemple typique illustrant la formation et la propagation de fissures due aux contraintes répétées résultant du mode cyclique de l'abrasion. Nous n'avons pas pu déterminer si le lieu d'origine de la formation de la fissure était situé près de la surface ou à partir d'inclusions de type MnS (figure V.29 - micrographie 2).

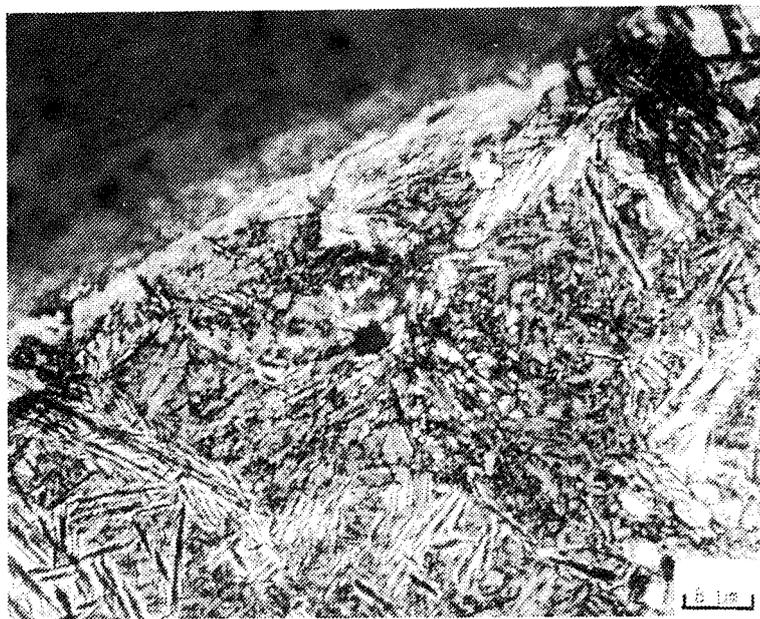
Dans tous les cas, on sait que le sulfure de manganèse MnS facilite sinon la formation du moins la propagation de fissure (5), l'étape suivante étant la formation de petits cratères à fonds lisses.

IV.2.2.2 - Observations des modifications dans les structures bainitiques de type "22 minutes de maintien" à 380°C

La structure est modifiée suivant un mode plastique sur environ 30 µm de profondeur et cela sur toute la section de l'échantillon.



Micrographie 1



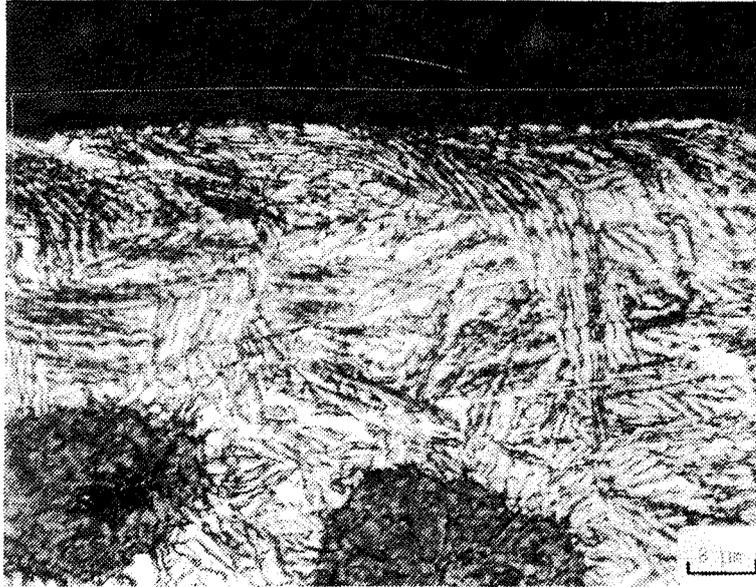
Micrographie 2

Surface



FIGURES V.29

Observations de sections parallèles à la surface usée après $4 \cdot 10^5$ cycles pour une structure de type "5 minutes de maintien à 380°C "



Micrographie 1

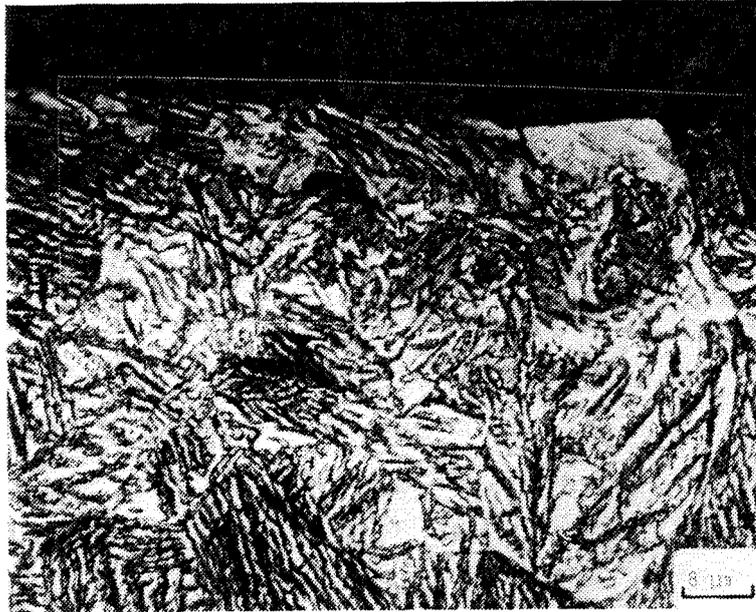
Attaque au Nital



Micrographie 2

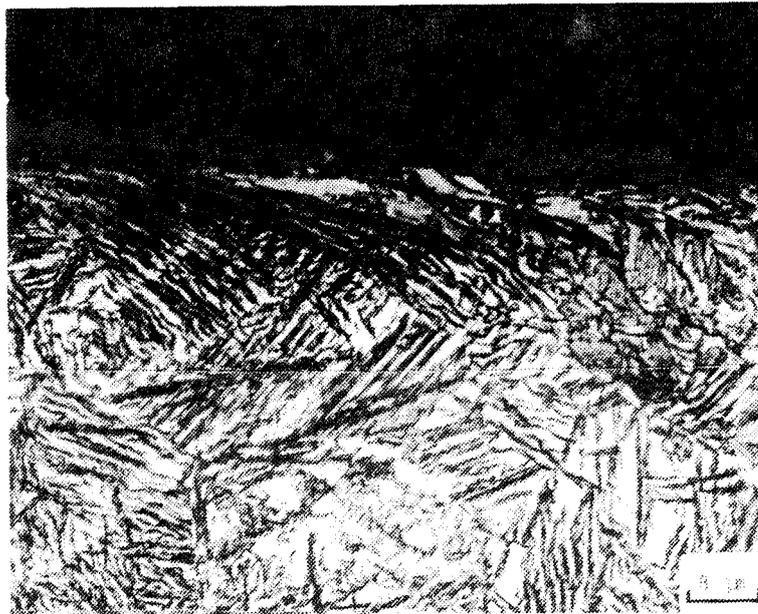
FIGURES V.30

Observation de sections perpendiculaires à la surface usée après $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure pour une structure de type "22 minutes de maintien à 380°C"



Micrographie 1

Attaque au Nital



Micrographie 2

FIGURES V.31

Observation de sections perpendiculaires à la surface usée après $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure pour une structure de type "22 minutes de maintien à 380°C"

La figure V.30 montre l'effet de cette déformation sur les lamelles de ferrite enrichie et sur l'austénite enrichie ou en cours d'enrichissement. Espacés de 1 à 2 μm lorsque la matrice n'est pas déformée, les lamelles de ferrite finissent par se joindre si on est au niveau de la surface usée. Localement, les déformations sont donc très importantes et dépassent 100 %.

Une autre modification importante résulte de la transformation d'une partie de l'austénite en martensite et cela est visible depuis la surface jusqu'à 30 à 40 μm de profondeur (figures V.31). Ces résultats confirment l'augmentation des valeurs de dureté et d'aimantation spécifique à saturation étudiées au chapitre IV. Ils montrent également que ces augmentations liées à la qualité de l'austénite sont minimisées, puisque d'une part, l'empreinte de dureté vickers à 30 kg pénètre au delà de 40 μm et que d'autre part le champ affecté par la mesure d'aimantation est d'environ 100 μm .

Localement, le taux de martensite devient si important que la déformation globale est moindre et que l'on retrouve les pavés gris clairs (figures V.31) déjà observés lorsque la martensite était dominante (cf. micrographie n°2 - figures V.28).

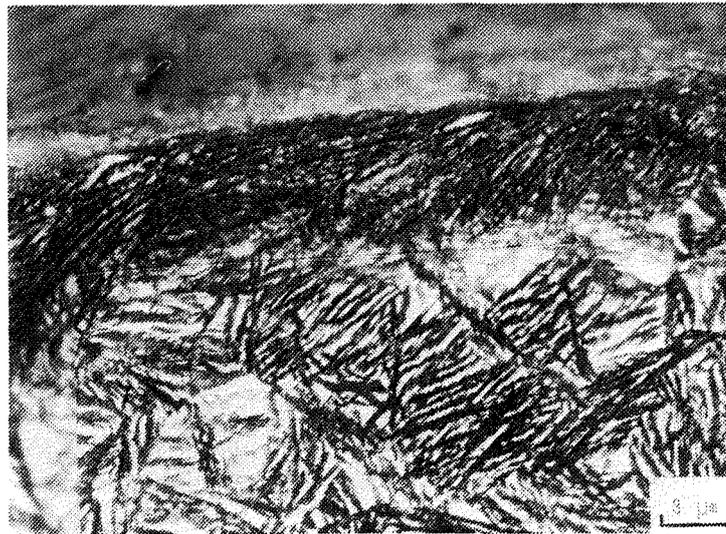
IV.2.2.3 - Observations des modifications de la structure bainitique de type "50 minutes de maintien" à 380°C

C'est pour ce type de structure qu'on observe les déformations les plus importantes, et il est normal qu'il en soit ainsi si on se réfère aux hypothèses précédemment énoncées. L'agrégat (α) + (γ) se déforme plus facilement que l'agrégat $\alpha' + (\alpha + \gamma)$, et cela engendre une résistance à l'usure abrasive beaucoup plus importante.

Après usure, les lamelles alternées de ferrite et d'austénite enrichie sont pratiquement jointives sur 16 μm de profondeur (figures V.32). Toutefois, l'observation des figures V.33 permet de constater que ceci n'est pas continu.

En effet, une partie de l'austénite, certainement celle qui est la moins enrichie en carbone, se transforme en martensite. Ainsi, il y a une répartition alternative de zones très déformées plastiquement et non transformées en martensite et de zones peu déformées mais riches en martensite (figures V.33 - micrographie N°1). On retrouve toujours cette influence des ségrégations en composition chimique quant à la réponse à la stabilité de l'austénite.

Enfin, on note des macles ou bandes de glissement dans l'austénite et parallèles à la surface (figures V.34).



Micrographie 1

Attaque au Nital



Micrographie 2

FIGURES V.32

Observation de sections perpendiculaires à la surface usée à $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure pour une structure de type "50 minutes à 380°C"



Micrographie 1

Attaque au Nital



Micrographie 2

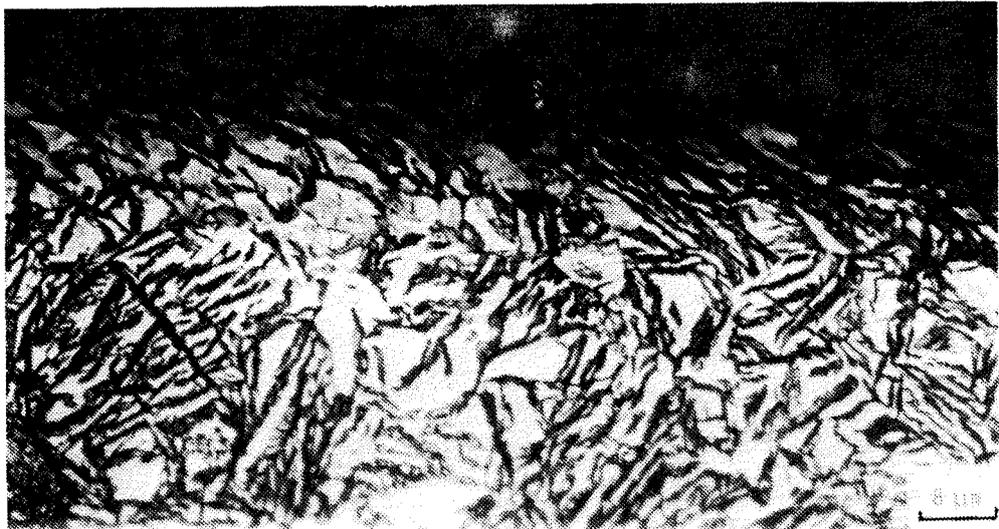
FIGURES V.33

Observation de sections perpendiculaires à la surface usée après $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure pour une structure de type "50 minutes à 380°C"



Micrographie 1

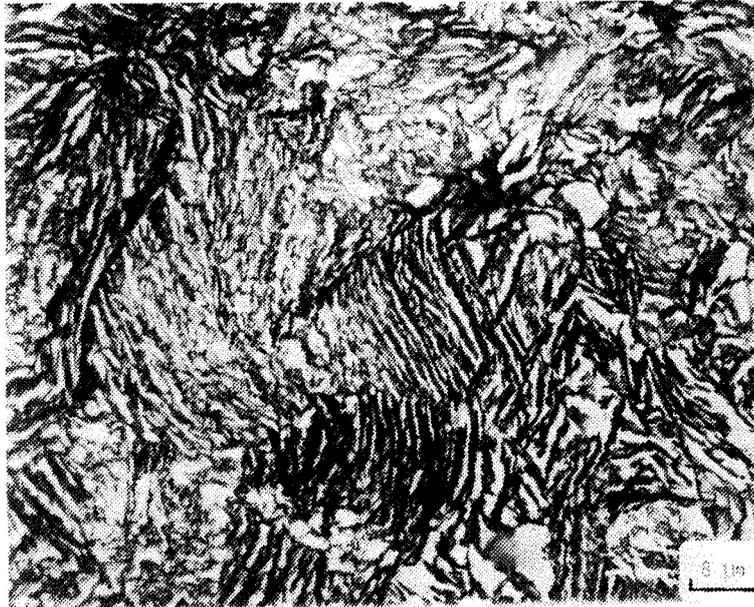
Attaque au Nital



Micrographie 2

FIGURES V.34

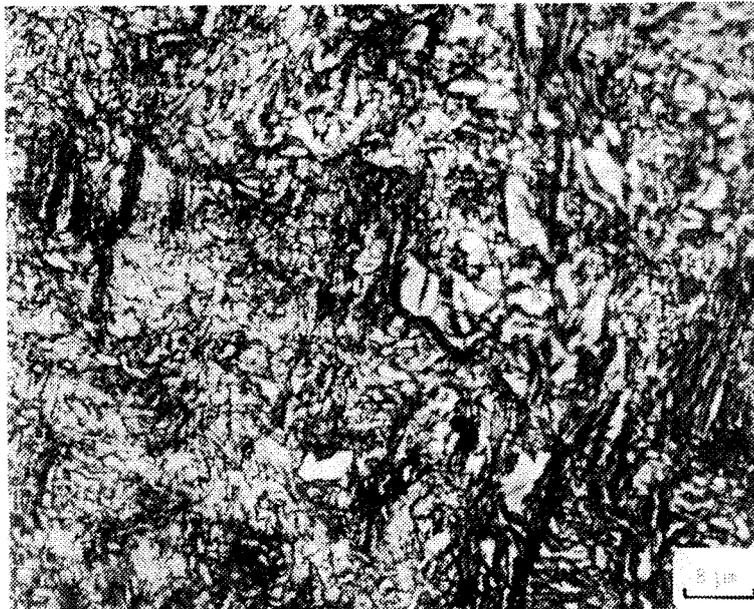
Observation de sections perpendiculaires à la surface usée à $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure pour une structure de type "50 minutes à 380°C"



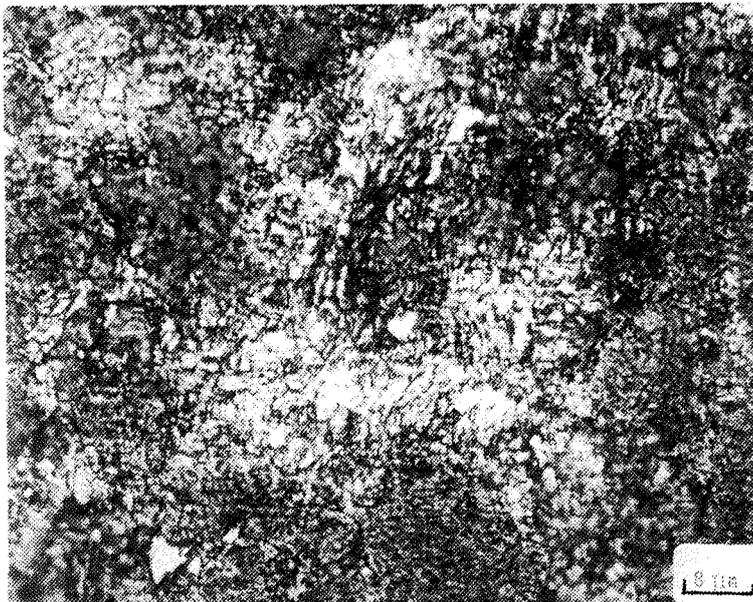
FIGURES V.35

Observation de zones parallèles à la surface usée après $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure et dans le cas d'une structure de type "50 minutes de maintien à 380°C "

Micrographie 1
(plan 3 schéma 9)



Micrographie 2
(plan 2 schéma 9)



Micrographie 3
(plan 1 schéma 9)

IV.3 - OBSERVATION DE SECTIONS PARALLELES A LA SURFACE USEE

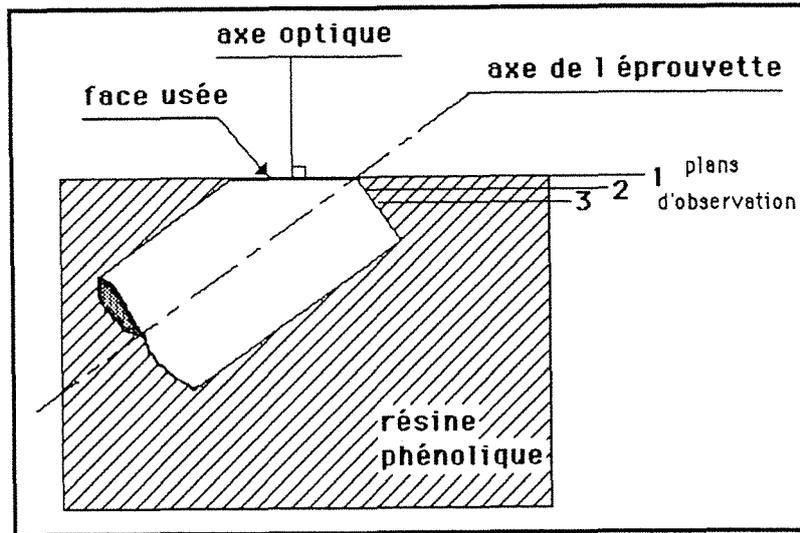


Schéma 9

Méthode de préparation d'enrobage nécessaire à l'observation de sections parallèles à la surface

Après avoir étudié les modifications structurales dans un plan perpendiculaire à la face d'usure, nous avons observé cette évolution dans un plan parallèle à la surface usée puisque la déformation plastique constatée en IV.2 est en relation avec le sens de projection des particules abrasives. A cet effet, nous avons enrobé les têtes d'éprouvettes de façon à ce que la face usée soit parfaitement perpendiculaire à l'axe optique d'observation (schéma 9).

Après obtention d'une zone plane suffisamment importante pour focaliser le faisceau, et après attaque au nital les premières structures révélées mettent en évidence l'existence d'une tronçature des plateaux de délamination. Nous avons observé les structures bainitiques de type "5, 20 et 50 minutes". Sachant que la structure "50 minutes" était représentative de la fin de 1^o étape réelle, nous avons mis un accent particulier sur l'analyse de cette éprouvette.

Les figures V.35 mettent en relief des variations très brutales de morphologie. Lorsque nous coupons les plateaux (figures V.35 - plan 1), la structure, très fine, peut être difficilement résolue et elle constitue un réseau de fibres et de points. Il est impossible de distinguer les différentes phases caractéristiques de la bainite. Tout au plus, peut-on penser qu'il s'agit encore des phases ferritiques et austénitiques déformées et contaminées.

Sur le plan 2 (figures V.35) et surtout sur le plan 3 (figures V.35), on retrouve progressivement les structures habituelles mais elles présentent toutefois des morphologies assez surprenantes et issues de déformations.

Cet aspect général du type "50 minutes" pose bien le problème de l'évolution morphologique en cours d'usure. Il était donc évident de



Micrographie 1

Attaque au Nital



Micrographie 2
lumière polarisée

FIGURES V.36

Observation de sections parallèles à la surface usée après $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure et légère troncature des plateaux de délamination, structure de type "5 minutes de maintien à 380°C "

poursuivre cette analyse dans le détail. A partir de ce plan n°3 il était donc intéressant d'étudier les différentes morphologies en fonction du temps de maintien bainitique.

IV.3.1 - Aspect structural à 5 minutes de maintien à 380°C après 4.10^5 cycles d'usure

Le fait le plus important est la présence d'un réseau de fissures associé à des microporosités typiques de zones III réseau initié en cours d'usure (figures V.36).

L'observation en lumière polarisée permet de révéler la martensite et les défauts déjà observés en section perpendiculaire (figures V.36 - micrographie n°2). Une série de microduretés a été effectuée sur les phases martensitiques et ferritiques en vue de déterminer l'importance du durcissement structural associé aux déformations et aux défauts résultant de l'usure.

Hv 100 g (zones martensitiques) = 1175, $\times \sigma_{n-1} = 118$
Hv 100 g (zones "bainitiques") = 567, $\times \sigma_{n-1} = 47$

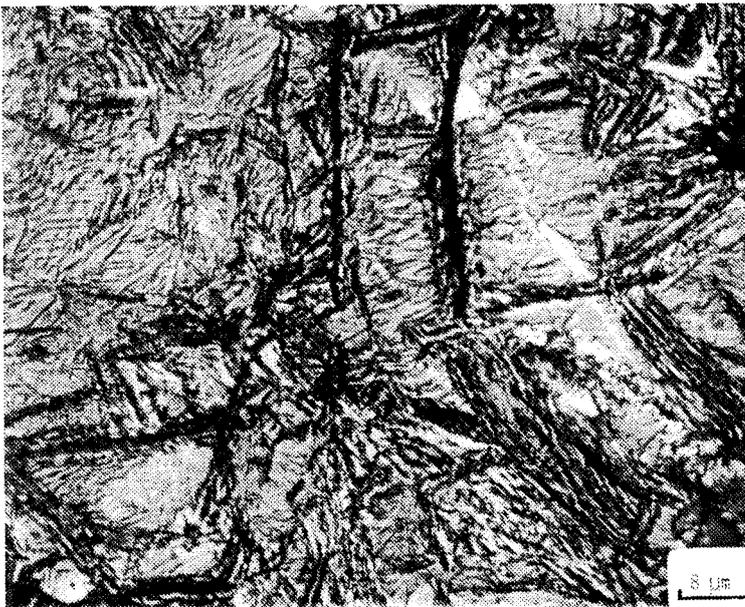


FIGURE V.37

Observation de sections parallèles à la surface usée après 4.10^5 cycles d'usure et légère troncature des plateaux de délamination pour une structure de type "5 minutes de maintien à 380°C"

Lumière polarisée



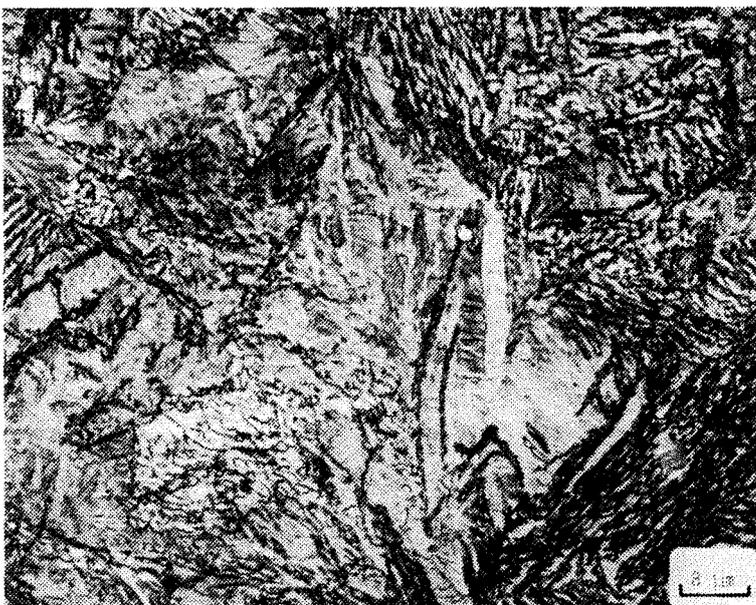
FIGURES V.38

Observations de zones parallèles à la surface de structures "22 minutes de maintien à 380°C" après $4 \cdot 10^5$ cycles d'usure (Attaque au NITAL)

Micrographie 1



Micrographie 2



Micrographie 3
lumière polarisée

Les résultats assez imprécis (près de 10 % d'erreur sur les mesures) et associés à la faible charge utilisée et à la petitesse des indentations se situent bien au delà des duretés mesurées avant usure.

Il faut également préciser qu'il ne reste plus d'austénite dans ce plan de coupe et que c'est bien de la martensite qui alterne avec les lamelles de ferrite (figures V.37). Cela s'intègre parfaitement avec les observations précédentes quant à la déstabilisation de l'austénite de type "mère" sous l'action d'une contrainte extérieure (cf. Chapitre IV).

IV.3.2 - Nouvel aspect structural obtenu après 4.10^5 cycles d'usure dans le cas des structures bainitiques de type "22 minutes de maintien" à 380°C

On note un nouvel aspect. A l'observation de la microstructure représentée sur les figures V.38 (micrographie n°1), des formes nouvelles, en "rosette", apparaissent à partir des nodules. Il s'agit de lamelles de ferrite qui se sont orientées sous les déformations cycliques. Cette morphologie singulière ne représente pas un phénomène isolé, c'est-à-dire, ainsi que nous l'indiquerons plus tard, qu'elle existe également dans le cas "50 minutes".

A l'issue d'un maintien bainitique de 22 minutes à 380°C , la structure observable à l'ambiante avant usure comprend de la martensite α' , de l'austénite mère, de l'austénite en voie d'enrichissement en carbone, de la ferrite (α) et de l'austénite post-bainitique enrichie en carbone (γ).

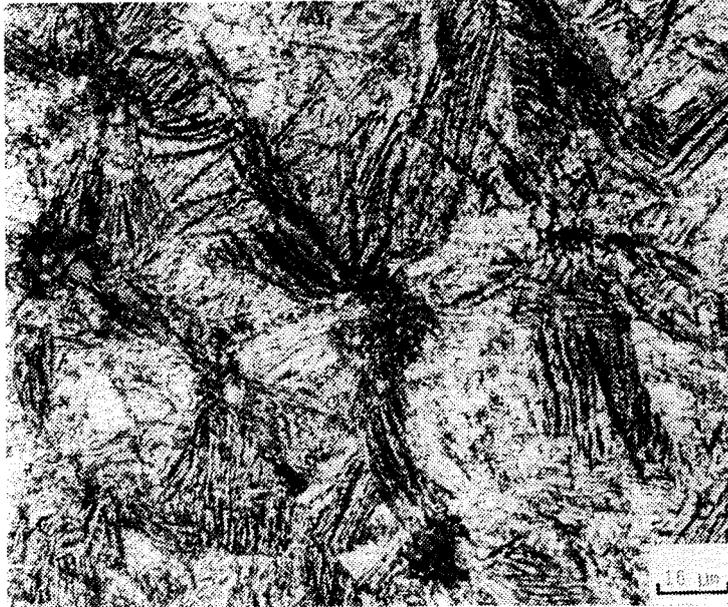
Plusieurs phénomènes vont se dérouler simultanément sous l'action conjointe de l'apport de contraintes extérieures, du revenu de la martensite dans l'enceinte où règne une température proche de 100°C et de la relaxation de contraintes associée à ce revenu.

La martensite initiale subit un revenu avec production de carbure ϵ et l'austénite environnante va donc subir une transformation martensitique qui sera amplifiée par l'apport de contraintes extérieures et le processus pas à pas initial. On conçoit donc que la "teinte" de la martensite, qui est revenue, reflète en fait l'histoire de sa naissance (6).

On note également les aiguilles de martensite, claires, très bien distinctes en lumière polarisée. De plus, on distingue également des lignes courbes dont la nature n'a pas été identifiée situées au sein de zones blanches (figures V.38 - micrographie n°3).

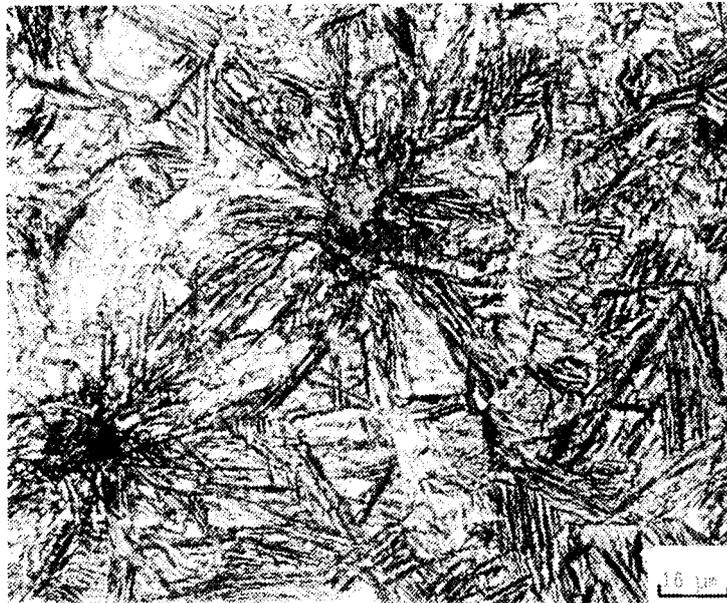
Des mesures de microduretés révèle un écart plus faible entre les phases martensitiques et "ferritiques" que dans le cas 5 minutes à 380°C :

Hv100 g (zones martensitiques) = 963, $\times \sigma_{n-1} = 152$
Hv100 g (zones "complémentaires") = 627, $\times \sigma_{n-1} = 114$



FIGURES V.39
Observation de zones parallèles à la surface de structures de type "50 min de maintien" après 4.10^5 cycles d'usure

Micrographie 1
lumière polarisée



Micrographie 2



Micrographie 3

Ces observations relatives aux écarts de dureté ne sont pas sans importance, puisque l'incidence des duretés de différentes phases d'un matériau hétérogène sur la résistance à l'usure abrasive est bien connue.

IV.3.3 - Nouvel aspect structural obtenu après 4.10^5 cycles d'usure dans le cas des structures bainitiques de type "50 minutes de maintien" à 380°C

L'observation des figures V.39 confirme l'aspect particulier déjà observé dans la structure "22 minutes de maintien à 380°C", à savoir la forme en "rosette" ou en "hélice" des lamelles de ferrite autour d'un centre qui est un nodule de graphite.

Il est intéressant de noter que ce nouvel aspect structural, d'ailleurs d'autant plus marqué que le taux d'austénite stable aux conditions d'usure est important, est symptomatique des grandes déformations plastiques observées en coupe perpendiculaire.

Nous pouvons relever des lignes courbes à l'intérieur des phases blanches. Malheureusement aucun indice ne nous a permis d'identifier et expliquer la formation de ces couches (figures V.39 - micrographie n°4). Ces phases blanches sont constituées d'austénite mais on y observe aussi une petite quantité de martensite apparaissant en gris clair sur la micrographie n°4 de la figure V.39.

Les microduretés ont pour valeur :

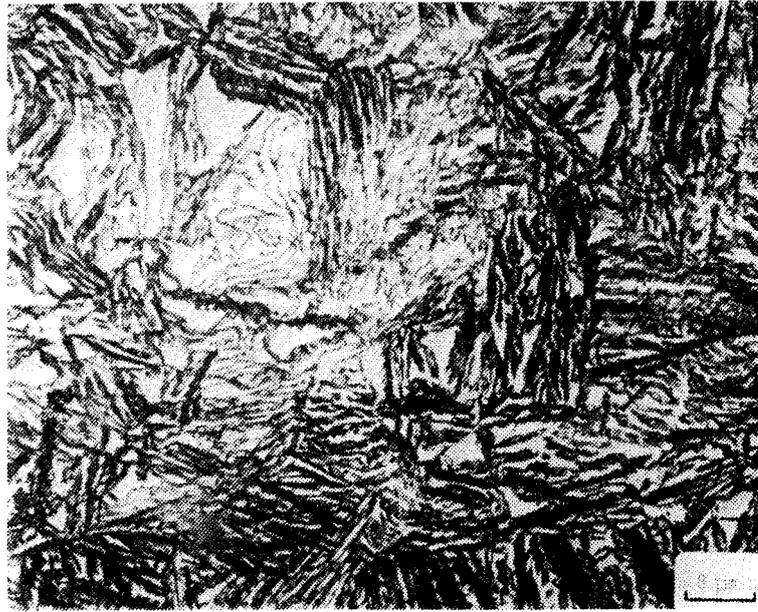
Hv100 g (zones blanches) = 686, $\times \sigma_{n-1} = 57$
Hv100 g (zones en "rosettes") = 601, $\times \sigma_{n-1} = 65$

Ces valeurs confirment l'évolution déjà enregistrée dans le cas des structures issues de temps de maintien plus faibles. Dans le cas "50 minutes" l'écart devient très faible.

IV.3.4 - Conclusion partielle

Des modifications morphologiques sont provoquées durant des cycles d'usure de longue durée. Ces évolutions morphologiques entraînent une variation de la microdureté d'autant moins intense que la structure initiale se rapproche de la structure type "1° étape réelle".

La figure V.40 permet de distinguer deux groupes de structure : le premier où l'écart de dureté entre phases est non seulement très important (faible temps de maintien bainitique) mais également hétérogène ; et le second (fin de première étape réelle) où les différences sont minimales. Dans le second cas, la structure, quoique hétérogène au niveau des cellules, est en fait homogène au niveau des duretés. Cette remarque qui est importante est



Micrographie 4

FIGURES V.39

Observation de zones parallèles à la surface de structures de type "50 min de maintien" après 4.10^5 cycles d'usure

valable uniquement pour les couches situées à moins de 10 μm de l'interface d'usure.

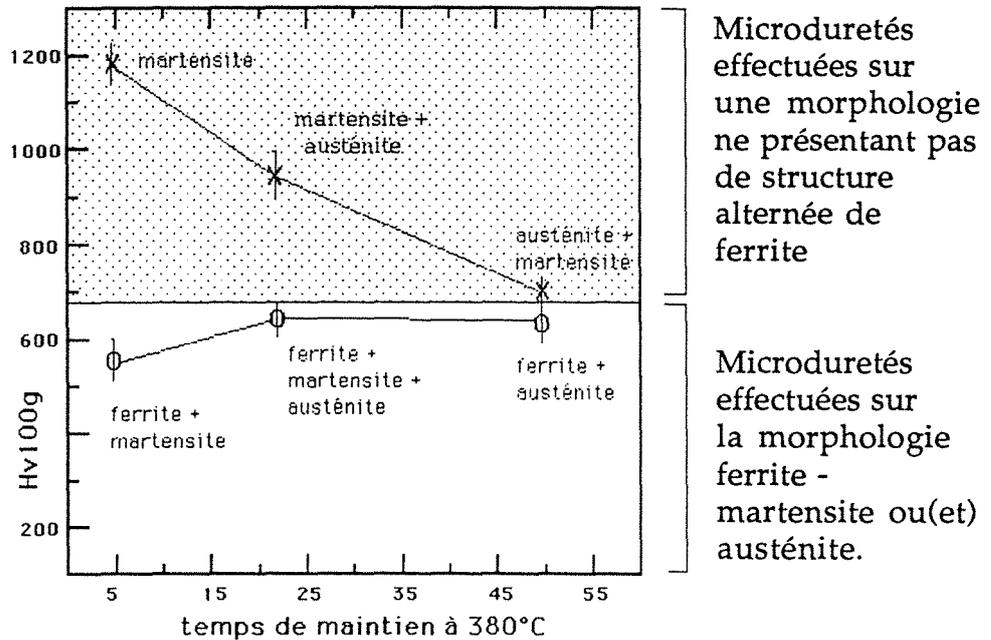


FIGURE V.40

Microduretés enregistrées après polissage spéculaire et troncature des plateaux de délamination sur les différentes phases présentes et réellement soumises à l'usure abrasive.

La délamination affectant la plupart des paramètres qui sont les plus souvent cités pour caractériser la résistance à l'usure abrasive d'un matériau composite. Nous avons transcrit ces paramètres au cas de la fonte G.S. bainitique. A savoir :

- orientation des différentes phases
- espace entre ces différentes phases
- taille des diverses zones monophasées
- dureté des diverses phases.

L'espace existant entre phases pouvant être fortement modifié en cours de délamination peut donc influencer directement la résistance à l'usure. Nous pensons qu'on peut appliquer la formule de Zum Gahr (7).

$$W^{-1}L/S = K.\lambda^{-1/2}$$

où $W^{-1}L/S$ représente la résistance à l'usure abrasive du mélange des phases,

K un coefficient dépendant de la nature et de la taille de l'abrasif,

λ l'espace libre moyen entre phases perpendiculaires à la direction d'usure.

Nous avons vu que l'espace libre moyen entre lamelles de ferrite diminue sous l'effet d'une déformation plastique et que cela est d'autant plus important que l'on se rapproche de la fin de première étape réelle. De ce fait, la relation définie ci-dessus est applicable au cas des fontes G.S. bainitiques . On conçoit aisément que la résistance à l'usure abrasive $W^{-1} L/S$ de ces fontes augmente.

IV.4 - COMMENTAIRES ET ORIGINES DES DEFAUTS STRUCTURAUX ET DES EVOLUTIONS STRUCTURALES OBSERVEES LORS DE LA PERIODE DE DELAMINATION APRES 4.10^5 CYCLES D'USURE POUR STRUCTURES BAINITIQUES DIFFERENTES

- Les plateaux de délamination sont des "défauts" de surface puisqu'ils présentent des accidents de relief. Nous avons vu que les plateaux plus espacés aux bords anguleux correspondant aux faibles temps de maintien bainitique sont très exposés aux chocs de l'abrasif. C'est ce qui explique la fragmentation de ces plateaux dans la prolongation des ex-joints de grain de la phase mère γ (DEFAUTS 1).

- A partir de la surface et jusqu'à une profondeur de 100 μm , il y a décohésion du nodule de graphite de sa cavité initiale. Ce phénomène appelé "CAVITATION" apparaît très nettement pour des temps de maintien bainitique courts (type 5 min) et diminue progressivement si le temps de réaction augmente. Un niveau de contraintes localement important et de surcroît appliqué dans un milieu "fragile" (pas ou peu de plastification) peut expliquer cette cavitation (DEFAUTS 2). L'extension de ce défaut est la création de fissures.

- Les nodules de graphite non sphéroïdaux constituent à leur extrémité un site privilégié à l'amorçage des fissures dû à l'effet de concentration de contraintes. De nombreuses fissures sont observées et cela quelque soit le type de structure bainitique (DEFAUTS 3).

- Un autre type de fissure apparaît lorsque de larges plages de martensite coexistent avec le reste de la matrice, qui est constituée de ferrite (α) et d'austénite (γ). L'accumulation de contraintes au niveau de l'interface $\alpha' / (\alpha) + (\gamma)$ peut entraîner la création de microfissures. (DEFAUTS 4).

- Pour une structure riche en martensite et à une certaine distance de la surface correspondant semble-t-il à la zone de contraintes maximum, le même phénomène conduisant aux défauts 4 apparaît. Les cavités sont petites et nombreuses (DEFAUTS 5).

- Le sulfure de manganèse MnS a également été observé comme représentant une zone de propagation de fissures (DEFAUTS 6).

- Les structures bainitiques contenant de grosses aiguilles de martensite (supérieures à $5\ \mu\text{m}$) représentent des zones d'initiation importantes de fissures (DEFAUTS 7).

- De même, lorsque les structures bainitiques contiennent des zones austénitiques importantes situées près de la surface, une fissuration peut également apparaître (DEFAUTS 8).

- L'agrégat austénito-ferritique de fin de première étape se déforme plastiquement sur une profondeur de $20\ \mu\text{m}$ à partir de la surface. L'importance de cette déformation peut être estimée par l'intervalle mesuré entre les lamelles de ferrite bainitique. Elle est supérieure à 100 %. Cette évolution structurale ne peut être que bénéfique à la résistance à l'usure si elle ne s'accompagne pas de décohésion à partir des plus grands alignements de cellules ferritiques (α) (EVOLUTION STRUCTURALE I).

- Lorsque des zones de grande déformation plastique ($(\alpha) + (\gamma)$) alternent avec des zones de faibles ou de très faibles déformation plastique ($(\alpha' + (\gamma) + (\alpha))$), des fissures apparaissent à l'interface de ces zones, c'est le cas notamment pour une structure de première étape apparente (EVOLUTION STRUCTURALE II).

- Les microduretés effectuées à la surface d'usure mettent en exergue ces évolutions, c'est pourquoi l'écart type des valeurs enregistrées est très faible pour une structure de fin de première étape réelle et croit fortement si la structure est de début de première étape (EVOLUTION STRUCTURALE III).

Nous avons représenté toutes les possibilités d'évolution avec influence de défauts sur le schéma 10.

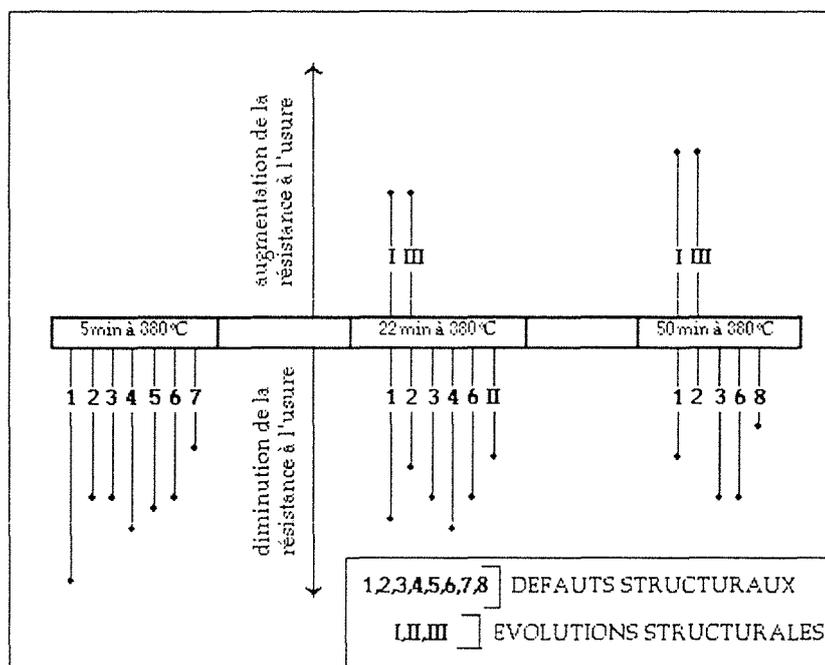


Schéma 10
Classification et importance des défauts et évolutions structurales observés lors de la période de délamination en fonction du temps de maintien bainitique initial.

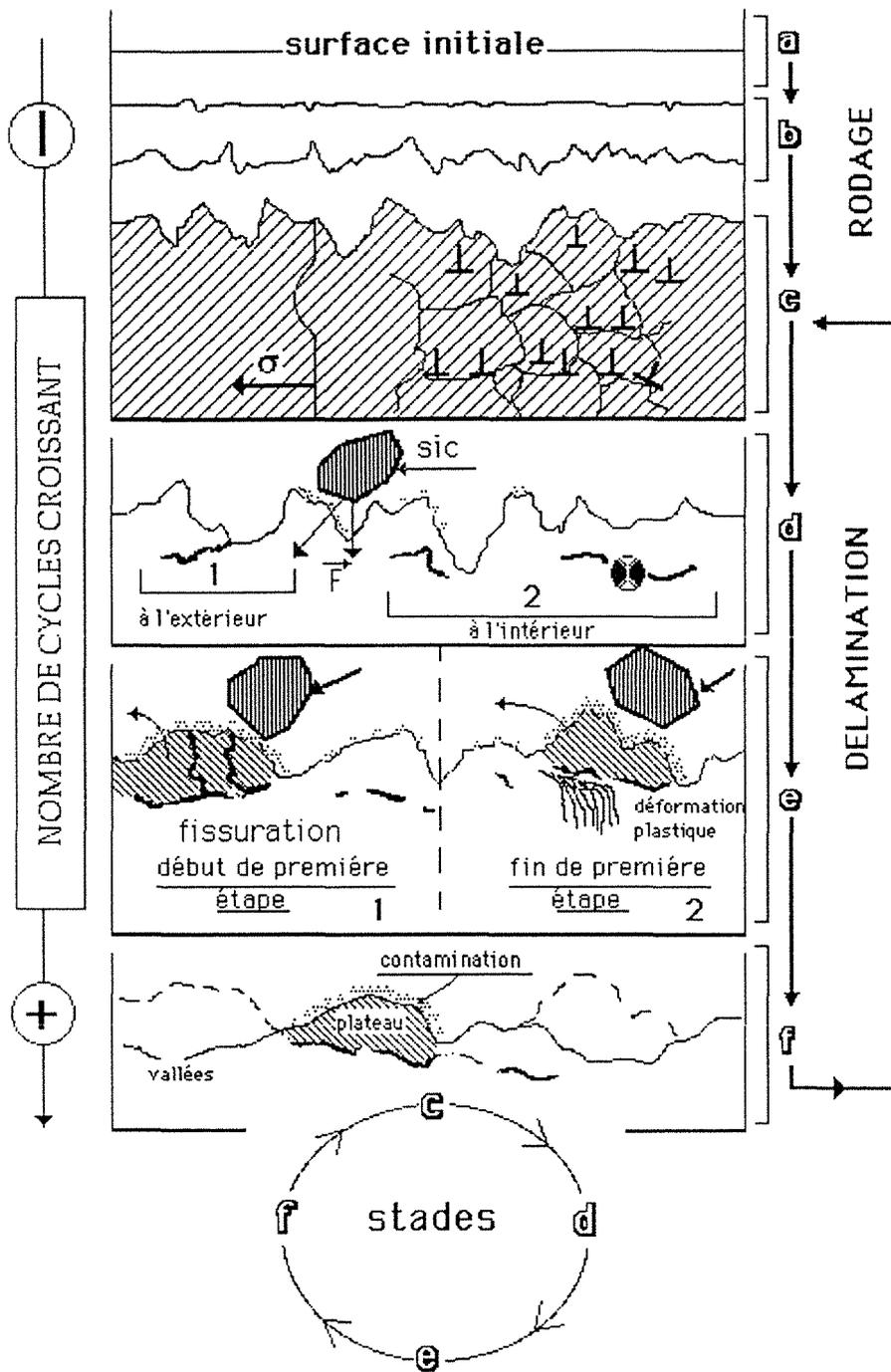


FIGURE V.41

Représentation schématique des principales étapes conduisant à la délamination

La structure type "50 min" apparait donc bien comme étant celle qui résiste le mieux à l'usure. Cela est lié à la répartition très homogène des valeurs de la microdureté et ainsi qu'à l'importante capacité de déformation plastique de l'agrégat (α) + (γ).

VI - ESSAI DE SCHEMATISATION DU PROCESSUS DE DELAMINATION

A partir de la théorie de la délamination avancée par Suh (8) et à l'aide des résultats que nous avons présenté, on peut schématiser les différentes étapes conduisant à la formation des plateaux de délamination et à leurs éliminations.

VI.1 - PREMIER STADE

La surface (figure V.41a) polie subit les premiers endommagements (figure V.41b), comme nous l'avons expliqué au chapitre III, il s'agit de la phase de microrodage où la rugosité augmente et/ou le rapport R_{pm}/R_{vm} diminue.

La surface est entièrement dégradée à partir de 2000 cycles, ensuite les paramètres statistiques de surface sont relativement stables. Un léger lissage apparait, les aspérités de surface "tendres" sont aisément déformées et quelques unes sont fracturées sous l'action de l'abrasif.

Le passage répété des particules de SiC provoque des contraintes à la surface usée.

L'accumulation des contraintes résulte en une augmentation de la densité de dislocations (figure V.41c), avec une tendance à un réarrangement de ces dislocations dans les joints de grains et autres défauts.

De façon concomitante, et toujours à cause de l'énergie apportée par la projection des particules abrasives, la surface est de plus en plus "écrouie", on observe un temps d'incubation avant qu'une fissure apparaisse.

VI.2 - DEUXIEME STADE

Un certain nombre d'auteurs pensent que l'initiation des fissures de fatigue a lieu à la surface des pièces sollicitées. En effet, les dislocations sont plus mobiles à la surface qu'à coeur, la surface est un site préférentiel pour la génération des dislocations puisque celle-ci est soumise à l'agressivité de l'environnement.

La figure V.41d1 représente schématiquement la fissuration pouvant être observée à la surface et initiée soit à partir de défauts de relief créés par l'usure, soit à l'interface de différentes phases de la structure.

Toutefois et ainsi que nous l'avons montré, l'initiation de fissures peut également s'effectuer sous la surface usée (figure V.41d2). Elles

prennent naissance dans une zone comprise dans les différentes sous-couches déformées et écrouies.

La propagation de ces fissures entraîne ensuite la formation de cavités et lorsque celles-ci ne sont pas bloquées, ces fissures se propagent généralement parallèlement à la surface et peuvent jaillir en surface.

VI.3 - TROISIEME STADE

Il s'agit de la décohésion des plateaux de délamination et de leur décollement de la surface (**figure V.41e**). A ce stade, nous avons observé pour des temps de maintien bainitique correspondant au début de première étape, une fragmentation de ces plateaux avant décohésion (**figure V.41e1**). Nous avons également noté une décohésion mais d'amplitude plus faible, sans fragmentation, si on avait des structures de fin de 1^o étape (**figure V.41e2**).

C'est au niveau de ce troisième stade de la délamination que les bandes de glissement ont été observées. Il est cependant fort peu probable qu'elles dégènèrent en extrusion et soient à l'origine de fissures. La **figure V.41f** explique le renouvellement des plateaux de délamination. La durée de vie de ces derniers conditionne le degré de contamination inévitable relevé sur ceux-ci.

Lorsque les plateaux délaminent, ils mettent alors à nu une partie de la matrice culminante, vierge de contamination mais ayant néanmoins subi des changements structuraux. Cette partie proéminente va ensuite à son tour jouer le rôle des plateaux de délamination décrit précédemment et le processus se répète.

La délamination continue va donc jusqu'à destruction totale des plateaux en formant la boucle suivante :

CONCLUSION

Les fontes G.S. bainitiques se dégradent par délamination lorsqu'elles sont soumises à l'usure abrasive pendant un nombre de cycles important.

Cette délamination est en relation avec la microstructure bainitique initiale et à partir de 400.000 cycles, elle devient la cause principale de la dégradation de la surface. La difficulté d'observer ce phénomène provient du fait que la surface délaminant subit également une contamination. Après analyse chimique locale, cette "pollution" de la surface dégradée nous permet de faire une différenciation entre le type de matrice bainitique qui présente une bonne tenue à la décohésion et le type de matrice bainitique qui au contraire permet de délaminer facilement.

La forme des plateaux de délamination varie avec le temps de maintien bainitique initial et l'espace libre existant entre les plateaux augmente si le temps de maintien bainitique devient plus court.

Le taux de décohésion des plateaux de délamination diminue si la microstructure bainitique initiale ne contient pas de martensite et si l'austénite constituant la matrice bainitique est la plus homogène possible donc de type "enrichie" (γ). La délamination augmente puisque dans le cas contraire, les plateaux et les vallées sont beaucoup plus exposés au passage de l'abrasif.

Les plateaux de délamination sont en relation directe avec la structure bainitique initiale. Des mesures de microdureté sous faible charge effectuées sur les plateaux de délamination encore liés à la matrice révèlent que pour une structure hétérogène telle que la fonte G.S., l'écart entre les valeurs de microdureté était d'autant plus faible que la structure initiale se rapproche du type fin de première étape réelle. L'analyse micrographique de la délamination a permis de mieux comprendre le rôle que chaque structure bainitique peut avoir sur les différentes phases concourant à la délamination.

Nous avons notamment pu noter qu'une évolution morphologique des structures bainitiques pouvait être visible si la déformation plastique accompagnant la délamination était importante.

L'analyse des filiations de microduretés effectuées à partir de la surface usée vers le coeur de l'éprouvette permet de confirmer que la délamination est fonction de la qualité de l'austénite et donc également du critère "capacité de transformation" de celle-ci.

Les différentes étapes conduisant au processus de délamination sont les suivantes :

- phase de microrodage (accumulation de contraintes, endommagement de toute la surface usée)
- initiation et propagation des fissures entraînant la formation de cavités dans les couches sous-jacentes à la surface usée.

- apparition de transformations structurales de la matrice bainitique.
- déformation plastique si la structure devient du type fin de 1^o étape réelle.
- décohésion d'une partie de la matrice la plus exposée à l'usure et la plus fragilisée par le développement des fissures.
- délamination de plateaux de quelques dizaines de microns et création de "vallées".

BIBLIOGRAPHIE

- [1] **S. JAHANMIR, N.P., SUH**
On the wear mechanisms and the wear equations.
Wear, Vol. 25, 1973.
- [2] **K.G. BUDINSKI, Hong CHIN**
Surface alteration in abrasive blasting. Wear of materials 1983.
- [3] **K. NAGAOKA et M. SOUMA**
The physical Metallurgy of cast iron 84
- [4] **K.H. HABIG**
Verschleiß und Härte von Werkstoffen.
Hanser Verlag, München 1980.
- [5] **D. SCOTT**
Rolling contact fatigue in treatise Mater. Sci. Technol.
vol 13, Scott ID. ed., Academic Press, New York 1979.
- [6] **A. SIMON**
Thèse Docteur-ès-Sciences - Nancy 1972.
- [7] **K.H. ZUM GAHR**
Abrasive wear of two phase metallic materials with a coarse
microstructure, in wear of materials 1985.
Ludema, ASME, New York 1985.
- [8] **N.P. SUH and Cowakers**
The delamination theory of wear.
Elsevier, Lausanne, see also wear vol. 44 (1977).

CONCLUSION GENERALE

Cette étude nous a permis de mettre en relief l'influence des hétérogénéités chimique et structurale de la fonte G.S. bainitique non alliée sur le comportement à l'usure abrasive effectuée à température ambiante.

Des travaux antérieurs ont montré que l'utilisation industrielle des pièces en fonte G.S. bainitique n'était possible que si l'hétérogénéité structurale induite par la cellule de solidification après transformation bainitique était parfaitement bien maîtrisée.

La structure type "bainite supérieure" de fin de première étape réelle composée de ferrite bainitique (α) et d'austénite enrichie en carbone dite "post-bainitique" (γ), offre d'excellentes caractéristiques mécaniques qui sont associées à la stabilité de (γ).

La qualité et la quantité de la phase austénitique représentent en fait les principaux paramètres qui régissent la résistance à l'usure abrasive. Qu'il s'agisse de tests d'usure de faible durée ou de tests de longue durée, les structures bainitiques de fin de 1^o étape produites par maintien à une température de 380°C sont plus résistantes que les structures de début de 1^o étape ou de fin de 2^o étape de réaction bainitique.

Après avoir porté une attention particulière sur la définition de la phase de rodage, qui est particulièrement visible lorsque les tests sont de courte durée, nous avons analysé le comportement des fontes G.S. bainitiques durant cette phase. Grâce à l'optimisation de la géométrie des pièces testées, nous avons réduit le degré de l'importance de cette phase de rodage qui est d'origine macrogéométrique et il nous a été alors possible de mettre en relief les points suivants :

- Il existe une période dite de "micro-rodage" pendant laquelle les paramètres de rugosité de la surface évoluent rapidement avant de se stabiliser. Au cours de cette évolution la vitesse d'usure est maximale.

- Les principaux mécanismes d'usure sont la microcoupe ou microusinage et microlabourage. Les pertes de poids les plus faibles enregistrées pendant cette période correspondent aux structures qui se sont le plus rapidement déformées plastiquement avant la stabilisation.

- La technique de relocalisation associée aux observations par microscopie optique et par microscopie à balayage montrent qu'il y a décohésion des zones martensitiques de tailles supérieures à 40 μm se traduisant par une brusque variation des profils de surface et une forme spécifique de microécaillage associée à la présence initiale de martensite.

- Durant cette phase de rodage, la structure de fin de première étape apparente qui contient le maximum d'austénite à température ambiante est plus résistante que celle de fin de première étape réelle.

Si le nombre de cycles d'usure augmente, la phase de rodage est nettement dépassée et la vitesse d'usure devient plus régulière. L'étude du taux d'usure des différentes structures bainitiques fait apparaître que les paramètres "dureté" communément utilisés afin d'estimer la résistance à l'usure n'a ici aucune signification. Par contre, le taux initial de phase austénitique semble être plus déterminant.

L'approche de la corrélation entre le taux d'austénite initial et la résistance à l'usure abrasive sur des matériaux hétérogènes tels que les fontes G.S. bainitiques ne peut s'envisager que si les écarts de répartition et de taille de nodules sont faibles. Lorsque ces paramètres sont maîtrisés, l'évolution structurale du type martensito-austénitique de début de réaction vers le type ferrito-austénitique de fin de 1ère étape entraîne une diminution de la perte de poids par usure abrasive. Cela a été également confirmé par un traitement par le froid ayant provoqué une transformation martensitique additionnelle entraînant un regain de la perte de matière.

De plus, nous avons également démontré l'existence d'une transformation martensitique de l'austénite non enrichie en carbone durant le test d'usure et pouvant ainsi provoquer une détérioration supplémentaire de la résistance à l'usure.

Quelle que soit la cause de la transformation de l'austénite en martensite, l'importance de cette transformation est fonction de la qualité initiale de la phase austénitique donc du temps de maintien bainitique préalable. La capacité maximale de transformation de la phase austénitique en martensite en cours d'usure est celle correspondant à une austénite présente dans la structure obtenue avant la fin de première étape apparente.

L'austénite en cours d'enrichissement, issue d'un faible temps de maintien bainitique (5 min) se transforme en martensite durant ce test d'usure. Le comportement de l'austénite de fin de première étape réelle obtenue après 50 minutes de maintien à 380°C est très différent. Le taux de transformation martensitique induit en cours d'usure est très faible, la déformation plastique de la structure est importante et la décohésion est très réduite.

Après 400.000 cycles d'usure, la délamination a été constatée à la surface usée des éprouvettes par microscopie à balayage, par analyse chimique et par analyse profilométrique, elle est alors la forme la plus importante de dégradation du matériau.

Pendant la période de délamination, ce n'est plus seulement la structure contenant le plus d'austénite initiale qui résiste le mieux à l'abrasion, mais également la structure type fin de première étape réelle. Cette évolution de comportement entre les deux types de structure provient du fait que la composante fatigue intervient durant la délamination.

L'étude quantitative de la délamination fait apparaître trois relations qui dépendent de la microstructure bainitique :

- Le taux de délamination augmente si la teneur initiale de la phase martensitique est importante.
- La dimension et la répartition des plateaux de délamination des structures bainitiques de début de réaction de première étape permet à l'abrasif d'accroître la dégradation par fragmentation et cisaillement des plateaux.
- Le durcissement sous-jacent à la surface d'usure dont l'ampleur est très différente selon que la structure initiale soit du type "avant ou après" la fin de première étape réelle n'explique pas à lui seul l'évolution des différentes résistances à l'usure.

Ces différentes relations ont permis de mettre l'accent sur l'importance de la structure bainitique initiale intervenant durant la délamination. Nous avons alors étudié le comportement micrographique pouvant initier cette délamination.

Durant la phase de délamination c'est bien la structure de fin de première étape réelle qui est celle qui résiste le mieux à l'usure. La répartition très homogène des valeurs de microdureté en surface et l'importante capacité de déformation plastique de l'agrégat (α) + (γ) contribuent grandement à ces résultats.

On conçoit donc aisément que si on veut encore améliorer la résistance à l'usure abrasive des fontes G.S. bainitiques, la meilleure solution serait d'éviter la création de cellules de solidification ce qui est, à priori, impossible dans le cas de l'obtention d'une fonte G.S.

Il serait toutefois dangereux d'extrapoler toutes ces données à un autre système test d'usure et bien que d'autres expériences confirment la tendance à généraliser nos résultats, il est nécessaire de les valider dans d'autres conditions d'endommagement.

ANNEXE 1

Méthodes de mesures des états topographiques des surfaces

A.1) Définition

La géométrie de surface peut être définie par la hauteur $z(x,y)$ de ses irrégularités. Malgré tout, la rugosité n'est pas une caractéristique intrinsèque de la surface puisqu'elle dépend de l'échelle d'observation. D'une échelle à l'autre les irrégularités géométriques peuvent changer de nature.

En dépit des difficultés d'ordre théorique, la caractérisation des surfaces prend de plus en plus d'importance, à la fois sur les plans microgéométriques et macrogéométriques.

B.1) Principales méthodes de mesure

Il existe des surfaces étalons techniques correspondant à des paramètres d'usinage déterminés (LECLERC 1972), la surface à caractériser est comparée à la vue et à l'ongle. On peut considérer qu'il s'agit là d'une méthode de comparaison VISOTACTILE et la précision atteinte à de quoi surprendre : 20 % d'erreur pour des surfaces présentant des amplitudes de rugosité entre 0,05 et 1 μm (G. SCHLESINGER 1942).

Les méthodes n'utilisant aucun contact avec l'échantillon à analyser sont nombreuses, elles dérivent de tous les moyens optiques ou physiques utilisant l'oeil.

La plus élémentaire est la **cage optique**, on projette l'image d'une fente lumineuse ou incidence de 45° sur la surface et on observe dans la direction de réflexion la vue projetée d'un profil de la surface. Ce procédé convient très bien pour les fortes rugosités (S. UCHIDA et Al; 1979).

D'autres techniques utilisent la **focalisation** ou la **défocalisation** d'un faisceau lumineux sur la surface étudiée. De nombreux exemples reposent sur la méthode de Foucault, utilisant un faisceau de lumière blanche ou monochromatique (Laser) (profilométrie optique). Par balayage de la surface,

on restitue son relief avec des résolutions verticales de 1 nm et horizontales de 1 μm pour les modèles les plus sophistiqués (O. DUPUY 1967, E.G. THWATTE 1977).

L'interférométrie est une technique connue depuis Young (1805), elle utilise l'interaction de deux faisceaux de lumière cohérente subissant des différences de marche l'un par rapport à l'autre. La source est, le plus souvent, une onde monochromatique (laser, ultrason). A l'observation des franges correspondant aux différences de marche, on peut remonter directement aux courbes de niveau de la surface.

L'interférométrie ne convient que pour les surfaces peu rugueuses, sinon l'image devient illisible. Les meilleurs appareillages exhibent des résolutions verticales et horizontales de 1 nm et 1 μm respectivement (B. BHUSHAN et al. 1985).

Relier l'interaction d'une onde électromagnétique et d'une surface à la topographie de cette dernière est un problème ardu (E.L. CHURCH 1979). Cependant, lorsque les deux conditions suivantes sont remplies, il est possible de traiter de manière satisfaisante deux cas limites (P. BECKMANN 1963), celui de la surface "rugueuse" et celui de la surface "lisse",

$$(2\pi a/\lambda)^2 \ll 1$$

a : amplitude verticale de la rugosité

λ : longueur d'onde de la radiation incidente.

Par cette méthode (optique physique) on peut accéder à la distribution des pentes (T. KARPINSKY et al 1977).

Certaines techniques reposent sur l'analyse des clichés de diffusion et donnent des informations sur la rugosité moyenne et la fonction d'intercorrélation de la surface (R. BRUDMANN 1984, P.M. LONARDO 1978, B.J. PERNICK 1985).

Le **MEB** (Microscope électronique à balayage) combiné à la photogrammétrie est source d'informations précieuses sur le relief.

Le **rugosimètre** ou palpeur mécanique est le plus utilisé en particulier grâce à sa robustesse et à sa fiabilité. Les palpeurs tactiles du commerce

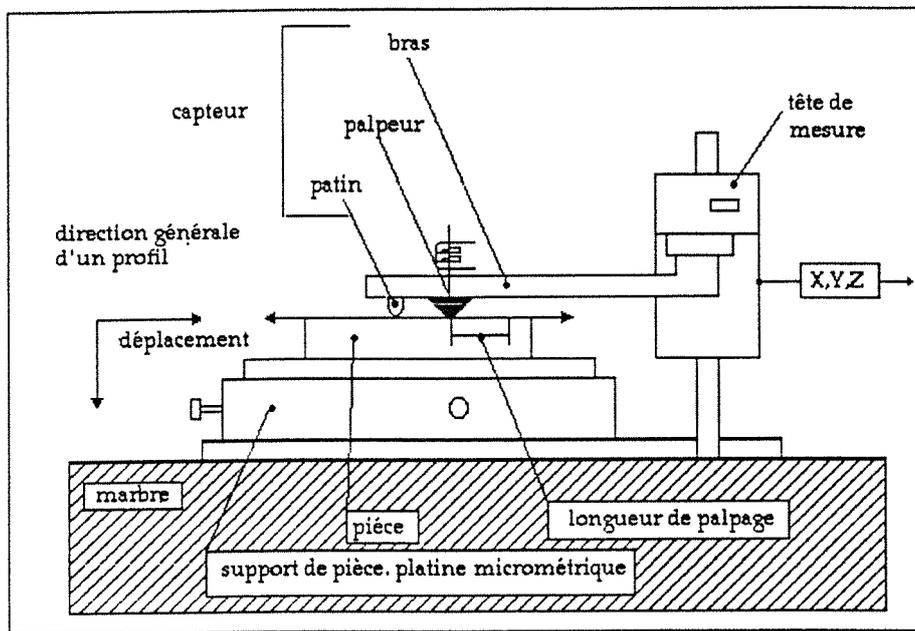


Figure A.1.1
Schéma du profilomètre 3D

Le dispositif permettant de visualiser et de traiter les profils de surface est décrit figure A.1.2.

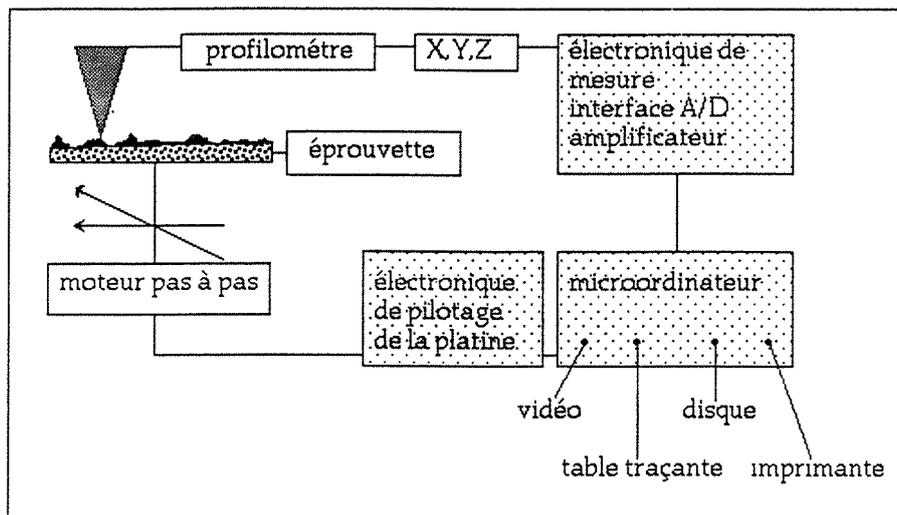


Figure A.1.2
Schéma du dispositif général de rugosimétrie 3D.

utilisent généralement une pointe en diamant de 2 μm de rayon reliée à un capteur de type inductif. Dans le meilleur des cas la résolution optimale est de 1 nm en altitude et 0,5 μm dans le plan horizontal. Certains constructeurs ont développé un système d'acquisition et de traitement de données autour d'un microordinateur compatible possédant une carte haute définition (640 x 350 en 16 couleurs) dans ce cas, il est appelé (M.M.B) ou **Microscope Mécanique à Balayage**.

A ce titre, il est curieux de remarquer que le Musée de l'imprimerie de Lyon présente un ancêtre de ce rugosimètre qui date de 1806 (procédé "Achille Colas" destiné à la reproduction d'objets à bas relief).

D'autres procédés sont encore possibles tels que la **jauge pneumatique**, les **moirés**, les **mesures de capacitance** (J.N. BRECKER et al. 1977) et **résistances électriques**, etc...

Il serait inutile de vouloir dresser ici une liste exhaustive de tous les procédés permettant de "lire" ou de traduire la topographie de surface, il est simplement intéressant de noter que la multiplicité des méthodes existantes témoignent que la rugosité affecte un grand nombre des propriétés de surface.

C.1) Rugosimètre utilisé

Le rugosimètre utilisé au laboratoire LSGS de l'E.M.N. repose sur le palpement mécanique de la surface par déplacement à vitesse constante dans le plan x, y défini initialement.

Un moteur pas à pas commande le mouvement relatif palpeur-échantillon suivant deux directions perpendiculaires x,y mais aussi en rotation.

Le balayage de la surface permet de décrire les rugosités aussi bien dans les directions de son plan moyen que dans la direction normale à celui-ci. Ainsi, ce rugosimètre est dit tridimensionnel et les principaux composants sont décrits **figure A.1.1**.

Le mouvement relatif du palpeur est traduit en signal électrique par un convertisseur inductif ou piezoélectrique puis amplifié, il permet de visualiser le profil.

Le stylet est une pointe diamant conique d'angle au sommet de 90° dont l'extrémité arrondie présente un rayon de courbure de $2,5 \mu\text{m}$.

La dimension et la forme du sommet du palpeur doit être déterminée en fonction de la finesse de la rugosité. La tête du capteur n'est pas un point mathématique mais au contraire peut être considéré comme une sphère. Il est donc logique d'utiliser une pointe la plus fine possible. V. RADHAKRISHNAN 1977, a montré que pour une grande gamme de surfaces techniques, l'écart sur le calcul du R_a ne dépasse pas 10 % si on prend une pointe de rayon $2,5 \mu\text{m}$ au lieu de $10 \mu\text{m}$.

La distorsion du profil obtenu est schématisée figure A.1.3.

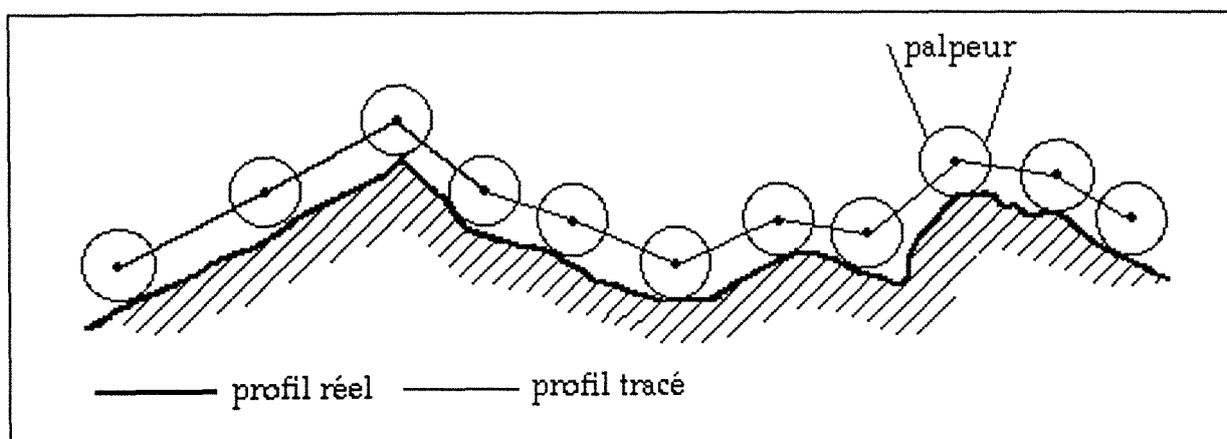


Figure A.1.3

Schéma de la distorsion du profil dû à la dimension du palpeur.

La faible pression exercée sur le palpeur (qq mN) empêche dans la plupart des cas toute déformation du substrat de surface, néanmoins lorsque le matériau à analyser est peu consistant (plomb, polymères etc...) il faut éviter cette technique.

L'ensemble des opérations telles que commande, acquisition et traitement de données est assuré par un micro-ordinateur. Le signal délivré par le capteur est échantillonné à intervalles réguliers (fonction du

grandissement et du nombre de pas par exemple), puis traduit en données binaires assimilables par l'ordinateur. Lorsque l'acquisition est terminée, l'image numérique est stockée et prête à tous les traitements imaginables : représentation et calculs statistiques.

La technique de relocalisation est utile pour suivre l'évolution de profils suite à des opérations mécaniques successives.

Pour des raisons de commodité, les profils obtenus sont nettement plus amplifiés suivant l'axe vertical que suivant l'axe horizontal, ainsi les pics apparaissent plus pointus et les vallées plus fermées (figure A.1.4).

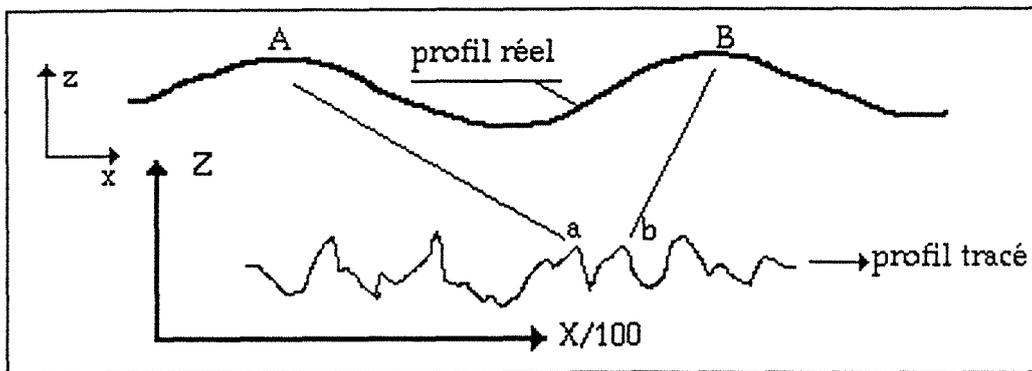


Figure A.1.4

Représentation de l'allure du profil tracé.

ANNEXE 2

Caractérisation statistique de la topographie de surface

Le traitement statistique a pour objet de recueillir des observations portant sur un ensemble de phénomènes comparables, de les traduire au moyen de nombres, de coordonner ces résultats de façon à dégager de leur ensemble certains renseignements.

Dans le cadre de la profilométrie où il y a accumulation de mesures (position x , y , z du stylet), le traitement statistique devient nécessaire pour rendre maniable les données brutes, en vue de leur utilisation ultérieure.

L'effectif de la population concernée (nombre de pics identifiables avec le stylet utilisé) est très grand, ce qui nous a conduit, afin de faciliter l'investigation, à extraire de cette population, un échantillon d'effectif plus faible mais représentatif.

Il est également possible de déterminer la longueur du pas, le temps d'acquisition, le nombre de pas, le nombre de lignes et la surface du masque d'analyse, afin de constituer un échantillon représentatif et d'effectif suffisant.

Il faut noter la difficulté d'obtenir un échantillon toujours représentatif, notamment lorsque la nature de la surface varie d'une caractérisation à l'autre (variation en cours d'usure).

Si toutefois les conditions de la caractérisation statistique de la surface sont remplies, les coordonnées z ou hauteur sont considérées comme une variable aléatoire, la totalité de ces valeurs suit une distribution statistique dont les différents paramètres (position, forme et dispersion) sont caractéristiques de l'ensemble.

Une surface homogène est composée de motifs arrangés entre eux selon le mode d'élaboration et la nature du matériau et ils constituent alors la structure tridimensionnelle de la surface.

Une caractérisation complète nécessitera donc une analyse des éléments dans le sens vertical et dans le sens horizontal des profils issus de la profilométrie.

A.2) Caractérisation statistique de l'étalement vertical d'un profil

La ligne de calcul ou ligne de référence est définie comme étant une parallèle à la droite des moindres carrés dans la direction générale du profil, telle que l'aire "pleine" A1, au dessus de cette ligne soit égale à l'aire "A2" en dessous de celle-ci (figure A.2.1).

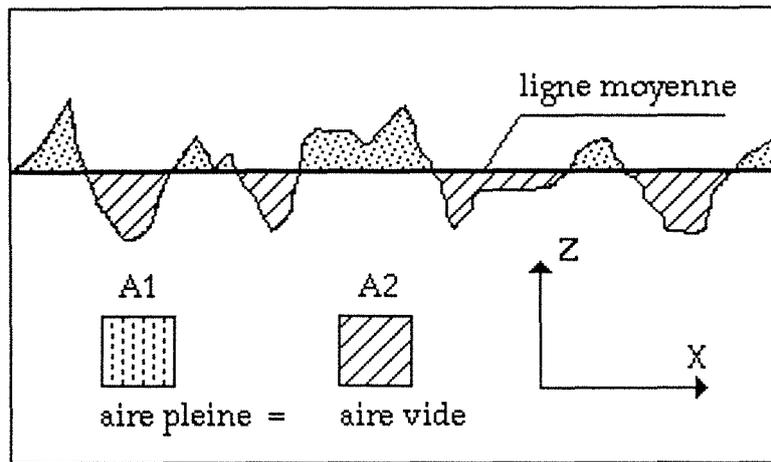


Figure A.2.1

Ligne moyenne définie lorsque $A1 = A2$.

Lorsque la longueur L , du profil est suffisamment grande, la probabilité de trouver un point du profil compris entre les hauteurs h et $h + \Delta h$ s'écrit :

$$\text{Prob} [h < h_i < h + \Delta h] = \lim_{L \rightarrow \infty} \frac{l_h}{L} = f(h)$$

l_h correspond à la longueur du profil traversé par une droite parallèle à la ligne de référence et dont l'ordonnée est comprise entre h et $h + \Delta h$.

l_h est appelée fonction de densité de probabilité.

L'altitude moyenne : \bar{z} est l'espérance mathématique de z ,

$$\bar{z} = \int_{-\infty}^{+\infty} z.P(z) dz.$$

$P(z) = \frac{n(z)}{N}$; $n(z)$ = nombre de points X , dont l'ordonnée $z(x)$ est comprise entre h et $h + \Delta h$, N = nombre total de points. Par définition de la ligne moyenne, $z = 0$.

L'espérance mathématique de $|z-\bar{z}|$ est la rugosité moyenne ou R_a ,

$$R_a = \int_{-\infty}^{+\infty} |z-\bar{z}| \cdot p(z) dz.$$

Ce paramètre est très employé en rugosimétrie de surface, mais se révèle très insuffisant pour décrire les morphologies de surface (ondes triangulaires de fréquences différentes).

La moyenne quadratique des écarts se nomme R.M.S. (Root Mean Square). Elle représente l'écart type du profil par rapport à la ligne moyenne et elle définit la dispersion à partir du moment centré d'ordre 2 (variance)

$$M_2, \quad \sigma = \sqrt{M_2} = \sqrt{\int_{-\infty}^{+\infty} (z-\bar{z})^2 p(z) dz.}$$

Il est possible de déterminer les différents types de distributions statistiques en utilisant les valeurs des moments définis de la façon suivante :

- M_3/σ^3 est le coefficient de FISHER nommé également Skewness (SK).

$$Sk = \frac{1}{\sigma^3} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} (z-\bar{z})^3 \cdot p(z) dz.$$

Ce coefficient permet de chiffrer la dissymétrie d'une distribution (figure A.2.2).

- M_4/σ^4 est le coefficient de PEARSON nommé également KURTOSIS (Ek).

$$Ek = \frac{1}{\sigma^4} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} (z-\bar{z})^4 \cdot p(z) dz.$$

Ek caractérise l'étalement ou encore l'élanement de la distribution par rapport à la courbe de GAUSS (figure A.2.2).

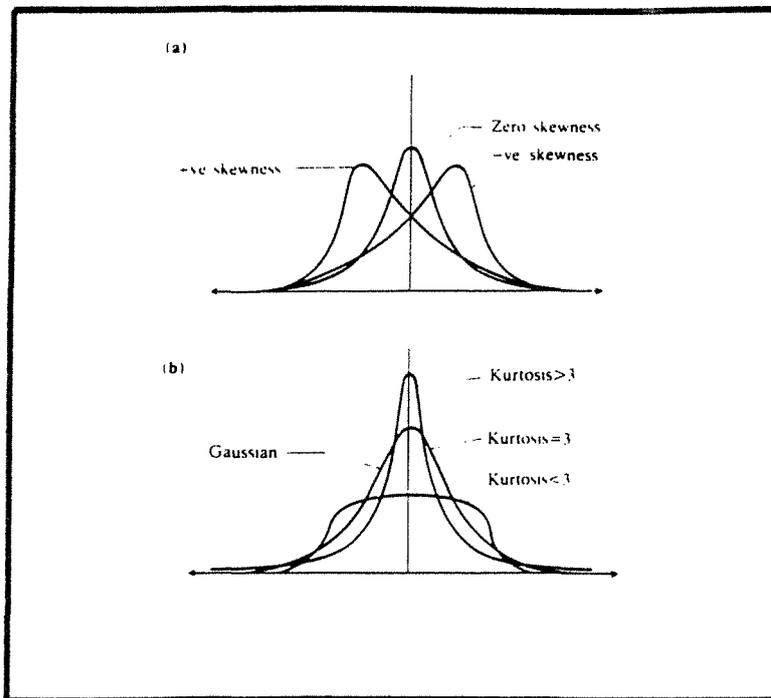


Figure A.2.2

Allure des courbes de densité de répartition ou fonction de distribution des hauteurs pour différentes valeurs de S_k et E_k /T.R. THOMAS 1982/.

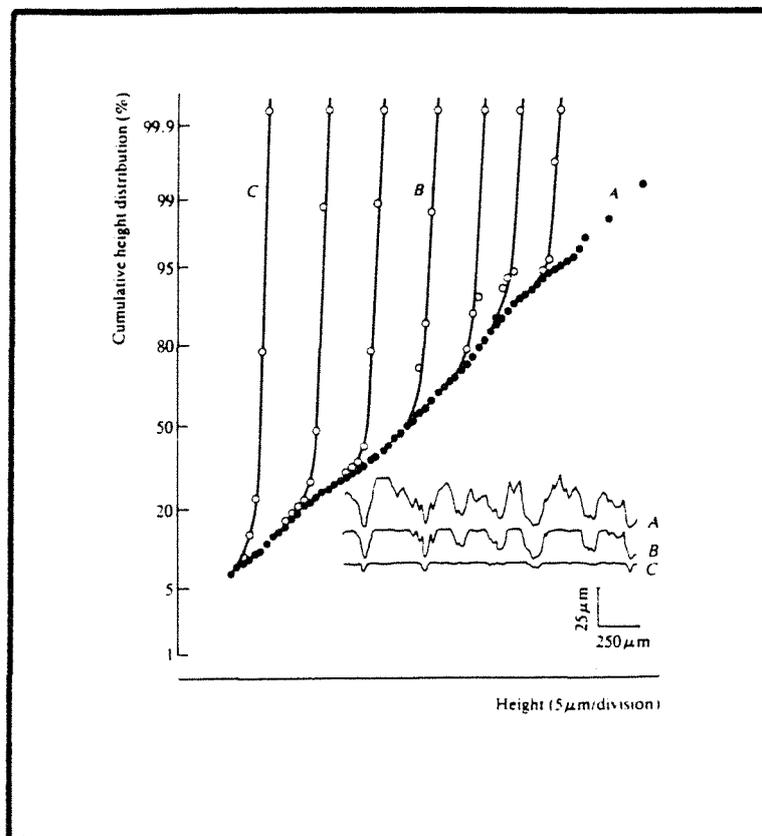


Figure A.2.3

Evolution de la courbe d'Abbott lors d'un écrasement d'aspérités /T.R. THOMAS 1982/.

Suivant les valeurs des coefficients de FISHER et de PEARSON, toutes les distributions peuvent être classées. On désigne habituellement trois types de distribution, en cloche, en J et en U. D'un point de vue quantitatif si $S_k = 0$ et $E_k = 3$ la distribution est Gaussienne (68 % des valeurs comprises entre $\pm \sigma$). Si S_k est inférieur à 0, le profil est "plein", et la majorité des points se situe dans la partie supérieure du profil, inversement si $S_k > 0$, le profil est "creux" et les points sont concentrés dans la partie inférieure du profil (figure A.2.2).

En ce qui concerne l'étalement, lorsque $E_k > 0$, la distribution est plus "étroite" et lorsque $E_k < 0$, elle est plus "étendue" que la distribution gaussienne.

La courbe d'Abbott renseigne sur la déformation ou sur l'usure des aspérités de surface (figure A.2.3), son interprétation physique est plus significative et on lui donne également le nom de courbe de portance. La courbe d'ABBOTT où $P(H) = \frac{\sum L_i}{L}$ indique le pourcentage de longueur "portante" correspondant à une coupe fictive du profil à un niveau H. Elle renseigne sur la forme du profil, sur sa symétrie mais aussi de l'importance respective des vallées et des plateaux. La robustesse ou la fragilité d'un profil ou d'une série de profils peuvent ainsi être estimées.

Toujours dans le but de vouloir juger de l'ampleur des variations des profils de chaque côté de la ligne moyenne, les paramètres R_p et R_v définis

par $R_p = \frac{1}{L} \int_0^L y(x) dx$ et $R_v = \frac{1}{L} \int_0^L y'(x) dx$ prenant pour origine la ligne supérieure ou la ligne inférieure présentent l'inconvénient de dépendre d'un défaut accidentel de la rugosité. Ainsi, il est préférable de retenir les critères R_{pm} et R_{vm} calculés à partir de R_p et de R_v sur cinq longueurs de base de la distance totale analysée.

Les expressions de R_{mp} et de R_{vm} sont alors les suivantes :

$$- R_{pm} = \frac{1}{5} \cdot \sum_{i=1}^5 R_{pi}$$

$$- R_{vm} = \frac{1}{5} \cdot \sum_{i=1}^5 R_{vi}$$

Le rapport entre R_{vm} et R_{pm} permet de chiffrer l'assymétrie du profil.



institut
national
polytechnique
de lorraine

Le Président,

AUTORISATION DE SOUTENANCE DU DIPLOME DE THESE
DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

—=0=—

Vu le rapport établi par : Monsieur le Professeur SCHISSLER, EMN/INPL.

Le Président de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE,

autorise : Monsieur BRENOT Pascal

à soutenir devant l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE un diplôme de thèse intitulé :

"Etude de la résistance à l'usure abrasive à 20°C, de la fonte G-S bainitique non alliée de type A-D-I"

en vue de l'obtention du diplôme de thèse de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE,

Spécialité : "SCIENCES & GENIE DES MATERIAUX"

Fait à Vandœuvre, le 28 Octobre 1991

Le Président de l'I.N.P.L.

M. GANTOIS



2, avenue de la Forêt-de-Haye - Vandœuvre

B.P. 3 - 54501 Vandœuvre Cedex - Téléphone 83.57.48.48 (lignes groupées)