Ministère de l'enseignement Supérieur et de la recherche Scientifique وزارة التعليم العالى والبحت العلمي

Badji Mokhtar Annaba University Université Badji Mokhtar – Annaba Faculté des Sciences de l'Ingéniorat Département Métallurgie et Science des Matériaux



جدد جوي كلية علوم الهندسة قسر التعدين و علوم المواد

Thèse

Présentée pour obtenir le diplôme de

Doctorat

Spécialité: Fonderie

: Métallurgie Filière

Par:

AYADI Souad

Thème:

COMPORTEMENT A L'USURE ET TRIBOLOGIQUE DES ACIERS AU MANGANESE SOUS L'EFFET DES ELEMENTS D'ALLIAGE ET DES TRAITEMENTS **THERMIQUES**

Thèse soutenue le 20/01/2021 devant le jury composé de :

N°	Nom et prénom	Grade	Etablissement	Qualité
01	HADJI Ali	Prof.	U. Annaba	Directeur de thèse
02	MAOUCHE Hichem	A.R.	CRTI	Co-directeur de thèse
03	TOUHAMI M.Z	Prof.	U. Annaba	Président
04	MECHACHTI Saïd	Prof.	U. Annaba	Examinateur
05	BENSABRA Hakim	MCA	U. Jijel	Examinateur

Remerciements

J'adresse en premier lieu mes plus profonds remerciements à mon directeur de thèse, Professeur HADJI Ali, d'avoir dirigé ce travail de thèse et de m'avoir fait bénéficier de son savoir. Merci infiniment de m'avoir fait confiance, soutenu et guidé tout au long de ces quatre années. Je lui exprime mes sincères remerciements pour sa disponibilité et ses précieux conseils.

Je tiens à remercier Pr. M.Z. TOUHAMI pour l'honneur qu'il me fait en acceptant d'être le président du jury de cette thèse.

J'adresse mes remerciements à Messieurs, MECHACHTI Saïd et BENSABRA Hakim pour m'avoir fait le plaisir d'examiner mon travail.

J'exprime ma reconnaissance et mon profond respect envers Monsieur HAKAN Kaleli, Professeur à l'Université de Yildiz-Turquie, pour m'avoir accueilli dans son laboratoire où j'ai réalisé plusieurs essais tribologiques, ainsi que son doctorant DEMIRTAS Selman pour leur aide.

Je tiens à remercier Monsieur ALLAOUI Omar, Professeur à l'Université de AMAR Telidji Laghouat, qui m'a accueilli plusieurs fois au niveau de son laboratoire pour les caractérisations MEB.

Je tiens particulièrement à adresser un grand merci à toute l'équipe du laboratoire de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines et Métallurgie qui m'ont potentiellement aidé pour la réalisation des essais de tribologie, des traitements thermiques, des mesures de dureté et des caractérisations MEB.

Enfin, je tiens à m'excuser auprès de tous ceux et celles qui ont contribué directement ou indirectement à l'aboutissement de ce travail, mais qui, faute de place, ne sont pas cités ici. Qu'ils sachent que je leur adresse toute ma gratitude.

Résumé

Les aciers au manganèse font partie des matériaux les plus recommandés pour la fabrication des pièces résistantes à l''usure. Ils sont largement utilisés dans les domaines miniers, cimentiers, dans les carrières ainsi que dans d'autres secteurs dominés par l'usure. A l'état brut de coulée, ces derniers ont une matrice austénitique dans laquelle se trouvent des carbures secondaires. L'ajout des éléments carburigènes à ces derniers conduit à la formation de réseaux des carbures secondaires au tour des grains austénitiques, ce qui améliore la dureté de l'acier mais fini par le fragiliser. La dissociation de ces carbures nécessite des traitements thermiques complexes et parfois difficilement applicables.

L'objectif de ce travail est basé sur l'étude de la formation de la microstructure, de l'amélioration de la dureté et du comportement tribologique des aciers au manganèse sous l'effet de la variation des teneurs en carbone et en manganèse, des éléments d'alliage et des traitements thermiques. Le changement microstructural est considéré comme l'axe principal de cette étude.

Deux familles ont été étudiées dont l'une appartient à l'acier Hadfield et l'autre à un acier au manganèse. Les échantillons ont été élaborés dans un environnement industriel. Les éléments d'alliage (Cr, Ni, Mo, Nb et V) ont été finement broyés et ajouté dans une louche préalablement chauffée. Deux traitements thermiques ont été appliqués, l'un à 1050°C et l'autre à 1100°C, suivis d'une trempe à l'eau. La caractérisation microstructurale a été effectuée en se basant sur la microscopie optique et électronique à balayage et la diffraction des rayons X. La dureté et le comportement tribologique ont été aussi utilisés pour caractériser ces aciers. Les résultats obtenus ont montré qu'à l'état brut de coulée, les éléments ajoutés ont favorisé la formation des carbures simples ou complexes inter et intragranulaires. A l'état traité, les microstructures des aciers considérés sont composées de martensite, d'austénite résiduelle et de précipités. L'ajout des éléments d'alliage et l'élévation de la température du traitement thermique ont conduit à une augmentation du taux de martensite. La formation des carbures secondaires et l'augmentation de la quantité de la martensite ont conduit à l'amélioration de la dureté et de la résistance à l'usure des aciers considérés. La haute dureté et le meilleur comportement à l'usure sont obtenus pour l'acier au manganèse contenant une faible teneur en carbone avec des additions de Cr+Mo+Nb.

Mots clés : Acier au manganèse, éléments d'addition, microstructure, traitements thermiques, usure.

Abstract

Manganese steel is one of the ideal materials for impact and wear applications. It is widely used in impact hammers, grinding mill liners, crusher jaws and rail road crossings. In the as-cast state, the microstructure of this steel consists of an austenitic matrix and secondary carbides precipitated at the grain boundaries. Addition of carbies-forming elements leads to the formation of networks of carbides around the austenitic grains, which improves the hardness of the steel. Dissociation of these carbides requires complex heat treatments which are sometimes difficult to apply.

The aim of this work is based on the study of the microstructure, hardness improvement and tribological behavior of manganese steel under the effect the variation of carbon and manganese contents, addition elements and heat treatments. Microstructural changes are considered as the principal axe of this study.

Two grades have been studied, one of which is Hadfield steel and the other is manganese steel. The specimens are elaborated in an industrial environment. Addition elements (Cr, Ni, Mo, Nb and V) were finely crushed and added to the melted steel in a well heated ladle. The obtained steels were subjected to two heat treatments, one at 1050°C and the other at 1100°C followed by water quenching. The microstructures were characterized by optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM) equipped with an energy dispersive spectrometer (EDS). Rockwell C hardness (HRC) and Vickers microhardness were also measured. Wear behavior in dry conditions was investigated under a load of 300 N using pin-on-disc method. Tribological behavior in boundary lubricated conditions under a load of 60 N at high temperature (100°C) was studied using a custom-made reciprocating tribometer by measuring the mass loss and the friction coefficient. 5W-40 engine oil was used as lubricant. AFM analysis and roughness 2D and 3D of the tested samples were measured. The obtained results showed that in the as-cast state, the added elements favored the formation of simple or complex inter and intragranular carbides. In the heat-treated state, the microstructure of the examined steels consists of retained austenite, martensite and precipitates. Addition of chemical elements and increasing of heat treatment temperature increase the rate of the formed martensite. Formation of secondary carbides and increasing of martensite amount led to the improvement of hardness and wear resistance. Manganese steel containing low carbon content and alloyed with Cr + Mo + Nb has the high hardness and the high wear behavior.

Keywords: Manganese steel, addition elements, microstructure, heat treatments, wear.

Table des matières

Introduction générale	1
Chapitre I : Recherche bibliographique	4
I.1. Généralités sur les aciers	5
I.2. Aciers au manganèse	5
I.2.1. Composition chimique	6
I.2.2. Solidification	9
I.2.3. Caractéristiques mécaniques des aciers au manganèse	10
I.3. Effet des éléments sur la microstructure et les propriétés mécaniques des acid	ers au
manganèse	16
I.3.1. Effet du chrome	16
I.3.2. Effet du molybdène	18
I.3.3. Effet du niobium	21
I.3.4. Effet du vanadium	22
I.3.5. Effet du nickel.	26
I.4. Durcissements des aciers au manganèse	26
I.4.1. Durcissement sous l'effet éléments d'alliage	26
I.4.2. Durcissement par traitements thermiques	28
I.4.3. Durcissement par écrouissage	32
Chapitre II : Matériaux et techniques expérimentales	35
II.1. Introduction	36
II.2. Matériaux	37
II.3. Elaboration des échantillons	37
II.4. Traitements thermiques	40
II.5. Préparation métallographique	41
II.6. Observation microstructurale	41
II.6.1. Microscopie optique	41
II.6.2. Microscopie électronique à balayage	41
II.7. Diffraction des rayons X	42
II.8. Dureté et microdureté	42
II.9. Comportement tribologique	42
II.9.1. Usure abrasive	42
II.9.2. Tribologie	43
II.9.2.1. Essai tribologique à température ambiante sous de faibles charges	s43
II.9.2.2. Essai tribologique à chaud sous des charges élevées	44
Chapitre III : Résultats et discussions	45
III.1. Introduction	46
III.2. Effet du carbone et du manganèse.	46
III.2.1. Analyse microstructurale	
III.2.2. Dureté et microdureté	
III.2.3. Comportement tribologique.	
III.2.4. Conclusion.	
III.3. Aciers au manganèse	60

Table des matières

III.3.1. Effet combiné du chrome, du molybdène et du niobium	60
III.3.1.1. Analyse microstructurale	60
III.3.1.2. Dureté et microdureté	69
III.3.1.3. Comportement tribologique	72
III.3.2. Effet combiné du chrome et du niobium	91
III.3.2.1. Analyse microstructurale	91
III.3.2.2. Dureté et microdureté	94
III.3.2.3. Comportement tribologique	96
III.3.3. Effet combiné du nickel, du niobium et du vanadium	103
III.3.3.1. Analyse microstructurale	104
III.3.3.2. Dureté et microdureté	108
III.3.3.3. Comportement tribologique	110
III.3.4. Conclusion.	127
III.4. Aciers Hadfield	129
III.4.1. Effet du chrome + nickel	129
III.4.1.1. Analyse microstructurale	129
III.4.1.2. Dureté et microdureté	138
III.4.1.3. Comportement tribologique	140
III.4.2. Effet combiné du chrome, du nickel et du niobium	148
III.4.2.1. Analyse microstructurale	148
III.4.2.2. Dureté et microdureté	155
III.4.2.3. Comportement tribologique	157
III.4.3. Conclusion.	166
Conclusion générale	171
Perspectives	174
Annexe	175
Références bibliographiques	182

Figure I.1. Utilisation de l'acier Hadfield dans les chemins de fer [28]	
Figure I.2. Micrographies optiques d'un acier hypereutectoïdes, a : 1.15%C, b : 1.61%C [31]	7
Figure I.3. Diagramme de phase ternaire Fe-Mn-C avec différentes teneurs en manganèse, 2.5%, 4.5% et 13%	
[32]	
Figure I.4. Variation of Ms temperature with carbon and manganese contents	
Figure I.5. C-Fe-Mn isothermal section at 1000°C (a), at 800°C (b) and at 600°C (c)	
Figure I.6. Micrographie optique d'un acier au manganèse à l'état brut de coulée [33]	
Figure I. 7. Variation de l'allongement d'un acier à 13%Mn en fonction de la teneur en carbone [50]	
Figure I.8. Variation de la ductilité en fonction de la teneur en manganèse d'un acier à 1.5%C [56]	
Figure I.9. Variation of friction coefficient under different loads.	
Figure I.10. Microstructures de l'acier considéré. a : avant la déformation, b : après la déformation [68]	
Figure I.11. Microhardness gradient profile of the in-service hardened layer.	
Figure I.12. Microstructure de l'acier au manganèse à 1.4% Cr [33]	
Figure I.13. Effet du chrome sur la taille des grains d'un acier au manganèse. a: à 0.03%Cr, b : à1.91%Cr et c	
2.53%Cr [78]	
Figure I.14. Microstructure de l'acier GX120MnCr18-2 après traitement thermique [79]	
Figure I.15. Micrographie MEB des échantillons étudiés [8]	
Figure I.16. Wear resistance and hardness as a function of amount of molybdenum.	
Figure 1.17. Microstructure des aciers étudiés après trempe à l'eau.	
Figure I. 18. Précipité dans l'acier contenant du Nb (a), Spectre d'énergie du précipité (b) [89]	
Figure I.19. Scanning electron microscope (SEM) micrograph of high-vanadium austenitic manganese steel	23
materials in the as-cast condition: (a) branch-like VC distribution (HV-AMS-1alloy), (b) chrysanthemum-like	
VC distribution (HV-AMS-2 alloy), (c) homogenous VC distribution (HV-AMS-3 alloy) and (d) star-like VC	
distribution (HV-AMS-4 alloy).	25
Figure I.20. Propriétés des aciers étudiés avant et après traitements thermiques. a: dureté Vickers, b : microdure	
Vickers, c : masse perdue et résistance à l'usure, d : ténacité [93]	26
Figure I.21. Microstructures des aciers étudiés à l'état brut de coulée attaqués au Nital. a : L160G10V6, b :	20
L240G13V7, c : L260G13V9 [94]	27
Figure I.22. Perte de poids en fonction du temps des aciers L120G13 et L160G10V6 [94]	27
Figure I.23. Compositions et structures des carbures interstitiels [117]	
Figure I.24. Variation of Ms temperature with carbon and manganese content.	31
Figure I.25. Diagramme de phase métastable du système Fe-Mn-C (a) et températures de début de formation d	es
phases martensitiques (b) [129]	
Figure I.26. Microstructure of X120Mn12 alloy after water quenching (optical microscopy).	
Figure I.27. The schematic showing heat treatment processes for different specimens.	
Figure I.28. Micrographie MEB et analyses EDS de l'acier au manganèse étudie [136]	34
Figure I.29. The optical microscope images of the surface microstructure of (a) control sample and deformed	26
samples with the RTRs of (b) 9.5%, (c) 28.5% and (d) 42.5%.	
Figure II.1. Elaboration des échantillons	
Figure II.2. Cycles des deux traitements thermiques appliqués	
Figure II.3. Schéma du dispositif utilisé pour l'essai d'usure	
Figure II.4. Tribomètre à mouvement alternatif utilisé	
Figure III.1. Micrographies optiques des aciers B1 (a) et B2 (b) à l'état brut de coulée	
Figure III.2. Micrographies MEB des aciers B1 (a) et B2 (b) à l'état brut de coulée	
Figure III.3. Micrographie MEB et analyse EDS de l'acier B1. 1 : austénite, 2 : (Fe,Mn)3C et (Fe,Mn,Cr)3C	
Figure III.4. Diffractogrammes des rayons X des aciers B1 et B2 à l'état brut de coulée. A : austénite	52
Figure III.5. Micrographies optiques à l'état traité thermiquement. B1 à 1050°C (a), B2 à 1050°C (b), B1 à	
1100°C (c), B2 1100°C (d)	
Figure III.6. Micrographie MEB de l'acier B1 traité à 1050°C	
Figure III.7. Diffractogrammes des rayons X des aciers B1 et B2 à l'état traité. A :austénite et M : martensite	
Figure III.8. Duretés HRC des aciers B1 et B2	
Figure III.9. Microduretés de la martensite et de l'austénite résiduelle des aciers B1 et B2 à l'état traité	
Figure III.10. Pertes de masse des aciers B1 et B2	
Figure III.11. Coefficients de frottement des aciers B1 (a) et B2 (b) à l'état brut de coulée et à l'état traité : B1	
et B2 (d) à 1050°C et B1 (e) et B2 (f) à 1100°C	
Figure III.12. Micrographies optiques à l'état brut de coulée des aciers B2 (a) et A1 (b)	
Figure III.13. Micrographie MEB de l'acier A1 à l'état brut de coulée	65

Figure III.14. Micrographie MEB et analyse EDS de la cémentite alliée au manganèse et au chrome formée d	
l'acier A1Figure III.15. Micrographie MEB des carbures formés dans l'acier A1 à l'état brut de coulée	66
Figure III.15. Micrographie MEB des carbures formes dans l'acter A1 à 1 état brut de coulée Figure III.16. Micrographie MEB et analyse EDS de la cémentite alliée au manganèse et au niobium formée	
'acier A1 à l'état brut de coulée	
Figure III.17. Micrographie MEB et analyse EDS du carbure de niobium formé dans l'acier A1 à l'état brut de coulée	de
Figure III.18. Micrographie MEB et analyse EDS de la cémentite alliée au manganèse, chrome et molybdène	
formée dans l'acier A1 à l'état brut de coulée	
Figure III.19. Micrographie MEB et analyse EDS de la cémentite alliée au manganèse, chrome et molybdène formée dans l'acier A1 à l'état brut de coulée	e
Figure III.20. Micrographies optiques à l'état traité thermiquement. B2 à 1050°C (a), A1 à 1050°C (b), B2 à	07
1100°C (c) et A1 à 1100°C (d)	
Figure III.21. Micrographies MEB de l'acier A1 traité à 1050°C (a) et traité à 1100°C (b)	
Figure III.22. Diffractogrammes des aciers B2 et A1 à l'état traité. A : austénite et M : martensite	
Figure III.23. Duretés HRC des aciers B2 et A1	
Figure III. 24. Microduretés de la martensite et de l'austénite résiduelle des aciers B2 et A1 à l'état traité	
Figure III.25. Pertes de masse des aciers B2 et A1 à l'état brut de coulée et traité	
Figure III.26. Coefficients de frottement des aciers B2 (a) et A1 (b) à l'état brut de coulée et à l'état traité : B	
(c) et A1 (d) à 1050°C et B2 (e) et A1 (f) à 1100°C	
Figure III.27. Pistes d'usure des aciers B2 et A1 traités à 1100°C. a : acier B2 (03N), b : acier B2 (06N), c : a	
B2 (10N), d : acier A1 (03N), e : acier A1 (06N), f : acier A1 (10N)	
Figure III.28. Micrographie MEB et analyse EDS de la surface du segment avant le test	81
Figure III.29. Caractéristiques du segment avant les tests de tribologie. a: micrographie optique 2D, b : micrographie optique 3D, c et d : valeurs de rugosité obtenues	02
Figure III.30. Coefficient de frottement des aciers B2 et A1 à l'état traité, usure à sec	
Figure III.31. Coefficients de frottement des aciers B2 et A1 après lubrification	
Figure III.32. Pertes de masse des deux aciers B2 et A2 après lubrification	
Figure III.33. Micrographies optiques 2D (a) et 3D (b) et rugosités Ra et Sa (c) de l'échantillon B2 traité à	05
1050°C après le test tribologique à l'état lubrifié.	86
Figure III.34. Micrographies optiques 2D (a) et 3D (b) et rugosités Ra et Sa (c) de l'échantillon B2 traité à	
1100°C après le test tribologique à l'état lubrifié	87
Figure III.35. Micrographies optiques 2D (a) et 3D (b) et rugosités Ra et Sa (c) de l'échantillon A1 traité à	
1050°C après le test tribologique à l'état lubrifié	88
Figure III.36. Micrographies optiques 2D (a) et 3D (b) et rugosités Ra et Sa (c) de l'échantillon A1 traité à	
1100°C après le test tribologique à l'état lubrifié	
Figure III.37. Micrographie optique de l'acier A1 traité à 1100°C après lubrification	
Figure III.38. Analyse AFM de l'acier A1 traité à 1100°C après lubrification	
Figure III.39. Analyse AFM de l'acier A1 traité à 1100°C attaqué chimiquement	91
Figure III.40. Micrographie MEB et analyse EDS de l'acier B2 traité à 1050°C après le test tribologique à l'é	etat
lubrifiéFigure III.41. Micrographie MEB et analyse EDS de l'acier A1 traité à 1100°C après le test tribologique à l'e	
lubrifié	
Figure III.42. Micrographie MEB et analyse EDS de l'acier A1 traité à 1050°C après le test tribologique à l'é	
lubrifié	
Figure III.43. Micrographies optiques à l'état brut de coulée des aciers B2 (a) et A2 (b)	
Figure III.44. Micrographies MEB de l'acier A2 à l'état brut de coulée	
Figure III.45. Micrographies optiques à l'état traité thermiquement. B2 à 1050°C (a), A2 à 1050°C (b), B2 a	à
1100°C (c) et A2 à 1100°C (d)	
Figure III.46. Diffractogrammes des rayons X des aciers B2 et A2 à l'état traité.	97
Figure III.47. Duretés HRC des aciers B2 et A2	
Figure III.48. Microduretés de la martensite et de l'austénite résiduelle des aciers B2 et A2 à l'état traité	
Figure III.49. Pertes de masse des aciers B2 et A2 à l'état brut de coulée et traité	
Figure III.50. Coefficients de frottement des aciers B2 (a) et A2 (b) à l'état brut de coulée et à l'état traité : B	
(c) et A2 (d) à 1050°C et B2 (e) et A2 (f) à 1100°C	
Figure III.51. Coefficient de frottement de l'acier A2 traité à 1100°C sous une charge de 60N à l'état lubrifié 100°C	
Figure III.52. Micrographies optiques 2D (a) et 3D (b) et rugosités Ra et Sa (c) de l'échantillon A2 traité à	
1100°C avant le test tribologique	. 104

Figure III.53. Micrographies optiques 2D (a) et 3D (b) et rugosités Ra et Sa (c) de l'échantillon A2 traité à	
1100°C après le test tribologique à l'état lubrifié	105
Figure III.54. Surface de la bille après le test tribologique contre l'échantillon A2 traité à 1100°C	106
Figure III.55. Micrographies optiques à l'état brut de coulée des aciers B2 (a) et A3 (b)	107
Figure III.56. Micrographies optiques de l'acier A3 à l'état brut de coulée	108
Figure III.57. Micrographies MEB et analyses EDS de l'acier A3	109
Figure III.58. Micrographies optiques à l'état traité thermiquement. B2 à 1050°C (a), A3 à 1050°C (b), B2	à
1100°C (c) et A3 à 1100°C (d)	
Figure III.59. Diffractogrammes des rayons X des aciers B2 et A3 à l'état traité.	111
Figure III.60. Duretés HRC des aciers B2 et A3	
Figure III.61. Microduretés de la martensite et de l'austénite résiduelle des aciers B2 et A3 à l'état traité	114
Figure III.62. Pertes de masse des aciers B2 et A3 à l'état brut de coulée et traité	115
Figure III.63. Coefficients de frottement des aciers B2 (a) et A3 (b) à l'état brut de coulée et à l'état traité :	B2
(c) et A3 (d) à 1050°C et B2 (e) et A3 (f) à 1100°C	116
Figure III.64. Coefficient de frottement de l'acier A3 traité à 1100°C sous une charge de 60N à l'état lubri	fié et à
100°C	117
Figure III.65. Micrographies optiques 2D (a) et 3D (b) et rugosités Ra et Sa (c) de l'échantillon A3 traité à	
1100°C avant le test tribologique	
Figure III.66. Micrographies optiques 2D (a) et 3D (b) et rugosités Ra et Sa (c) de l'échantillon A3 traité à	
1100°C après le test tribologique à l'état lubrifié	
Figure III.67. Analyse AFM de l'acier A3 traité à 1100°C avant le test de tribologie	
Figure III.68. Analyse AFM de l'acier A3 traité à 1100°C après le test de tribologie	
Figure III.69. Micrographie MEB et analyse EDS de l'acier A3 traité à 1100°C après le test de tribologie à	
lubrifié	121
Figure III.70. Surface de contact de la bille après le test tribologique contre l'échantillon A3 traité à 1100°	
Figure III.71. Surface de la bille après le test tribologique	
Figure III.72. Tailles moyennes des grains austénitiques des aciers B2, A1, A2 et A3 à l'état brut de coulée	
Figure III.73. Duretés HRC des aciers B2, A1, A2 et A3 à l'état brut de coulée et traité	
Figure III.74. Microduretés de la martensite et de l'austénite résiduelle des aciers B2, A1, A2 et A3 à l'éta	
1 igure 111.74. Microduretes de la martensite et de l'austenne l'estadene des acters B2, A1, A2 et A3 à l'eu	
Figure III.75. Pertes de masse des aciers B2, A1, A2 et A3 à l'état brut de coulée (a) et traité (b)	
Figure III.76. Variation du coefficient de frottement en fonction de la charge appliquée des aciers B2 A1, A2 et A3 a l'état offit de course (a) et d'aire (b)	
A3 à l'état brut de coulée et traité	
Figure III.77. Coefficients de frottement des aciers A2 et A3 à l'état lubrifié	
Figure III.78. Pertes de masse des aciers A2 et A3 traités à 1100°C à l'état lubrifié	
Figure III.79. Paramètres Sa et Ra des aciers A2 et A3 traités à 1100°C après le test tribologique à l'état lu	
T' HI 00 M' 1' 1' 1 1 1 1 1/	
Figure III.80. Micrographies optiques des aciers B1 (a), A4 (b) et A5 (c) à l'état brut de coulée	
Figure III.81. Micrographies MEB des aciers B1 (a), A4 (b) et A5 (c) à l'état brut de coulée	
Figure III.82. Micrographies MEB des carbures formés dans les microstructures des aciers B1 (a), A4 (b)	
(c) à l'état brut de coulée	135
Figure III.83. Variation de la taille des grains des aciers B1 (a), A4 (b) et A5 (c) à l'état brut de coulée en	
fonction de la teneur en chrome	
Figure III.84. Micrographies MEB et analyses EDS des carbures intergranulaires des aciers A4 (1) et A5 (
l'état brut de coulée	137
Figure III.85. Diffractogrammes des rayons X des aciers B1, A4 et A5 à l'état brut de coulée. A :austénite	
Figure III.86. Micrographies optiques des aciers considérés à l'état traité. B1 à 1050°C (a), B1 à 1100°C (b)	
à 1050°C (c), A4 à 1100°C (d), A5 à 1050°C (e), A5 à 1100°C (f)	
Figure III.87. Diffractogrammes des rayons X des aciers B1, A4 et A5 à l'état traité	141
Figure III.88. Duretés HRC des aciers B1, A4 et A5	
Figure III.89. Microduretés de la martensite et de l'austénite résiduelle des aciers B1, A4 et A5 à l'état trai	té. 144
Figure III.90. Pertes de masse des aciers B1, A4 et A5 à l'état brut de coulée	
Figure III.91. Pertes de masse des aciers B1, A4 et A5 traités thermiquement	
Figure III.92. Pertes de masse (a) et résistances à l'usure (b) des aciers B1, A4 et A5 après le test d'usure s	
arrêt	
Figure III.93. Coefficients de frottement des aciers B1 (a), A4 (b) et A5 (c) à l'état brut de coulée	
Figure III.94. Coefficients de frottement des aciers B1 (a), A4 (b) et A5 (c) traité à 1050°C	
Figure III.95. Coefficients de frottement des aciers B1 (a), A4 (b) et A5 (c) traité à 1100°C	
Figure III.96. Micrographies optiques à l'état brut de coulée des aciers B1 (a) et A6 (b)	
Figure III.97. Carbures inter et intragranulaires des aciers B1 (a) et A6 (b)	
<i>C</i> (-) (-) (-)	

Figure III.98. Micrographies MEB des aciers B1 (a) et A6 (b) à l'état brut de coulée	154
Figure III.99. Micrographie MEB et analyses EDS de l'acier A6	155
Figure III.100. Diffractogrammes des rayons X des aciers B1 et A6 à l'état brut de coulée. A :austénite	156
Figure III.101. Micrographies optiques des aciers considérés à l'état traité. B1 à 1050°C (a), A6 à 1050°C (b),
B1 à 1100°C (c) et A6 à 1100°C (d)	157
Figure III.102. Micrographies MEB des aciers B1 (a) et A6 (b) traités à 1050°C	
Figure III.103. Diffractogrammes des rayons X des aciers B1 et A6 à l'état traité.	159
Figure III.104. Duretés HRC des aciers B1 et A6	160
Figure III.105. Microduretés de la martensite et de l'austénite résiduelle des aciers B1 et A6 à l'état traité	161
Figure III.106. Pertes de masse des aciers B1 et A6 à l'état brut de coulée et traité	162
Figure III.107. Coefficients de frottement des aciers B1 (a) et A6 (b) à l'état brut de coulée et à l'état traité :	B1
(c) et A6 (d) à 1050°C et B1 (e) et A6 (f) à 1100°C	164
Figure III.108. Tailles moyennes des grains austénitiques des aciers B1, A4, A5 et A6 à l'état brut de coulée	. 166
Figure III.109. Duretés HRC des aciers B1, A4, A5 et A6 à l'état brut de coulée et traité	167
Figure III.110. Pertes de masse des aciers B1, A4, A4 et A6 à l'état brut de coulée (a) et traité (b)	168
Figure III.111. Microduretés de la martensite et de l'austénite résiduelle des aciers B1, A4, A5 et A6 à l'état	;
traité	168
Figure III.112. Variation du coefficient de frottement en fonction de la charge appliquée des aciers B1, A4,	
A6 à l'état brut de coulée et traité	169

Liste des tableaux

Tableau I.1. Standard des compositions chimiques de différentes nuances des aciers austénitiques au manganè	ese
coulés [29]	
Tableau II.1. Composition chimique des ferro-alliages utilisés	. 39
Tableau III.1. Compositions chimiques des aciers B1 et B2	47
Tableau III.2. Microduretés des aciers B1 et B2 étudiés	
Tableau III.3. Coefficients de frottement des aciers B1 et B2 à l'état brut de coulée et traité	58
Tableau III.4. Compositions chimiques des aciers B2, A1, A2 et A3	61
Tableau III.5. Compositions chimiques des aciers B2 et A1	
Tableau III.6. Tailles des grains austénitiques des aciers B2 et A1 à l'état brut de coulée	62
Tableau III.7. Microduretés des différentes phases des aciers B2 et A1 à l'état brut de coulée et traité	
thermiquement	
Tableau III.8. Coefficients e frottements des aciers B2 et A1 à l'état brut de coulée et traité	76
Tableau III.9. Valeurs de coefficient de frottement des aciers B2 et A1 à l'état traité après usure à sec	81
Tableau III.10. Valeurs des coefficients de frottement des aciers B2 et A1 après lubrification	83
Tableau III.11. Compositions chimiques des aciers B2 et A2	92
Tableau III.12. Tailles des grains austénitiques des aciers B1 et A2 à l'état brut de coulée	92
Tableau III.13. Microduretés des différentes phases des aciers B2 et A2 à l'état brut de coulée et traité	97
Tableau III.14. Coefficients de frottement des aciers B2 et A2 à l'état brut de coulée et traité	99
Tableau III.15. Compositions chimiques des aciers B2 et A3	104
Tableau III.16. Tailles des grains austénitiques des aciers B1 et A3 à l'état brut de coulée	105
Tableau III.17. Microduretés des différentes phases des aciers B2 et A3 à l'état brut de coulée et traité	
Tableau III.18. Coefficients de frottement des aciers B2 et A3 à l'état brut de coulée et traité	113
Tableau III.19. Carbures formés et tailles moyennes des grains austénitiques des aciers expérimentés à l'état b	rut
de coulée	122
Tableau III.20. Microduretés des différentes phases des aciers expérimentés à l'état brut de coulée et traité	124
Tableau III.21. Coefficient de frottement des aciers considérés à l'état brut de coulée et traité	125
Tableau III.22. Compositions chimiques des aciers B1 A4 A5 A6	130
Tableau III.23. Compositions chimiques des aciers B1, A4 et A5	130
Tableau III.24. Tailles des grains des aciers B1, A4 et A5 à l'état brut de coulée	
Tableau III.25. Microduretés des aciers B1, A4 et A5	141
Tableau III.26. Coefficients de frottement des aciers B1 A4 A5 à l'état brut de coulée et traité	146
Tableau III.27. Compositions chimiques des aciers B1 et A6	150
Tableau III. 28. Tailles des grains des aciers B1 et A6 à l'état brut de coulée	
Tableau III.29. Microduretés des phases des aciers B1 et A6	159
Tableau III.30. Coefficients de frottements des aciers B1 et A6	161
Tableau III.31. Carbures formés et tailles des grains austénitiques des différents aciers à l'état brut de coulée	163
Tableau III.32. Microduretés des différentes phases des aciers B1, A4, A5 et A6 à l'état brut de coulée et trait	
thermiquement	165
Tableau III.33. Coefficients de frottement des aciers à l'état brut de coulée et traité	167

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

L'acier Hadfield est le premier acier de la famille des aciers au manganèse qui a répondu aux exigences de son inventeur en termes de résistance à l'usure. Cet acier est connu par son compromis entre sa ductilité et sa dureté. Généralement, c'est un acier qui ne possède pas de haute dureté mais il a une forte capacité à l'écrouissage au cours de son exploitation. L'acier Hadfield a des teneurs moyennes en carbone et en manganèse de 1.2% et 12% respectivement. Cet acier est particulièrement prometteur pour la fabrication des pièces destinées pour plusieurs applications industrielles à un environnement dominé par l'usure. Cependant, la microstructure austénitique de cet acier lui confère une sensibilité à l'usure qui limite sa durée de vie et incombe au secteur utilisateur des dépenses supplémentaires. Afin d'améliorer le comportement à l'usure de cet acier, les chercheurs ont proposé plusieurs méthodes de durcissement surfacique à savoir : l'application de traitement thermochimiques de nitruration, l'utilisation des dépôts de plusieurs millimètres en diffusant les carbures résistant à l'usure ou des traitements de surface par grenaillage ou par choc. Des méthodes de durcissement en masse ont été aussi utilisées comme l'ajout des éléments d'alliage et essentiellement les éléments carburigènes. A cet état, une forte quantité de carbures peut être formée autour des grains austénitiques favorisant une amélioration de la dureté mais conduisant à une fragilité de l'acier. L'application des traitements thermiques a été aussi proposée afin d'obtenir une structure complètement austénitique et enrichie en éléments ajoutés. La structure austénitique dans ce cas ne peut être obtenue qu'après l'application de plusieurs traitements d'austénitisation suivis par des revenues à haute température. Ces opérations sont coûteuses et nécessitent une étude approfondie de chaque étape d'élaboration et une maitrise des traitements thermiques. A cet effet, l'application de plusieurs traitements thermiques reste rarement utilisée au niveau industriel.

Les objectifs de la présente étude sont doubles :

- Elaboration de plusieurs nuances d'acier au manganèse avec différentes teneurs en carbone et en manganèse et de faibles additions combinées en éléments d'alliage à savoir des éléments gammagènes non carburigènes et des éléments alphagènes et carburigènes.
- Proposition de deux cycles de traitements thermiques.

Les deux matériaux étudiés sont exclusivement des aciers fortement alliés au manganèse de type Hadfield et un autre acier contenant moins de carbone et de manganèse. Cependant, nous insisterons dans la discussion des résultats sur l'interprétation de chaque gamme et enfin de les comparer entre elles.

Ce travail de thèse permettra de répondre à plusieurs questionnements :

- Quel est l'effet de l'ajout combiné de deux ou plusieurs éléments d'addition ?
- Comment réagit chaque élément d'alliage et quel est l'élément qui a plus d'influence ?
- Quelle est l'influence de la température du traitement thermique sur le changement microstructural et le comportement tribologique des aciers étudiés à l'état sec et lubrifié ?
- Comment se comportent les aciers au manganèse face à des conditions d'usure sévères ?
- Quels sont les mécanismes de durcissement que l'acier au manganèse suit au cours de l'usure ?

Pour ce faire, les travaux qui ont été menés pour achever cette thèse ont été synthétisés en trois chapitres.

Le premier chapitre consiste à une étude bibliographique des domaines abordés. Une première partie consiste à la présentation de l'acier au manganèse, ses caractéristiques et leurs domaines d'application. Dans une seconde partie, une étude sur les méthodes de durcissement de ce type d'acier est présentée. En effet, c'est en se basant sur ce cette étude bibliographique que certaines réponses aux questionnements posés ont été obtenues.

Le second chapitre présente les matériaux et les méthodes utilisés. En particulier l'élaboration des échantillons, l'application des traitements thermiques, la préparation métallographique et enfin les techniques d'analyses utilisées sont aussi abordées.

Le troisième chapitre est consacré à une discussion des résultats obtenus en comparant les microstructures et les comportements tribologiques des aciers élaborés. Finalement, une analyse récapitulative de chaque gamme a été faite afin de mettre en valeur l'effet des éléments ajouté et des traitements thermiques appliqués sur le changement microstructural et le comportement tribologique des aciers expérimentés.

La thèse se termine par une conclusion générale et par des perspectives académiques et industrielles.

CHAPITRE I: RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

L'objectif de cette partie vise à faire le point sur les différents travaux réalisés concernant les aciers au manganèse et particulièrement les aciers à haut manganèse. Dans la première partie, nous proposons un rappel sur les aciers résistants à l'usure et nous nous sommes particulièrement intéressés aux aciers au manganèse. Ensuite, nous avons décrit les différentes compositions chimiques standards des aciers au manganèse, leurs domaines d'utilisation, leurs principaux aspects métallurgiques et leurs propriétés de service. L'influence de certains éléments chimiques, considérés dans les différents travaux de recherche déjà réalisés sur la microstructure et les caractéristiques mécaniques, sont ainsi examinées. Enfin, nous nous sommes surtout intéressés aux phénomènes de durcissement des aciers au manganèse.

I.1. Généralités sur les aciers

L'acier est un alliage de fer et de carbone plus d'autres éléments normaux. Les aciers contiennent une teneur en carbone inférieure ou égale à 2%. Cette teneur représente la limite de solubilité du carbone, à une température de 1149°C, dans le fer gamma (γ) de structure cubique à faces centrées (CFC). Un acier sans éléments d'addition est appelé acier courant [1,2]. Ces aciers présentent généralement de faibles propriétés mécaniques. Le développement de ces propriétés se fait par des traitements thermiques, des traitements thermochimiques, l'ajout des éléments chimiques ou autres [3-6]. L'une des méthodes la plus utilisée pour l'amélioration des propriétés de service des pièces est l'ajout des éléments d'alliage [7,8]. On appelle acier allié, un acier contenant en plus du fer et du carbone, un ou plusieurs éléments d'addition en proportions suffisantes pour modifier sensiblement au moins une des propriétés de l'acier courant contenant la même teneur de carbone. On distingue des aciers faiblement alliés et des aciers fortement alliés. Dans les aciers faiblement alliés, la teneur d'aucun élément d'alliage ne dépasse 5%. Par contre, dans un acier fortement allié, la teneur d'au moins d'un élément d'addition est supérieure à 5%. L'amélioration des propriétés des aciers exige des connaissances détaillées du domaine d'emploi du matériau. Un environnement dominé par l'usure nécessite l'utilisation des matériaux résistants à l'usure. Parmi ces matériaux, les aciers fortement alliés au manganèse peuvent être considérés. Ces derniers sont destinés à résister à l'usure par frottement, par abrasion et/ou aux chocs [9]. Ils sont les plus connus dans ce domaine depuis les années 1880 et les plus couramment utilisés.

I.2. Aciers au manganèse

L'acier austénitique au manganèse Fe-1.2%C-12%Mn a été découvert en 1882 par Monsieur Robert Hadfield [10,11]. Cette nuance a été la plus répondue dans le domaine de l'usure [12]. La composition chimique originale a été ensuite développée et varie de 1-1,4%C et de 10-14%Mn [13,14], . Au-delà de cette teneur en manganèse et pour un faible pourcentage de carbone (< 0.6%C), d'autres types des aciers au manganèse sont notamment utilisés tels que les aciers TWIP (TWinning Induced Plasticity) dont la teneur maximale en manganèse est de 20% et les aciers TRIP (TRansformation Induced Plasticity) dont le pourcentage de manganèse dépasse les 25%. Pour un pourcentage de manganèse variant entre 20% et 25%, les deux types d'aciers, TRIP et TWIP, peuvent coexister [15,21].

Les aciers austénitiques au manganèse sont recommandés pour diverses industries, à savoir, les cimenteries avec les opérations d'extraction, de concassage, de broyage et de calibrage, les mines, les carrières et l'industrie de recyclage. Ils sont aussi utilisés pour les fonds de benne grâce à leurs qualités de résistance aux impacts violents, dans les bétonnières portées, dans les tambours de mélangeurs etc. [22,24]. D'autres applications incluent les marteaux à fragmentation et les grilles pour le recyclage automobile et les applications militaires tels que les patins de la voie du réservoir. Une autre utilisation importante concerne les voies ferrées au niveau des aiguillages (figure I.1) où les impacts de roues aux intersections sont particulièrement sévères. Vu la résistance à l'usure métal-métal des aciers austénitiques au manganèse, ils sont utilisé dans les pignons, engrenages, roues, chaînes de convoyage et les plaques d'usure [25,28].

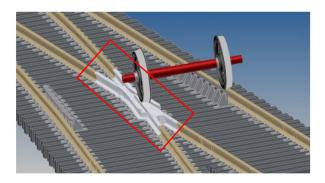


Figure I.1. Utilisation de l'acier Hadfield dans les chemins de fer [28]

Les propriétés d'utilisation de ces aciers sont fortement liées à leurs compositions chimiques et d'autres paramètres.

I.2.1. Composition chimique

De nombreuses nuances de l'acier austénitique au manganèse de base ont été proposées, mais seulement quelques-unes ont été adoptées comme améliorations significatives de la microstructure et des caractéristiques mécaniques. Celles-ci impliquent généralement des variations de la teneur en carbone ou en manganèse ou les deux ensembles, avec ou sans autres éléments d'addition tels que le chrome, le nickel, le molybdène, le vanadium et le titane etc. Les compositions chimiques citées dans le standard ASTM A 128 sont indiquées dans le tableau I.1 [29].

Tableau I.1. Standard des compositions chimiques de différentes nuances des aciers austénitiques au
manganèse coulés [29]

Nuance	Composition, %						
ASTM A 128	С	Mn	Cr	Mo	Ni	Si (max)	P (max)
A	1.05-1.35	11.0 min				1.00	0.07
B-1	0.9-1.05	11.5-14.0	•••			1.00	0.07
B-2	1.05-1.2	10.5-14.5	•••			1.00	0.07
B-3	1.12-1.28	10.5-14.5	•••			1.00	0.07
B-4	1.2-1.35	10.5-14.5	•••			1.00	0.07
С	1.05-1.35	10.5-14.5	1.5-2.5			1.00	0.07
D	0.7-1.3	10.5-14.5	•••		3.0-4.0	1.00	0.07
E-1	0.7-1.3	10.5-14.5		0.9-1.2		1.00	0.07
E-2	1.05-1.45	10.5-14.5		1.8-2.1		1.00	0.07
F	1.05-1.35	6.0-8.0		0.9-1.2		1.00	0.07

L'étude microstructurale des aciers austénitiques au manganèse nécessite une compréhension approfondie de l'influence des éléments composants.

Le carbone est un élément gammagène, c'est-à-dire, il stabilise la phase austénitique γ jusqu'aux basses températures [30]. Dans les aciers au manganèse, la teneur en carbone varie entre 0.7%-1.4%. En proportion élevée, le carbone ne peut pas être totalement retenu en solution solide. Une partie se trouve en insertion dans la phase gamma (γ) et une autre partie forme des carbures de type M₃C ((Fe,Mn)₃C) [14]. Le pourcentage du carbone influe principalement sur la grosseur de la cémentite formée. Plus la teneur en carbone dans l'acier est élevée, plus la cémentite devient grosse. La figure I.2 confirme cette constatation [31]. Cette dernière représente deux types d'acier hypereutectoïdes avec deux teneurs en carbone différentes (1.15% et 1.61%). La figure montre que la cémentite formée dans la microstructure de l'acier contenant 1.61%C est plus épaisse que celle formée dans la microstructure de l'acier à 1.15%C.

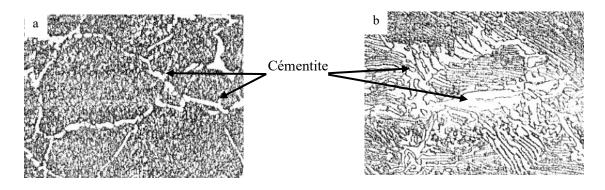


Figure I.2. Micrographies optiques d'un acier hypereutectoïdes, a : 1.15%C, b : 1.61%C [31]

Le manganèse est également un élément gammagène. Les aciers au manganèse présentent des structures entièrement austénitiques à partir d'une teneur en manganèse de l'ordre de 10%. La figure I.3 [32] présent des diagrammes ternaires Fe-Mn-C avec différentes teneurs en manganèse (2.5%, 4.5% et 13%). D'après ces diagrammes, le domaine d'existence de la phase gamma (γ) s'élargisse avec l'augmentation de la teneur en manganèse, c'est-à-dire le manganèse rend l'austénite stable jusqu'aux basses températures.

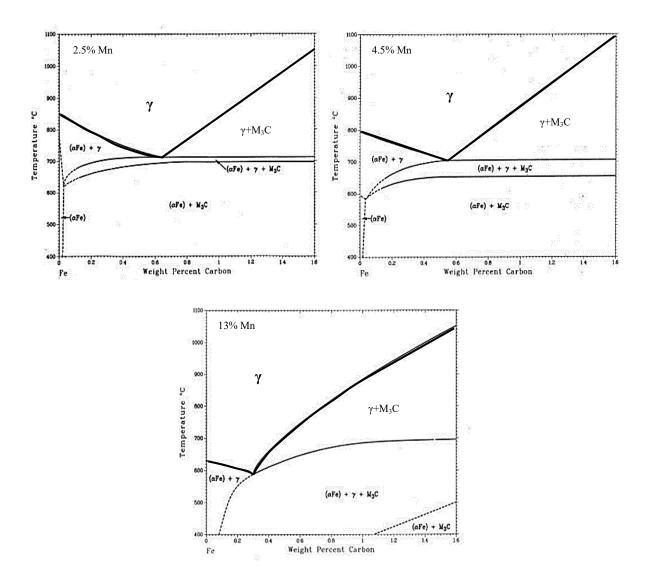


Figure I.3. Diagramme de phase ternaire Fe-Mn-C avec différentes teneurs en manganèse, 2.5%, 4.5% et 13% [32]

Le manganèse est un élément faiblement carburigène, il réduit l'activité du carbone dans l'austénite sans former son propre carbure. Dans les aciers, le manganèse se dissout seulement

dans la cémentite [11]. La section du système Fe-Mn-C calculée à 600°C pour un équilibre stable avec du graphite est représentée par la figure I.4. Cette figure illustre que le domaine d'existence de la cémentite s'étend jusqu'au système binaire Fe-C. Le manganèse dissout dans la cémentite favorise sa stabilité [12].

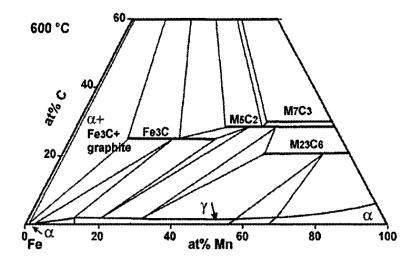


Figure I.4. Variation of Ms temperature with carbon and manganese contents Section isotherme à 600°C du système Fe-Mn-C [12]

Le silicium et le phosphore font également partie de la composition principale des aciers au manganèse. D'après le tableau I.1, l'acier au manganèse résistant à l'usure contient généralement un pourcentage de silicium qui ne dépasse pas 1%. Une teneur en silicium supérieure à 1% est néfaste pour ce type d'aciers. Un pourcentage de silicium variant entre 1 et 2% peut être utilisé pour augmenter la limite d'élasticité à un degré modéré, mais d'autres éléments sont préférés pour cet effet. Un acier au manganèse contenant plus de 2.3% de silicium peut être sans valeur. D'autre part, des niveaux de silicium inférieurs à 0.10% altèrent la coulabilité de l'acier [30]. Selon la norme ASTM A 128, l'acier austénitique au manganèse peut contenir jusqu'à 0.07% de phosphore. Or, une teneur en phosphore en dessous de 0.04% est préférable pour cet acier. Au-delà de cette teneur, un eutectique ternaire Fe-(Fe,Mn)₃C-(Fe,Mn)₃P se forme le long des joints de grains [33]. Ce dernier est indésirable car il altère les propriétés de l'acier. Une diminution maximale du pourcentage de phosphore est souhaitable surtout pour les pièces de grandes sections.

I.2.2. Solidification

Les aciers austénitiques au manganèse sont élaborés dans des fours électriques à arc avec des températures supérieures à 1500°C. Ces aciers sont ensuite coulés à des températures de l'ordre de 1470°C. La diminution de la température de coulée contribue à la formation de la structure fine. Une vitesse de solidification accélérée empêche le grossissement des grains austénitiques et affine ainsi la structure de l'acier [34].

La solidification des aciers austénitiques au manganèse commence par la précipitation de l'austénite et se prolonge jusqu'à 800°C [32]. A 600°C, des carbures secondaires de type M₃C apparaissent et croissent avec la diminution de la température de solidification [35]. La figure I.5 [32] illustre les étapes de solidification des aciers au manganèse en fonction de la température de refroidissement.

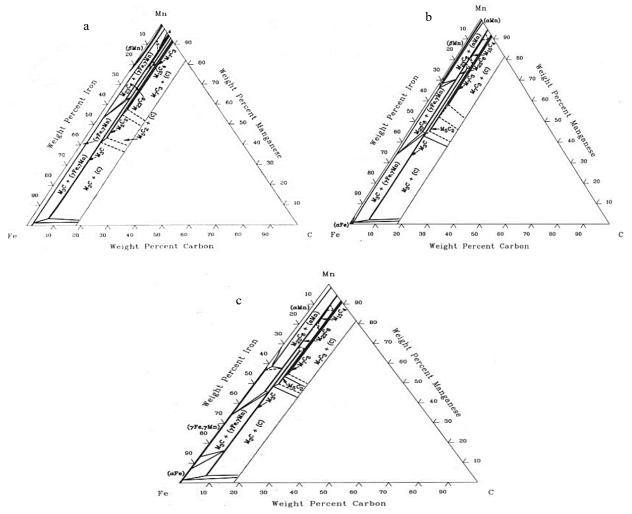


Figure I.5. C-Fe-Mn isothermal section at 1000°C (a), at 800°C (b) and at 600°C (c). Sections isothermes du système Fe-Mn-C, a : à 1000°C, b : à 800°C et c : 600°C [32]

La quantité et la taille de ce dernier varient proportionnellement avec la diminution de température de refroidissement. A la fin de la cristallisation et à l'état brut de coulée, la microstructure des aciers au manganèse contenant 0,7-1,4% C et de 10-14,5% Mn à la température ambiante est constituée d'austénite et de carbure (Fe,Mn)₃C précipité aux joints de grains (figure I.6) [33].

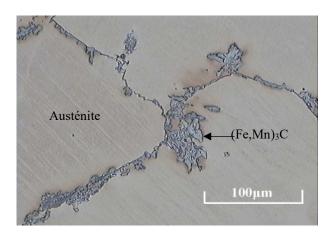


Figure I.6. Micrographie optique d'un acier au manganèse à l'état brut de coulée [33]

I.2.3. Caractéristiques mécaniques des aciers au manganèse

Les aciers au manganèse dont les compositions chimiques mentionnées dans le tableau I.1 sont particulièrement prometteurs pour la fabrication des pièces destinées à travailler à des conditions sévères. Ils combinent une ténacité et une ductilité élevées à une grande capacité de durcissement au travail, une bonne résistance à l'usure et un faible taux de propagation des fissures [36-39]. Il est bien connu que les deux principales caractéristiques mécaniques recherchées pour ces aciers sont la dureté et la résistance à l'usure. Ces caractéristiques varient proportionnellement. C'est-à-dire, la résistance à l'usure augmente avec l'augmentation de la dureté et vice versa [40,41]. Les aciers austénitiques au manganèse ne présentent pas une dureté assez élevée, mais ils sont caractérisés par une aptitude à l'écrouissage remarquable sous l'effet de chocs [42-44]. Ces aciers sont connus par leur excellente résistance à l'usure surtout pour les applications impliquant un contact métal-métal. Un contact à sec et à faibles températures entre un métal et un acier au manganèse confère à ce dernier un durcissement à la surface de contact [45-47]. Les charges de compression, plutôt

que les chocs, fournissent une déformation de la surface. Ce qui fait que l'acier au manganèse non seulement s'use moins que les autres aciers lors de son contact avec d'autres métaux, mais il développe également une surface lisse et dure (jusqu'à 600 HB) et offre une bonne résistance au frottement toute en gardant une meilleure ductilité au cœur [48]. La présence des carbures dans la structure des aciers au manganèse les rend difficilement usinables et ne peuvent être mis en forme ainsi que par moulage. Les caractéristiques mécaniques des aciers au manganèse sont influencées par plusieurs paramètres, à savoir, les teneurs en manganèse et en carbone, la température de coulée, le type du moule, les dimensions de la pièce et d'autres paramètres. Les premières recherches étaient basées sur l'influence de la variation des teneurs en carbone et en manganèse. Pour les aciers austénitiques au manganèse, une teneur en carbone inférieure ou égale à 1.2% est préférable même si elle réduit la ductilité. Un pourcentage de carbone supérieur à 1.4% est rarement utilisable en raison de la formation des réseaux des carbures autours les joints des grains austénitiques [49]. Ces carbures durcissent efficacement l'acier et améliorent sa résistance à l'usure mais altèrent sa ductilité [50]. Dans le but d'étudier l'influence de la teneur en carbone sur la ductilité d'un acier au manganèse, des mesures de l'allongement ont été prises en faisant varier le pourcentage du carbone de 0.4% à 1.7%. La figure I.7 résume l'effet du carbone sur l'allongement d'un acier à 13% de manganèse. Cette figure montre que l'allongement augmente avec l'augmentation de la teneur en carbone pour atteindre une valeur de 40% à une teneur en carbone de 1.2%. Au-delà de

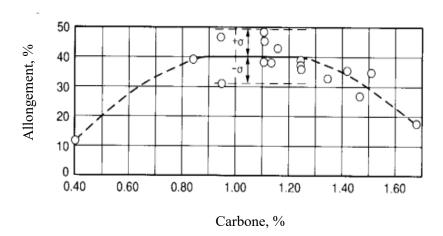


Figure I. 7. Variation de l'allongement d'un acier à 13%Mn en fonction de la teneur en carbone [50] cette valeur, l'allongement décroit avec l'augmentation de la teneur en carbone jusqu'à 18% à 1.7% de carbone.

Le manganèse à son tour améliore la dureté de l'acier au manganèse mais son influence est différente à celle du carbone. Selon les règles de Hume-Rothery, le manganèse forme avec le fer gamma (γ) une solution solide totale [51]. Au cours de refroidissement, l'austénite rejette le manganèse en excès. Ce dernier participe à la formation d'autres composés (carbures, intermétalliques,...etc.) [52,53]. Dans les aciers au manganèse, où la teneur en cet élément varie entre 6 et 14% et celle en carbone de 0.7 à 1.4% (tableau I.1), le manganèse se trouve principalement dissous soit dans l'austénite et/ou dans la cémentite [54,55]. Une teneur en manganèse inférieure à 14% améliore à la fois la dureté et la ductilité de l'acier [56]. Au-delà de cette teneur, la ductilité diminue. La figure I.8 [56] montre l'influence de la teneur en manganèse sur la ductilité d'un acier à 1.5% C.

La combinaison du manganèse et du carbone en teneurs élevées favorise la formation des carbures durs de type M₇C₃ et M₂₃C₆ [57,58]. La présence de ces carbures dans la microstructure de l'acier le rend plus dur, fragile et altère sa ductilité. Ce qui explique la diminution de la ductilité de l'acier en manganèse lorsque la teneur en ce denier dépasse 14% [59].

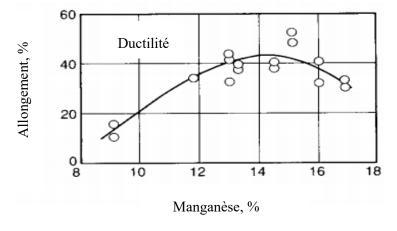


Figure I.8. Variation de la ductilité en fonction de la teneur en manganèse d'un acier à 1.5%C [56]

Comparés à la plupart des autres alliages ferreux résistants à l'usure par abrasion, les aciers au manganèse ont une ténacité supérieure et un coût modéré. C'est spécialement pour ces raisons qu'ils sont sélectionnés pour une grande variété d'applications abrasives. Mais ils sont généralement moins durs et moins résistants à l'usure abrasive par rapport aux fontes au chrome. M.M. Atabaki et al [60] ont comparé le comportement à l'usure abrasive d'un acier au manganèse à 1.3%C et 14%Mn à celui d'une fonte au chrome à 2.9% C et 17% Cr. Les

auteurs ont utilisé la méthode <<Pin-on-disk>> pour étudier le comportement ces matériaux contre un pion en acier à roulement d'une dureté de 63 HRC. Le test d'usure a été réalisé à sec avec une distance et une vitesse de glissement de 1000 m et 0.1 m/s respectivement sous trois forces différentes 114, 152, et 190N. La perte de masse a été mesurée après chaque 100m de parcours. Il ressort de cette étude qu'avant le test d'usure, l'acier Hadfield présente une structure purement austénitique avec une dureté de 28 HRC. Quant à la fonte au chrome, elle montre une microstructure constituée de martensite, d'austénite résiduelle, de carbures de type M₇C₃ et une faible quantité de carbures secondaires. A cet état, la dureté de la fonte est de 57 HRC. Après le test d'usure, une amélioration de la dureté a été marquée pour les deux matériaux, 52 HRC pour l'acier Hadfield et 63 HRC pour la fonte au chrome. De ces résultats, il est remarquable que l'acier Hadfield a subi plus de durcissement que la fonte au chrome. Ceci est justifié par la formation de la martensite sur la surface de contact de l'acier Hadfield. Le pion a perdu plus de masse lorsqu'il est frotté contre la fonte au chrome pour les trois forces appliquées. L'existence des carbures de type M₇C₃ et les carbures secondaires dans la matrice de la fonte au chrome explique bien l'augmentation de la dureté de cette dernière par rapport à l'acier Hadfield. Ces carbures de dureté de 1117 HV rendent la matrice plus dure et use plus le pion. Le coefficient de frottement des deux matériaux a été ainsi mesuré (figure I.9). Ce dernier est compris entre 0.1 et 0.3 pour l'acier Hadfield et entre 0.34 et 0.43 pour la fonte au chrome. Le coefficient de frottement est en relation direct avec la force appliquée, il vari proportionnellement avec la variation de la force appliquée.

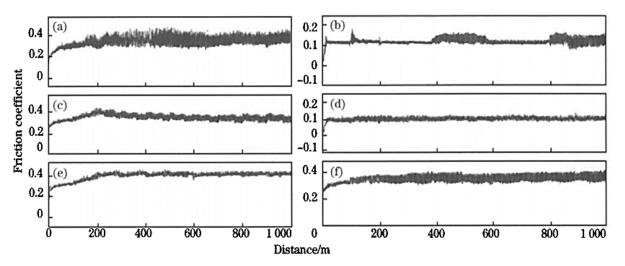


Figure I.9. Variation of friction coefficient under different loads.

Variation du coefficient de frottement en fonction de la distance de glissement d'une fonte au chrome (a) et d'un acier Hadfield sous différentes charges [60]

La capacité à l'écrouissage fait également partie des propriétés intéressantes des aciers au manganèse. Ces aciers sont connus par leur excellente capacité à l'écrouissage sous l'effet de chocs. Le comportement à l'écrouissage des aciers au manganèse a suscité l'intérêt de plusieurs chercheurs [18,23] en vue d'estimer la capacité à l'écrouissage de ces aciers et connaître les changements microstructuraux qui peuvent apparaître en cours de service afin de pouvoir élaborer de nouvelles nuances plus adaptées [66]. Dans une étude comparative entre des aciers au manganèse, X. Jingpey et al [67] ont étudié les mécanismes d'écrouissage sous faibles chocs de ces derniers en variant les teneurs en carbone et en manganèse de 0.7 à 1.3% et de 6.5 à 13% respectivement. A travers cette étude, les auteurs ont démontré que la capacité à l'écrouissage sous faibles chocs des aciers au manganèse s'améliore avec l'augmentation de la teneur en carbone, par contre elle diminue avec l'augmentation du pourcentage de manganèse.

P.C. Machado et al [68] ont prélevé des échantillons de la surface d'un mâchoire usagé (surface déformée) et de la partie non déformée de la même plaque d'un broyeur dans le but d'étudier l'influence du durcissement sur la microdureté d'un acier à 12.4%Mn–1.2%C–1.5%Cr. La partie non déformée a présenté une structure austénitique, par contre des macles ont été observées à l'intérieur des grains austénitiques après la déformation (figure I.10).

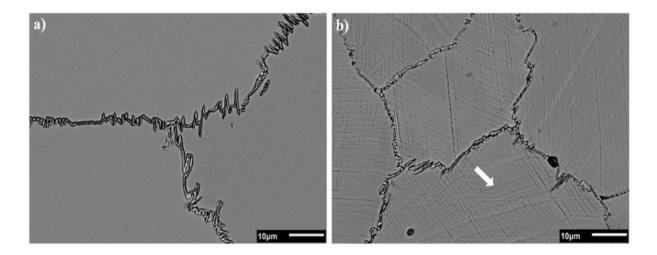


Figure I.10. Microstructures de l'acier considéré. a : avant la déformation, b : après la déformation [68]

Ces auteurs [68] ont observé une forte diminution de la dureté (de l'ordre de $250~\mathrm{HV_{0.3}}$) sur une profondeur de $1600~\mu\mathrm{m}$ sur la zone déformée. L'interaction des particules avec la surface de la mâchoire lors des processus de glissement et d'indentation favorise la formation des macles sur la surface de contact. Ceci durcit efficacement la surface de l'acier Hadfield (figure I.11).

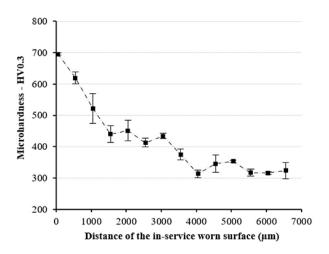


Figure I.11. Microhardness gradient profile of the in-service hardened layer. Profil de microdureté de l'acier Hadfield déformé [68]

A l'état brut de coulée, les aciers au manganèse présentent une faible résistance à l'usure. La microstructure austénitique des aciers au manganèse, leur confère une sensibilité à l'usure qui limite leur durée de vie et incombe au secteur utilisateur des dépenses supplémentaires. La composition chimique est l'un des facteurs les plus importants qui peuvent agir sur les propriétés de service des pièces moulées en acier au manganèse. Les propriétés de ces aciers ne dépendent pas seulement des teneurs en carbone et en manganèse mais aussi de l'ajout d'autres éléments d'alliage. Ces derniers agissent sur la formation de la microstructure et par conséquent sur leurs propriétés d'exploitation.

I.3. Effet des éléments d'addition sur la microstructure et les propriétés de service des aciers au manganèse

L'étude des effets des éléments d'addition sur les changements microstructuraux et les propriétés de service des aciers au manganèse fait l'objet de très nombreuses recherches [69,

76]. Dans cette partie, nous nous limiterons à la présentation de l'influence des éléments d'addition considérés pour notre étude : chrome, molybdène, nickel, niobium et vanadium.

I.3.1. Effet du chrome

Le chrome est caractérisé par un point de fusion de 1920°C et un des éléments du VI^{éme} groupe de classification périodique. Il fait partie de la gamme des éléments alphagènes et carburigènes. Grace à des conditions d'isomorphisme, cet élément forme une solution solide de substitution avec le fer alpha. C'est un élément plus carburigène que le fer. La nature des carbures formés par cet élément dépend de sa teneur dans l'acier. A faibles teneurs en chrome (moins de 3%), ce dernier rentre en substitution avec le fer pour former une cémentite alliée au chrome (Fe,Cr)₃C [2]. Au-delà de cette teneur, d'autres types de carbures alliés ((Cr,Fe)₇C₃ et/ou (Cr,Fe)₂₃C₆) peuvent être formés. C'est aussi un élément durcissant. Son addition améliore ainsi la dureté et la résistance à l'usure. Dans les aciers inoxydables, sa présence en grande quantité (plus de 13 %) augmente résistance à la corrosion et à l'oxydation.

L'effet du chrome sur le changement microstructural de l'acier au manganèse fait l'objet de plusieurs études [77]. Parmi ces études, celle de G. Tęcza et al [33] qui ont montré que la microstructure (figure I.12) d'un acier 16%Mn-1.7%C-1.4%Cr est composée d'une matrice austénitique et de cémentite alliée (Fe,Mn,Cr)₃C sous une forme aciculaire de microduretés de 390 µHV₂₀ et de 1600 µHV₂₀ respectivement.

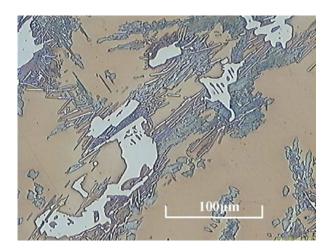


Figure I.12. Microstructure de l'acier au manganèse à 1.4% Cr [33]

Les carbures formés bloquent le grossissement du grain austénitique et affinent la structure de l'acier. Ces constatations ont été confirmées par les travaux de P. M. Khanh et al [78]. Ces deniers ont étudié l'influence de différentes teneurs en chrome (0.03, 1.91 et 2.53% Cr) sur la taille des grains austénitique d'un acier à 1%C-12%Mn. Cette recherche a montré que la taille du grain austénitique diminue avec l'augmentation du pourcentage de chrome ajouté (figure I.13). Cet affinement du grain est dû à la formation de la cémentite alliée au Mn et Cr aux joints des grains.

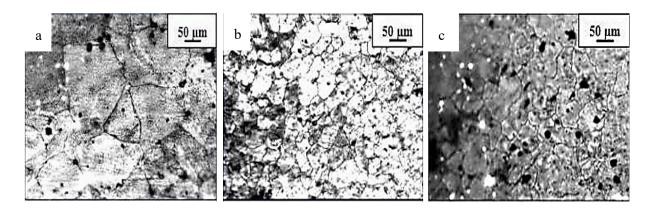


Figure I.13. Effet du chrome sur la taille des grains d'un acier au manganèse. a: à 0.03%Cr, b : à1.91%Cr et c : 2.53%Cr [78]

L'objectif principal de l'addition du chrome aux aciers austénitiques au manganèse n'est pas la formation des carbures mais plutôt la dissolution de ces derniers dans la matrice après traitement thermiques. Cette dissolution des carbures durcie l'acier et améliore son comportement à l'usure. Une étude dans ce même contexte a été réalisée par B. Kalandyk et al [79] sur un acier GX120MnCr18-2 et comparé à un acier GX120Mn13. Il ressort de cette recherche que la microstructure de l'acier GX120MnCr18-2 après un traitement thermique de trempe à partir de 1080°C est composée d'une matrice austénitique avec deux morphologies de cémentite enrichie en chrome l'une aciculaire et l'autre lamellaire (figure I.14). Cette microstructure a permis une élévation de la dureté de 205 HB à 270 HB respectivement pour les aciers GX120Mn13 et GX120MnCr18-2. Les essais d'usure ont montré que la résistance à l'usure de l'alliage GX120MnCr18-2 est 20% plus grande que celle de l'alliage GX120Mn13.

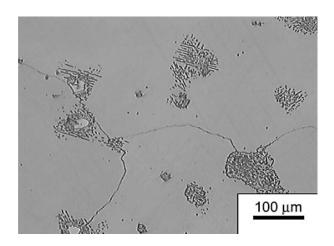


Figure I.14. Microstructure de l'acier GX120MnCr18-2 après traitement thermique [79]

I.3.2. Effet du molybdène

Le molybdène est un élément alphagène et fortement carburigène [80]. Son affinité chimique au carbone est plus grande que celle du fer et du chrome. Il est caractérisé par un point de fusion de 2623°C. L'ajout du molybdène aux alliages ferreux génère un durcissement secondaire et affine la structure. Il forme des carbures très durs, principalement de type M₆C avec une dureté de 1500 HV et M₂C avec une dureté de 2000 HV [33]. Ces derniers améliorent la dureté, la limite d'élasticité et la résistance à l'usure. A haute teneur en molybdène, le matériau présente une faible aptitude au forgeage.

Généralement, le molybdène est ajouté aux aciers au manganèse avec des teneurs variant entre 0,5 et 2% dont le but d'améliorer la ténacité, la limite d'élasticité et la résistance à la fissuration des pièces moulées lors de la solidification et lors des traitements de mise en solution. Sa présence dans ces aciers permet de les surclasser du point de vue de la résistance à l'abrasion. A l'état brut de coulée, le molybdène soit se trouve dissout dans l'austénite soit dans les carbures. Le molybdène en solution supprime efficacement la formation de carbures fragilisant et de perlite, même lorsque l'acier est exposé à des températures de l'ordre de 275°C. Le molybdène présent dans les carbures primaires tend à modifier la morphologie des zones interdendritiques autour de l'austénite vers une forme nodulaire moins nocive, en particulier lorsque sa teneur dépasse 1,5%.

Les nuances à 1% de molybdène (tableau I.1) résistent mieux à des températures relativement élevées que les autres nuances. La nuance E-1 est adaptée aux pièces moulées de grandes

sections utilisées dans les concasseurs à rouleaux et à impact qui travaillent fréquemment à des hautes températures.

La nuance E-2, qui contient environ 2% de molybdène, peut être soumise à un traitement thermique spécial afin de développer une structure avec des carbures finement dispersés dans de l'austénite. Ce dernier implique un affinement partiel du grain après un chauffage à une température de l'ordre 595°C pendant 12 h et une trempe à l'eau à partir de 980°C. Ce type de microstructure améliore la résistance à l'abrasion dans les applications de broyage tout en gardant une meilleure ductilité au cœur (allongement entre 15 et 25%) [34].

A. Nasajpour et al [8], ont entrepris des essais sur un acier Hadfield à différentes teneurs en molybdène (0.75, 1.2, 1.65 et 2.2 %) pour étudier l'influence de ce dernier sur le changement microstructural, l'écrouissage et la résistance à l'usure abrasive d'un acier Hadfield. Les microstructures obtenues sont composées d'une matrice austénitique et de carbures de fer et de manganèse précipités aux joints des grains. L'ajout du molybdène à l'acier Hadfield a favorisé la formation des carbures primaires du molybdène à l'intérieur des carbures complexes de fer et de manganèse. La figure I.15 illustre les structures obtenues.

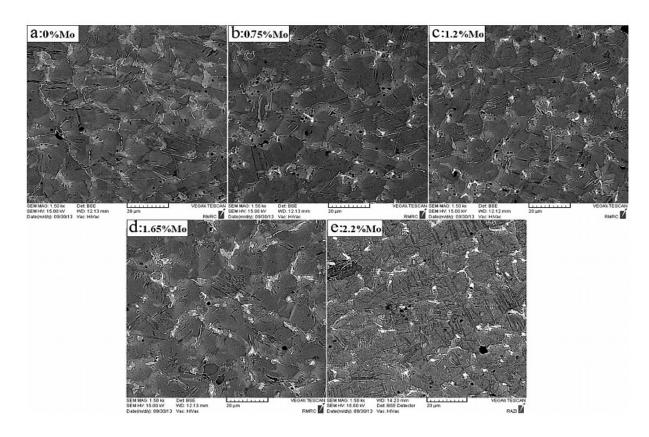


Figure I.15. Micrographie MEB des échantillons étudiés [8]

L'augmentation de la teneur en molybdène a augmenté la fraction volumique des carbures de molybdène et a limité la formation des carbures complexes de fer et de manganèse.

Les essais d'usure entrepris sur ces échantillons ont montré que la dureté et la résistance à l'usure abrasive varient proportionnellement avec l'augmentation de la teneur en molybdène (figure I.16).

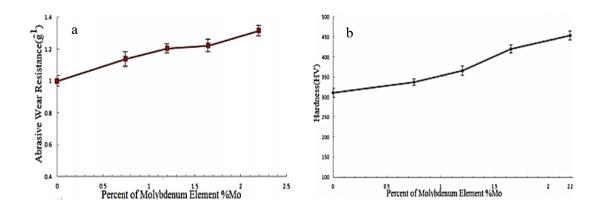


Figure I.16. Wear resistance and hardness as a function of amount of molybdenum. Résistance à l'usure abrasive (a) et dureté (b) en fonction de la teneur en molybdène [8]

I.3.3. Effet du niobium

Le niobium est un élément alphagène et carburigène. Il fait partie des éléments de la cinquième colonne du tableau périodique. Il est caractérisé par un point de fusion de 2477°C. C'est un élément d'alliage important dans les aciers. Il est utilisé pour l'affinement du grain en retardant la recristallisation [81]. Il forme des carbure très durs, principalement de type MC de dureté variant entre 2400 HV et 2850 HV [82,84]. Ces derniers favorisent le durcissement par précipitation et améliorent la dureté et la résistance à l'usure de l'acier [85]. Il améliore la trempabilité de l'acier et accélère la transformation displacive et la formation de la martensite [86]. L'ajout du niobium en grande teneurs favorise la formation de grande quantité de Nb(C,N) provoquant la fissuration à chaux [87,88].

J. Cao et al. [89] ont examiné l'effet de micro-addition du niobium sur la microstructure d'un acier au manganèse. L'acier au manganèse allié au niobium, Fe-14.9%Mn-0.95%C-0.012%Nb, a été exploité et comparé à un acier au manganèse non allié au niobium, Fe-14.4%Mn-0.86%C. Les échantillons ont été homogénéisés à 1200°C pendant une heure, puis

ils ont été laminés à une température de 1100°C. Après le processus de laminage, la plaque obtenue a été trempée à l'eau après un maintien de quinze minutes à une température de 1000°C. Les auteurs ont observé qu'après la trempe à l'eau, les deux aciers possèdent une structure austénitique. La différence entre les deux microstructures obtenues se distingue par la taille des grains austénitiques. L'acier contenant du niobium a révélé une structure à grains fins (figure I.17).

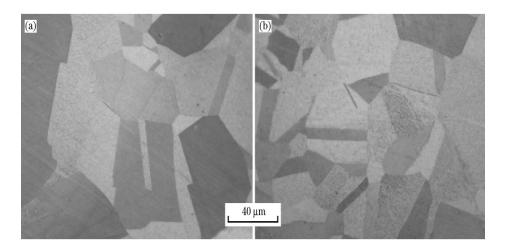


Figure I.17. Microstructure des aciers étudiés après trempe à l'eau.

a : sans addition du Nb, b : avec addition du Nb [89]

La finesse de la structure de l'acier contenant du niobium a été justifiée par la formation des nano-précipités de formes sphériques ou granulaires. L'analyse par MET a confirmé la présence de ces précipités. Des pics de Nb et de C ont été observé dans le spectre énergétique, ce qui a permis aux auteurs de confirmer que ces précipités sont des carbures de niobium NbC (figure I.18).

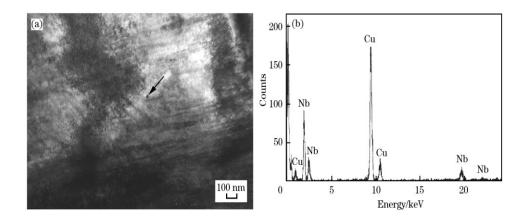


Figure I. 18. Précipité dans l'acier contenant du Nb (a), Spectre d'énergie du précipité (b) [89]

I.3.4. Effet du vanadium

Le vanadium est un des éléments du cinquième groupe de classification périodique, il est caractérisé par un point de fusion de 1910°C [90]. Il est fortement carburigène que le chrome et le molybdène. Il forme son propre carbure de type MC de structure cubique à faces centrées et de dureté de 2600-3000 HV même à des teneurs très faibles (de l'ordre de 0.1%) [2,91]. Dans les aciers au manganèse, le vanadium est ajouté avec des teneurs variant entre 0.5% et 2% pour durcir l'acier en formant des précipitations [30]. Ces précipités peuvent être des carbures simples ou complexes selon la teneur en vanadium [92].

Le carbone peut également avoir une influence sur le type des carbures de vanadium formés et même sur leurs formes. E.G. Moghaddam et al [93] ont étudié l'effet du carbone sur la forme et le type de carbures de vanadium formés. Ces auteurs ont étudié un acier austénitique au manganèse allié à 10% de vanadium avec différentes teneurs en carbone (2.6%, 2.8%, 3% et 3.3%). Les microstructures et les propriétés mécaniques obtenues ont été comparées à celles de l'acier Hadfield standard. Les auteurs ont observé qu'à l'état brut de coulée, l'acier Hadfield standard a une matrice austénitique. Les joints des grains austénitiques sont entourés par un réseau continu de carbures ((Fe,Mn)₃C). L'ajout de 10% de vanadium à l'acier austénitique au manganèse favorise la précipitation d'un nouveau carbure. Il s'agit du carbure primaire de vanadium (VC). Lorsque l'alliage commence à se solidifier, les carbures de vanadium se forment et croissent dans la masse fondue et cristallisent sous forme de carbures de vanadium primaires grossiers entre la température de liquidus et la température de solidus. La variation de la teneur en carbone influe directement sur la morphologie et sur la distribution des carbures primaires de vanadium formés. Il a été constaté que la quantité de

Recherche bibliographique

carbures de vanadium primaires augmente lorsque la teneur en carbone augmente. La forme de ces derniers change d'une forme de branche en forme étoilée. Ainsi, ces carbures sont distribués uniformément dans la microstructure jusqu'à une teneur en carbone de 3% en poids. L'analyse microstructurale au microscope électronique à balayage (MEB) a montré que les carbures de vanadium primaires se solidifient en quatre distributions passant d'une forme de branche, de chrysanthème, sphérique et en étoile, respectivement, comme montré par la figure I.19.

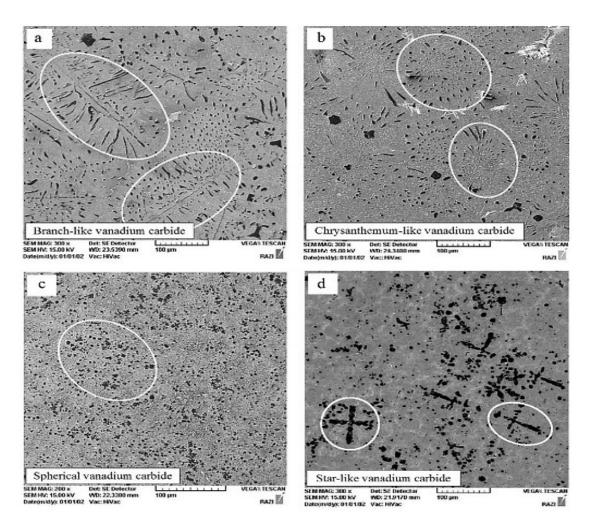


Figure I.19. Scanning electron microscope (SEM) micrograph of high-vanadium austenitic manganese steel materials in the as-cast condition: (a) branch-like VC distribution (HV-AMS-1alloy), (b) chrysanthemum-like VC distribution (HV-AMS-2 alloy), (c) homogenous VC distribution (HV-AMS-3 alloy) and (d) star-like VC distribution (HV-AMS-4alloy).

Micrographie électronique à balayage des aciers étudiés. a : acier à 2.6% C, b : acier à 2.8% C, c : acier à 3% C, d : acier à 3.3% C [93]

Des mesures de dureté, des essais d'usure et de ténacité ont été réalisés pour étudier l'effet de la variation du carbone sur le durcissement et la ductilité de l'acier considéré. Les résultats ont montré que l'augmentation de la teneur en carbone augmente la dureté et résistance à l'usure mais diminue la ténacité de l'acier (figure I.20).

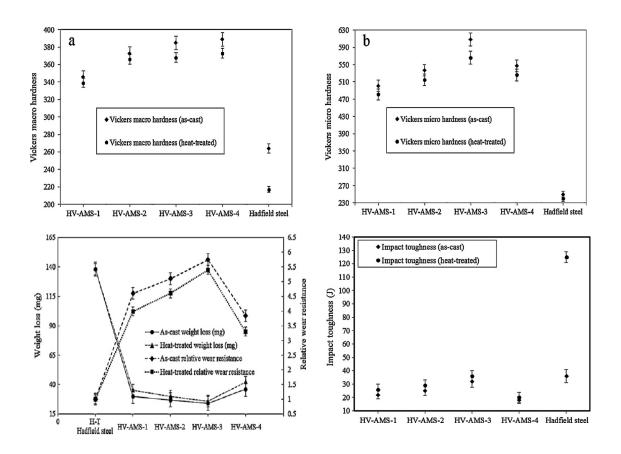


Figure I.20. Propriétés des aciers étudiés avant et après traitements thermiques. a: dureté Vickers, b : microdureté Vickers, c : masse perdue et résistance à l'usure, d : ténacité [93]

J. Glownia et al [94] ont étudié l'effet de vanadium sur le changement microstructural, la dureté et la résistance à l'usure abrasive d'un acier au manganèse. De ce fait, trois alliages à différentes teneurs en carbone (1.6%, 2.3% et 2.6%) et en vanadium (5.5%, 6.3% et 8.1%) ont été considérés (L160G10V6, L240G13V7 et L260G13V9). Les tests d'usure de l'acier au manganèse à 5.5% de vanadium ont été réalisés sur une machine Miller et puis comparés à l'acier Hadfield standard. Le carbure de silicium mélangé avec de l'eau a été choisi comme agent abrasif. La perte de poids a été mesurée après chaque quatre heures. Les microstructures obtenues (figure I.21) ont montré que l'acier L160G10V6 (contenant 1.6% de carbone et 5.5% de vanadium) est composé d'austénite, de carbures primaires de vanadium et d'autres carbures fins distribués uniformément dans la matrice. Les mesures de microdureté ont montré que la microdureté de la matrice est comparable à celle de l'acier Hadfield (environ 370 μHV), tandis que la microdureté des carbures primaires de vanadium est très élevée (2650 μHV).

L'augmentation des teneurs en carbone (à 2.35% et à 2.6%) et en vanadium (à 6.3% et à 8.1%) a changé la microstructure de l'acier étudié. Des carbures primaires de vanadium grossiers et de la martensite aciculaire (avec une microdureté de varie entre $850~\mu HV$ et $900~\mu HV$) ont apparu dans la matrice austénitique dont la microdureté est de l'ordre de $500~\mu HV$.

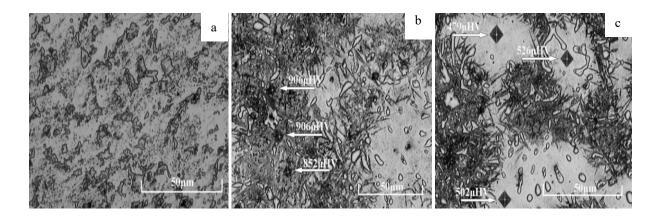


Figure I.21. Microstructures des aciers étudiés à l'état brut de coulée attaqués au Nital. a : L160G10V6. b : L240G13V7. c : L260G13V9 [94]

La perte de poids en fonction du temps est illustrée par la figure I.22. Il a été constaté que l'ajout de 5.5 % de vanadium a réduit la perte de poids de deux fois comparativement à celle de l'acier Hadfield standard.

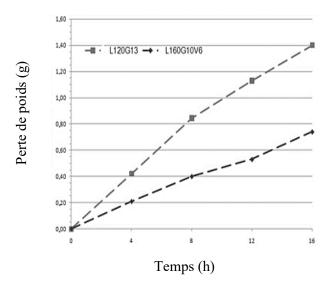


Figure I.22. Perte de poids en fonction du temps des aciers L120G13 et L160G10V6 [94]

I.3.5. Effet du Nickel

Le nickel est un élément gammagène et non carburigène. Il est caractérisé par un point de fusion de 1455°C. Il est soluble dans le fer à l'état solide ou liquide. Son effet gammagène est presque trente fois moins puissant que celui du carbone. Il est utilisé pour la mise en œuvre des pièces par déformation plastique. A des teneurs élevées (plus de 6%), le nickel affine la structure. Il améliore la ténacité de l'acier [95]. Il augmente la ductilité et la résistance à la fatigue [96]. Il diminue légèrement la résistance à l'abrasion. Le nickel est principalement utilisé dans les aciers au manganèse coulés de faible teneur en carbone et dans les produits corroyés pour faciliter leur soudabilité. Il est particulièrement efficace pour supprimer la précipitation des carbures sous forme de plaquettes, qui peuvent se former entre 300°C et 550°C. Dans les produits corroyés, le nickel est parfois utilisé conjointement avec le molybdène [30].

I.4. Durcissement des aciers au manganèse

Il existe plusieurs mécanismes de durcissement des aciers au manganèse [72,97], les plus connus sont :

- Par addition des éléments chimiques ;
- Par traitements thermiques;
- Par écrouissage.

I.4.1. Durcissement par addition des éléments chimiques

Le durcissement des aciers au manganèse sous l'effet des éléments chimiques a fait l'objet de nombreuses études durant ces dernières années [37,53]. Ces études avaient surtout pour objectif d'optimiser une composition chimique conduisant à trouver un compromis entre la microstructure et les propriétés d'usage de ces aciers. La combinaison des propriétés de résistance, de ductilité et de résistance à l'usure nécessite essentiellement une compréhension approfondie de l'action des éléments ajoutés.

L'addition des éléments alphagènes et carburigènes tels que le chrome, le molybdène, le vanadium et le niobium favorise la précipitation de carbures simples ou complexes à l'état brut de coulée. Ces carbures empêchent le grossissement du grain austénitique, affinent la structure et finissent par durcir l'acier [98-101]. Cet effet est décrit par la loi de Hall-Petch [102-104] qui relie la résistance à la taille des grains. En grande quantité, les éléments ajoutés forment un réseau de carbures aux joints des grains austénitiques. Cette structure agit négativement sur la ductilité de l'acier [105-108]. Par contre, les éléments gammagènes et non carburigènes tels que le nickel et le cuivre participent à la stabilité et le durcissement de l'austénite sans fragiliser l'acier [109,110].

Selon la teneurs en éléments carburigènes ajoutés, ces derniers rentrent en substitution dans la cémentite alliée au manganèse ((Fe,Mn)₃C) ou forment leurs propres carbures aux joints des grains [111]. La cémentite peut dissoudre une proportion importante de manganèse et de chrome à l'inverse du molybdène, du niobium et du vanadium qui ont une solubilité limitée dans la cémentite [112]. Ces derniers n'ont pas tous le même effet. Certains éléments ont un effet carburigène plus important que d'autres. Selon leur affinité chimique, ces éléments sont classés comme suit : niobium, vanadium, molybdène et chrome. Ainsi, chaque élément produit la formation de son propre carbure en fonction de sa teneur [113,114]. Comme mentionné dans les paragraphes précédents, le chrome peut former son propre carbure lorsque sa teneur dépasse les 3%, alors que les teneurs minimales en molybdène, en niobium et en vanadium favorisant la formation de leurs propres carbures sont approximativement à 0.5%. Il existe plusieurs types de carbures, à savoir les carbures covalents, interstitiels, intermédiaires et saliniques. Les carbures formés par les éléments du Vème et du VIème groupe de la classification périodique sont considérés comme des carbures réfractaires interstitiels [115]. La faible taille de l'atome de carbone par rapport à la maille élémentaire de l'élément lui permet d'occuper les sites interstitiels dans la maille du carbure. Ces derniers ont des points de fusion élevés (supérieurs à 1800°C) et des structures variant entre cubiques à faces centrées (cfc), hexagonales (hex) et hexagonales compactes (hc) [116] (figure I.26). Ces carbures sont connus par leur haute dureté, leur haute résistance à l'usure et sont chimiquement inertes [117].

Groupe V	Groupe VI
V ₂ C (hc)	Cr23C6 (cfc)
$V_4C_3^*$	Cr7C
V ₆ C ₅ *	Cr3C2 (hex)
$V_8C_7^*$	/
VC (cfc)	/
Nb2C	Mo2C
Nb3C2	Mo3C2
Nb4C	MoC (hex)
NbC	/

Figure I.23. Compositions et structures des carbures interstitiels [117]

Pour le cas des aciers au manganèse, ces éléments sont généralement ajoutés à des teneurs très faibles afin de maintenir la ductilité de l'acier. En faibles proportions, ces derniers se trouveraient pratiquement dissouts dans la matrice après traitements thermiques. Le durcissement dans ce cas n'est pas assuré par la précipitation des carbures mais plutôt par la mise en solution des éléments ajoutés. L'addition des éléments trempant favorisent la transformation de l'austénite en martensite après un traitement thermique de mise en solution suivi par une trempe à l'eau. Alors que l'ajout des éléments fortement gammagènes stabilise l'austénite même après un refroidissement rapide. La combinaison des éléments trempant et des éléments gammagènes permettrait l'obtention des deux phases après traitements thermiques. Le pourcentage des phases formées dépend des teneurs en éléments ajoutés.

I.4.2. Durcissement par traitements thermiques

A l'état brut de coulée, les aciers au manganèse sont considérés comme peu résistants à l'usure [118,119]. C'est pourquoi, ils nécessitent des traitements thermiques pour améliorer leur résistance à l'usure. Ces derniers sont utilisés pour transformer l'austénite en d'autres phases plus dures et pour décomposer les carbures grossiers qui fragilisent l'acier ou pour mettre en solution tous les éléments et ainsi obtenir une structure purement austénitique plus dure que celle de l'état brut de coulée [120,121].

Les transformations de l'austénite lors des traitements thermiques peuvent principalement être gouvernées par deux modes différents, à savoir la diffusion ou un mouvement coordonné d'atomes, sans diffusion [122,123]. Le principal facteur qui conditionne ces transformations est la vitesse de refroidissement. Une vitesse de refroidissement rapide empêche la diffusion du carbone [124-126]. Ce dernier se trouve alors piégé dans la maille. Ces conditions favorisent la formation d'une phase hors d'équilibre : la martensite. Dans les aciers au manganèse, cette phase dépend ainsi de la teneur en carbone et en manganèse présents. La figure I.24 montre l'effet de la teneur en carbone et en manganèse sur la température de début de transformation (Ms) de l'austénite en martensite lors du refroidissement avec tout le carbone et le manganèse en solution solide.

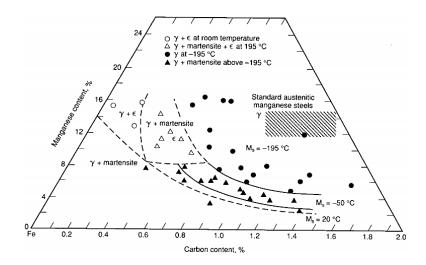


Figure I.24. Variation of Ms temperature with carbon and manganese content. Variation de Ms en fonction de la teneur en carbone et en manganèse [14]

Une caractéristique intéressante du système Fe-Mn-C est qu'il existe en fait deux types martensitiques pouvant se former à la suite des conditions de refroidissement hors d'équilibre à partir d'un état totalement austénitique. Ces produits métastables sont connus sous le nom de martensite α ', de maille cubique centrée (CC) ou tétragonale centrée (TC) et martensite ϵ , de maille hexagonale compacte (HC) [127]. L'existence de ces phases dépend des teneurs en carbone et en manganèse. Le diagramme de phase métastable du système Fe-Mn-C (figure I.25) obtenu après une trempe à partir de 950°C montre le domaine d'existence de la phase austénitique (γ) et les phases martensitiques (α ' et ϵ) en fonction de la teneur en carbone et en

manganèse [128,129]. Cette figure indique également les températures approximatives de début de formation des phases martensitique (Ms) dans le système Fe-Mn-C [129].

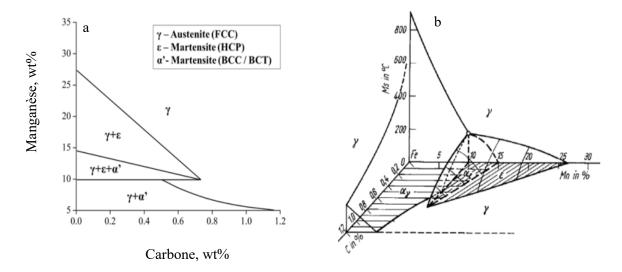


Figure I.25. Diagramme de phase métastable du système Fe-Mn-C (a) et températures de début de formation des phases martensitiques (b) [129]

Le développement d'une microstructure entièrement austénitique et l'élimination des carbures fragilisants présent dans la structure à l'état brut de coulée nécessite un traitement thermique spécifique [130,131]. Le carbone en solution solide est favorable à une amélioration des propriétés mécaniques [132,133]. De ce fait, des traitement de mise en solution à des températures comprises entre 1000°C et 1100°C suivi d'une trempe sont généralement appliqués [134,135]. R.Harzallah et al. [136] ont étudié l'influence d'un traitement d'hypertrempe sur la décomposition des carbures d'un acier Hadfield à 1.13% C et 12.89% Mn. Le traitement thermique appliqué consiste à chauffer l'acier jusqu'à une température de 930°C avec une montée en température de 120°C/heure et le maintenir pendant 30 minutes à cette température, puis une montée plus rapide à 1080°C, à raison de 150°C/heure avec un maintien de 15 min à cette température suivi d'une trempe à l'eau froide. L'acier ainsi considéré a révélé dans sa microstructure une matrice austénitique avec des carbures précipités aux joints des grains, tandis qu'à l'état traité thermiquement, ce dernier a présenté une structure purement austénitique (figure I.26).

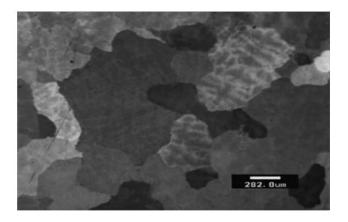


Figure I.26. Microstructure of X120Mn12 alloy after water quenching (optical microscopy). Micrographie optique de l'acier Hadfield après une trempe à l'eau [136]

Dans le but d'élucider les transformations qui ont lieu lors du traitement thermique des aciers au manganèse, une composition titrant 1.2%C-17.5%Mn-1.7%Cr-0.3%Mo a été étudiée [130]. L'acier considéré a subi un double traitement thermique (figure I.27) afin d'obtenir un compromis entre sa microstructure et ses propriétés d'utilisation. Le premier traitement est un traitement d'austénitisation suivi d'une trempe à l'eau à partir de 1050 °C. Le deuxième traitement est aussi un traitement d'austénitisation qui consiste à tremper les échantillons à partir de 1050 °C ou 1100°C dans des milieux différents : eau, eau+1.5% sel, eau+3% sel ou

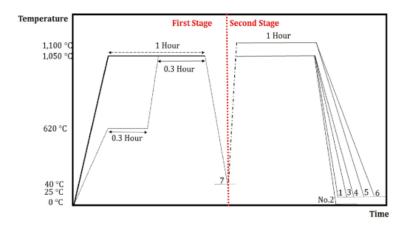


Figure I.27. The schematic showing heat treatment processes for different specimens. Cycle du traitement thermique utilisé [136]

eau froide.

Les résultats issus de ce travail ont montré qu'après le premier cycle du traitement thermique, la microstructure (figure I.28) est composée d'austénite, de cémentite alliée et des sulfures ((Fe,Mn)S). A cet état, l'acier au manganèse a présenté un grain grossier conduisant à une faible dureté. L'application du deuxième cycle a affiné le grain austénitique et amélioré la dureté de l'acier. Par conséquence, l'application d'un double traitement thermique est plus efficace pour l'affinement des grains et l'amélioration de la dureté.

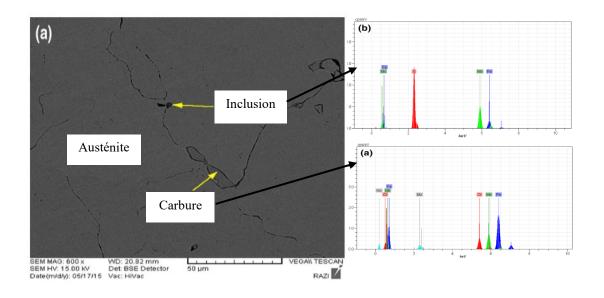


Figure I.28. Micrographie MEB et analyses EDS de l'acier au manganèse étudie [136]

I.4.3. Durcissement par écrouissage

Les aciers au manganèse sont connus par leur haute capacité à l'écrouissage, surtout pour les fortes forces d'impact [137,138]. Au cours du processus de déformation, non seulement ils sont durcis, mais ils conservent également une très grande plasticité, ce qui détermine leurs larges applications industrielles tant que ce matériaux alliant les propriétés de résistance et de ductilité [139,140].

Au cours de la dernière décennie, de nombreux chercheurs [141-146] ont étudié les mécanismes d'écrouissage des aciers au manganèse, à savoir le maclage mécanique, la formation de la martensite ε [147], le glissement de dislocation impliquant des interactions entre les dislocations et les atomes de carbone et de manganèse [64,148] et les interactions entre les dislocations et les macles [149-151]. Le taux d'écrouissage dépend principalement de la quantité de carbone en solution dans la matrice austénitique. Le carbone est connu par son

effet fortement gammagène. La diminution de sa teneur favorise la transformation martensitique. A l'état hypertrempé, la formation de la martensite s'explique littérairement par la décarburation de la zone superficielle. Cependant, l'épaisseur affectée par la décarburation s'étend bien au-delà de la surface transformée en martensite. Un profil de décarburation typique fait état d'une teneur en carbone de l'ordre de 0,8% à un mm en-dessous de la surface brute de fonderie et ne retrouve la valeur nominale de 1,2% qu'entre 2,5 et 3 mm en-dessous de cette surface [152].

L'écrouissage se fait par déformation plastique créée par usure, impact, tension ou compression de la surface de contact [153-155]. Les propriétés de déformation et d'écrouissage des aciers au manganèse sont souvent évaluées par des mesures de dureté. En effet, la dureté du matériau s'améliore avec l'augmentation de la déformation plastique appliquée et s'abaisse avec la diminution des effets de l'écrouissage [156].

S. Kahrobaee et al.[153] ont étudié le changement de la microstructure et de la dureté d'un acier Hadfield à 1.2%C et 12.7%Mn sous l'effet du martelage. Diverses charges de martelage ont été appliquées afin d'obtenir différentes réductions de l'épaisseur (7.5%, 9.5%, 11.9%, 20.0%, 24.4%, 28.5%, 35.5% et 42.5%). Avant la déformation, l'acier Hadfield, considéré, a révélé une matrice purement austénitique. L'exposition de l'acier à différentes charges de martelage a entraîné la formation de bandes non uniformes à l'intérieur des grains, résultant de la déformation plastique de la surface. La quantité de bandes formées a été augmentée en augmentant la charge de martelage appliquée (figure I.29).

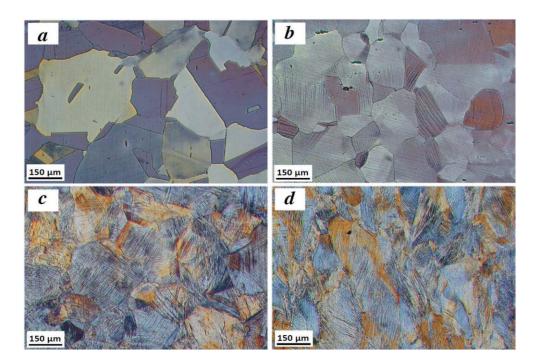


Figure I.29. The optical microscope images of the surface microstructure of (a) control sample and deformed samples with the RTRs of (b) 9.5%, (c) 28.5% and (d) 42.5%.

Micrographies optiques des surfaces de contact. a : avant déformation, après déformation à une réduction de l'épaisseur de b : 9.5%, c : 28.5% et d : 42.5% [153]

L'augmentation de la déformation a provoqué une élévation de la dureté (figure I.30). Cette amélioration de la dureté est due à l'augmentation de l'écrouissage et à la formation de macles près de la surface de contact.

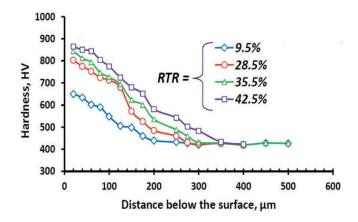


Figure I.30. Hardness profiles for the samples with different RTRs. Profils de dureté Vickers en fonction de la profondeur de déformation [153]

CHAPITRE II : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

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

II.1. Introduction

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

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

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

II.2. Matériaux

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

II.3. Elaboration des échantillons

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

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

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

- Masse du métal dans la louche

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

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

Où:

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

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

$$V_m = \frac{\frac{4}{3} \cdot \pi \cdot R^3}{2} \tag{2}$$

La masse volumique de l'acier Hadfield est de :

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

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

$$m_m = 35044 g$$

- Masse de l'élément à ajouter

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

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

≤0,3

≤2

≤0,1

FeV

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

≤0,05

78-82

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

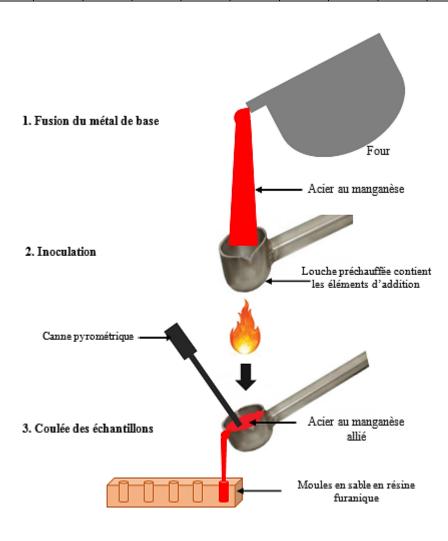


Figure II.1. Elaboration des échantillons

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

II.4. Traitements thermiques

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

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

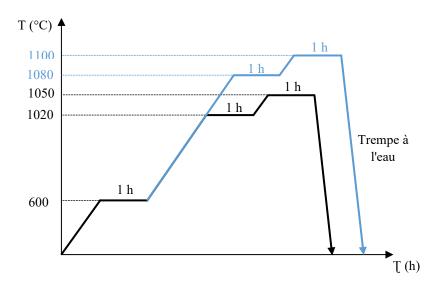


Figure II.2. Cycles des deux traitements thermiques appliqués

II.5. Préparation métallographique

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

II.6. Observation microstructurale

II.6.1. Microscopie optique

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

II.6.2. Microscopie électronique à balayage

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

II.7. Diffraction des rayons X

Afin de confirmer la nature des phases existantes, une analyse quantitative et qualitative par diffraction des rayons X a été effectuée à l'aide d'un diffractomètre Rigaku avec une radiation $CuK\alpha$ (λ =1.5406 A°) à 20 et un pas de 0.02° dans une plage de 0 à 100°. L'ajustement des diffractogrammes a été effectué moyennant le logiciel X'Pert HighScor.

II.8. Dureté et microdureté

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

II.9. Comportement tribologique

II.9.1. Usure abrasive

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

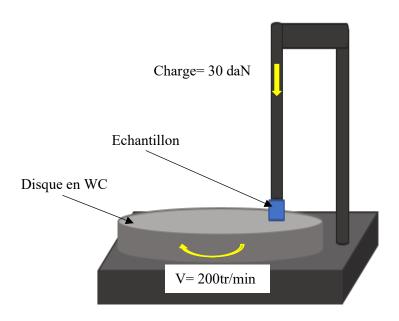


Figure II.3. Schéma du dispositif utilisé pour l'essai d'usure

II.9.2. Tribologie

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

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

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

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

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

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

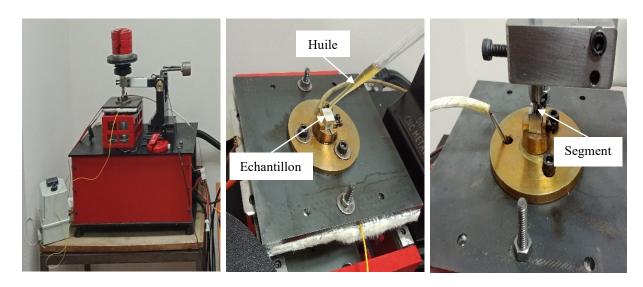


Figure II.4. Tribomètre à mouvement alternatif utilisé

CHAPITRE III: RESULTATS ET DISCUSSIONS

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

III.1. Introduction

Avant d'étudier l'influence des éléments chimiques ajoutés et des traitements thermiques appliqués sur la formation de la microstructure et sur les propriétés mécaniques, nous avons d'abord considéré l'effet du carbone et du manganèse.

III.2. Effet du carbone et du manganèse

Dans le but d'étudier l'influence du carbone et du manganèse, deux aciers ont été élaborés. La microstructure et les propriétés de service de l'acier B2 ont été comparées à celles de l'acier B1 (Hadfield) produit par ALFET. Les compositions chimiques de ces aciers sont montrées par le tableau III.1.

Eléments chimiques (en pourcentage massique, %) Aciers C Ni Mn Si P S Cr 1.266 0.434 0.051 0.0081.05 B1 11.88 0.17 B2 0.932 10.54 0.283 0.049 0.006 1.44 0.24

Tableau III.1. Compositions chimiques des aciers B1 et B2

III.2.1. Analyse microstructurale

Les micrographies optiques des aciers B1 et B2 à l'état brut de coulée sont montrées par la figure III.1. A cet état, les microstructures des deux aciers considérés sont composées d'une matrice austénitique avec des carbures inter et intragranulaires.

Selon de diagramme binaire Fe-C, les carbures formés à l'état brut de coulée et aux basses températures sont des carbures de fer de type M₃C. Sachant que ces derniers sont des carbures secondaires, formés au second stade de la solidification. La diminution de la température durant le refroidissement provoque l'appauvrissement de l'austénite en carbone. Le carbone rejeté par cette dernière se lie avec le fer en formant un carbure Fe₃C qui précipite aux joints des grains austénitiques.

Par contre, l'ajout du manganèse au système Fe-C (figure I.3) provoque la formation d'un carbure complexe de type M₃C. Le manganèse ne formant pas son propre carbure, se trouve dissous dans l'austénite ou dans la cémentite. Comme la quantité du manganèse dans ces aciers est importante, alors ce dernier est reparti entre la matrice et le carbure. Lorsque sa limite de solubilité dans l'austénite est atteinte, le manganèse rejeté au cours du refroidissement entre en substitution dans la cémentite et donne lieu à la précipitation de la cémentite alliée au manganèse ((Fe,Mn)₃C) aux joints des grains austénitiques.

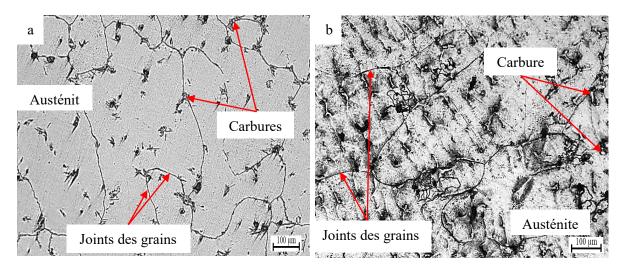


Figure III.1. Micrographies optiques des aciers B1 (a) et B2 (b) à l'état brut de coulée

La quantité et la grosseur de ces carbures varient en fonction de la teneur en carbone présent dans l'alliage. La figure III.2 illustre les micrographies MEB des deux aciers à l'état brut de coulée. Ces micrographies font apparaître clairement les carbures de type M₃C formés. La quantité des carbures secondaires révélés par la microstructure de l'acier B1 est plus importante que celle de l'acier B2. Ainsi, ces carbures sont relativement grossiers comparé aux ceux de l'acier B2. Ceci est justifié par l'augmentation de la teneur en carbone dans l'acier B1.

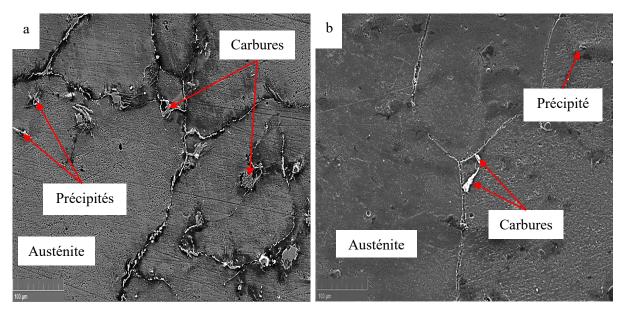


Figure III.2. Micrographies MEB des aciers B1 (a) et B2 (b) à l'état brut de coulée

Afin de déterminer la nature des carbures et des précipités formés, une analyse qualitative EDS a été effectuée sur différentes zones de la microstructure de l'acier B1 (figure III.3). Cette analyse confirme l'existence du Mn, du Cr et du Ni dans la matrice austénitique (point 1). Les

Résultats et discussions

précipitations intragranulaires et intergranulaires ont été aussi analysées. Il ressort de ces analyses que sur les précipités intragranulaires apparaissent les éléments avec des pics de Fe, de C et de Mn. Ceci confirme que le carbure formé est de la cémentite alliée au manganèse ((Fe,Mn)₃C, point 2). Le spectre de l'analyse des précipités intergranulaires montre des pics de Fe, de C, de Mn et de Cr. Les précipités intergranulaires sont à leur tour des carbures de type M₃C. Le chrome est connu par son effet carburigène, mais il rentre en substitution dans le carbure de type M₃C lorsque sa teneur ne dépasse pas 3%. D'après l'analyse chimique, l'acier B1 contient une teneur de 1.05% de chrome. A cette teneur, le chrome se trouve ainsi dissout dans la matrice et/ou dans la cémentite. Ceci explique que les précipités intergranulaires correspondent à la cémentite alliée au manganèse et au chrome ((Fe,Mn,Cr)₃C, point 3).

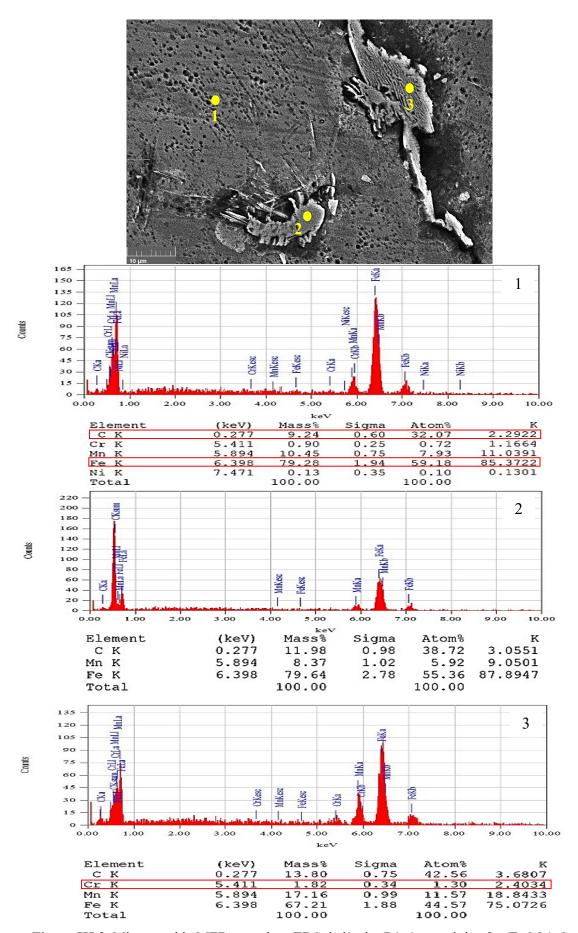


Figure III.3. Micrographie MEB et analyse EDS de l'acier B1. 1 : austénite, 2 : (Fe,Mn)₃C et (Fe,Mn,Cr)₃C

Dans le but de confirmer l'existence des phases révélées, la diffraction des rayons X des aciers B1 et B2 à l'état brut de coulée a été réalisée (figure III.4). La figure IIII.4 montre que les deux aciers sont composés principalement d'austénite (A). La différence entre eux se situe au niveau de l'intensité des pics représentant cette phase. L'acier B1 révèle des pics d'austénite beaucoup plus intenses que ceux de l'acier B2. Ceci est dû à la présence du carbone à forte teneur dans celui-ci.

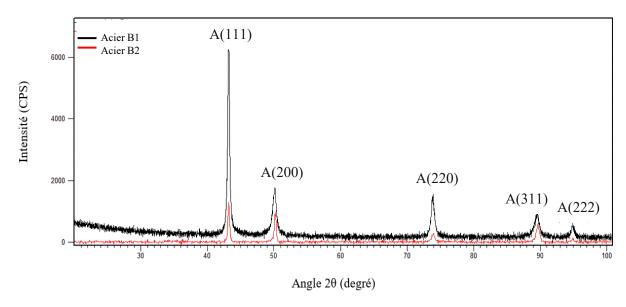


Figure III.4. Diffractogrammes des rayons X des aciers B1 et B2 à l'état brut de coulée. A : austénite

La figure III.5 présente les micrographies optiques des aciers considérés (B1 et B2) à l'état traité thermiquement. Après les deux traitements thermiques appliqués, les microstructures des aciers B1 et B2 sont constituées de martensite, d'austénite résiduelle et une faible quantité de précipités dispersés dans l'austénite résiduelle. L'apparition de l'austénite résiduelle est due au fait que la transformation martensitique n'est pas complètement atteinte. La présence de cette phase est intéressante pour maintenir une certaine ductilité de l'acier. L'austénitisation à hautes températures (1050°C et 1100°C) conduit à la formation d'une austénitique sursaturée en carbone et aux autres éléments chimiques composants l'alliage. Un refroidissement rapide (trempe à l'eau) gène la transformation diffusive de l'austénite. Le carbone et les autres éléments se trouvent alors piégés dans la maille. La nouvelle maille (maille obtenue) contient alors les mêmes éléments mais avec des proportions différentes. Dans ce cas, le refroidissement rapide fige la structure et la maille austénitique de structure cubique à faces centrées se déforme et donne lieu, suivant un mécanisme de transformation displacive, à différents produits de martensite. Selon le diagramme de phase métastable du système Fe-Mn-C, ces produits

métastables sont connus sous le nom de martensite α ', de maille cubique centrée (CC) ou tétragonale centrée (TC) et martensite ϵ , de maille hexagonale compacte (HC).

La martensite formée après les traitements thermiques appliqués apparait sous une forme dendritique. Les axes principaux et secondaires de ces dendrites varient en fonction de la composition chimique des aciers et des traitements thermiques appliqués. D'après la figure III.4, l'acier B2 montre dans sa microstructure une quantité de martensite relativement importante que l'acier B1. Cette observation est remarquée pour les deux traitements thermiques. Ceci est expliqué d'une part par la diminution de la teneur en carbone et en manganèse dans l'acier B2 et d'autre part par une légère augmentation de la teneur en chrome. Le carbone et le manganèse sont connus par leur effet fortement gammagène. Leur diminution déstabilise l'austénite et favorise sa transformation en martensite lors de la trempe. Le chrome est un élément trempant. Il participe à son tour à l'apparition de la martensite. Si on compare entre les microstructures du même acier à différents traitements thermiques, on remarque que les microstructures des aciers traités à 1100°C révèlent plus de martensite et moins de précipités que celles des aciers traités à 1050°C. L'augmentation de la température du traitement thermique de 1050°C à 1100°C permet une meilleure dissociation des carbures et une dissolution des éléments chimiques. Une trempe après une austénitisation à haute température favorise la formation de la phase martensitique avec plus d'éléments chimiques en solution. La montée en température influe également sur la quantité de précipités révélés. L'augmentation de cette dernière de 6°C/min (pour le traitement effectué à 1050°C) à 12°C/min (pour le traitement effectué à 1100°C) empêche le grossissement des carbures existants et la reformation des carbures dissociés lors du cycle des traitements thermiques appliqués.

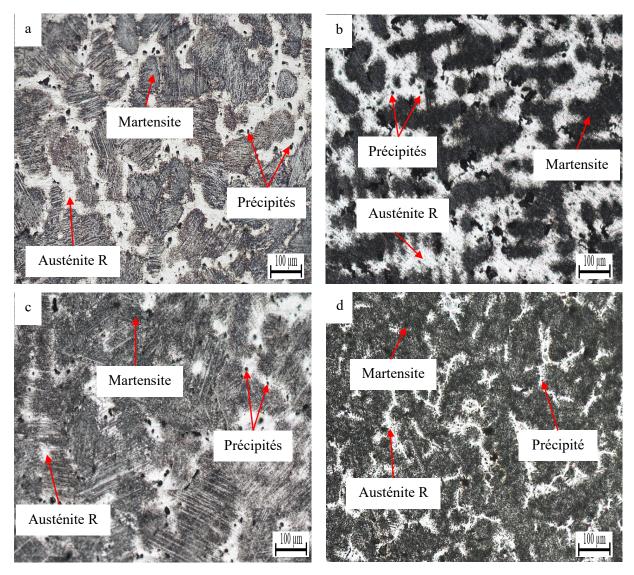


Figure III.5. Micrographies optiques à l'état traité thermiquement. B1 à 1050°C (a), B2 à 1050°C (b), B1 à 1100°C (c), B2 1100°C (d)

La micrographie MEB de l'acier B1 traité à 1050°C (figure III.6) montre bien la présence de précipités. Ces derniers sont dispersés dans toute la matrice. Ils peuvent être dus à une décomposition incomplète des carbures formés à l'état brut de coulée ou une reformation de ces derniers lors du traitement thermique. Une faible vitesse de chauffe (6°C/min) pourrait conduire à une croissance des carbures préexistants.

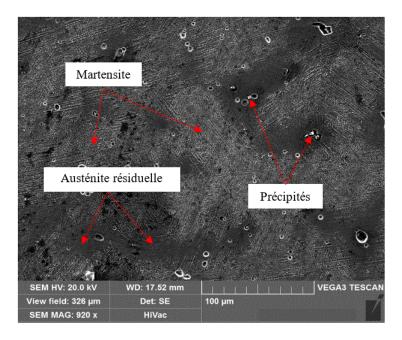


Figure III.6. Micrographie MEB de l'acier B1 traité à 1050°C

A l'état traité, les aciers B1 et B2 ont été analysés par diffraction X afin de confirmer l'identification des différentes phases obtenues par l'observation microscopique. Les spectres DRX de ces deux aciers sont présentés par la figure III.7. Cette dernière montre la présence de la martensite et de l'austénite. Les précipités ne sont pas identifiés vue leurs faibles tailles et quantités comparativement aux deux autres phases.

L'acier B1 traité à 1100°C présente plus de pics de martensite et sont beaucoup plus intenses par rapport au même acier traité à 1050°C. On observe que le spectre de l'acier B1 traité à 1050°C révèle plus d'austénite et moins de martensite qu'à 1100°C.

L'acier B2 présente également des pics de martensite et d'austénite. Or ces pics sont moins nombreux et plus intenses que ceux de l'acier B1. Ceci explique la présence de la martensite en plus grande quantité dans l'acier B2.

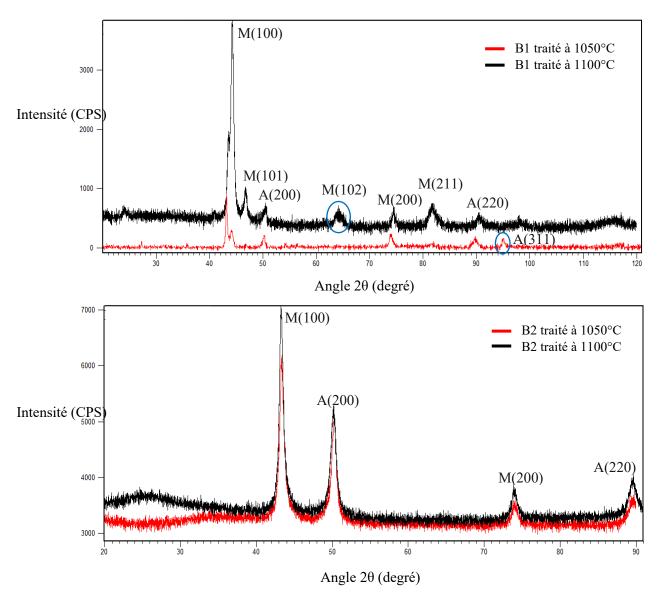


Figure III.7. Diffractogrammes des rayons X des aciers B1 et B2 à l'état traité. A :austénite et M : martensite

III.2.2. Dureté et microdureté

La figure III.8 représente les histogrammes de dureté des aciers B1 et B2 considérés à l'état brut de coulée et à l'état traité thermiquement. Les valeurs illustrées sont la moyenne de trois valeurs pour chaque cas. Les valeurs mesurées indiquent qu'à l'état brut de coulée, l'acier B1 présente une dureté relativement élevée que celle de l'acier B2. A cet état, l'augmentation de la dureté de l'acier B1 est justifiée par des teneurs plus élevées en carbone (de 0.93% à 1.26%) et en manganèse (de 10.86% à 11.88%) par rapport à l'acier B2. Ces derniers se trouveraient ainsi en solution dans l'austénite en quantités plus grandes et favorisent son durcissement.

A l'état traité, l'amélioration de la dureté par rapport à l'état brut de coulée est expliquée par la formation de la martensite pour les deux aciers B1 et B2. L'acier B1 a montré de faibles duretés pour les deux traitements thermiques appliqués par rapport à l'acier B2. Ceci s'explique par un faible taux de martensite qui est dû à la présence des deux éléments stabilisateurs d'austénite à savoir le carbone et le manganèse en quantité plus grande. Comme mentionné dans les paragraphes précédents, la diminution de la teneur en carbone déstabilise l'austénite et favorise sa transformation en martensite. Cette dernière est plus dure que l'austénite, ce qui provoque une amélioration de la dureté. Le chrome à son tour a légèrement été augmenté dans l'acier B2. Ce dernier est considéré comme un élément trempant, ce qui a conduit à une élévation de la dureté.

Le traitement thermique à 1100°C a agi plus sur la dureté que celui à 1050°C. Il permet une meilleure décomposition des carbures et une mise en solution des éléments en quantités relativement plus grandes. Ces derniers se trouvent dissous dans la martensite après la trempe et améliorent ainsi la dureté.

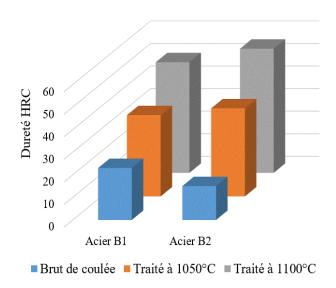


Figure III.8. Duretés HRC des aciers B1 et B2

Les valeurs de microdureté (tableau III.2 et figure III.9) ont confirmé l'existence de l'austénite à l'état brut de coulée. Ces dernières sont de l'ordre de 391 HV₂₀ pour l'acier B1 et 359 HV₂₀ pour l'acier B2. Ces valeurs sont comparables à des valeurs de microdureté de l'austénite d'un acier fortement allié au manganèse (370 µHV₂₀). On remarque que la microdureté de l'austénite de l'acier B1 est relativement importante que celle de l'acier B2. Ceci est justifié par l'enrichissement de cette dernière en carbone et en manganèse. Les valeurs de microduretés

prises sur les carbures sont relativement supérieures à celle de la cémentite. Ceci est dû à l'enrichissement de cette phase en manganèse et en chrome.

A l'état traité, les valeurs de microdureté de l'austénite résiduelle sont pratiquement les mêmes que celles de l'austénite obtenue à l'état brut de coulée pour les deux aciers. La microdureté de la phase martensitique varie entre 610 Hv₂₀ et 649 Hv₂₀ pour l'acier B1 et entre 653 Hv₂₀ et 684 Hv₂₀ pour l'acier B2. Pour le même acier, les valeurs de microdureté de la martensite sont différentes. Ceci est expliqué par l'effet de la température des traitements thermiques sur la dissociation des carbures et la transformation de l'austénite en martensite. L'élévation de la température de 1050°C à 1100°C favorise une meilleure décomposition des carbures, ce qui donne lieu à la formation d'une martensite plus enrichie en éléments chimiques et conduit à son durcissement.

		Microduretés, μHV20						
		Brut de	coulée		niquement à 0°C	Traité thermiquement à 1100°C		
	Aciers	Matrice (Austénite)	Carbure	Martensite	Austénite R	Martensite	Austénite R	
ĺ	B1	391	1120	610	404	649	411	
ſ	B2	359	1097	653	368	684	366	

Tableau III.2. Microduretés des aciers B1 et B2 étudiés

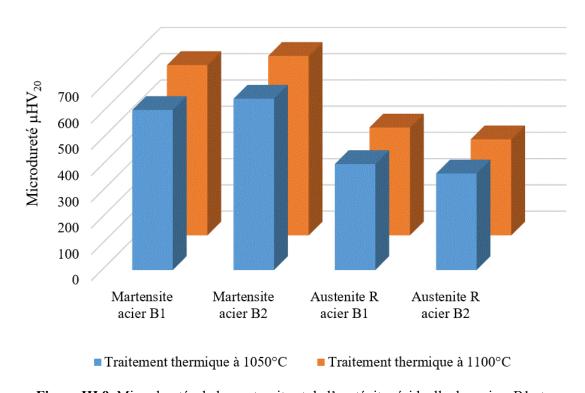


Figure III.9. Microduretés de la martensite et de l'austénite résiduelle des aciers B1 et B2 à l'état traité

III.2.3. Comportement tribologique

Les tests d'usure ont été effectués sous une charge de 30daN dans le but de déterminer le comportement à l'usure des aciers considérés sous de forte charge. La figure III.10 présente la variation de la perte de masse en fonction de la distance parcourue des échantillons B1 et B2 à l'état brut de coulée et après traitements thermiques respectivement. D'après la figure III.10, on remarque que la perte de masse évolue en fonction de la distance parcourue pour les deux échantillons et pour tous les états (brut de coulée et traités thermiquement). La différence entre ces deux états se distingue par le taux de masse perdue. La masse perdue à l'état brut de coulée est plus importante comparativement aux états traités thermiquement. Il faut noter aussi que la perte de masse de l'acier B1 est plus faible que celle de l'acier B2 à l'état brut de coulée. Ceci est justifié par l'action du carbone et du manganèse. Les teneurs élevés de ces derniers dans l'acier B1 comparativement à l'acier B2 favorise la formation de carbures en quantité plus grande dans la matrice. Ceci favoriserait un durcissement de l'acier et une amélioration de sa résistance à l'usure. Ainsi, la masse perdue pour est l'acier B2 devient intense après une distance de frottement de 300m alors que pour l'acier B1, celle-ci ne l'est qu'après 800m de distance parcourue. Ceci pourrait être justifié par la quantité de carbures arrachés lors de l'essai.

Après traitements thermiques, la perte de masse est moins significative pour les deux aciers considérés par rapport à l'état brut de coulée. A cet état, la variation de la perte de masse est inversement proportionnelle au pourcentage du carbone et du manganèse quel que soit le traitement thermique appliqué. Une austénitisation à des températures élevées (1050°C et 1100°C) suivie d'une trempe à l'eau conduit à la formation d'une matrice majoritairement martensitique. La transformation de l'austénite en martensite améliore ainsi la tenue à l'usure et minimise la perte de masse. L'augmentation de la température d'austénitisation de 1050°C à 1100°C permet une plus grande dissociation des carbures et conduit à un enrichissement de la martensite formée. Ceci a favorisé une amélioration du comportement à l'usure des aciers étudiés.

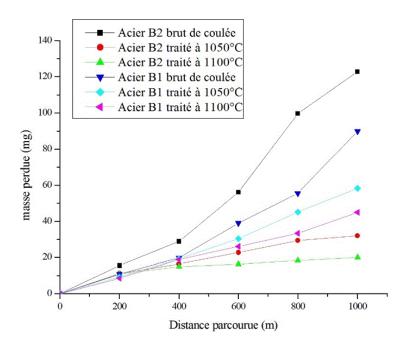


Figure III.10. Pertes de masse des aciers B1 et B2

Dans le but de déterminer la variation du coefficient de frottement des aciers B1 et B2 sous faibles forces, trois charges ont été appliquées (03N, 06N et 10N). La figure III.11 et le tableau III.3 représentent la variation du coefficient de frottements des aciers B1 et B2 avant et après traitements thermiques. Sur la figure III.11, nous observons que le coefficient de frottement s'élève avec l'augmentation de la charge appliquée qui a produit un frottement plus conséquent. L'augmentation du frottement permet une déformation superficielle qui conduirait à un changement de la microstructure à la surface de contact. Ces conditions pourraient conduire à l'apparition de la martensite.

A l'état brut de coulée, le coefficient de frottement de l'acier B2 est faible par rapport à celui de l'acier B1 pour la charge de 3N et relativement plus important pour les charges 6N et 10N. Par contre, à l'état traité thermiquement, les coefficients de frottement de l'acier B2 sont importants que celui de l'acier B1 pour toutes les charges et les deux traitements thermiques. Ainsi, les courbes de l'acier B2 sont plus fluctueuses. Ceci est expliqué par l'existence d'une quantité importante de martensite dans l'acier B2 qui altère la stabilité des courbes de coefficient de frottement.

Tableau III.3. Coefficients de frottement des aciers B1 et B2 à l'état brut de coulée et traité

	Charge, N						
	03		0	6	10		
Aciers	B1	B2	B1	B2	B1	B2	
Brut de coulée	0.366	0.260	0.482	0.505	0.590	0.612	
Traité à 1050°C	0.492	0,596	0,494	0.605	0.602	0.635	
Traité à 1100°C	0.529	0,601	0,528	0.634	0.617	0,669	

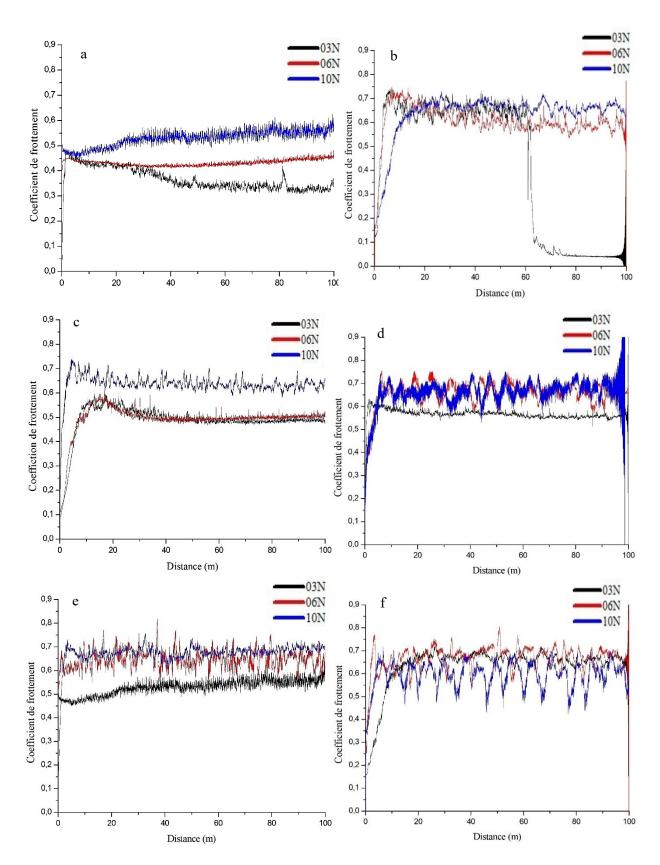


Figure III.11. Coefficients de frottement des aciers B1 (a) et B2 (b) à l'état brut de coulée et à l'état traité : B1 (c) et B2 (d) à 1050°C et B1 (e) et B2 (f) à 1100°C

III.2.4. Conclusion

Les principaux résultats obtenus dans ce chapitre sont :

- Les microstructures de l'acier au manganèse et l'acier Hadfield sont composées de mêmes phases : austénite et carbures secondaires à l'état brut de coulée et de martensite, d'austénite résiduelle et de précipités à l'état traité ;
- Les carbures secondaires sont intergranulaires (Fe,Mn,Cr)₃C et intragranulaires (Fe,Mn)₃C;
- L'acier Hadfield contient plus de carbures secondaires que l'acier au manganèse ;
- La quantité de la martensite est supérieure dans l'acier au manganèse pour les deux traitements thermiques par rapport à l'acier Hadfield;
- Le taux de la martensite augmente avec l'élévation de la température du traitement thermique ;
- L'acier Hadfield présente de plus grande dureté et un meilleur comportement tribologique à l'état brut de coulée. Par contre, à l'état traité, la dureté et le comportement tribologique de l'acier au manganèse sont les plus intéressants.

III.3. Aciers au manganèse

L'étude des alliages de base s'est poursuivie par l'exploration de l'influence d'autres éléments d'addition. L'ajout des éléments carburigènes et non gammagènes vise à améliorer la dureté et la résistance à l'usure des aciers au manganèse en étude. Quant aux éléments gammagènes et non carburigènes, ils sont ajoutés afin de conserver une certaine ductilité favorisant l'utilisation de l'acier dans divers secteurs. Les compositions chimiques des aciers B2, A1, A2 et A3 considéré dans cette partie sont montrées par le tableau III.4.

Eléments chimiques (en pourcentage massique, %) Aciers C Mn Si S Cr Ni Nb V Mo B2 0.932 10.54 0.283 0.049 0.006 1.44 0.24 **A**1 11.36 0.070 2.32 0.929 0.809 0.334 0.011 0.240.779 A2 0.939 09.96 0.200 0.067 0.005 2.37 0.25 0.143 / A3 0.954 10.36 0.285 0.053 0.005 1.48 1.09 0.193 0.356

Tableau III.4. Compositions chimiques des aciers B2, A1, A2 et A3

III.3.1. Effet combiné du chrome, du molybdène et du niobium

Dans cette partie, nous nous intéresserons à l'étude de l'influence de l'ajout du chrome combiné au molybdène et au niobium. D'après l'analyse chimique (tableau III.5), l'acier A1 est comparable à l'acier B2. Cet acier contient une quantité de carbone relativement moindre que l'acier B2. Cette faible quantité de carbone dans l'acier A1 pourrait être un obstacle à la formation de réseaux de carbures de niobium et de molybdène qui fragiliseraient l'acier.

Eléments chimiques (en pourcentage massique, %) Aciers C Mn Si S Ni Mo Nb Cr 0.049 0.006 **B2** 0.932 10.54 0.283 1.44 0.24 0.809 0.334 0.070 0.011 0.24 0.929 0.779 11.36 2.32

Tableau III.5. Compositions chimiques des aciers B2 et A1

III.3.1.1. Analyse microstructurale

L'observation optique de l'échantillon A1 (figure III.12,b) révèle également une matrice austénitique avec des carbures aux joints des grains. La comparaison entre les microstructures des deux aciers B2 et A1 (figure III.12) montre que l'ajout du chrome, du molybdène et du niobium combinés offre un affinement de grains remarquable. Afin de confirmer cette observation, la taille de grains austénitiques a été mesurée à l'aide du logiciel ImageJ. L'acier B2 a présenté un grain de taille de 138µm alors que l'acier A1 a présenté un grain de taille moyenne de 44µm (tableau III.6). Les grains austénitiques ont été affinés de l'ordre de trois

fois plus sous l'effet des éléments ajoutés. Cet affinement des grains est dû à la formation des carbures simples ou complexe aux joints des grains bloquant ainsi leur grossissement.

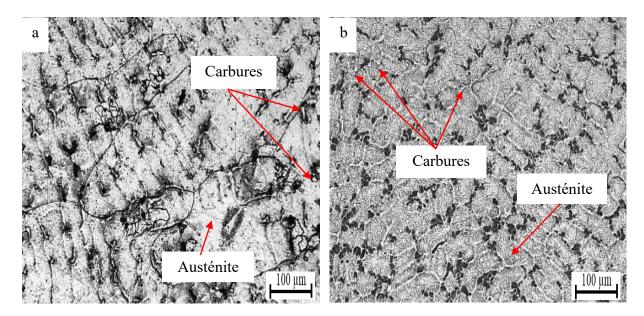


Figure III.12. Micrographies optiques à l'état brut de coulée des aciers B2 (a) et A1 (b)

Tableau III.6. Tailles des grains austénitiques des aciers B2 et A1 à l'état brut de coulée

	Acier B2	Acier A1
Tailles des grains austénitique (µm)	138	44

L'observation optique n'a pas bien révélé la forme des carbures formés dans l'acier A1 à cause de leurs faibles tailles. Les micrographies MEB de l'acier A1 (figure III.13) montre la présence d'une quantité remarquable des carbures. Aux faibles grossissements, ces carbures apparaissent sous forme de réseaux autour des grains austénitiques. Alors que les carbures formés apparaissent plus ou moins interconnectés. La figure III.13 montre bien la forme de ces carbures.

L'ajout de ces éléments carburigènes combinés pourrait former des carbures simples ou complexes. Les carbures ainsi formés sont conditionnés par l'affinité chimique de ces derniers au carbone. Le chrome, le niobium et le molybdène sont des éléments connus par cet effet. La différence entre ces éléments est leur degré d'affinité chimique au carbone. Le niobium est un élément plus carburigène que le molybdène qui est à son tour plus carburigène que le chrome. La teneur de chaque élément influe également sur la nature et la stœchiométrie des carbures formés. Le niobium peut former différents types de carbures (eutectiques, primaires ou secondaires) selon sa teneur et celle du carbone présent dans l'acier. Dans le cas des aciers au

manganèse où la teneur en carbone est relativement importante que les aciers courants, une faible addition de niobium (inférieure à 1%) forme des carbures secondaires.

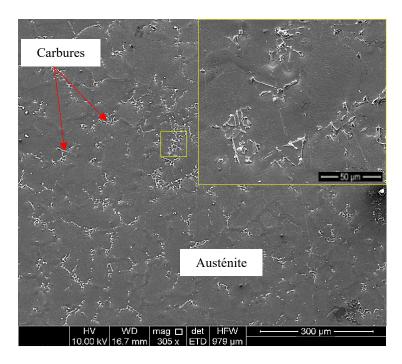


Figure III.13. Micrographie MEB de l'acier A1 à l'état brut de coulée

La nature des carbures formés dans l'acier A1 a été déduite en se basant sur l'analyse qualitative EDS. De la cémentite enrichie en manganèse et en chrome a été détectée aux joints des grains. Comme nous l'avons expliqué précédemment, aux faibles teneurs en chrome (inférieures à 3%), une partie de cet élément se trouve dissoute dans la matrice et l'autre partie dans la cémentite. L'analyse EDS (figure III.14) confirme la présence du manganèse et du chrome dans la cémentite formée.

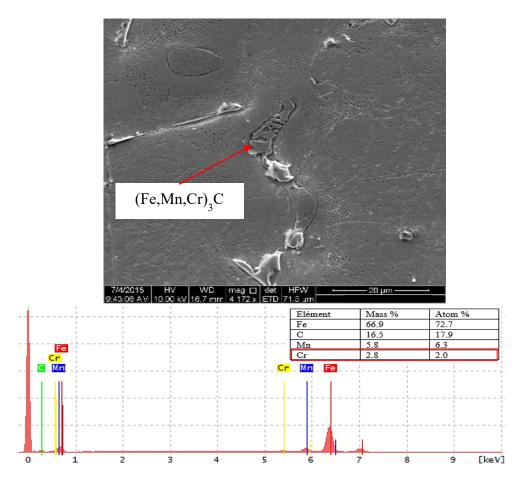


Figure III.14. Micrographie MEB et analyse EDS de la cémentite alliée au manganèse et au chrome formée dans l'acier A1

L'ajout de deux éléments fortement carburigènes (Nb et Mo) peut former des carbures simples ou complexes de niobium et/ou le molybdène. Ces carbures peuvent être différents ou de même type avec différentes morphologies. L'énergie libre propre à chaque carbure donne une information sur celui qui se forme en premier. Le carbure ayant une faible énergie libre est celui qui se forme en premier. D'après la théorie, les énergies libres des carbures NbC et Mo₂C sont respectivement -129.2 KJ/mol et -23.5 KJ/mol.

Des carbures de différentes formes ont été observés (figure III.15) sur la microstructure de l'acier A1. Certains ont une forme arrondie et d'autre de forme interconnectée. Ces formes dépendent de la nature des éléments ajoutés. Le carbure pouvant se former ainsi en premier est le carbure de niobium. Quant au carbure de molybdène, il ne peut se former que si une partie du carbone reste non combinée.

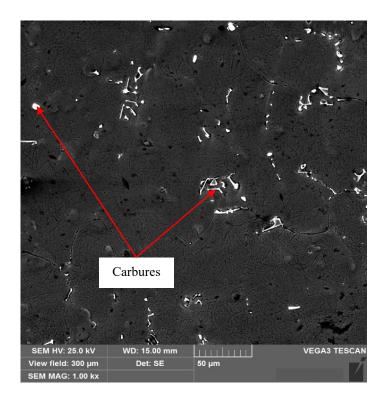


Figure III.15. Micrographie MEB des carbures formés dans l'acier A1 à l'état brut de coulée

Les figures III.16 et III.17 montrent la forme de chaque carbure présent dans la microstructure de l'acier A1. L'analyse EDS de ces carbures a montré que ces derniers sont différents. Le spectre des carbures de forme interconnectée (carbure 1) montre la présence des pics de Fe, Mn, Nb et C (figure III.16), ceci correspond à la cémentite alliée. Alors que l'analyse EDS des carbures de forme cubique (carbure 2) ont révélés principalement du niobium et du carbone. Ces derniers sont des carbures de niobium (figure III.17). Ces résultats pourraient nous informer sur l'influence du niobium sur la forme de la cémentite alliée formée. La dissolution du niobium dans la cémentite change sa forme qui passe d'une forme de "plage" à une forme interconnectée.

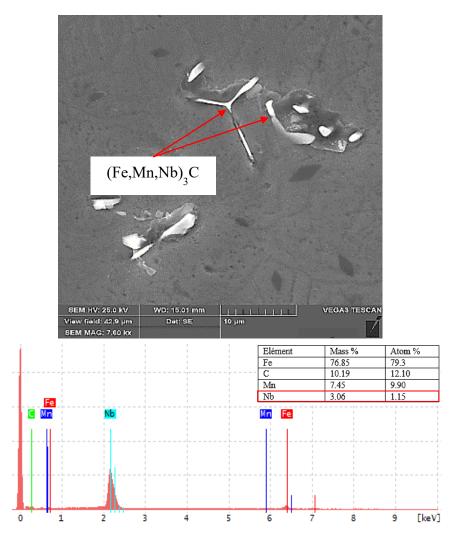


Figure III.16. Micrographie MEB et analyse EDS de la cémentite alliée au manganèse et au niobium formée dans l'acier A1 à l'état brut de coulée

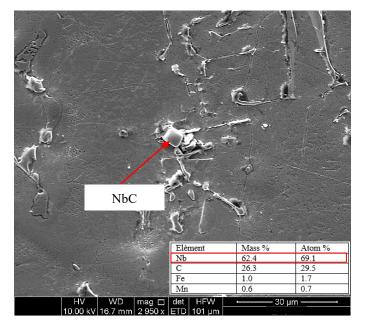


Figure III.17. Micrographie MEB et analyse EDS du carbure de niobium formé dans l'acier A1 à l'état brut de coulée

La figure III.18 montre également la présence de fins précipités sous forme de losanges de différentes tailles, variant de 3.36µm à 7.56µm dispersés dans toute la matrice. Ces derniers sont présents en faible quantité comparativement aux autres carbures. L'analyse spectrale EDS de ces derniers révèle des pics de Fe, C, Mn, Cr et Mo. Ceci montre que la phase révélée est de la cémentite alliée au manganèse, au chrome et au molybdène ((Fe,Mn,Cr,Mo)₃C).

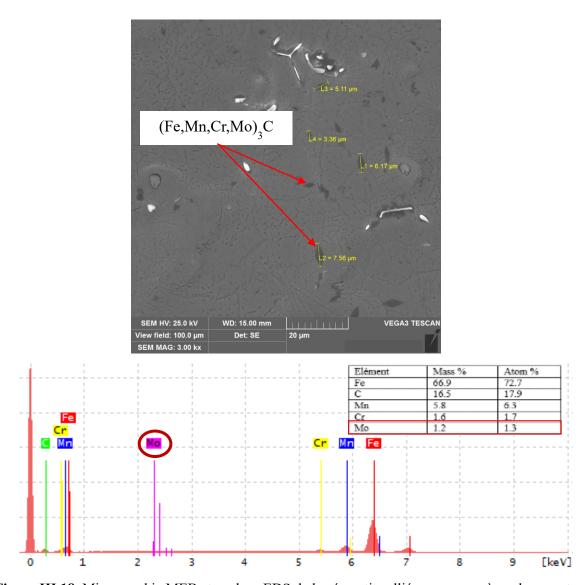


Figure III.18. Micrographie MEB et analyse EDS de la cémentite alliée au manganèse, chrome et molybdène formée dans l'acier A1 à l'état brut de coulée

Les micrographies optiques des aciers B2 et A1 après les deux traitements thermiques appliqués sont présentées sur la figure III.19. Les microstructures de l'acier A1 sont composées de martensite et d'austénite résiduelle comme pour l'acier B2. La différence entre ces microstructures et les microstructures de l'acier B2 réside dans le taux des phases formées. L'acier A1 montre dans sa microstructure une grande quantité de martensite par rapport à l'acier

B2 pour les deux traitements thermiques. Ceci est justifié par la faible teneur en carbone et l'action des éléments ajoutés à l'acier A1. Comme il a été expliqué plus haut, la diminution de la teneur en carbone favorise considérablement la formation de la martensite après une austénitisation à haute température suivie d'une trempe à l'eau. D'autre part, l'augmentation de la teneur en chrome et l'ajout du molybdène et du niobium, éléments fortement trempant, permettent également la transformation de l'austénite en martensite après une trempe à l'eau.

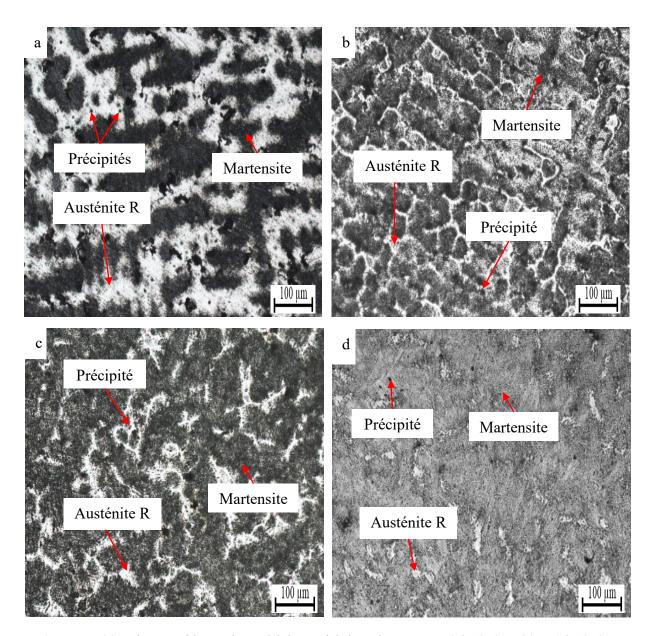


Figure III.20. Micrographies optiques à l'état traité thermiquement. B2 à 1050°C (a), A1 à 1050°C (b), B2 à 1100°C (c) et A1 à 1100°C (d)

Les micrographies MEB de l'acier A1 après traitements thermiques représentées par la figure III.20 montrent l'existence de carbures dans la microstructure de ce dernier. Ces carbures sont de taille plus fine et leur quantité est considérablement plus faible par rapport à l'état brut de coulée. Ceci s'explique par leur dissociation sous l'effet des traitements thermiques appliqués. La quantité des carbures existants change en fonction du traitement thermique appliqué. La microstructure de l'acier A1 traité à 1050°C a révélé un taux de carbure élevé par rapport à celle du même acier traité à 1100°C. Ce dernier traitement a conduit à une formation d'une microstructure composée de martensite dans laquelle est dispersé une très faible quantité de carbures précipités. Cette faible quantité de précipités est due à l'effet intense de ce traitement sur la dissociation des carbures secondaires ((Fe,Mn,Cr)₃C, (Fe,Mn,Nb)₃C, (Fe,Mn,Cr,Mo)₃C et NbC) formés à l'état brut de coulée. La dissociation de ces derniers favorise une forte transformation de l'austénite en martensite lors de la trempe, ce qui justifie la formation d'une grande quantité de martensite après le traitement thermique à 1100°C. En conclusion, le traitement thermique à 1100°C a été efficace pour dissocier une grande partie de carbures précipités.

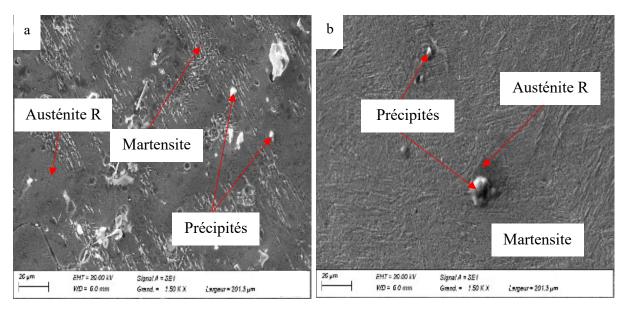


Figure III.21. Micrographies MEB de l'acier A1 traité à 1050°C (a) et traité à 1100°C (b)

Les diffractogrammes des rayon X des aciers B2 et A1 à l'état traité sont présentés par la figure III.21. L'identification des pics de diffraction montrent qu'à cet état les deux aciers sont composés de martensite et d'austénite. Ces résultats confirment les observations micrographiques (optique et MEB).

Le spectre de l'acier A1 révèle plus de pics de martensite que l'acier B2 pour les deux traitements thermiques. Ces derniers sont aussi plus intenses. De nouveaux pics de martensite

ont été identifiés pour l'acier A1. Ceci explique que l'acier A1 contient plus de martensite que l'acier B2 grâce à la présence des éléments fortement trempant (Mo, Nb et Cr).

L'acier A1 traité à 1050°C dévoile des pics plus intenses d'austénite qu'à 1100°C. Par contre, à 1100°C les pics de la martensite sont les plus intenses.

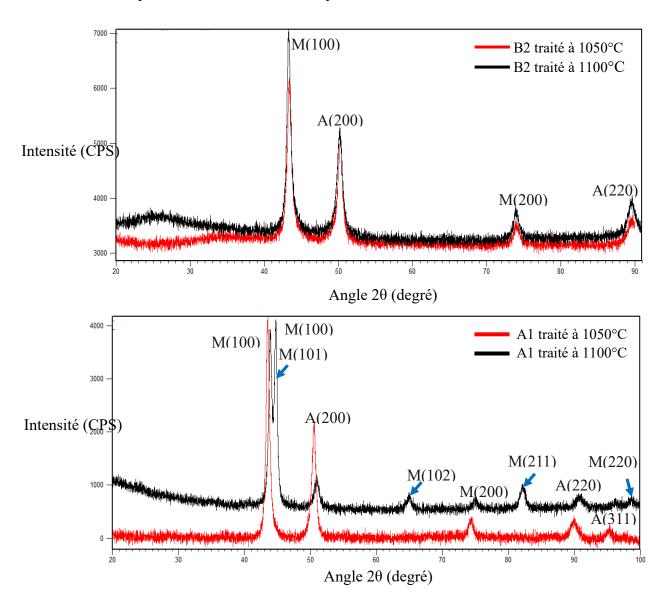


Figure III.22. Diffractogrammes des aciers B2 et A1 à l'état traité. A : austénite et M : martensite

III.3.1.2. Dureté et microdureté

Dans l'optique d'étudier l'influence des éléments chimiques ajoutés sur le durcissement de l'acier au manganèse A1, la dureté et la microdureté ont été mesurées et comparées à celles de l'acier B2.

Les valeurs de dureté présentées sur la figure III.22 montrent que l'acier A1 est plus dur que l'acier B2 à l'état brut de coulée. Cependant, cette propriété a été encore améliorée sous l'effet des traitements thermiques. La dureté de cet acier est passée de 35 HRC à l'état brut de coulée à 58 HRC après le traitement thermique à 1050°C et à 65 HRC après le traitement thermique à 1100°C.

L'amélioration de la dureté à l'état brut de coulée de l'acier A1 comparativement à l'acier B2 est justifiée par l'effet des éléments chimiques ajoutés. Le chrome, le molybdène et le niobium sont des éléments générateurs de carbures. Leur ajout conduit à l'élévation de la dureté et par conséquent à un durcissement secondaire. L'ajout combiné de ces éléments (Cr, Mo et Nb) a conduit à la formation de carbures simples et complexes de type MC tel que le carbure de niobium NbC et et de type M₃C tels que les cémentites alliées (Fe,Mn,Cr)₃C, (Fe,Mn,Nb)₃C et (Fe,Mn,Cr,Mo)₃C. Ces carbures présentent de fortes duretés comparativement à la cémentite alliée au manganèse et à la matrice. Leur dispersion dans la microstructure favorise l'amélioration de la dureté.

A l'état traité, l'amélioration de la dureté est expliquée par la formation de la martensite. Une austénitisation à haute température suivie d'une trempe à l'eau provoque un changement de phase, dû à la transformation de l'austénite en martensite, améliorant ainsi la dureté de l'acier. L'ajout des éléments améliorant la trempabilité tels que le molybdène et le niobium offre un durcissement supplémentaire de l'acier. La dureté après traitement thermique à 1100°C est plus importante que celle mesurée après traitement thermique à 1050°C. Selon l'analyse microstructurale, le traitement thermique à 1100°C a favorisé une dissociation plus forte des carbures secondaires formés à l'état brut de coulée. Ceci a conduit à la formation d'une martensite plus enrichie et plus dure.

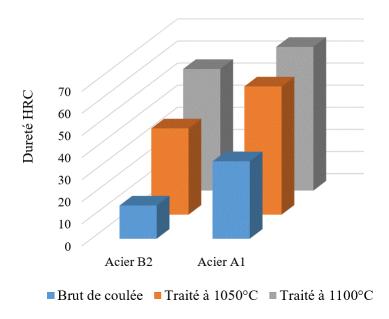


Figure III.23. Duretés HRC des aciers B2 et A1

Le tableau III.7 et la figure III.23 présentent les valeurs de microdureté des différentes phases existantes à l'état brut de coulée et à l'état traité des aciers étudiés B2 et A1.

Les valeurs de microdureté des carbures de type M₃C à l'état brut de coulée sont différentes. Ceci confirme que ces carbures ne sont pas de même composition chimique. Les microduretés des carbures (Fe,Mn,Cr)₃C sont de 1125 µHv₂₀ et de 1263 µHv₂₀ pour le carbure (Fe,Mn,Nb)₃C. Par contre, nous n'avons pas pu mesurer la microdureté des carbures (Fe,Mn,Cr,Mo)₃C et NbC à cause de leurs faibles tailles.

Les microduretés mesurées sur la matrice de l'acier A1 ont donné des valeurs correspondantes à celle de l'austénite (431-439 µHv₂₀) et de la martensite (691-794 µHv₂₀). Ceci confirme l'existence d'une austénite résiduelle à l'état traité. Ces phases sont plus dures comparativement à celles de l'acier B2. Ce durcissement est justifié par leur enrichissement en élément ajoutés (chrome, molybdène et niobium).

La martensite de l'acier A1 traité à 1100°C est encore plus dure que celle du même acier traité à 1050°C. L'augmentation de la température d'austénitisation de 1050°C à 1100°C a permis une dissociation considérable des carbures secondaires. Ceci mène à une formation d'une martensite enrichie et plus dure.

Tableau III.7. Microduretés des différentes phases des aciers B2 et A1 à l'état brut de coulée et traité thermiquement

	Microduretés, μHV20						
	Brut de coulée			Traité thermiquement à 1050°C		Traité thermiquement à 1100°C	
Aciers	Matrice (Austénite)	Carbures		Martensite	Austénite R	Martensite	Austénite R
B2	359	1097		653	368	684	366
A1	420	(Fe,Mn,Cr) ₃ C 1125	(Fe,Mn,Nb) ₃ C 1263	691	431	794	439

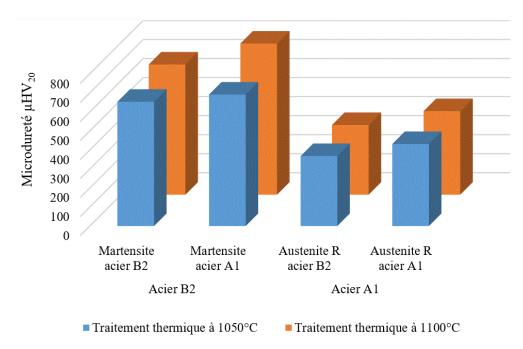


Figure III. 24. Microduretés de la martensite et de l'austénite résiduelle des aciers B2 et A1 à l'état traité

III.3.1.3. Comportement tribologique

Afin d'optimiser le comportement tribologique des aciers B2 et A1 sous l'action des éléments d'addition et des traitements thermiques, différents essais tribologiques ont été effectués.

Les pertes de masse mesurées après chaque 200m de test des échantillons B2 et A1 (à l'état brut de coulée et traité) frottés contre un disque en carbure de tungstène sous une charge de 300N avec une distance de frottement de 1000m sont présentées par la figure III.24. Ces essais ont été effectués afin d'évaluer la résistance à l'usure abrasive des aciers A1 et B2 étudiés. Les résultats montrent que les aciers A1 et B2 suivent le même comportement en fonction de la distance parcourue. La perte de masse de l'acier B2 par rapport à celle de l'acier A1 est plus importante que ce soit à l'état brut de coulée ou à l'état traité thermiquement. Ceci montre que l'acier B2 s'use plus que l'acier A1 dans le cas des deux états. L'ajout du chrome, molybdène

et niobium a amélioré efficacement le comportement à l'usure de l'acier A1. Ces éléments forment des carbures durs ((Fe,Mn,Cr)₃C, (Fe,Mn,Nb)₃C, (Fe,Mn,Cr,Mo)₃C et NbC) à l'état brut de coulée distribués uniformément dans toute la matrice durcissant ainsi l'acier et améliorent son comportement à l'usure. A l'état traité, les éléments ajoutés contribuent à l'augmentation du taux de martensite formée. L'effet trempant de ces éléments (surtout le molybdène) et la formation d'une martensite plus riche en ces éléments améliorent la tenue à l'usure abrasive et diminuent la perte de masse de l'acier A1.

Si on compare la perte de masse à l'état brut de coulée et après traitements thermique des deux aciers, on remarque qu'à l'état brut de coulée, les deux aciers perdent plus de masse par rapport à l'état traité.

L'acier B2 a tendance à perdre plus de masse à l'état brut de coulée surtout après une distance de 200m. Ceci pourrait être expliqué par l'arrachement des carbures secondaires durant le test. Après les deux traitements thermiques appliqués (1050°C et 1100°C), la perte de masse de cet acier est plus faible par rapport à celle de l'état brut de coulée. Cette diminution est justifiée par le changement microstructurale qui s'est produit suite à la transformation de l'austénite en martensite améliorant ainsi le comportement à l'usure de l'acier au manganèse en étude. La perte de masse de l'acier B2 traité à 1100°C est relativement faible que celle du même acier traité à 1050°C. L'augmentation de la température du traitement thermique de 1050°C à 1100°C a conduit à la formation de la martensite en plus grande quantité. Ceci a amélioré la résistance à l'usure de cet acier.

Quant à l'acier A1, sa perte de masse à l'état brut de coulée est relativement importante qu'après une distance de 400m. Ceci pourrait être aussi justifié par l'arrachement de faible quantité de carbures au cours de l'essai d'usure. Après traitement thermiques, la perte de masse de cet acier est moins importante par rapport à celle de l'état brut de coulée. Ceci est dû également à la formation de la martensite lors des traitements thermiques. Les pertes de masse de l'acier A1 sont pratiquement comparables que ce soit à 1050°C ou à 1100°C.

On remarque ainsi que les pertes de masse de l'acier A1 tendent à se stabiliser à l'état traité après une distance d'environ 900m de parcoure. Ceci pourrait être expliqué par la formation d'une structure écrouée.

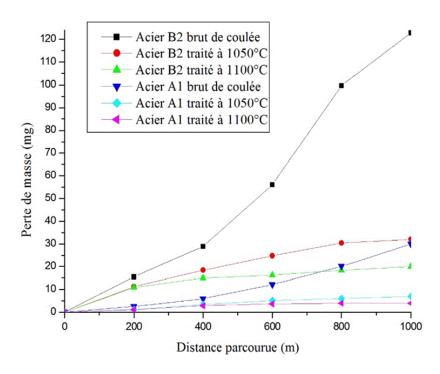


Figure III.25. Pertes de masse des aciers B2 et A1 à l'état brut de coulée et traité

En complément aux essais d'usure effectuées sous forte charge, des essais de tribologie ont été réalisés dans l'optique d'étudier la variation du coefficient de frottement sous l'effet de faibles charges (03N, 06N et 10N). Les tests ont été effectués à sec et à température ambiante. Le coefficient de frottement a été mesuré après une distance de 100m sous une vitesse de 5cm/s.

Les courbes illustrant la variation du coefficient de frottement en fonction de la distance parcourue des aciers A1 et B2 à l'état brut de coulée et traité thermiquement sont présentées par la figure III.25. Les valeurs du coefficient de frottement sont données aussi par le tableau III.8.

Le coefficient de frottement est variable en fonction de la composition chimique des aciers étudiés, des traitements thermiques et des charges appliquées. Les résultats obtenus montrent que le coefficient de frottement de l'acier A1 est relativement élevé par rapport à celui de l'acier B2 pour les deux états (brut de coulée et traité). Ceci est justifié par des duretés et des résistances à l'usure plus élevées de l'acier A1. Ce durcissement génère une résistance entre les surfaces de la bille et de l'acier.

A l'état brut de coulée, l'amélioration de la dureté et de la tenue à l'usure de l'acier A1 sont dues à l'ajout combiné du chrome, du molybdène et du niobium. Ces derniers se combinent au fer et au manganèse pour former des carbures complexes fins, distribués uniformément dans toute la matrice, contribuant ainsi à l'amélioration de la dureté et de la résistance à l'usure de l'acier.

A l'état traité, l'élévation de ces deux propriétés est expliquée par la présence de la phase martensitique en grande quantité dans la microstructure de l'acier A1 par rapport à l'acier B2. L'augmentation du taux de martensite dans l'acier A1 est due à la faible teneur en carbone et à l'addition du chrome, du molybdène et du niobium, éléments trempant, favorisant ainsi la transformation de l'austénite en martensite.

L'augmentation du coefficient de frottement avec l'augmentation de la température du traitement thermique de 1050°C à 1100°C se traduit par une meilleure dissociation des carbures secondaires et une formation d'une martensite enrichie en grande quantité en éléments ajoutés. L'accroissement du coefficient de frottement n'a pas abouti à une usure de l'acier. Ceci est confirmé par les largeurs des pistes d'usure. Les pistes d'usure des aciers A1 et B2 traités à 1100°C sont présentées par la figure III.26. La comparaison entre ces pistes d'usure nous renseigne sur la résistance à l'usure des aciers testés. Les largeurs des pistes d'usure d'un même acier diminuent avec l'augmentation des charges appliquées et des éléments d'ajout. Ceci est probablement dû à la déformation de la surface de contact des aciers testés sous l'effet des charges appliquées. La déformation de la phase austénitique au cours de l'essai favoriserait la formation de la martensite. La dureté élevée de celle-ci par rapport à l'austénite améliore la résistance de l'acier contre la bille, ce qui se traduit par l'augmentation du coefficient de frottement. Ainsi, les pistes d'usure de l'acier A1 sont moins larges que celles de l'acier B2. Ceci est dû à la forte résistance à l'usure de l'acier A1.

Tableau III.8. Coefficients e frottements des aciers B2 et A1 à l'état brut de coulée et traité

	Charges, N					
	0	3	06		10	
Acier	B2	A1	B2	A1	B2	A1
Brut de coulée	0.260	0.559	0.505	0,577	0.612	0,637
Traité à 1050°C	0,596	0.611	0.605	0,644	0.635	0.665
Traité à 1100°C	0,601	0.680	0.634	0.740	0,669	0,759

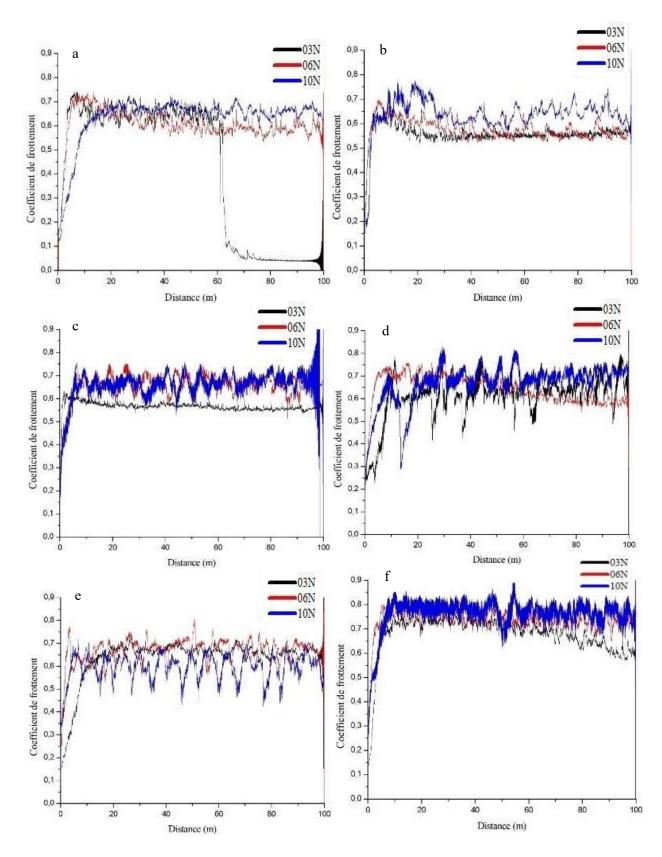


Figure III.26. Coefficients de frottement des aciers B2 (a) et A1 (b) à l'état brut de coulée et à l'état traité : B2 (c) et A1 (d) à 1050°C et B2 (e) et A1 (f) à 1100°C

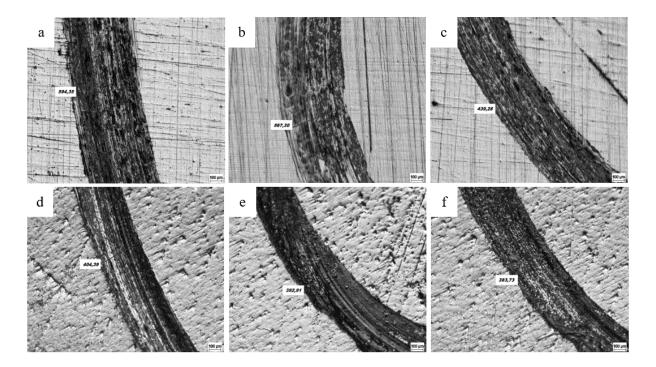


Figure III.27. Pistes d'usure des aciers B2 et A1 traités à 1100°C. a : acier B2 (03N), b : acier B2 (06N), c : acier B2 (10N), d : acier A1 (03N), e : acier A1 (06N), f : acier A1 (10N)

L'étude de la variation du coefficient de frottement à chaud (100°C) et sous une forte charge (60N) des aciers B2 et A1 a fait l'objet de cette partie de travail. Dans le but de mettre en évidence l'influence des conditions d'usure sur la variation du coefficient de frottement, des tests à sec et avec lubrification des aciers B2 et A1 à l'état traité ont été effectués.

Les essais à sec ont été effectués pendant deux minutes sous une vitesse de 0.055 m/s contre un segment en fonte à graphite sphéroïdale chromée. Le chromage électrolytique consiste à déposer une couche de chrome de l'ordre de 0.05 millimètre d'épaisseur nivelant la surface. Il est utilisé afin d'améliorer la résistance à la corrosion et le comportement au frottement du segment. Dans l'optique de vérifier l'existence de la couche chromée sur le segment, une analyse EDS a été réalisée (figure III.27). Des pics de chrome ont été révélés, ce qui confirme l'existence du dépôt de chrome sur la surface.

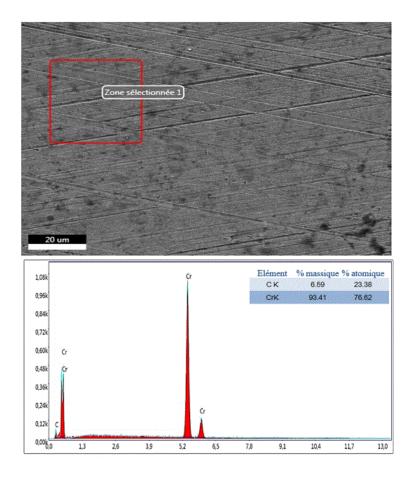


Figure III.28. Micrographie MEB et analyse EDS de la surface du segment avant le test

Le segment a subi un rodage prolongé dans le but d'offrir au segment une résistance au frottement supplémentaire empêchant toute sorte de soudure entre ce dernier et l'échantillon à frotter. L'état de surface du segment utilisé avant le test est montré par la figure III.28.

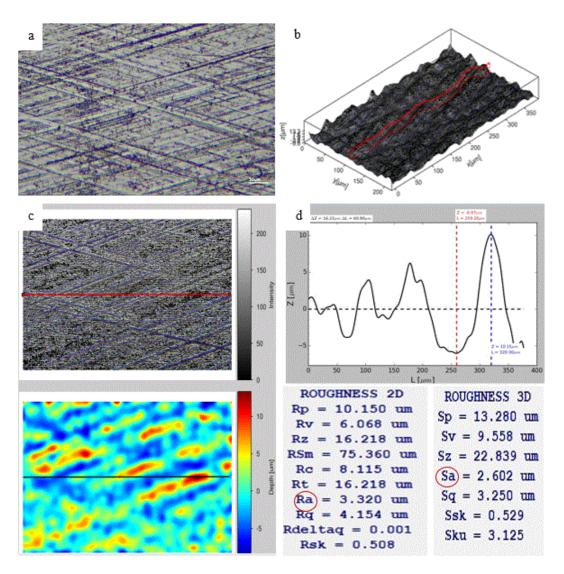


Figure III.29. Caractéristiques du segment avant les tests de tribologie. a: micrographie optique 2D, b : micrographie optique 3D, c et d : valeurs de rugosité obtenues

Les courbes et les valeurs de coefficients de frottements des aciers B2 et A1 obtenues sont montrées par la figure III.29 et le tableau III.9 respectivement.

Les coefficients de frottement de l'acier A1 sont relativement important que ceux de l'acier B2 pour les deux traitements thermiques. Cette observation est expliquée par l'effet de leurs compositions chimiques. L'acier A1 contient moins de carbone que l'acier B2 avec des additions du chrome, du niobium et du molybdène. L'application d'une charge élevée (60N) à chaud (100°C) favorise un écrouissage de la surface de contact de l'acier. Les éléments ajoutés à l'acier A1 ont contribués à l'amélioration de la tenue à l'écrouissage de ce dernier. Ainsi, sous ces conditions de charge et de haute température, une transformation de phase de la surface de l'acier pourrait être produite. L'échauffement de la surface et la forte charge appliquée au cours de l'essai produiraient une forte diffusion de carbone à l'intérieure de la maille de l'austénite

résiduelle provoquant une forte déformation de cette dernière. Ceci conduirait à une formation de la martensite. D'autre part, la diminution de la teneur en carbone et la présence des éléments trempant favorisent aussi la formation de la martensite en plus grande quantité.

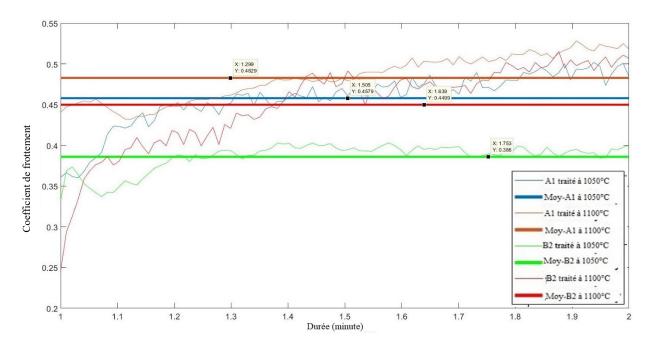


Figure III.30. Coefficient de frottement des aciers B2 et A1 à l'état traité, usure à sec

Tableau III.9. Valeurs de coefficient de frottement des aciers B2 et A1 à l'état traité après usure à sec

Aciers	Traité à 1050°C	Traité à 1100°C
B2	0.38760	0.45682
A1	0.46559	0.48537

Les coefficients de frottement obtenus après les tests tribologiques effectués à chaud et sous forte charge sont faibles comparativement à ceux obtenus après les tests tribologiques à la température ambiante et sous faibles charges (03N, 06N et 10N). La diminution du coefficient de frottement dans ce cas pourrait être justifiée par la formation des oxydes de fer et de manganèse protégeant la surface de contact de l'acier. La couche d'oxydes formée agit comme un lubrifiant et diminue le contact entre la surface du métal et du segment. Ceci empêche le frottement entre les deux surfaces et réduit le coefficient de frottement [55].

Pour les mêmes conditions de charge (60N) et de température (100°C), des tests tribologiques ont été appliqués sur les deux aciers A1 et B2 traités thermiquement mais avec lubrification. L'huile commerciale 5W-40 a été choisie comme un lubrifiant. Cette huile contient plusieurs éléments comme le calcium, le zinc, le phosphore, le soufre et le magnésium.

Dans l'optique de mettre en valeur l'effet des éléments ajoutés (Cr, Mo et Nb) et des traitements thermiques appliqués, le comportement tribologique à l'état lubrifié de l'acier A1 a été comparé

à celui de l'acier B2 dans les mêmes conditions. Les coefficients de frottement obtenus après lubrification sont donnés par la figure III.30 et le tableau III.10. Il ressort de la comparaison entre les pertes de masse et les coefficients de frottement que l'acier B2 s'use plus avec un coefficient de frottement élevé comparativement à l'acier A1. Ainsi, la surface de l'acier B2 présente plus de rayure que celle de l'acier A1, malgré l'utilisation du même lubrifiant et les mêmes conditions d'usure. Ces résultats montrent que le mécanisme d'usure des deux aciers est différent. Ceci est dû à la composition chimique de chaque acier. L'acier B2 contenant plus de carbone que l'acier A1 et pourrait être la cause de l'augmentation du coefficient de frottement. Lors de cet essai, l'action mécanique du segment contre un matériau riche en carbone en présence d'une huile contenant du soufre pourrait provoquer une réaction chimique entre les deux surfaces et la formation des différents composés diminuant la résistance à la corrosion de la surface de l'échantillon tel que la présence de sulfures. L'usure la plus dominante dans ce cas est l'usure corrosive d'après [157].

Les pertes de masses des deux aciers à l'état traité sont données par la figure III.31. Le coefficient de frottement et la perte de masse de l'acier B2 traité à 1100°C sont relativement inférieurs à ceux du même acier traité à 1050°C. Ceci est dû à l'effet de la température du traitement thermique. L'augmentation de cette dernière de 1050°C à 1100°C a permis la formation de la martensite en plus quantité conduisant à une meilleure résistance au frottement et à l'usure de l'acier B2.

Quant à l'acier A1, la perte de masse de ce dernier est plus faible comparativement à celle de l'acier B2. Ceci pourrait être justifié à l'apparition de composés réduisant le frottement suite aux réactions entre l'huile et la surface de l'acier. L'usure corrosive dans ce cas ne peut pas avoir lieu. Ceci est dû à la présence du chrome dans cet acier. D'une autre part, le molybdène améliore la résistance à la corrosion par piqûre et caverneuse et le niobium contre la corrosion intergranulaire [158].

Les coefficients de frottement de l'acier A1 après les deux traitements thermiques sont similaires. Ceci montre que l'augmentation de la température du traitement thermique n'a pas provoqué un effet remarquable sur le comportement au frottement de l'acier A1.

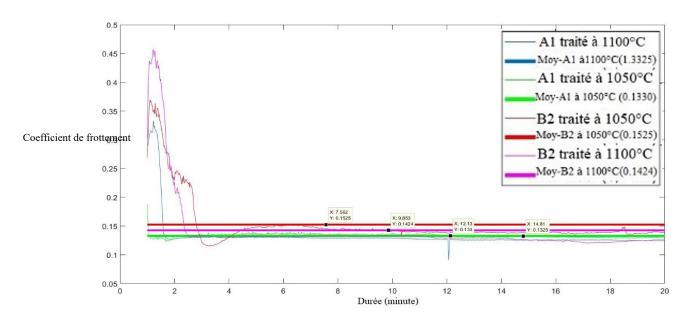


Figure III.31. Coefficients de frottement des aciers B2 et A1 après lubrification

Tableau III.10. Valeurs des coefficients de frottement des aciers B2 et A1 après lubrification

Aciers	Traité à 1050°C	Traité à 1100°C
B2 0.1525		0.1424
A1 0.1330		0.1325

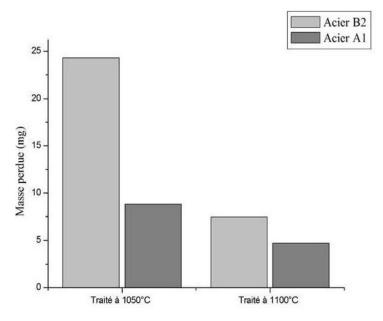


Figure III.32. Pertes de masse des deux aciers B2 et A2 après lubrification

L'analyse microscopique des pistes d'usure obtenue est nécessaire pour comprendre les modes d'usure de chaque acier. Les figures III.32-III.35 montrent les micrographies optiques et les rugosités 2D et 3D des aciers A1 et B2 traités thermiquement après les tests d'usure lubrifiés. Nous constatons que les surfaces de l'acier B2 sont plus rugueuses que celles de l'acier A1. Ainsi, les pistes d'usure de l'acier B2 sont plus larges comparativement à celles de l'acier A1. Ceci confirme que l'acier A1 résiste mieux au frottement que l'acier B2. L'action mécanique au cours du frottement en présence d'un lubrifiant riche en souffre pourrait conduire à l'apparition du disulfure du molybdène (MoS₂) [158] sur la surface de l'acier A1 contenant du molybdène. Ce dernier est caractérisé par un puissant effet anti-frottement en réduisant considérablement ainsi l'usure.

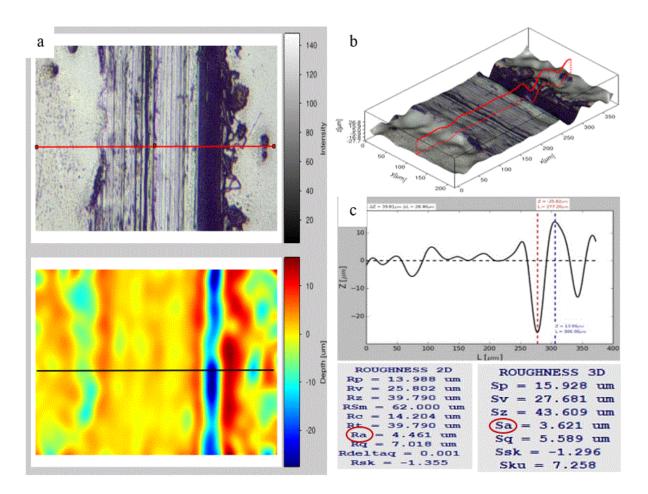


Figure III.33. Micrographies optiques 2D (a) et 3D (b) et rugosités Ra et Sa (c) de l'échantillon B2 traité à 1050°C après le test tribologique à l'état lubrifié

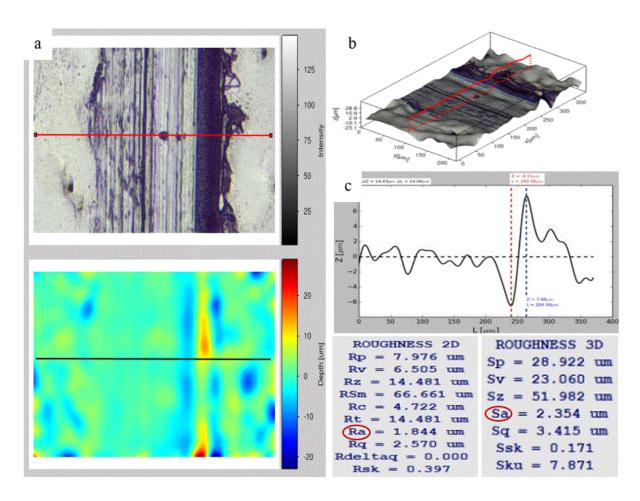


Figure III.34. Micrographies optiques 2D (a) et 3D (b) et rugosités Ra et Sa (c) de l'échantillon B2 traité à 1100°C après le test tribologique à l'état lubrifié

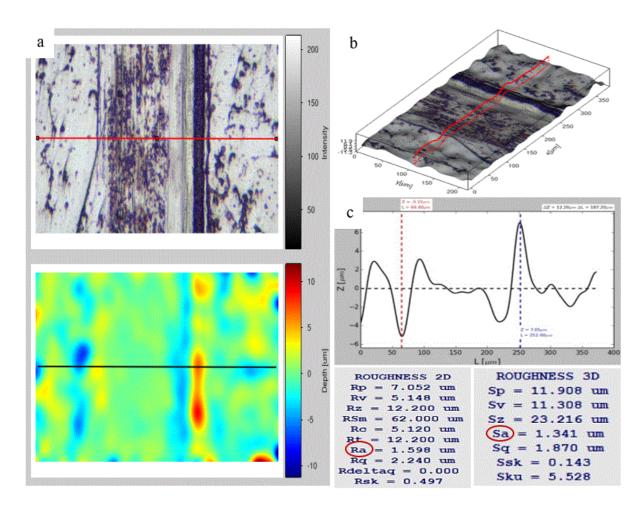


Figure III.35. Micrographies optiques 2D (a) et 3D (b) et rugosités Ra et Sa (c) de l'échantillon A1 traité à 1050°C après le test tribologique à l'état lubrifié

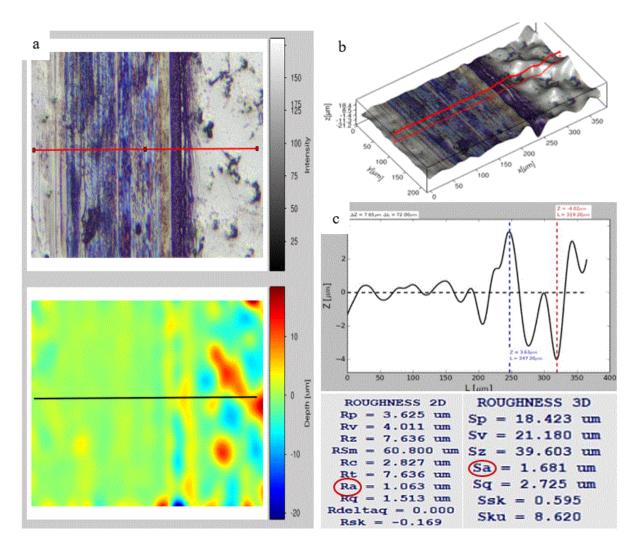


Figure III.36. Micrographies optiques 2D (a) et 3D (b) et rugosités Ra et Sa (c) de l'échantillon A1 traité à 1100°C après le test tribologique à l'état lubrifié

L'observation optique de la surface de l'acier A1 traité à 1100°C après l'essai tribologique à l'état lubrifié (figure III.36) révèle une micrographie exempte de rayures et composée de deux phases différentes ayant été colorées par le lubrifiant utilisé. Ces deux phases correspondent à celles de l'acier à l'état traité où la martensite est la phase majoritaire par rapport à l'austénite résiduelle. Ainsi à travers la micrographie obtenue, le lubrifiant utilisé a coloré la martensite en bleu. Ce lubrifiant a provoqué l'élimination des aspérités en excès restantes après le polissage mécanique réalisé contre un papier de granulométrie 4000 avant le test tribologique. Ce phénomène a conduit à une usure par polissage. Ce type d'usure est obtenu généralement en frottant deux surfaces solides l'une contre l'autre. Il consiste à un polissage de finition d'une surface déjà polis mécaniquement. Ce résultat est observé seulement pour l'acier A1 traité à 1100°C. Ce dernier contient plus de martensite conduisant à une haute dureté comparativement aux autres aciers expérimentés et par conséquent un meilleur polissage.

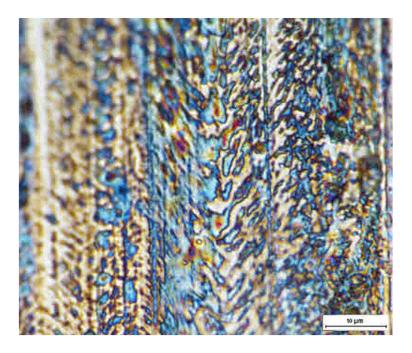


Figure III.37. Micrographie optique de l'acier A1 traité à 1100°C après lubrification

Afin de mettre en valeur l'effet du lubrifiant sur les paramètres de rugosité Ra et Sa, une analyse AFM a été effectuée (figure III.37 et III.38) sur la surface l'échantillon A1 traité à 1100°C avant et après le test tribologique à l'état lubrifié. Avant le test tribologique, l'échantillon a été attaqué chimiquement au Nital 4%. Ce dernier a présenté une rugosité linéaire Ra de 49.126nm (figure III.37) alors que la rugosité Ra du même acier ayant subi le test tribologique lubrifié est de 15.035nm (figure III.38). L'attaque chimique a provoqué un phénomène de corrosion conduisant à une dégradation de l'état de surface. Par contre, le lubrifiant utilisé a eu un effet moins nocif sur la surface. Ces résultats expliquent l'effet positif du lubrifiant. La rugosité surfacique Sa de l'acier A1 traité à 1100°C et attaqué chimiquement est égale à 123.85nm et celle du même acier après le test tribologique à l'état lubrifié est de 15.918nm. On observe qu'après l'essai tribologique la rugosité surfacique s'est fortement améliorée. Cette amélioration est estimée à huit fois plus. Ceci est expliqué par le fait que l'attaque chimique a provoqué un phénomène de corrosion de la matrice plus intense que les précipités présents dans la microstructure de l'acier (figure III.37). Par contre, le test tribologique à l'état lubrifié a formé un tribofilm à la surface testée.

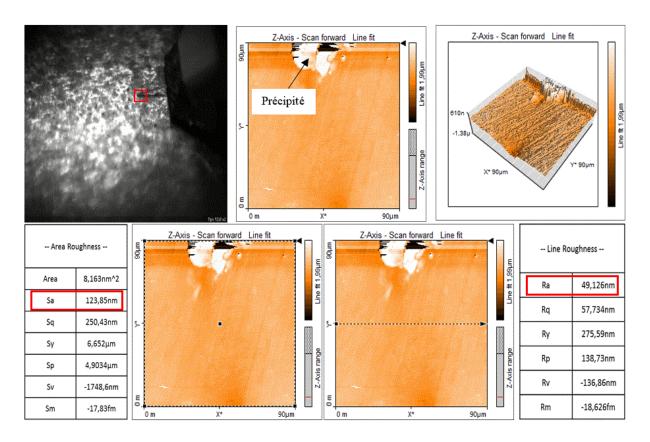


Figure III.39. Analyse AFM de l'acier A1 traité à 1100°C attaqué chimiquement

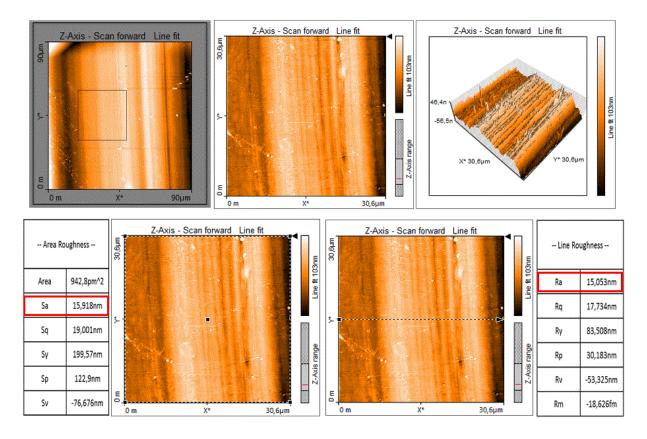


Figure III.38. Analyse AFM de l'acier A1 traité à 1100°C après lubrification

Une observation au MEB et une analyse EDS (figure III.40 et III.41) des surfaces de l'échantillon A1 traité à 1050°C et à 1100°C après lubrification ont été réalisées dans le but de déterminer la composition du tribofilm formé. Le spectre de l'acier A1 traité à 1050°C révèle, en plus des pics des éléments composant l'acier (Fe, Mn, Cr et Mo), des pics de Ca et P. Quant au spectre du même acier traité à 1100°C, il montre les mêmes pics avec la présence d'un pic de Zn. Ces résultats expliquent la formation d'un tribofilm composé des éléments se trouvant dans l'huile utilisée.

Le comportement tribologique à l'état lubrifié des aciers B2 et A1 traités à 1050°C sont complétement différent comme le montre les figures III.39 et III.40. On observe que sur l'acier B2 s'est formé un amas de débris d'usure plus important par rapport à l'acier A1 traité à la même température. Ceci est expliqué par le fait que l'acier A1 est plus dur que l'acier B2 grâce à la présence d'une quantité importante de martensite dans l'acier A1. D'autre part, l'analyse EDS de l'acier B2 n'a pas révélé de pics montrant les éléments contenus dans l'huile utilisée comme lubrifiant. Ceci montre la non-formation de tribofilm diminuant l'usure.

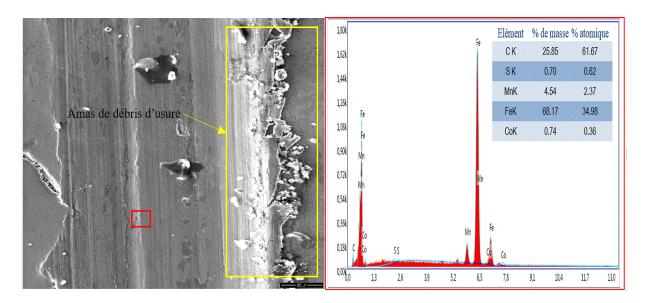


Figure III.40. Micrographie MEB et analyse EDS de l'acier B2 traité à 1050°C après le test tribologique à l'état lubrifié

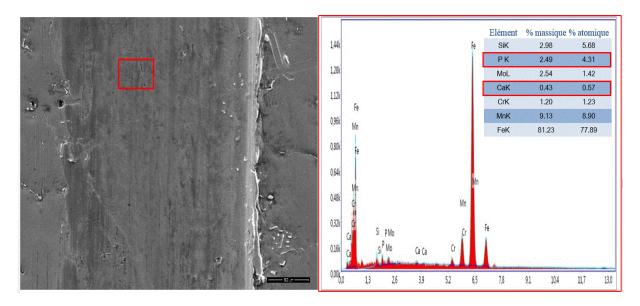


Figure III.42. Micrographie MEB et analyse EDS de l'acier A1 traité à 1050°C après le test tribologique à l'état lubrifié

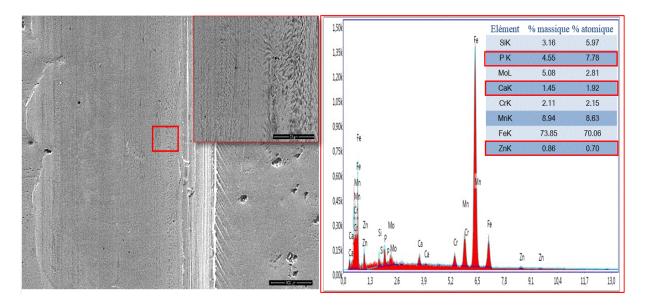


Figure III.41. Micrographie MEB et analyse EDS de l'acier A1 traité à 1100°C après le test tribologique à l'état lubrifié

III.3.2. Effet combiné du chrome et du niobium

L'acier A2 (tableau III.11) contient plus de chrome et de niobium par rapport à l'acier B2.

_		Eléments chimiques (en pourcentage massique, %)							
	Aciers	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Nb
	B2	0.932	10.54	0.283	0.049	0.006	1.44	0.24	/
Ī	A2	0.939	09.96	0.200	0.067	0.005	2.37	0.25	0.143

III.3.2.1. Analyse microstructurale

Les micrographies optiques des aciers B2 et A2 à l'état brut de coulée sont montrées par la figure III.42. Les microstructures des deux aciers sont composées d'austénite et de carbures. L'acier A2 présente une structure plus fine que celle de l'acier B2. La taille des grains austénitiques de l'acier B2 et A2 sont de 138 µm et de 60 µm respectivement (tableau III.12). Cette finesse des grains est due à l'action combinée des éléments ajoutés (Cr et Nb). Ces derniers sont des éléments fortement carburigènes. Ils ont favorisé la formation des carbures secondaires aux joints des grains austénitiques, ce qui a bloqué leur grossissement et a conduit à la finesse de la structure.

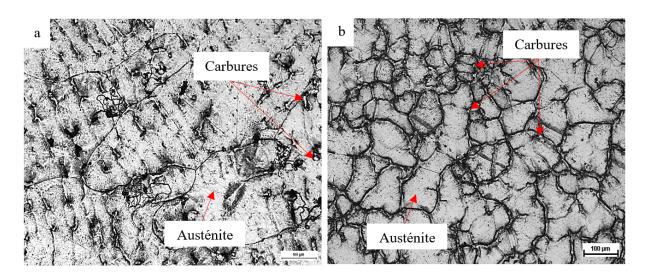


Figure III.43. Micrographies optiques à l'état brut de coulée des aciers B2 (a) et A2 (b)

Tableau III.12. Tailles des grains austénitiques des aciers B1 et A2 à l'état brut de coulée

	Acier B2	Acier A2
Tailles des grains austénitique (μm)	138	60

Les micrographies MEB de l'acier A2 sont présentées par la figure III.43. Sur cette dernière, on observe différents carbures. Ces derniers apparaissent sous différentes formes et différentes grosseurs aux joints et à l'intérieur des grains. Les carbures intergranulaires pourraient être de la cémentite alliée au manganèse et au chrome. D'après les analyses EDS précédentes (acier A1), le chrome ajouté se trouve dissout dans l'austénite et dans la cémentite. Des précipités intragranulaires de faibles tailles ont été aussi observés. Ces derniers sont dispersés dans toute la matrice. Ils sont probablement des carbures de niobium de type MC. Une analyse ESD n'a pas pu être effectuée pour analyser ces derniers.

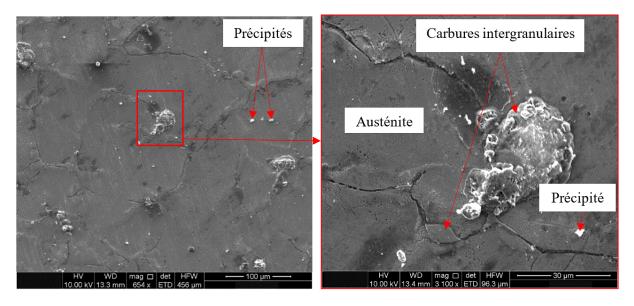


Figure III.44. Micrographies MEB de l'acier A2 à l'état brut de coulée

Les micrographies optiques des aciers B2 et A2 à l'état traité sont présentées par la figure III.44. Les microstructures des deux aciers sont composées de martensite, d'austénite résiduelle et de précipités. Ces deniers sont dispersés uniformément dans l'austénite résiduelle. Les quantités de la martensite et des précipités formés varient en fonction des éléments ajoutés et des traitements thermiques appliqués. Le taux de la martensite dans l'acier A2 est relativement élevé par rapport à l'acier B2. Ceci est lié à l'effet trempant du chrome et du niobium ajoutés. Le traitement thermique à 1100°C favorise la formation d'une quantité plus importante de martensite que celui effectué à 1050°C. Comme il a été expliqué dans le sous chapitre précédant, l'augmentation de la température du traitement thermique permet de décomposer plus de carbures secondaires formés à l'état brut de coulée. Ceci conduit à une meilleure mise en solution des éléments qui favorisent lors de la trempe la formation de la martensite en grande quantité.

La quantité de précipités dans l'acier A2 est légèrement plus importante par rapport à l'acier B2. Ceci est dû à l'effet carburigène des éléments ajoutés. Ces derniers forment des carbures de type M₃C et de type MC qui ne peuvent pas être complètement dissociés sous l'effet des traitements thermiques appliqués.

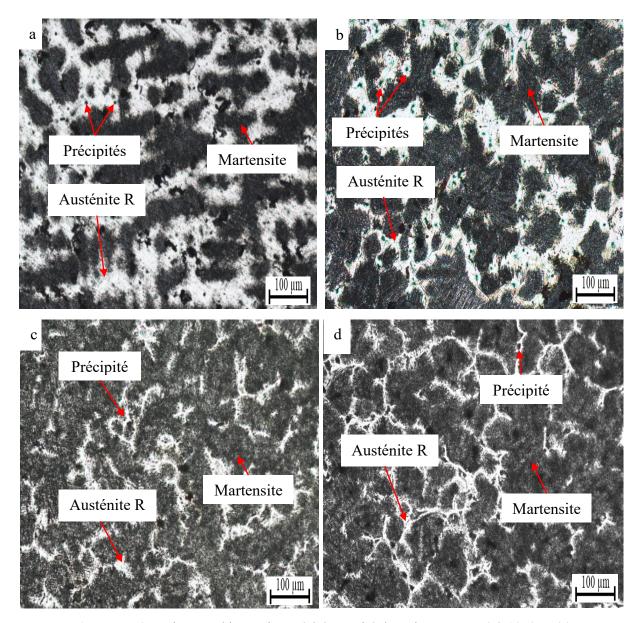


Figure III.45. Micrographies optiques à l'état traité thermiquement. B2 à 1050°C (a), A2 à 1050°C (b), B2 à 1100°C (c) et A2 à 1100°C (d)

L'analyse par diffraction des rayons X des aciers B2 et A2 à l'état traité est montrée par la figure III.45. Cette dernière confirme la présence de l'austénite et de la martensite dans les deux aciers à l'état traité. L'acier A5 présente des pics de martensite plus intenses que l'acier B2. Ceci est dû à l'effet tramant des éléments ajoutés (Nb et Cr). La température du traitement thermique a également un effet sur la formation de la martensite. De nouveaux pics révélant la

présence de cette phase ont été aussi observés pour l'acier A2 traité à 1100°C. Ainsi, les pics indiquant la phase austénitique sont plus intenses dans l'acier A2 traité à 1050°C que celui traité à 1100°C. Ceci explique que l'élévation de la température du traitement thermique de 1050°C à 1100°C conduit à la transformation de l'austénite en martensite en grande quantité.

III.3.2.2. Dureté et microdureté

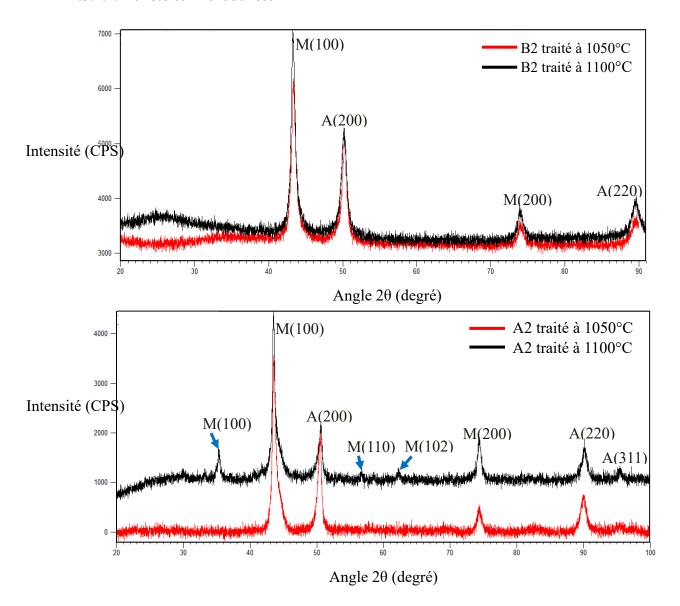


Figure III.46. Diffractogrammes des rayons X des aciers B2 et A2 à l'état traité. A : austénite et M : martensite

La figure III.46 montre les duretés HRC des deux aciers B2 et A2 à l'état brut de coulée et à l'état traité. L'acier A2 présente des duretés plus élevées que celles de l'acier B2 pour les deux états. Les duretés de l'acier A2 à l'état brut de coulée, traité à 1050°C et à 1100°C sont respectivement égales à 22 HRC, 43 HRC et 59 HRC.

L'augmentation de la dureté de l'acier A2 comparativement à l'acier B2 est directement liée à l'ajout du chrome et du niobium. A l'état brut de coulée, l'augmentation de la teneur en chrome favorise la formation des carbures intergranulaires de type M₃C en grande quantité conduisant à un affinement de la structure. L'ajout du niobium favorise la formation des carbures intragranulaires de type MC de taille fine dispersés dans toute la matrice. Les carbures formés conduisent à une amélioration de la dureté totale de l'acier. Par contre à l'état traité, les éléments ajoutés conduisent à une augmentation de la quantité de la martensite. L'augmentation de la température du traitement thermique influe aussi positivement sur la formation de cette dernière, ce qui améliore la dureté de l'acier.

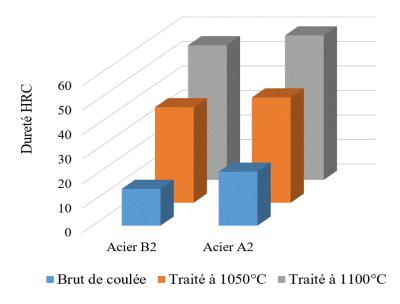


Figure III.47. Duretés HRC des aciers B2 et A2

Les microduretés des différentes phases des aciers B2 et A2 à l'état brut de coulée et traité sont montrées par le tableau III.13 et présentées sur la figure III.47.

A l'état brut de coulée, l'austénite de l'acier A2 est plus dure (402 μHv₂₀) que celle de l'acier B2 (359 μHv₂₀). Ceci s'explique par l'enrichissement de la matrice en éléments ajoutés (Cr et Nb). Ces éléments participent à la fois à l'enrichissement de la matrice et à la formation des carbures secondaires de types M₃C et MC. La microdureté des carbures intergranulaires de l'acier A2 (1150 μHv₂₀) est relativement élevée que celle des carbures présents dans l'acier B2 (1097 μHv₂₀). Ceci montre que ces carbures sont de même type M₃C et sont de la cémentite alliée au manganèse et au chrome. L'augmentation de la dureté de ces derniers dans l'acier A2 est expliquée par leur enrichissement en chrome. La dureté des carbures intragranulaires de type MC n'a pas pu être mesuré à cause de leurs faibles tailles.

La martensite et l'austénite résiduelle de l'acier A2 sont plus dures que celles de l'acier B2. Les microduretés de la martensite et de l'austénite résiduelle de l'acier A2 varient de 671 à 740 $\mu H v_{20}$ et de 417 à 428 $\mu H v_{20}$ respectivement. La microdureté de la martensite est améliorée sous l'effet des éléments ajoutés et des traitements thermiques appliqués. L'ajout combiné de deux éléments trempant avec l'application des traitements thermiques à haute température suivis d'une trempe à l'eau favorise la formation d'une martensite plus riche en éléments et plus dure.

Tableau III.13. Microduretés des différentes phases des aciers B2 et A2 à l'état brut de coulée et traité

		Microduretés, μHV20									
		Brut de	coulée		niquement à 0°C	Traité thermiquement à 1100°C					
	Aciers	Austénite Carbures		Martensite	Austénite R	Martensite	Austénite R				
ſ	B2	359 1097		653 368		684	366				
Ī	A2	402	1150	671	417	740	428				

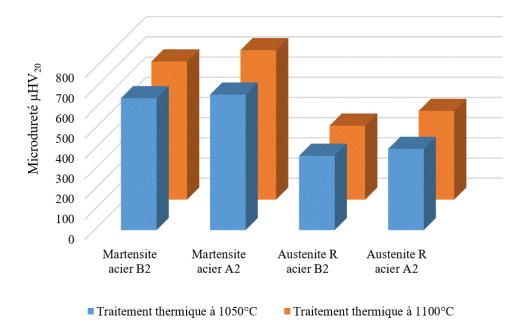


Figure III.48. Microduretés de la martensite et de l'austénite résiduelle des aciers B2 et A2 à l'état traité

III.3.2.3. Comportement tribologique

Afin d'étudier le comportement tribologique de l'acier A2, trois différents tests ont été effectués. La perte de masse et le coefficient de frottement de cet acier ont été mesurés sous plusieurs conditions.

Le premier test consiste à frotter l'échantillon contre un disque en carbure de tungstène sous une charge de 300N et une distance de 1000m. La perte de masse a été mesurée après chaque 200m de parcours.

Le deuxième essai a été effectué dans le but d'estimer le coefficient de frottement à la température ambiante, à l'état sec et sous de différentes charges (3N, 6N et 10N). Un tribomètre basant sur la méthode « pin-on-disc » a été utilisé avec une bille en acier 100C6 trempé. L'essai a été réalisé sous une distance de 100m et une vitesse de 5cm/s.

Le troisième essai a été réalisé à l'état lubrifié à l'aide d'un tribomètre à mouvement alternatif linéaire (Lineair Reciprocasting Tribometer) afin d'évaluer la variation du coefficient de frottement à chaud (100°C) sous de forte charge (60N) contre une bille en acier 100C6. L'huile commerciale 50W-40 a été utilisée comme agent lubrifiant. Le coefficient de frottement a été mesuré après vingt minutes de test.

Les pertes de masse en fonction de la distance parcourue des aciers B2 et A2 à l'état brut de coulée et traité obtenues après le premier essai sont montrées par la figure III.48. Les pertes de masse de l'acier A2 sont faibles que celles de l'acier B2 que ce soit à l'état brut de coulée ou à l'état traité.

A l'état brut de coulée, une diminution considérable de la perte de masse de l'acier A2 par rapport à l'acier B2 a été observée et ceci grâce à l'effet du chrome et du niobium ajoutés. D'après les micrographies optiques des deux aciers, l'acier A2 révèle une microstructure riche en précipités, de faible taille et dispersés dans toute la matrice. Cette structure offre à l'acier A2 une meilleure résistance à l'usure, traduite par sa faible perte de masse, comparativement à l'acier B2. La perte de masse de l'acier A2 augmente en fonction de la distance parcourue jusqu'à 600m. A partir de cette distance, elle varie faiblement. Ceci est expliqué par la déformation de la couche superficielle durant le test conduisant à la formation d'une couche écrouie et résistante à l'usure.

A l'état traité, les faibles pertes de masse de l'acier A2 comparativement à l'acier B2 sont expliquées par la formation de la martensite en grande quantité dans l'acier A2. Les pertes de masse de l'acier B2 et A2 traités à 1100°C et à 1050°C respectivement deviennent pratiquement similaires à partir de 600m de parcours. La perte de masse de l'acier A2 traité à 1100°C est la

plus faible de toutes les autres pertes de masse. Ceci est expliqué par l'effet combiné des éléments ajouté (Cr et Nb) et de la température du traitement thermique sur la formation de la martensite en grande quantité.

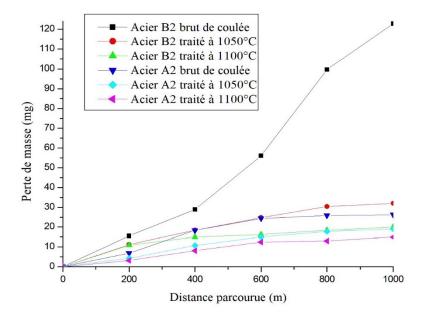


Figure III.49. Pertes de masse des aciers B2 et A2 à l'état brut de coulée et traité

Les coefficients de frottement des aciers B2 et A2 à l'état brut de coulée et traité sont montrés par le tableau III.14 et la figure III.49. Les coefficients de frottement de l'acier A2 sont plus élevés que ceux de l'acier B2 que ce soit à l'état brut de coulée ou traité.

A l'état brut de coulée, les coefficients de frottement des deux aciers sont légèrement différents pour les charges de 6N et 10N à l'inverse de la charge de 3N où le coefficient de frottement de l'acier A2 est plus important que celui de l'acier B2.

A l'état traité, les courbes du coefficient de frottement des deux aciers sont plus fluctueuses par rapport à l'état brut de coulée. Les aciers B2 et A2 traités à 1050°C présentent une faible variation de coefficients de frottement pour les trois charges. Les courbes des aciers traités à 1100°C sont considérablement plus fluctueuses que celles des aciers traités à 1050°C. Ceci est justifié par l'existence de la martensite en grande quantité pour les deux aciers comparativement au traitement thermique à 1050°C.

Tableau III.14. Coefficients de frottement des aciers B2 et A2 à l'état brut de coulée et traité

		Charges, N							
	03 06 10								
Aciers	B2	A2	B2	A2	B2	A2			
Brut de coulée	0.260	0,432	0.505	0,552	0.612	0,620			
Traité à 1050°C	1050°C 0,596		0.605	0.616	0.635	0.625			
Traité à 1100°C	0,601	0.649	0.634	0.690	0.669	0.729			

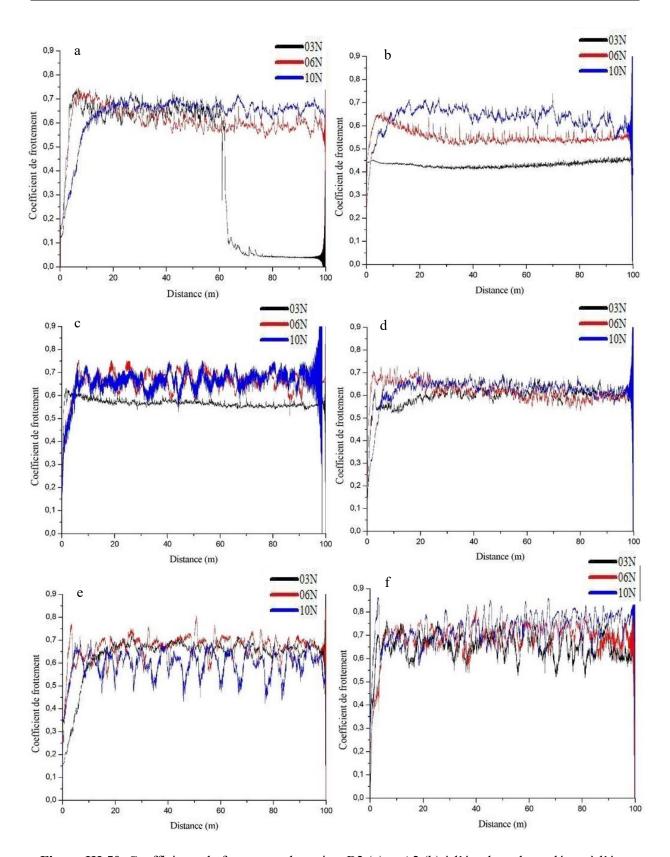


Figure III.50. Coefficients de frottement des aciers B2 (a) et A2 (b) à l'état brut de coulée et à l'état traité : B2 (c) et A2 (d) à 1050°C et B2 (e) et A2 (f) à 1100°C

et la haute température au cours du test.

Vu que l'acier A2 traité à 1100°C dispose d'un meilleur comportement tribologique comparativement au même acier à l'état brut de coulée et traité à 1050°C, ce dernier a été choisi pour une étude tribologique à chaud (100°C), à l'état lubrifié et sous une forte charge (60N). Le coefficient de frottement de l'acier A2 traité à 1100°C est présenté par la figure III.50. Ce dernier commence à se stabiliser après environ 950min d'essai. La valeur moyenne du coefficient de frottement de cet acier est égale à 0.1265. Cette valeur est très faible comparativement aux coefficients de frottement mesurés à l'état sec et sous de faibles charges

La courbe présente beaucoup de fluctuations mais ces dernières ne sont pas intenses. Ceci est dû à la présence de fins précipités dispersés dans toute la matrice de haute dureté et qui n'ont pas été totalement décomposés lors du traitement thermique.

(3N, 6N et 10N). Ceci est dû à l'efficacité du lubrifiant utilisé malgré la forte charge appliquée

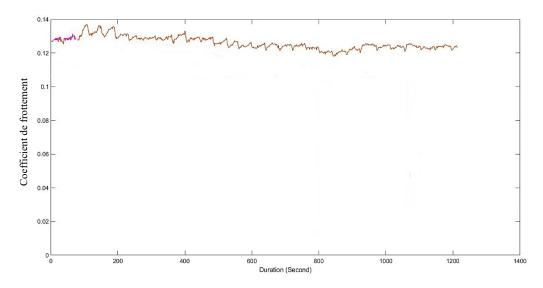


Figure III.51. Coefficient de frottement de l'acier A2 traité à 1100°C sous une charge de 60N à l'état lubrifié et à 100°C

Afin de mettre en évidence le comportement tribologique de l'acier considéré, la surface de l'échantillon testé a été examinée, avant et après le test tribologique, au microscope optique.

Les micrographies optiques et les rugosités 2D et 3D de l'acier A2 traité à 1100°C sont montrée par les figures III.51 et III.52. Les valeurs de la rugosité Ra et Sa avant le test tribologique (1.215µm et 1.606µm) sont relativement élevées que celles obtenues après le test (0.456µm et 0.891µm). Ceci montre que la surface de l'échantillon avant le test est plus rugueuse comparativement à celle mesurée après le test. Le lubrifiant utilisé a joué un rôle primordial dans ce cas en diminuant les paramètres Ra et Sa.

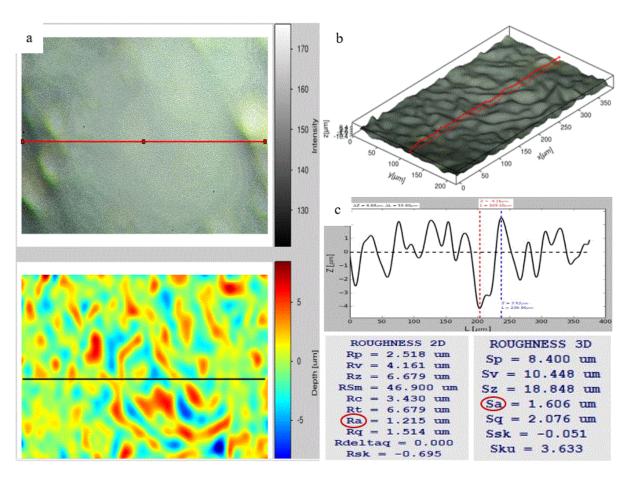


Figure III.52. Micrographies optiques 2D (a) et 3D (b) et rugosités Ra et Sa (c) de l'échantillon A2 traité à 1100°C avant le test tribologique

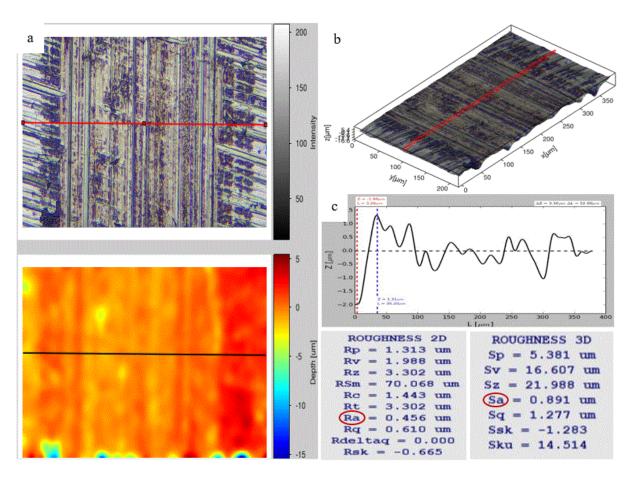


Figure III.53. Micrographies optiques 2D (a) et 3D (b) et rugosités Ra et Sa (c) de l'échantillon A2 traité à 1100°C après le test tribologique à l'état lubrifié

L'analyse de la surface de la bille est nécessaire pour comprendre son comportement tribologique au cours du test. La micrographie optique de la surface de contact de la bille est montrée par la figure III.53. La surface de la bille révèle une aire de contact de forme plus ou moins elliptique pleine de stries dirigées suivant le sens de frottement. Le type d'usure observé dans ce cas est l'usure par frottement. Ceci montre que la bille a été usée par l'échantillon malgré sa haute dureté. La bille est fabriquée en acier 100C6 trempé. Ce dernier est connu par sa haute dureté (63 HRC) et son meilleur comportement à l'usure. Malgré ces meilleures caractéristiques tribologiques et l'ajout du lubrifiant, la surface de la bille a subis une usure. Ceci est expliqué à la fois par la non formation d'un tribofilm protecteur réduisant le frottement et par le meilleur comportement tribologique de l'acier A2 en étude.

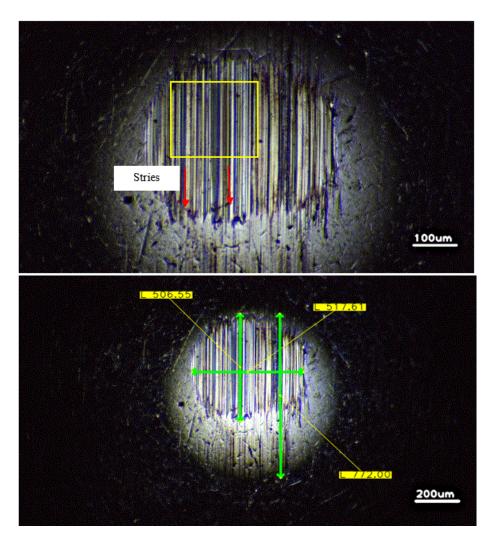


Figure III.54. Surface de la bille après le test tribologique contre l'échantillon A2 traité à 1100°C

III.3.3. Effet combiné du nickel, du niobium et du vanadium

Les compositions chimiques des aciers au manganèse A3 et B2 sont données par le tableau III.15. L'acier A3 contient de faibles additions de nickel, de niobium et de vanadium relativement à l'acier B2. Les teneurs en carbone, en manganèse et en chrome sont pratiquement les mêmes pour les deux aciers.

Tableau III.15. Compositions chimiques des aciers B2 et A3

		Eléments chimiques (en pourcentage massique, %)										
Aciers	C	Nb	V									
B2	0.932	10.54	0.283	0.049	0.006	1.44	0.24	/	/			
A3	0.954	10.36	0.285	0.053	0.005	1.48	1.09	0.193	0.356			

III.3.3.1. Analyse microstructurale

Les micrographies optiques des aciers B2 et A3 à l'état brut de coulée sont montrées par la figure III.54. Comme pour l'acier B2, la microstructure de l'acier A3 est composée d'austénite et des carbures aux joints des grains. La finesse des grains différencie les deux microstructures de ces aciers. L'acier A3 révèle une structure très fine par rapport à l'acier B2. D'après le calcul de la taille des grains de chaque acier (tableau III.16), le grain austénitique de l'acier B1 à une taille de 138 µm alors que celui de l'acier A3 est de 56 µm. Cette finesse de grains est fortement influencée par l'addition des éléments, principalement le niobium et le vanadium. Ces éléments sont connus par leur effet fortement carburigène même à de faibles teneurs. Ils favorisent la formation des carbures simples ou complexes de faibles tailles, apparaissant sous différentes formes (figure III.55) et agissant sur le grossissement des grains, ce qui conduit à la formation d'une structure plus fine par rapport à l'acier B2.

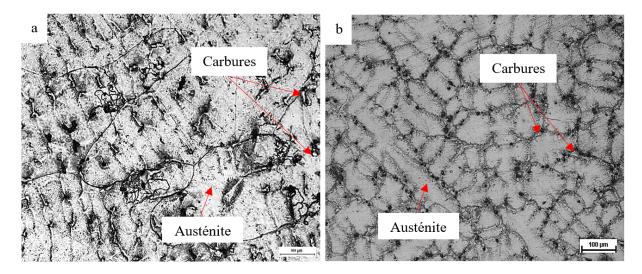


Figure III.55. Micrographies optiques à l'état brut de coulée des aciers B2 (a) et A3 (b)

Tableau III.16. Tailles des grains austénitiques des aciers B1 et A3 à l'état brut de coulée

	Acier B2	Acier A3
Tailles des grains austénitique (μm)	138	56

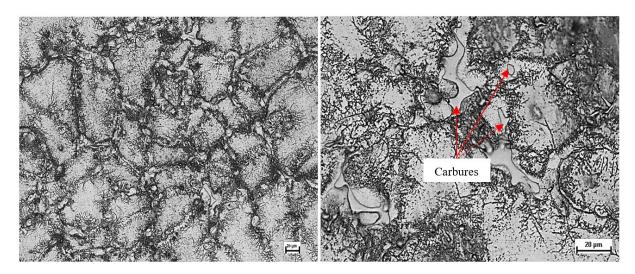


Figure III.56. Micrographies optiques de l'acier A3 à l'état brut de coulée

La nature et le type de carbures formés dépendent essentiellement des éléments carburigènes ajoutés. Le niobium et le vanadium sont deux éléments connus par leur effet fortement carburigène. Ils forment des carbures même à des teneurs inferieurs à 1%. L'ajout combiné de ces deux éléments conduit à la formation des carbures de niobium, de vanadium ou des carbures complexes. Le niobium est connu comme étant un élément plus carburigène que le vanadium. L'alliage A3 étudié contient une teneur en vanadium relativement élevée que celle de niobium, alors le composé formé, le plus probable, est un carbure complexe de niobium et de vanadium. Afin de déterminer la nature et le type de carbures formés, des analyses EDS ont été effectuées sur différentes zones de l'acier A3. Cette analyse (figure III.56) a révélé principalement des pics de Nb, de V et de C. Théoriquement, le niobium et le vanadium forment des carbures de même type MC. Alors, le carbure formé peut être du (Nb,V)C ou (V,Nb)C. D'après l'intensité du pic obtenu correspondant à celui du niobium, ce carbure est du (Nb,V)C.

Un autre carbure a été identité. Il correspond à la cémentite alliée au manganèse et au chrome. Comme pour l'acier B1, à de faibles teneurs, le chrome se trouve répartie entre la matrice et la cémentite alliée.

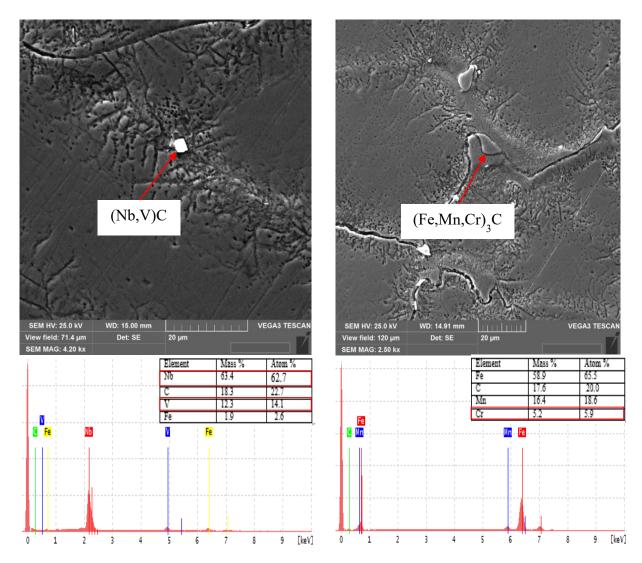


Figure III.57. Micrographies MEB et analyses EDS de l'acier A3

Les micrographies optiques des deux aciers B2 et A3 à l'état traité sont montrés par la figure III.57. La microstructure de l'acier A3 à l'état traité est composée principalement de martensite et d'austénite résiduelle. L'acier A3 présente plus de martensite dans sa microstructure comparativement à l'acier B2. Ceci est expliqué par l'effet trempant du niobium et du vanadium ajoutés.

La quantité de la martensite formée est influencée dans l'acier A3 également par l'effet combiné des éléments ajoutés et de la température du traitement thermique appliqué. L'augmentation de cette dernière de 1050°C à 1100°C conduit à la formation de la phase martensitique en grande quantité (figure III.57 b et d). Une très faible quantité d'austénite résiduelle a été révélé dans ce cas sous l'effet gammagène du nickel. Cette faible quantité d'austénite est souhaitable pour maintenir une certaine ductilité de l'acier après traitement thermique qui servira à l'amélioration des propriétés de service de l'acier et favorise son utilisation dans différents secteurs.

Une faible quantité de précipités a été aussi observée dans la microstructure de l'acier A3 après traitement thermique à 1050°C. Ces précipités sont très fins et dispersés uniformément dans l'austénite résiduelle. Ils peuvent être un produit de la décomposition non complète des carbures secondaires formés à l'état brut de coulée ou des précipités formés lors de la mise en solution. Ces précipités sont pratiquement inobservables après traitement thermique à 1100°C. Ce traitement thermique a eu ainsi un effet plus important sur la dissociation des carbures secondaires et la transformation de l'austénite en martensite.

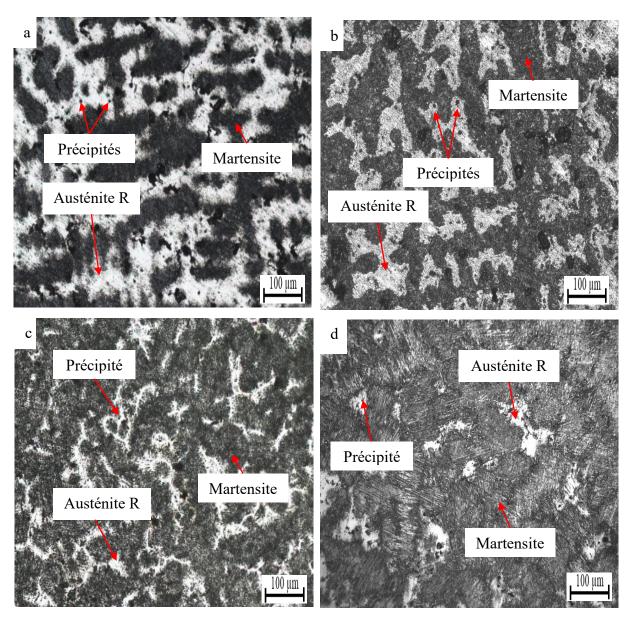


Figure III.58. Micrographies optiques à l'état traité thermiquement. B2 à 1050°C (a), A3 à 1050°C (b), B2 à 1100°C (c) et A3 à 1100°C (d)

Afin de confirmer la présence des phases révélées à l'état traité, l'observation optique des aciers B2 et A3 a été suivie d'une analyse par diffraction des rayons X (figure III.58). D'après la figure

III.58, la martensite et l'austénite sont présent dans les deux aciers et pour les deux traitements thermiques. La quantité de la martensite est plus grande dans l'acier A3 par rapport à l'acier B2 que ce soit à 1050°C ou à 1100°C. Ceci est justifié par la présence des pics de martensite de forte intensité dans cet acier.

Comme il a été observé par microscopie optique, l'acier A3 traité à 1050°C offre plus d'austénite et moins de martensite comparativement au même acier traité à 1100°C. Ces observations sont confirmées par l'existence de nombreux pics d'austénite à 1050°C et l'apparition des nouveaux pics de martensite plus intenses à 1100°C, d'où l'efficacité de ce dernier sur la transformation de l'austénite en martensite.

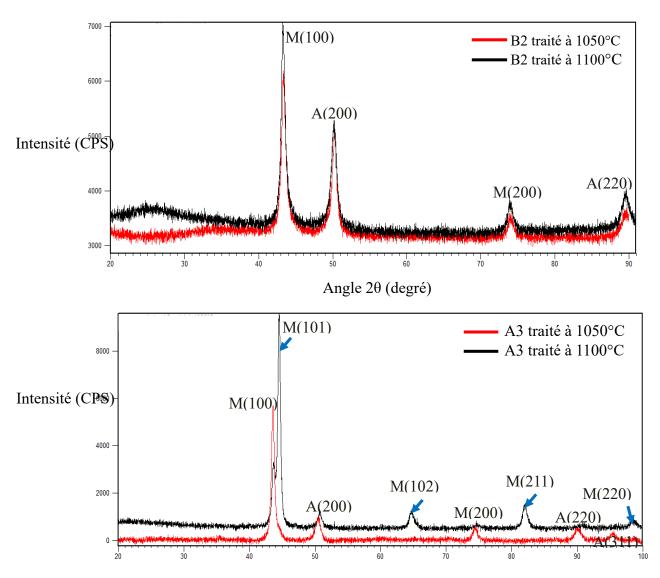


Figure III.59. Diffractogrammes des rayons X des aciers B2 et A3 à l'état traité. A : austénite et M : martensite

III.3.3.2. Dureté et microdureté

La figure III.59 montre les duretés HRC des deux aciers B2 et A3 à l'état brut de coulée et traité thermiquement. Les duretés de l'acier A3 sont élevées que celles de l'acier B2 pour les deux états. Ces duretés sont égales à 40 HRC pour l'état brut de coulée, 50 HRC pour le traitement thermique à 1050°C et 61 HRC pour le traitement thermique à 1100°C. L'augmentation de la dureté de l'acier A3 est due à l'effet des éléments ajoutés et des traitements thermiques appliqués.

A l'état brut de coulée, l'amélioration de la dureté est expliquée par la finesse de la structure de l'acier A3 et la présence de carbures. Comme il a été discuté dans les paragraphes précédents, l'ajout combiné du niobium et de vanadium conduit à la formation des carbures intergranulaires affinant la structure de l'acier. Ces carbures sont des carbures complexes de niobium et de vanadium de type MC ((Nb,V)C). Selon la théorie, les carbures de type MC sont connus par leurs haute microdureté que les carbures de type M₃C. La présence de ces carbures explique ainsi l'amélioration de la dureté.

A l'état traité, l'amélioration de la dureté de l'acier A3 comparativement à l'acier B2 s'explique par la formation de la martensite en quantité plus importante grâce à la présence du niobium et du vanadium.

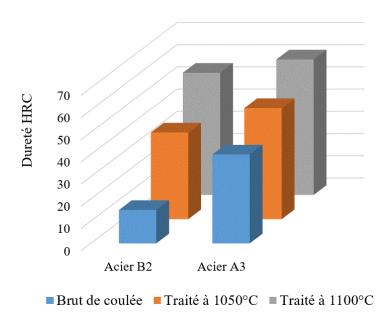


Figure III.60. Duretés HRC des aciers B2 et A3

Les microduretés des différentes phases existantes à l'état brut de coulée et traité des deux aciers sont données par le tableau III.17 et présentées par la figure III.60.

A l'état brut de coulée, la microdureté de l'austénite de l'acier A3 (418 μHv₂₀) est élevée comparativement à celle de l'acier B2 (359 μHv₂₀). Ceci est expliqué par l'enrichissement de la matrice en éléments ajoutés (Ni, Nb et V). Le nickel, étant un élément gammagène, se trouve dissous dans la matrice après la solidification de l'acier. Quant au niobium et au vanadium, une partie de ces derniers participe à l'enrichissement de l'austénite et le reste forme des carbures de type MC. Ces deux éléments forment avec le fer gamma une solution solide de substitution permettant la formation d'une maille austénitique plus compacte. La formation d'une austénite plus riche en élément et plus compacte conduit à l'amélioration de sa microdureté. La microdureté de la cémentite alliée des deux aciers est pratiquement similaire (1097 μHv₂₀ pour l'acier B2 et 1109 μHv₂₀ pour l'acier A3). Ces derniers contiennent pratiquement la même teneur en chrome. Par contre, la microdureté du carbure complexe de niobium et de vanadium (2312 μHv₂₀) est très élevée que celle de la cémentite alliée.

La martensite et l'austénite résiduelle de l'acier A3 sont plus dures que celles de l'acier B2. Les microduretés de ces deux phases de l'acier A3 varient entre 680 et 766 µHv₂₀ pour la martensite et entre 429 et 431 µHv₂₀ pour l'austénite résiduelle. Une amélioration de la microdureté de la martensite a été constatée sous l'effet des éléments d'addition et des traitements thermiques appliqués. Les éléments ajoutés, le niobium et le vanadium, ont favorisé un durcissement remarquable de la martensite formée. L'amélioration de la microdureté de la martensite de l'acier A3 traité à 1100°C comparativement au même acier traité à 1050°C est expliquée par l'effet intense du traitement thermique à 1100°C sur la décomposition des carbures secondaires, ce qui a conduit à la formation d'une martensite plus riche en éléments et plus dure.

Tableau III.17. Microduretés des différentes phases des aciers B2 et A3 à l'état brut de coulée et traité

		Microduretés, μHV20										
		Brut de coulé	e		miquement à 50°C		niquement à 0°C					
Aciers	Austénite	Carb	oures	Martensite	Austénite R	Martensite	Austénite R					
B2	359	10	97	653	368	684	366					
A3	418	(Fe,Mn,Cr) ₃ C (Nb,V)C 1109 2312		680	429	766	431					

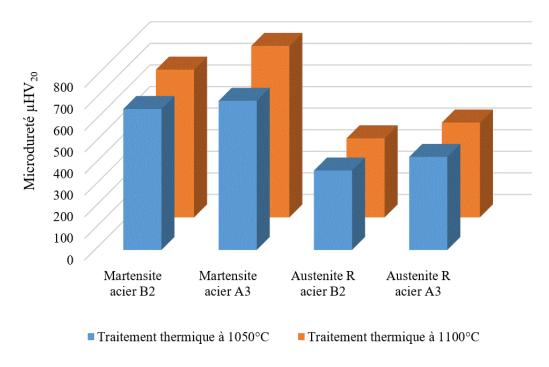


Figure III.61. Microduretés de la martensite et de l'austénite résiduelle des aciers B2 et A3 à l'état traité

III.3.3.3. Comportement tribologique

Le comportement tribologique de l'acier A3 a été étudié en effectuant les mêmes tests réalisés pour l'acier A2.

Les pertes de masse des aciers B2 et A3 à l'état brut de coulée et traité au cours du premier test sont présentées par la figure III.61. Les pertes de masse de l'acier A3 sont faibles que celle de l'acier B2 pour les deux états. Les éléments ajoutés ont un effet considérable sur l'amélioration de la résistance à l'usure abrasive de l'acier A3. Le nickel améliore la dureté de la matrice austénitique et le niobium et le vanadium contribuent à la fois à un durcissement secondaire en formant des carbures complexes de niobium et de vanadium ((Nb,V)C) et à un durcissement de la matrice.

Les pertes de masse des aciers A3 et B2 évoluent constamment en fonction de la distance parcourue à l'exception de celle de l'acier B2 à l'état brut de coulée où la perte de masse augmente significativement à partir de 400m (figure III.61). Cependant, la perte de masse de l'acier A3 est moins importante à l'état traité. Cette diminution est expliquée par la présence de la martensite en grande quantité. Cette phase est connue par sa haute dureté et par conséquent sa résistance à l'usure.

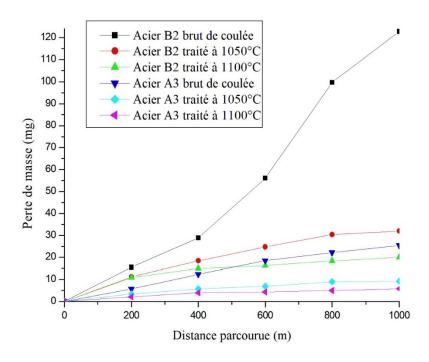


Figure III.62. Pertes de masse des aciers B2 et A3 à l'état brut de coulée et traité

Les coefficients de frottement des aciers B2 et A3 à l'état brut de coulée et traité sous les trois charges 3N, 6N et 10N à l'état sec et à la température ambiante sont montrés par le tableau III.18 et la figure III.62. L'acier A3 a un coefficient de frottement plus élevé que l'acier B2 pour les deux états et pour les trois charges appliquées. Ce dernier augmente également avec la température des traitements thermiques et la charge appliquée.

A l'état brut de coulée, les courbes du coefficient de frottement de l'acier A3 tendent à se stabiliser après 40m de parcours pour toutes les charges. A l'état traité, ces dernières présentent beaucoup de fluctuations comparativement à l'état brut de coulée.

Tableau III.18. Coefficients de frottement des aciers B2 et A3 à l'état brut de coulée et traité

		Charges, N							
	0	3	0	6	10				
Aciers	B2	A3	B2	A3	B2	A3			
Brut de coulée	0.260	0,566	0.505	0.570	0.612	0.629			
Traité à 1050°C	0.596	0.610	0.605	0.632	0.635	0.643			
Traité à 1100°C	0.601	0.653	0.634	0.732	0.669	0.747			

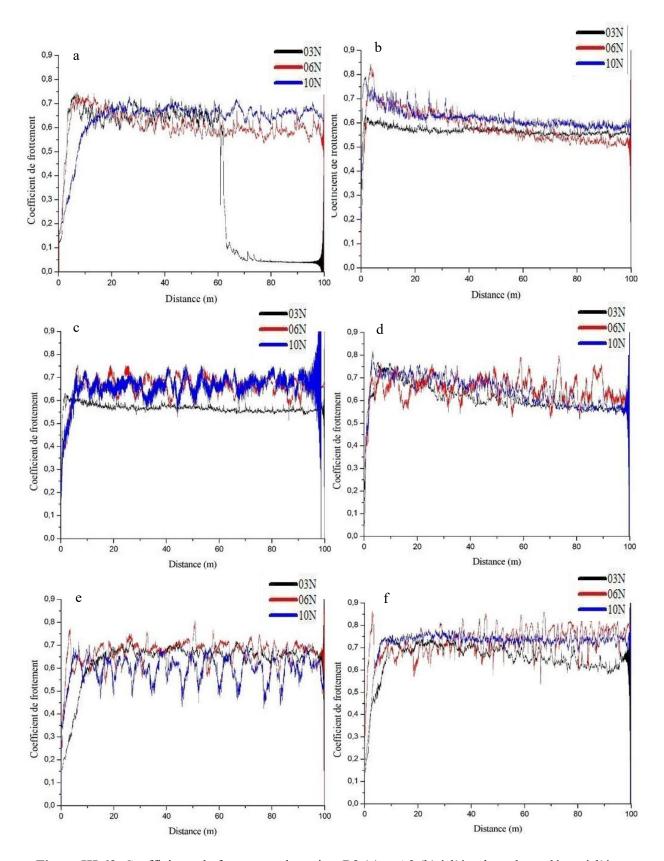


Figure III.63. Coefficients de frottement des aciers B2 (a) et A3 (b) à l'état brut de coulée et à l'état traité : B2 (c) et A3 (d) à 1050°C et B2 (e) et A3 (f) à 1100°C

L'étude du comportement tribologique à haute température, sous forte charge et à l'état lubrifié a été effectuée seulement pour l'échantillon A3 traité à 1100°C. Ce choix est conditionné d'une part par la disponibilité de l'équipement de laboratoire où cet essai a été réalisé et d'autre part par le comportement tribologique à sec de cet acier.

La courbe de coefficient de frottement de l'acier A3 traité à 1100°C est montrée par la figure III.63. Le coefficient de frottement est relativement stable (0.1111) durant toute la période de test. Des fluctuations intenses ont été observées sur la courbe à partir de 800 secondes. Ceci pourrait être dû à l'existence d'une faible quantité de carbures non dissous pendant le traitement thermique. Le coefficient de frottement mesuré pour ce test est très faible comparativement aux tests effectués à sec sous des charges de 03N, 06N et 10N. Ceci est dû au lubrifiant utilisé. Ce dernier diminue considérablement le frottement entre la bille et l'échantillon, ce qui conduit à une diminution remarquable du coefficient de frottement.

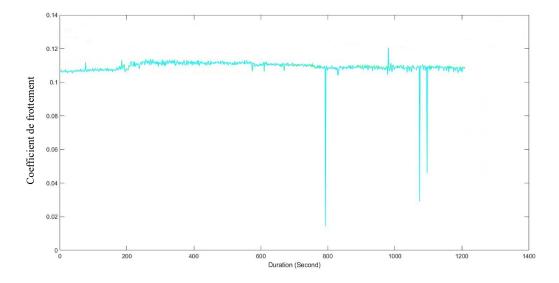


Figure III.64. Coefficient de frottement de l'acier A3 traité à 1100°C sous une charge de 60N à l'état lubrifié et à 100°C

Afin d'étudier l'effet du frottement sur l'état de surface de l'échantillon, des analyses microstructurales optique, électronique et AFM ont été réalisées avant et après le test. Les rugosités 2D et 3D des deux surfaces ont été aussi mesurées.

Avant le test, l'échantillon a subi un polissage mécanique en utilisant de papiers abrasifs jusqu'à une granulométrie de 4000.

Les micrographies optiques 2D et 3D et les rugosités de l'échantillon A3 traité à 1100°C avant et après le test tribologique sont montrées par les figures III.64 et III.65. Avant le test, la surface de l'échantillon présente les paramètres de rugosités Ra et Sa de 0.470µm et de 0.574µm

respectivement (figure III.64). Après le test, une légère diminution des deux paramètres a été remarquée (0.410µm et 0.474µm respectivement) (figure III.65). Ceci est traduit par une amélioration de l'état de surface. Lors de l'application de forte charge (60N) à haute température (100°C) et en présence d'une huile lubrifiante, cette dernière favorise un polissage de finition améliorant l'état de surface.

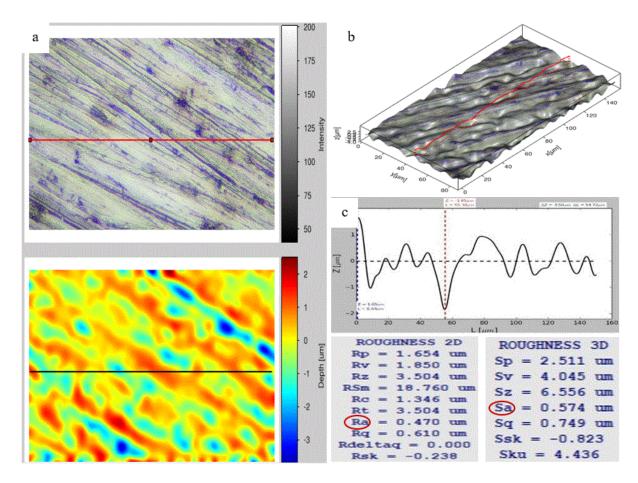


Figure III.65. Micrographies optiques 2D (a) et 3D (b) et rugosités Ra et Sa (c) de l'échantillon A3 traité à 1100°C avant le test tribologique

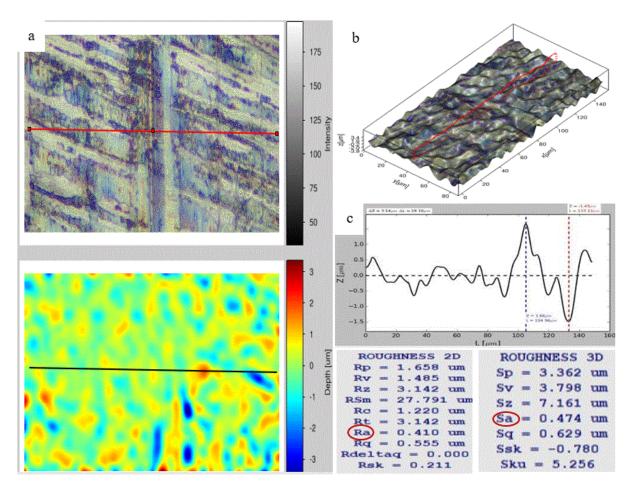


Figure III.66. Micrographies optiques 2D (a) et 3D (b) et rugosités Ra et Sa (c) de l'échantillon A3 traité à 1100°C après le test tribologique à l'état lubrifié

Une mesure à l'échelle nanométrique des valeurs de rugosité Ra et Sa de l'acier A3 traité à 1100°C a été effectuée avant et après le test tribologique à l'aide d'une analyse AFM. Les résultats (figure III.66 et III.67) ont montré que la surface de l'échantillon avant le test est plus rugueuse qu'après le test. Les valeurs de rugosité ont diminué pour Ra= 378.86nm et Sa=228.61nm avant le test (figure III.66) à Ra= 65.556nm et Sa=92.651nm après le test (figure III.67). Ceci montre une amélioration significative de l'état de surface. Comme il a été expliqué dans le paragraphe précédent, le test effectué en présence du lubrifiant a permis un polissage de finition.

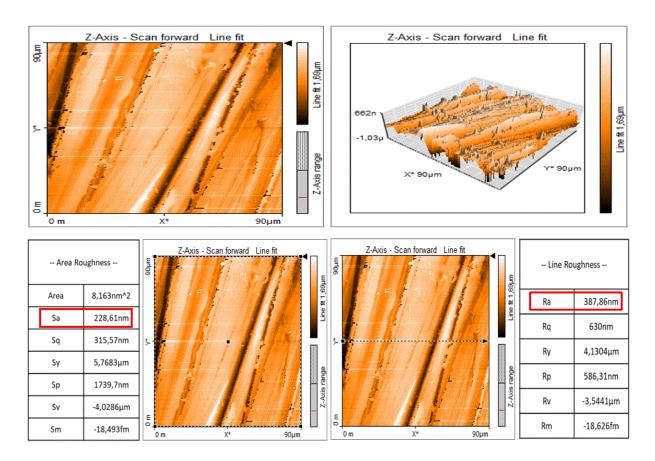


Figure III.67. Analyse AFM de l'acier A3 traité à 1100°C avant le test de tribologie

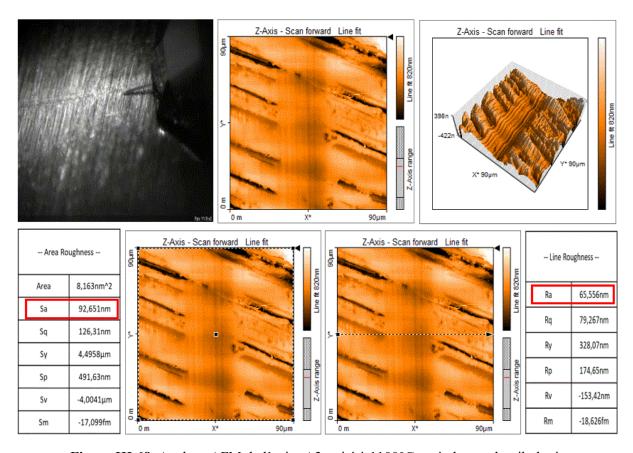


Figure III.68. Analyse AFM de l'acier A3 traité à 1100°C après le test de tribologie

Dans le but d'analyser la microstructure de la surface de l'échantillon après le test, une observation au MEB et une analyse EDS ont été effectuées (figure III.68). Cette analyse a montré que la piste d'usure est riche en éléments chimiques qui n'existent pas dans la composition de l'acier. Ces éléments sont principalement : P, Ca et Zn. Ces derniers font partie de la composition du lubrifiant utilisé. Ceci montre la formation d'un tribofilm sur la surface de l'échantillon lors de l'essai, ce qui diminue l'usure de l'échantillon et le frottement entre ce dernier et la bille.

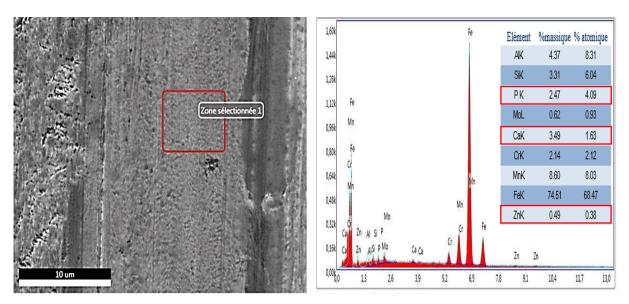


Figure III.69. Micrographie MEB et analyse EDS de l'acier A3 traité à 1100°C après le test de tribologie à l'état lubrifié

La surface de la bille après le test tribologique a été aussi analysée. La micrographie optique est présentée par la figure III.69.

Afin d'étudier le comportement tribologique du couple bille/échantillon, la configuration bille/plan donnant une aire de contact circulaire est choisie comme configuration de référence pour ce type de contact. Généralement, différentes géométries peuvent exister. L'aire de contact, dans notre cas, est formée de deux ellipses dont les longueurs des axes principaux sont différentes (429.15 µm et 738.84 µm). Ceci est dû à une légère déformation de la surface de la bille provoquée par l'échantillon testé (figure III.69). Ceci pourrait être dû à une légère augmentation de la résistance de l'acier testé lors de l'essai.

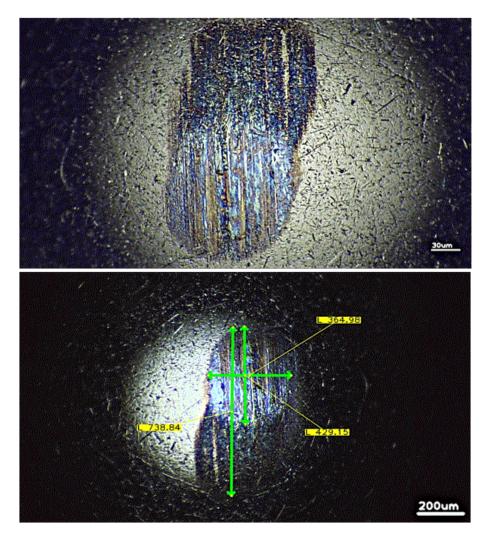


Figure III.70. Surface de contact de la bille après le test tribologique contre l'échantillon A3 traité à 1100°C

Une analyse approfondie de la surface de la bille a été réalisée dans le but de déterminer les mécanismes d'usure lors de l'essai. La figure III.70 montre des micrographies optiques de la surface de la bille après le test d'usure. D'après cette figure, plusieurs types d'usure sont apparus. Une forte adhésion de l'huile utilisée sur la surface de la bille est remarquée. Cette adhésion conduit à la formation d'un tribofilm diminuant l'usure et réduisant le coefficient de frottement. Une usure abrasive suivant la direction du frottement a été aussi observée. Ce type d'usure peut être provoqué par le frottement entre deux corps (bille/échantillon) ou trois corps (bille, échantillon/ débris). Ce troisième corps est dû à des débris d'usure de la bille et/ou de l'échantillon. Si ce dernier est dur, il favoriserait une usure abrasive de la bille ou de l'échantillon. Par contre, si les débris d'usure ont une faible dureté, ils favoriseraient une usure adhésive. L'usure la plus probable dans ce cas est l'usure abrasive à trois corps avec la présence

de débris. Ce dernier pourrait être le produit de l'usure de la surface de la bille. Ces résultats montrent que l'échantillon résiste mieux à l'usure, ce qui a conduit à l'abrasion de la bille.

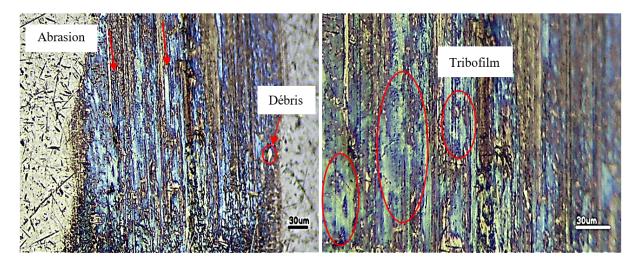


Figure III.71. Surface de la bille après le test tribologique

Une analyse récapitulative des résultats obtenus (microstructures, dureté et comportement tribologique) des différents aciers expérimentés est résumée ci-dessous.

Les microstructures des aciers B2, A1, A2 et A3 à l'état brut de coulée sont composées d'austénite et de carbures secondaires inter et intragranulaires. Ces microstructures diffèrent entre elles par la taille des grains austénitiques et le type de carbures formés. Ces variations sont directement liées à la présence des éléments ajoutés. L'augmentation du nickel (élément gammagène) de 0.25% à 1.09% n'a provoqué aucun changement microstructural observable. Les autres éléments alphagènes et carburigènes ajoutés (chrome, niobium, molybdène et vanadium) ont une affinité chimique au carbone différente. Ils favorisent la formation des carbures secondaires simples ou complexes lors du second stade de cristallisation dont la distribution et le type varient en fonction de leurs teneurs.

Les aciers A1, A2 et A3 révèlent dans leurs microstructures des carbures de type M₃C et MC, par contre, la microstructure de l'acier B2 ne présente que des carbures de type M₃C.

Les carbures de type M₃C sont de la cémentite alliée au manganèse et à d'autres éléments selon la composition chimique de chaque acier. La cémentite alliée au manganèse et au chrome ((Fe,Mn,Cr)₃C) est présente dans tous les aciers. En plus de cette dernière, l'acier B2 contient également de la cémentite alliée uniquement au manganèse ((Fe,Mn)₃C). Quant à l'acier A1, deux autres cémentites alliées ont été observées dans sa microstructure : (Fe,Mn,Nb)₃C et (Fe,Mn,Cr,Mo)₃C.

Les carbures de type MC sont présent uniquement dans les aciers A1, A2 et A3. Dans les aciers A1 et A2, le carbure de type MC est un carbure de niobium NbC alors que dans l'acier A3, ce dernier est un carbure complexe de niobium et de vanadium (Nb,V)C.

Les tailles moyennes des grains austénitiques des aciers B2, A1, A2 et A3 sont de 138 μ m, 44 μ m, 60 μ m et 56 μ m respectivement. L'acier A1 présente la microstructure la plus fine. Le tableau III.19 et la figure III.71 présentent les différents carbures formés et les tailles moyennes des grains austénitiques.

Tableau III.19. Carbures formés et tailles moyennes des grains austénitiques des aciers expérimentés à l'état brut de coulée

Aciers	Eléments d'addition	Carbures	Distribution des carbures	Tailles moyennes des grains austénitiques (µm)	
B2	/	(Fe,Mn) ₃ C	Intragranulaires	138	
DΔ	/	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	Intergranulaires	136	
	Cr + Mo + Nb	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	Intergranulaires		
A1		(Fe,Mn,Nb) ₃ C	Intergranulaires	44	
Al		(Fe,Mn,Cr,Mo) ₃ C	Intragranulaires	44	
		NbC	Intergranulaires	1	
A2	Cr + Nb	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	Intergranulaires	- 60	
AZ	Cr + Nb	NbC	Intragranulaires		
۸.2	NE + NIL + V	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	Intergranulaires	- 56	
A3	Ni + Nb + V	(Nb,V)C	Intergranulaires		

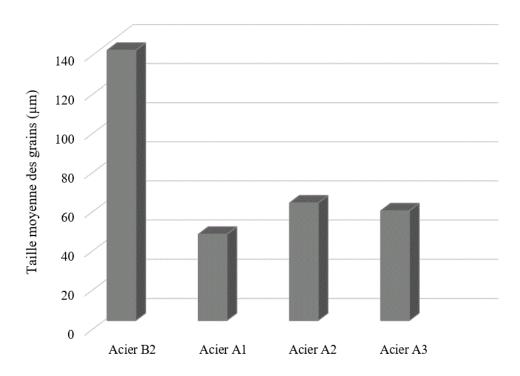


Figure III.72. Tailles moyennes des grains austénitiques des aciers B2, A1, A2 et A3 à l'état brut de coulée

A l'état traité, les microstructures de tous les aciers sont composées de martensite, d'austénite résiduelle et de précipités. Les quantités des phases formées dépendent des éléments chimiques ajoutés et des traitements thermiques appliqués. La martensite est la phase la plus dominante dans tous les aciers pour les deux traitements thermiques. Cette phase existe en plus grande quantité dans les aciers traités à 1100°C. L'acier A1 traité à 1100°C est le plus riche en martensite.

Les duretés HRC des aciers B2, A1, A2 et A3 sont montrées par la figure III.72. A l'état brut de coulée, les duretés des aciers B2, A1, A2 et A3 sont de 15 HRC, 35 HRC, 22 HRC et 40 HRC respectivement. L'acier A3 est l'acier le plus dur.

A l'état traité, les duretés des aciers B2, A1, A2 et A3 sont de 39 HRC, 58 HRC, 43 HRC et 50 HRC respectivement après le traitement thermique à 1050°C et de 55 HRC, 65 HRC, 59 HRC et 61 HRC respectivement après le traitement thermique à 1100°C. L'acier A1 est l'acier le plus dur qu'il soit traité à 1050°C ou à 1100°C.

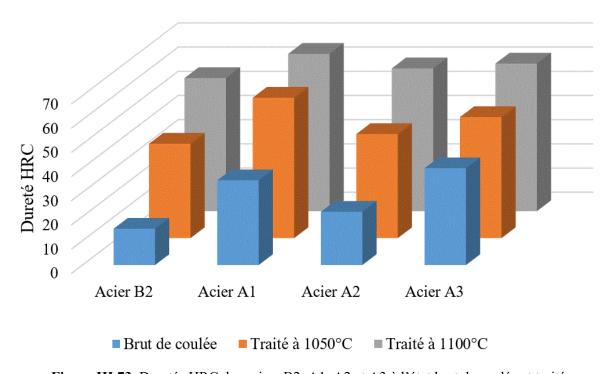


Figure III.73. Duretés HRC des aciers B2, A1, A2 et A3 à l'état brut de coulée et traité

Les microduretés des différentes phases à l'état brut de coulée et à l'état traité sont présentées par le tableau III.20 et la figure III.73. A l'état brut de coulée, les microduretés de l'austénite des aciers A1, A2 et A3 sont pratiquement comparables et plus importantes que celle l'acier B2. Les microduretés de la cémentite alliée (Fe,Mn,Cr)₃C de l'acier A2 est légèrement importante que celles des aciers B2, A1 et A3. La cémentite alliée au manganèse et au niobium (Fe,Mn,Nb)₃C formée dans l'acier A1 est plus dure que celle alliée au manganèse et au chrome

(Fe,Mn,Cr)₃C. Le carbure complexe de niobium et de vanadium (Nb,V)C formé dans l'acier A3 est le plus dur comparativement à tous les autres carbures.

A l'état traité, les microduretés de l'austénite résiduelle des aciers A3 et A1 sont pratiquement similaires mais plus élevées que celles de l'acier A2 et B2. La microdureté de la martensite des aciers A1, A2 et A3 est plus importante que celle de l'acier B2 à 1050°C et considérablement plus grande à 1100°C. La martensite formée dans l'acier A1 est la plus dure que celles présentent dans les autres aciers pour les deux traitements thermiques.

Tableau III.20. Microduretés des différentes phases des aciers expérimentés à l'état brut de coulée et traité

			M	icroduretés, μl	oduretés, µHV ₂₀					
		Brut de coul	ée		niquement à 0°C	Traité therm 1100				
Aciers	Austénite	Car	bures	Martensite	Austénite R	Martensite	Austénite R			
B2	359	(Fe,Mn,C	Cr) ₃ C :1097	653	368	684	366			
A1	420	(Fe,Mn,Cr) ₃ C 1125	(Fe,Mn,Nb) ₃ C 1263	691	431	794	439			
A2	402	1150 /		671	417	740	428			
A3	418	(Fe,Mn,Cr) ₃ C 1109	(Nb,V)C 2312	680	429	766	431			

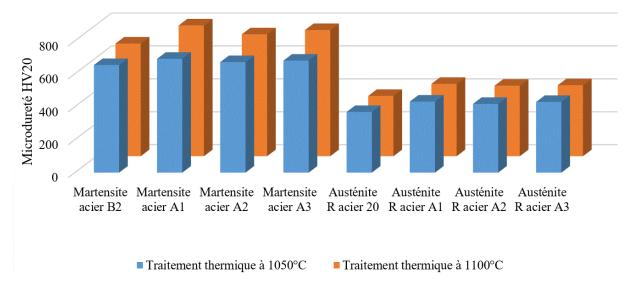


Figure III.74. Microduretés de la martensite et de l'austénite résiduelle des aciers B2, A1, A2 et A3 à l'état traité

Les pertes de masse des aciers B2, A1, A2 et A3 à l'état brut de coulée et traité sous la charge de 300N à l'état sec sont montrées par la figure III.74.

L'acier A1 présente la faible perte de masse que ce soit à l'état brut de coulée ou traité. A l'état brut de coulé, les pertes de masse des aciers A1, A2 et A3 sont considérablement plus faibles

que celle de l'acier B2. Les pertes de masse à l'état traité sont plus faibles par rapport à l'état brut de coulée. La perte de masse après traitement thermique à 1100°C reste toujours la plus faible pour tous les aciers. Ceci est expliqué par la grande quantité de martensite à cet état.

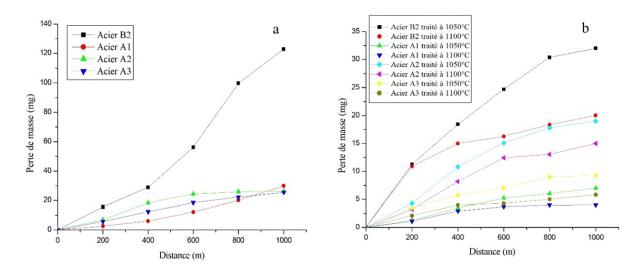


Figure III.75. Pertes de masse des aciers B2, A1, A2 et A3 à l'état brut de coulée (a) et traité (b)

Les coefficients de frottements des aciers considérés à l'état brut de coulée et traité sous les trois charges 3N, 6N et 10N à l'état sec et à température ambiante sont montrés par le tableau III.21 et la figure III.75.

Les coefficients de frottement des aciers considérés évoluent avec l'augmentation de la charge appliquée. Ces derniers sont élevés à l'état traités comparativement à l'état brut de coulée. Le passage de la température du traitement thermique de 1050°C à 1100°C conduit à l'augmentation du coefficient de frottement de tous les aciers considérés. A l'état brut de coulée, le coefficient de frottement de l'acier A3 est le plus élevé à 3N. Par contre, à 6N et 10N c'est l'acier A1 qui dispose le plus grand coefficient de frottement. A l'état traité, le coefficient de frottement de l'acier A1 reste toujours le plus élevé pour les deux traitements thermiques.

		Charges, N										
		0	3		06				10			
Aciers	B2	A1	A2	A3	B2	A1	A2	A3	B2	A1	A2	A3
Brut de coulée	0.260	0.559	0,432	0,566	0.505	0,577	0,552	0.570	0.612	0,637	0,620	0.629
Traité à 1050°C	0,596	0.611	0.603	0.610	0.605	0,644	0.616	0.632	0.635	0.665	0.625	0.643
Traité à	0,601	0.680	0.649	0.653	0.634	0.740	0.690	0.732	0,669	0,759	0.729	0.747

Tableau III.21. Coefficient de frottement des aciers considérés à l'état brut de coulée et traité

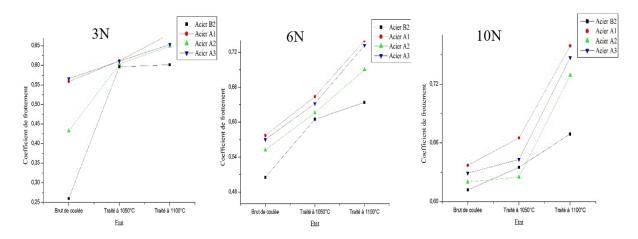


Figure III.76. Variation du coefficient de frottement en fonction de la charge appliquée des aciers B2 A1, A2 et A3 à l'état brut de coulée et traité

Le comportement tribologique à l'état lubrifié des aciers A2 et A3 ne peut pas être comparé à celui des aciers B2 et A1 dû à la différence de la nature et la forme de l'outil qui se frotte contre l'échantillon. L'échantillon frotté contre l'acier B2 et A1 est un segment en fonte à graphite sphéroïdal chromé. Alors que celui frotté contre les échantillons A2 et A3 est une bille en acier 100C6 trempé. Dans cette partie, on compare seulement les comportements tribologiques des aciers A2 et A3 entre eux.

Les coefficients de frottement et les pertes de masse des aciers A2 et A3 sont montrés par les figures III.76 et III.77. Le coefficient de frottement et la perte de masse de l'acier A3 sont faible comparativement à ceux de l'acier A2. Ceci montre que l'acier A3 résiste mieux au frottement que l'acier A2.

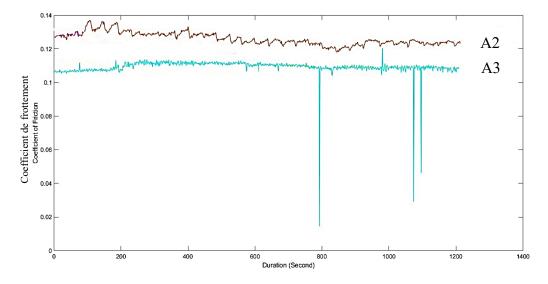


Figure III.77. Coefficients de frottement des aciers A2 et A3 à l'état lubrifié

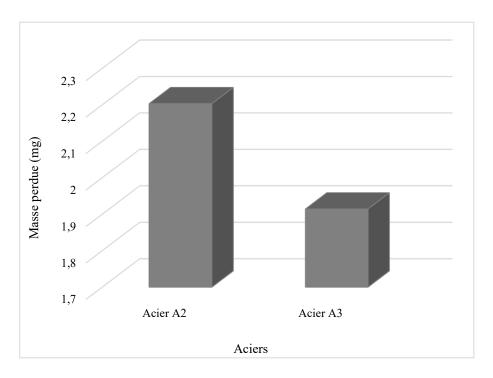


Figure III.78. Pertes de masse des aciers A2 et A3 traités à 1100°C à l'état lubrifié

Une comparaison entre les paramètres de rugosité des deux aciers après le test tribologique a été aussi faite. Les paramètres Sa et Ra des aciers A2 et A3 sont montrés par la figure III.78. L'acier A3 présente les faibles paramètres Sa et Ra après le test. Ceci montre que les pistes d'usure de ce dernier sont moins rugueuses que celles de l'acier A2, ce qui confirme sa meilleure résistance au frottement.

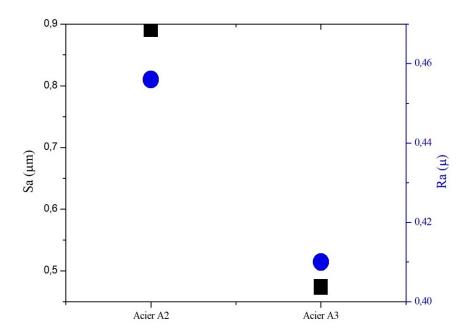


Figure III.79. Paramètres Sa et Ra des aciers A2 et A3 traités à 1100°C après le test tribologique à l'état lubrifié

III.3.4. Conclusion

Les principales conclusions tirées de cette partie sont :

- Etat brut de coulée :

- La microstructure de l'acier au manganèse à l'état brut de coulée est composée d'une matrice austénitique dont laquelle se trouve des carbures secondaires inter et intragranulaires (Fe,Mn,Cr)₃C et (Fe,Mn)₃C) respectivement;
- L'ajout combiné du chrome, du molybdène et du niobium a conduit la formation de multiples carbures de différentes formes. Les carbures formés sont de type M₃C ((Fe,Mn,Cr)₃C, (Fe,Mn,Nb)₃C, (Fe,Mn,Cr,Mo)₃C) et de type MC (NbC);
- L'addition combinée du chrome et du niobium a favorisé également la formation des carbures de type M3C ((Fe,Mn,Cr)₃C) et de type MC (NbC);
- L'ajout combinée du nickel, du niobium et du vanadium a mené à l'apparition d'un carbure complexe de de type MC ((Nb,V)C). Le nickel n'a pas accompli un changement microstructural observable ;
- La formation de plusieurs carbures intergranulaires de faibles tailles affine efficacement les grains austénitiques quelque soit leurs types simples ou complexe ;
- La dureté et la résistance à l'usure à l'état sec de l'acier au manganèse ont été considérablement améliorées sous l'effet des éléments ajoutés surtout dans l'acier contenant du molybdène et du niobium.

- Etat traité:

- La microstructure de l'acier au manganèse est une structure majoritairement martensitique dont la quelle il se trouve une quantité d'austénite résiduelle et une faible quantité de précipités ;
- Les éléments ajoutés (Cr, Mo, Ni, Nb et V) ont contribué à l'augmentation de la trempabilité de l'acier au manganèse et favorisé la formation de la martensite en grande quantité;
- L'augmentation de la température du traitement thermique a conduit à une meilleure décomposition des carbures secondaires et une meilleure mise en solution des éléments chimique conduisant à une augmentation du taux de la martensite formée;

Résultats et discussions

- La formation de la martensite en grande quantité a favorisé un durcissement et une amélioration de la résistance à l'usure supplémentaire de l'acier au manganèse en étude ;
- L'ajout du lubrifiant et des éléments d'alliage ont conduit à une amélioration considérable des paramètres tribologiques de l'acier au manganèse.

III.4. Aciers Hadfield

Cette partie d'étude englobe des analyses microstructurales, les duretés et le comportement tribologique des aciers Hadfield faiblement alliés au chrome, au nickel et au niobium. Trois différents aciers (A4, A5 et A6) ont été élaborés et comparés à l'acier Hadfield de base B1. Les compositions chimiques des aciers considérés dans cette partie sont données par le tableau III.22.

Eléments chimiques (en pourcentage massique, %) C Mn Ni Nb Aciers Si Cr **B**1 1.266 11.88 0.434 0.051 0.008 1.05 0.17 A4 1.318 11.77 0.594 0.057 0.008 1.17 0.26 0.057 1.79

0.049

0.011

0.011

1.27

0.47

0.89

0.102

Tableau III.22. Compositions chimiques des aciers B1 A4 A5 A6

III.4.1. Effet du chrome + nickel

1.256

1.339

11.61

11.35

0.616

0.409

A5

A6

Cette partie d'étude traite l'influence de l'ajout combiné du chrome et du nickel dans un acier au manganèse considéré comme un acier Hadfield. Deux différents aciers contenant une légère augmentation du chrome et du nickel (A4 et A5) comparativement à l'acier Hadfield de base élaboré au niveau de la fonderie (tableau III.23) ont été élaborés. L'objectif de l'ajout de ces derniers en faibles quantités est de déterminer leurs influences sur la formation de la microstructure et des propriétés mécaniques (dureté et résistance à l'usure).

Tableau III.23. Compositions chimiques des aciers B1, A4 et A5

		Eléments chimiques (en pourcentage massique, %)											
Aciers	С	Mn	S	Cr	Ni								
B1	1.266	11.88	0.434	0.051	0.008	1.05	0.17						
A4	1.318	11.77	0.594	0.057	0.008	1.17	0.26						
A5	1.256	11.61	0.616	0.057	0.011	1.79	0.47						

III.4.1.1. Analyse microstructurale

A l'état brut de coulée, l'analyse microstructurale des aciers A4 et A5 élaborés présente des microstructures comparables à celle de l'acier B1. Ces trois aciers révèlent une matrice austénitique dont laquelle des carbures inter et intragranulaires sont répartis. Ces trois microstructures se distinguent entre elles par la finesse des grains et la distribution et la grosseur des carbures formés (figure III.79).

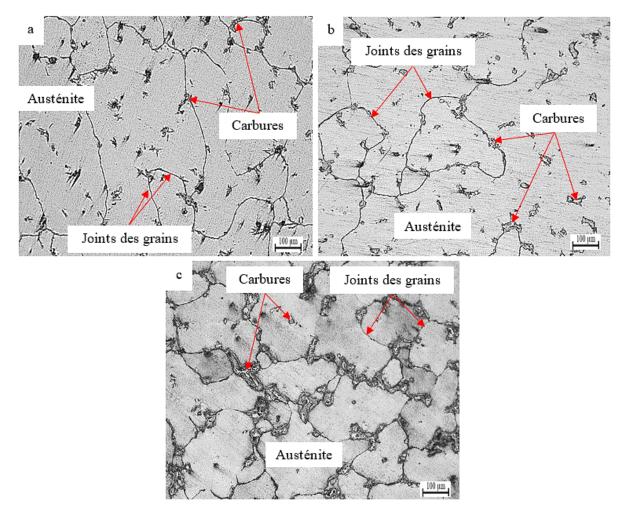


Figure III.80. Micrographies optiques des aciers B1 (a), A4 (b) et A5 (c) à l'état brut de coulée

Les micrographies MEB des aciers B1, A4 et A5 à l'état brut d coulée (figure III.80) révèlent une augmentation des carbures intergranulaires et une diminution des carbures intragranulaires en fonction de l'élévation de la teneur en chrome. D'après l'analyse EDS des carbures existant dans la microstructure de l'acier B1 (figure III.3), les carbures intergranulaires sont de la cémentite alliée au manganèse et au chrome ((Fe,Mn,Cr)₃C) alors que les carbures intragranulaires sont de la cémentite alliée au manganèse ((Fe,Mn)₃C). Le nickel est connu par son effet gammagène et non carburigène, donc l'augmentation de ce dernier n'influe pas sur les carbures formés. D'autre part, l'ajout de cet élément en faible quantité ne provoque pas un changement microstructural observable. On peut dire alors que l'augmentation de la fraction des carbures est due à l'effet du chrome. Ce dernier est connu par son effet carburigène. Comme il a été expliqué dans les paragraphes précédents, l'ajout de cet élément en faibles quantités à

l'acier au manganèse favorise la précipitation de la cémentite enrichie en manganèse et en chrome ((Fe,Mn,Cr)₃C).

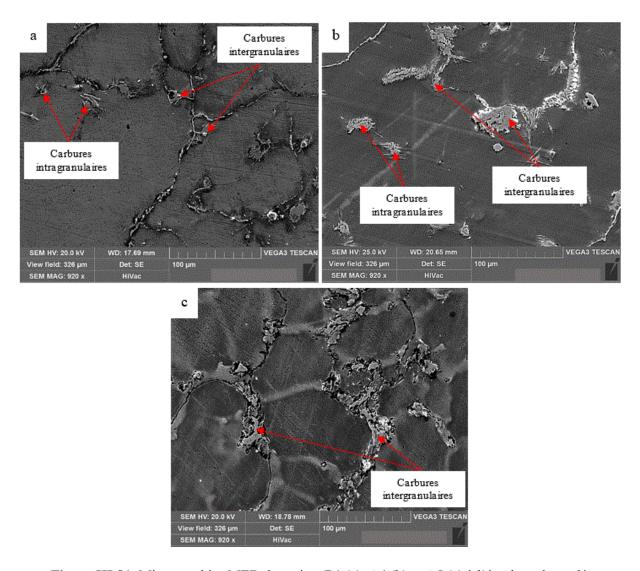


Figure III.81. Micrographies MEB des aciers B1 (a), A4 (b) et A5 (c) à l'état brut de coulée

On remarque également à travers l'observation MEB que la grosseur des carbures formés évolue avec l'augmentation de la teneur en chrome dans l'acier. Cette constatation est plus remarquable dans l'acier A5 par rapport aux aciers A4 et B1. Ceci explique que le chrome ajouté se dissout dans la cémentite, laquelle est enrichie en cet élément. Le carbure complexe ainsi formé ((Fe,Mn,Cr)₃C) grossit de manière remarquable.

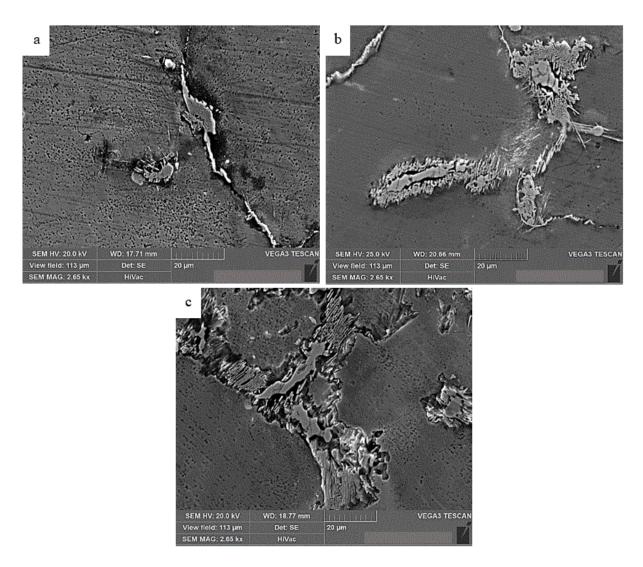


Figure III.82. Micrographies MEB des carbures formés dans les microstructures des aciers B1 (a), A4 (b) et A5 (c) à l'état brut de coulée

L'augmentation de la quantité des carbures intergranulaires influe considérablement sur la finesse des grains austénitiques (figure III.82). Pour mettre en évidence cet effet, la taille des grains des trois aciers a été mesurée. Il résulte que la taille des grains austénitiques varie inversement proportionnelle avec la teneur en chrome. Cette dernière est passée de 52µm pour l'acier B1 à 40.4µm pour l'acier A4 et à 19.9µm pour l'acier A5. La taille des grains de l'acier A5 a été affinée de l'ordre de 2.6 fois par rapport à celle de l'acier B1. L'augmentation de la teneur en chrome favorise la formation en grande quantité d'une cémentite complexe riche en chrome et précipitée principalement aux joints de grains austénitiques. Ceci bloque le grossissement des grains austénitiques et affine ainsi la structure. Les micrographies MEB

(figure III.82) et le tableau III.24 montrent l'influence de l'ajout du chrome sur la diminution des grains austénitiques.

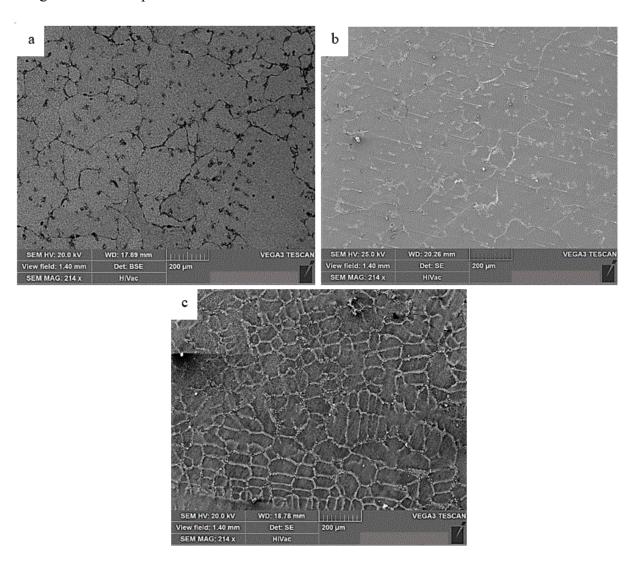


Figure III.83. Variation de la taille des grains des aciers B1 (a), A4 (b) et A5 (c) à l'état brut de coulée en fonction de la teneur en chrome

Tableau III.24. Tailles des grains des aciers B1, A4 et A5 à l'état brut de coulée

	Acier B1	Acier A4	Acier A5
Tailles des grains austénitique (µm)	52	40.4	19.9

L'analyse EDS des carbures intergranulaires présents dans les microstructures des aciers A4 et A5 (figure III.83) a révélé des pics de Fe, de Mn, de Cr et de C. Ceci confirme que ces carbures contiennent les mêmes éléments. Il s'agit de la cémentite alliée au manganèse et au chrome. La différence entre les carbures formés dans l'acier A4 et A5 se situe au niveau de la quantité de chaque élément dans ces derniers. Les carbures de l'acier A5 contiennent plus de chrome que

ceux de l'acier A4. Ceci est justifié par le taux de chrome dans l'acier A5 par rapport à l'acier A4 (tableau III.23).

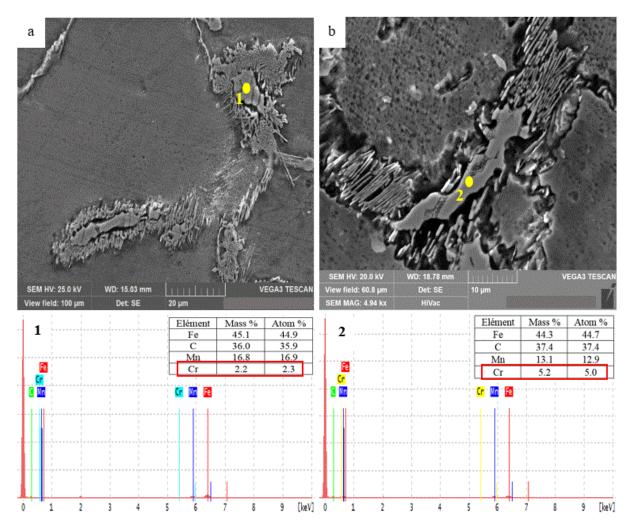


Figure III.84. Micrographies MEB et analyses EDS des carbures intergranulaires des aciers A4 (1) et A5 (2) à l'état brut de coulée

Les résultats de diffraction des rayons X des aciers B1, A4 et A5 à l'état brut de coulée montrent que les trois aciers contiennent essentiellement de l'austénite (figure 84). La différence entre les trois aciers se situe principalement dans l'intensité des pics austénitique. Les pics de l'acier B1 sont plus intense que ceux de l'acier A4 et A5 respectivement. On observe également la diminution de l'intensité du pic de l'austénite (222) dans l'acier A4 et A5. Ceci montre que la quantité de l'austénite diminue avec l'ajout du chrome. Ce dernier participe à la formation de la cémentite alliée au manganèse et au chrome, ce qui diminue le taux de l'austénite formée dans ces derniers.

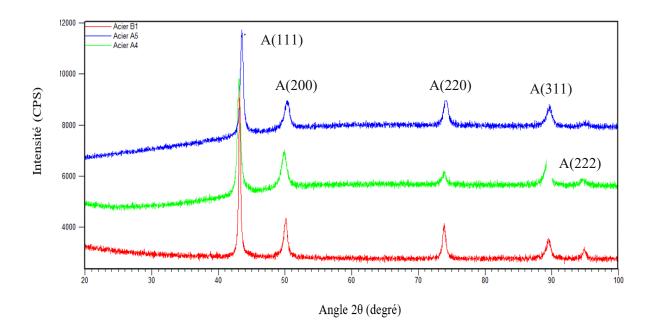


Figure III.85. Diffractogrammes des rayons X des aciers B1, A4 et A5 à l'état brut de coulée. A :austénite

Les micrographies optiques des aciers B1, A4 et A5 à l'état traité thermiquement sont montrées par la figure III.85. Comme pour l'acier B1, les microstructures des aciers A4 et A5 sont constituées de martensite, d'austénite non transformée et de carbures précipités. Les quantités des phases existantes ont changées en fonction de la variation des teneurs en chrome et en nickel et des traitements thermiques appliqués. Le taux de la martensite formée augmente d'une part avec l'addition du chrome et du nickel et d'autre part avec l'augmentation de la température des traitements thermiques. Ceci est expliqué surtout par l'effet trempant des éléments ajoutés. Quant aux carbures précipités, leur taux augmente avec l'élévation de la teneur en chrome. La température des traitements thermiques dans ce cas influe principalement sur la grosseur des précipités formés. Le passage de la température de 1050°C à 1100°C conduit à la formation des précipités plus fins. Ceci pourrait être justifié par la décomposition partielle des carbures secondaires lors des traitements thermique.

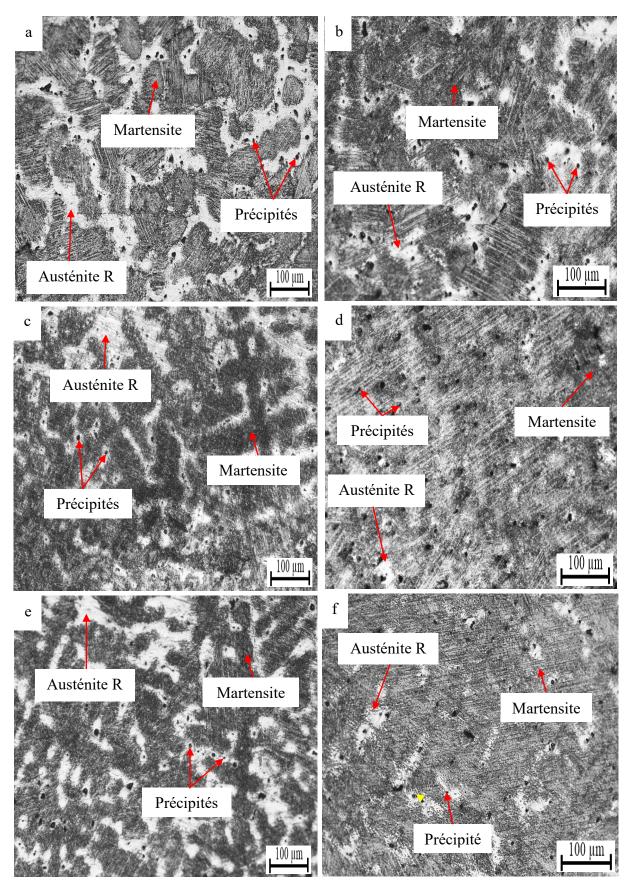


Figure III.86. Micrographies optiques des aciers considérés à l'état traité. B1 à 1050°C (a), B1 à 1100°C (b), A4 à 1050°C (c), A4 à 1100°C (d), A5 à 1050°C (e), A5 à 1100°C (f)

Résultats et discussions

La diffraction des rayons X des aciers B1, A4 et A5 à l'état traité (figure III.86) montre qu'à cet état les trois aciers contiennent de l'austénite et de la martensite mais en quantités différentes. Les pics représentant la phase martensitique dans aciers A4 et A5 sont plus intenses que ceux de l'acier B1. De même, l'intensité des pics de la martensite de l'acier A5 est légèrement plus grande que celle de l'acier A4. Ceci est dû à l'effet trempant du chrome favorisant la formation de la martensite en grande quantité lors de la trempe. De nouveaux pics de martensite ont été observés pour les aciers A4 et A5 traités à 1100°C. Ceci explique que ce traitement a conduit à une transformation de l'austénite en martensite en quantité plus grande que lors du traitement à 1050°C.

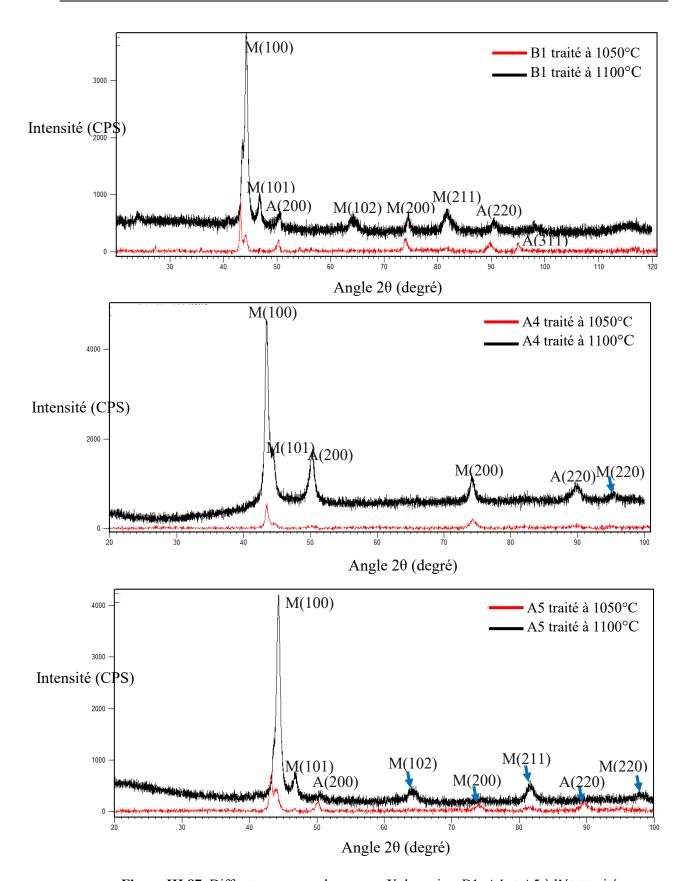


Figure III.87. Diffractogrammes des rayons X des aciers B1, A4 et A5 à l'état traité. A : austénite résiduelle et M : martensite

III.4.1.2. Dureté et microdureté

La figure III.87 présente la dureté HRC des aciers B1, A4 et A5 à l'état brut de coulée et traité thermiquement. Comme le montre la figure, à l'état brut de coulée, la dureté augmente avec l'élévation de la teneur en chrome et en nickel. Le nickel, élément non carburigène, se trouve dissout dans la matrice. D'une autre part, il forme une solution solide de substitution avec le fer gamma. Son ajout à l'acier Hadfield, de matrice austénitique, enrichit cette dernière, ce qui la durcit encore et améliore ainsi la dureté de l'acier. D'une autre part, le chrome, élément générateur des carbures, se dissout dans la matrice et dans la cémentite. Son addition à l'acier au manganèse durcit à la fois la matrice et la cémentite et contribue ainsi à un durcissement supplémentaire de l'acier.

A l'état traité, l'amélioration de la dureté par rapport à l'état brut de coulée est due à la formation de la martensite. La haute dureté de l'acier A5 par rapport à celle des aciers A4 et B1 est expliquée par l'effet des éléments ajoutés. Le nickel, élément fortement gammagène, ralentie la formation de la martensite après trempe. Dans le cas des aciers expérimentés, ce dernier ajouté en faible quantité influe peu sur la stabilité de l'austénite. Ceci est montré par la figure III.85 où une certaine quantité d'austénite résiduelle est présente. Quant au chrome (élément trempant) ajouté en quantité plus grande que le nickel favorise la formation de la martensite après sa mise en solution à haute température et suivie d'une trempe à l'eau.

La comparaison entre les duretés obtenues après les deux traitements thermiques montre que la dureté des trois aciers s'élève avec l'accroissement de la température du traitement thermique. Ce résultat est expliqué par une dissociation des carbures secondaires plus élevée et une augmentation du taux de la martensite surtout à 1100° C. Une mise en solution suivie d'une trempe à l'eau d'un acier contenant des éléments trempant mène à la formation d'une quantité considérable de martensite améliorant ainsi la dureté de l'acier.

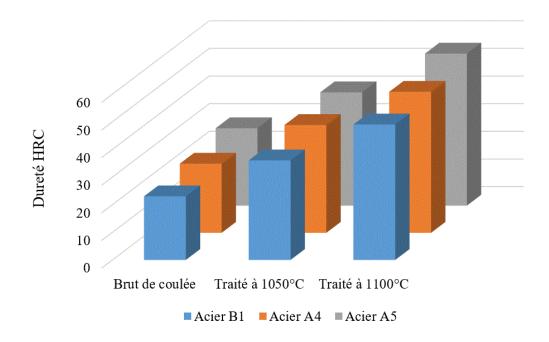


Figure III.88. Duretés HRC des aciers B1, A4 et A5

Les microduretés sont montrées par le tableau III.25 et la figure III.88. A l'état brut de coulée, les microduretés de la matrice obtenues concordent à celles de l'austénite. Ces valeurs sont légèrement plus élevées que celles de l'austénite d'un acier Hadfield standard qui sont dues à une dissolution du chrome et du nickel dans celle-ci. Les microduretés des carbures des aciers A4 et A5 sont relativement plus grandes que celles de la cémentite de l'acier B1. Ceci est dû à la formation d'une cémentite plus riche en chrome.

Les microduretés mesurées à l'état traité ont données des valeurs correspondantes respectivement à celles des deux phases formant la matrice à savoir la martensite (de 610 à 688 μHv_{20}) et l'austénite résiduelle (de 404 à 440 μHv_{20}). Ces microduretés sont améliorées grâce à la présence des éléments ajoutés et des températures des traitements thermiques.

Tableau III.25. Microduretés des aciers B1, A4 et A5

		Microduretés, μHV ₂₀									
	Deut d	e coulée	Traité thern	niquement à	Traité thermiquement à						
	Diui u	e coulee	1050°C		1100	0°C					
Aciers	Matrice (Austénite)	Carbure	Martensite	Austénite R	Martensite	Austénite R					
B1	391	1120	610	404	649	411					
A4	415	1270	643	418	661	423					
A5	450	1327	659	433	688	440					

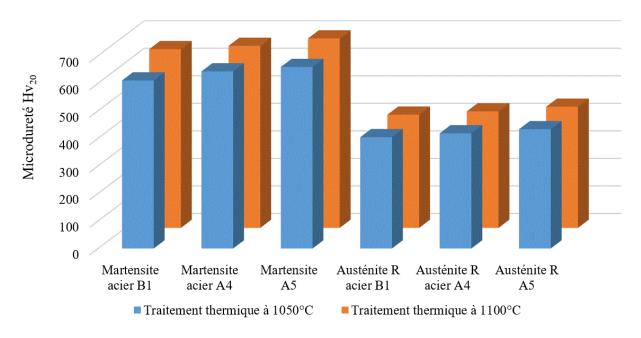


Figure III.89. Microduretés de la martensite et de l'austénite résiduelle des aciers B1, A4 et A5 à l'état traité

III.4.1.3. Comportement tribologique

Le comportement à l'usure abrasive des aciers B1, A4 et A5 a été évalué en mesurant la perte de masse après chaque 200m de frottement des échantillons contre un disque en carbure de tungstène (WC) sous une vitesse de 200tr/min et une force de 300N. Les pertes de masse de ces aciers (A4 et A5) ont été comparées à celle de l'acier de base B1 afin d'étudier l'effet des éléments ajoutés et d'optimiser un traitement thermique. La variation de la perte de masse en fonction de la distance parcourue des trois aciers B1, A4 et A5 à l'état brut de coulée est présentée par la figure III.89. La perte de masse de l'acier A5 est plus faible par rapport à celles des aciers A4 et B1. La présence du chrome et du nickel en quantité relativement plus grande dans cet acier améliore sa résistance à l'usure. Ces deux éléments n'agissent pas de la même manière sur le comportement à l'usure. Le chrome, élément carburigène, participe à la formation d'une cémentite plus riche en cet élément. Ceci conduit à la formation de carbures plus durs répartis aux joints des grains. Ces derniers bloquent ainsi le grossissement des grains austénitiques et affinent la structure. Le chrome se substitue également à l'intérieur de l'austénite d'après les conditions d'isomorphisme et participe ainsi à l'enrichissement de la matrice. Quant au nickel, élément gammagène, participe aussi à l'enrichissement de la matrice. Le changement microstructural produit un durcissement secondaire (présence du chrome) et un durcissement matriciel sous l'action combinée du chrome et du nickel conduisant à une amélioration de la résistance à l'usure des aciers A4 et A5.

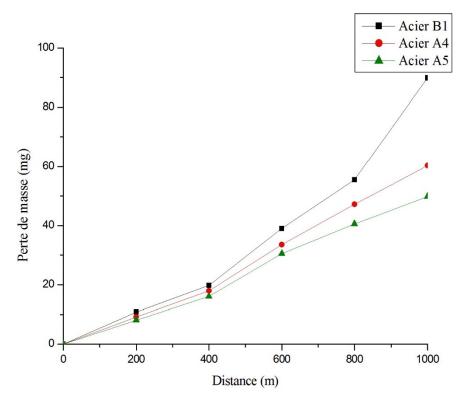


Figure III.90. Pertes de masse des aciers B1, A4 et A5 à l'état brut de coulée

La perte de masse des trois aciers traités thermiquement est illustrée par la figure III.90. A cet état, la perte de masse est plus faible comparativement à l'état brut de coulée. Ceci est justifié par la formation de la phase martensitique sous l'effet des traitements thermiques appliqués. Cette phase est plus dure et plus résistante à l'usure que l'austénite.

Comme à l'état brut de coulée, l'acier A5 traité présente une faible perte de masse comparativement aux aciers A4 et B1 traités. Les traitements thermiques appliqués ont conduit à un durcissement supplémentaire et une amélioration du comportement à l'usure des aciers A4 et A5 en plus du durcissement provoqué par le chrome et le nickel. Le traitement thermique réalisé à 1100°C a conduit la formation d'un taux de martensite plus important que le traitement à 1050°C, ce qui a amélioré le comportement à l'usure des aciers B1, A4 et A5.

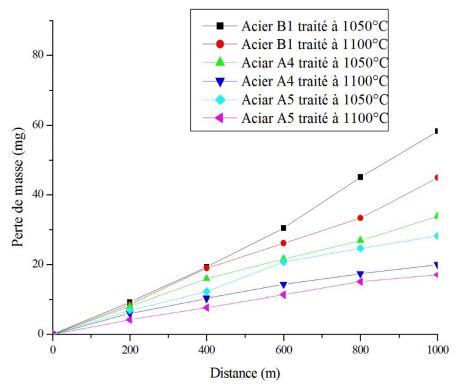


Figure III.91. Pertes de masse des aciers B1, A4 et A5 traités thermiquement

Un second essai d'usure abrasive a été effectué dans les mêmes conditions de charge, de vitesse et de distance mais la perte de masse a été mesurée après 1000m sans arrêter le test. La figure III.91 montre la perte de masse et la résistance à l'usure des trois aciers B1, A4 et A5 à l'état brut de coulé et à l'état traité.

Les pertes de masse des trois aciers B1, A4 et A5 obtenues après un parcours de 1000m sont beaucoup plus faibles comparativement à celles obtenues après une distance de 1000m avec un arrêt chaque 200m que ce soit à l'état brut de coulée et à l'état traité (figure III.91.a). Ceci montre que les aciers B1, A4 et A5 résistent mieux à l'usure lorsque l'essai est effectué sans aucun arrêt. Ce résultat est expliqué par un durcissement superficiel. Généralement, différents mécanismes conduisent à un durcissement de la surface au cours de l'essai d'usure. Ces mécanismes sont essentiellement la dissociation des dislocations, le glissement de dislocations et les transformations de phase induites mécaniquement [159].

Le durcissement superficiel dans ce cas est dû à la déformation de la surface de contact sous l'action mécanique du frottement produisant une déformation irréversible du réseau cubique à faces centrées. Cette déformation conduit à une transformation partielle de l'austénite en martensite. Le taux de la martensite formée est lié principalement aux teneurs en chrome et en nickel ajoutés. L'augmentation de ces deux éléments favorise une diminution de la perte de masse accompagnée d'une amélioration de la résistance à l'usure des aciers expérimentés.

La résistance à l'usure de l'acier B1 à l'état brut de coulée est pratiquement similaire que celle de l'état traité (figure III.91.b). Contrairement aux aciers A4 et A5, leurs résistances à l'usure à l'état traité est beaucoup plus importante par rapport à l'état brut de coulée. Le traitement thermique à 1100°C a conduit à des résistances à l'usure plus significatives que le traitement effectué à 1050°C.

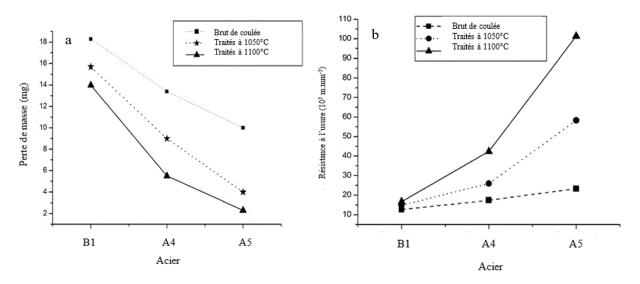


Figure III.92. Pertes de masse (a) et résistances à l'usure (b) des aciers B1, A4 et A5 après le test d'usure sans arrêt

Le coefficient de frottement des aciers B1, A4 et A5 a été mesuré à la température ambiante sous trois charges différentes 03N, 06N et 10N. D'après les courbes (figures III.92-III.94) et les valeurs obtenues (tableau III.26), le coefficient de frottement varie en fonction de la teneur des éléments ajoutés, des traitements thermiques et de la charge appliquées.

Le coefficient de frottement augmente avec l'addition du chrome et du nickel dans les deux états (brut de coulée et traité). A l'état brut de coulée, le coefficient de frottement de l'acier B1 varie entre 0.366 et 0.590 alors que celui de l'acier A4 varie entre 0.606 et 0.638 et celui de l'acier A5 entre 0.669 et 0.706. A l'état traité thermiquement, ce dernier est compris entre 0.492 et 0.617 pour l'acier B1, entre 0.634 et 0.705 pour l'acier A4 et entre 0.675 et 0.736 pour l'acier A5. L'augmentation des teneurs en chrome enrichit à la fois la matrice et la cémentite ce qui durcit l'acier et améliore sa tenue au frottement.

Le coefficient de frottement des aciers B1, A4 et A5 traités à 1100°C est supérieur de celui des mêmes aciers traités à 1050°C. L'augmentation de la température du traitement thermique de 1050°C à 1100°C permet une meilleure dissociation des carbures. Ainsi, l'augmentation de la teneur des éléments trempant (surtout le chrome) favorise la formation de la martensite en grande quantité. Le frottement entre une bille en acier 100C6 de dureté de 60 HRC et un

matériau dont la phase dominante est la martensite, phase dure, améliore le coefficient de frottement sans augmenter l'usure. L'augmentation du taux de la martensite conduit à une augmentation du frottement entre l'acier et la bille ce qui explique l'élévation du coefficient de frottement de l'acier A5 comparativement aux aciers A4 et B1.

L'étude de la variation des coefficients de frottement des aciers B1, A4 et A5 en fonction de la charge appliquée montre que ces derniers varient d'une manière proportionnelle.

L'augmentation du coefficient de frottement ne se traduit pas par la diminution de la résistance au frottement de l'acier. Cette constatation a été confirmée par la perte de masse mesurée après l'essai usure.

Les courbes du coefficient de frottement de l'acier A5 présentent plus de fluctuations que celles des aciers A4 et B1. Ces fluctuations sont justifiées par l'hétérogénéité de la microstructure de l'acier A5 comparativement aux deux autres aciers. La présence des carbures de forte grosseur et de quantité plus grande à l'état brut de coulée (figure III.80) et la formation de la martensite en grande quantité à l'état traité (figure III.85) dans la microstructure de l'acier A5 sont à l'origine de ces fluctuations par rapport aux aciers B1 et A4.

Tableau III.26. Coefficients de frottement des aciers B1 A4 A5 à l'état brut de coulée et traité

		Charges, N								
		03 06 10								
	B1	A4	A5	B1	A4	A5	B1	A4	A5	
Brut de coulée	0.366	0.606	0.669	0.482	0.622	0.672	0.590	0.638	0.706	
Traité à 1050°C	0.492	0.634	0.675	00494	0.639	0.691	0.602	0.648	0.723	
Traité à 1100°C	0.529	0.647	0.681	0.528	0.656	0.695	0.617	0.705	0.736	

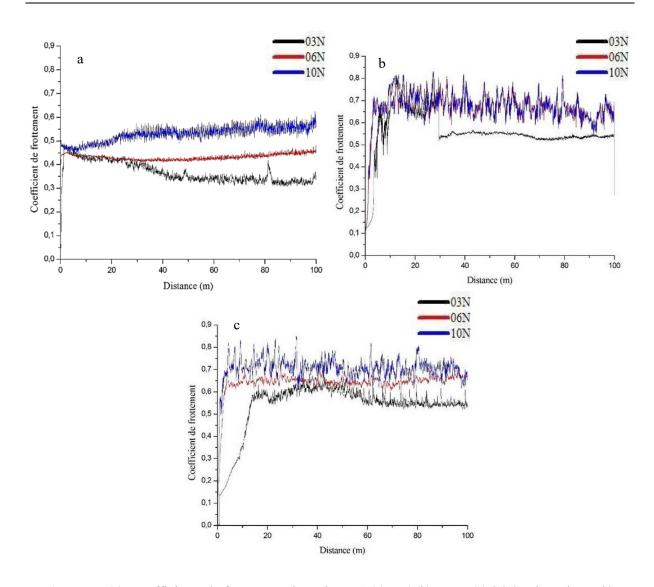


Figure III.93. Coefficients de frottement des aciers B1 (a), A4 (b) et A5 (c) à l'état brut de coulée

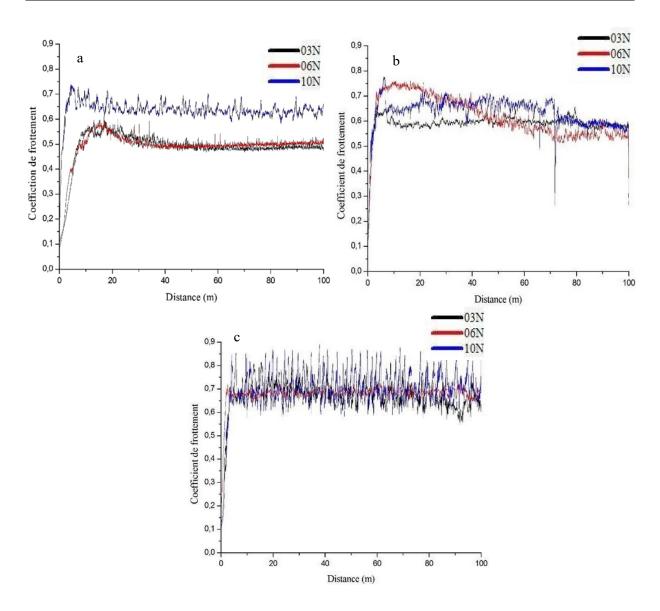


Figure III.94. Coefficients de frottement des aciers B1 (a), A4 (b) et A5 (c) traité à 1050°C

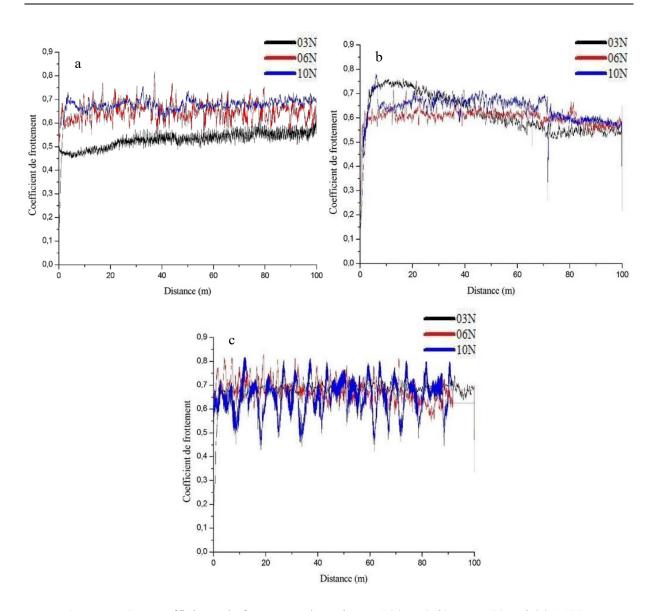


Figure III.95. Coefficients de frottement des aciers B1 (a), A4 (b) et A5 (c) traité à 1100°C

III.4.2. Effet combiné du chrome, du nickel et du niobium

III.4.2.1. Analyse microstructurale

Cette partie traite l'effet combiné du chrome, du nickel et du niobium sur la microstructure et les propriétés tribologiques de l'acier A6. Comparativement à l'acier B1 (acier Hadfield), l'acier A6 contient des proportions relativement élevées en chrome, en nickel et en niobium. Les compositions chimiques de ces aciers sont données par le tableau III.27.

		Eléments chimiques (en pourcentage massique, %)										
Aciers	С	C Mn Si P S Cr Ni Nb										
B1	1.266	11.88	0.434	0.051	0.008	1.05	0.17	/				
A6	1.339	11.35	0.409	0.049	0.011	1.27	0.89	0.102				

Tableau III.27. Compositions chimiques des aciers B1 et A6

De manière analogue aux alliages A4 et A5, l'augmentation de la teneur en chrome dans l'acier A6 à des teneurs inferieurs à 3% ne forme par des carbures de chrome, néanmoins elle favorise la formation d'une cémentite riche, en plus du manganèse, en chrome. De même, l'augmentation en faibles teneurs en nickel (de 0.17% à 0.89%) ne provoque pas un changement microstructurale perceptible dans l'acier A6. Par contre, une quantité de carbures a été observée dans la microstructure de l'acier A6 comparativement à l'acier B1. Ceci est dû à la présence du chrome et du niobium. Ce dernier est connu par son effet fortement carburigène par rapport au chrome. L'ajout de cet élément favorise la formation des carbures de niobium même à des teneurs inferieurs à 1%.

Les carbures secondaires présents dans la microstructure de l'acier A6 sont repartis d'une manière uniforme dans la matrice (figure III.95).

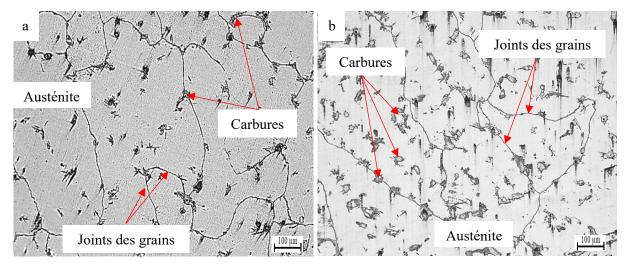


Figure III.96. Micrographies optiques à l'état brut de coulée des aciers B1 (a) et A6 (b)

L'analyse des carbures intergranulaires de l'acier B1 a montré que ces derniers sont de la cémentite alliée au manganèse et au chrome. Les carbures intergranulaires présents dans la microstructure de l'acier A6 pourraient contenir probablement les mêmes éléments chimiques que ceux de l'acier B1. Les carbures intergranulaires des deux aciers (figure III.96) montre que ceux présents dans l'acier A6 sont de grosseur plus importante par rapport à ceux de l'acier B1. Ceci pourrait être expliqué par l'enrichissement de la cémentite de l'acier A6 en chrome.

Quant aux carbures intragranulaires C2, ces derniers peuvent être des carbures simples de niobium et/ou de la cémentite alliée au manganèse, chrome et niobium. Ils ont des formes hétérogènes variant de formes de bâtonnet à des formes plus ou moins arrondies (figure III.96.b). L'acier A6 contient une quantité considérable des carbures intragranulaires qui sont liés aux éléments carburigènes ajoutés.

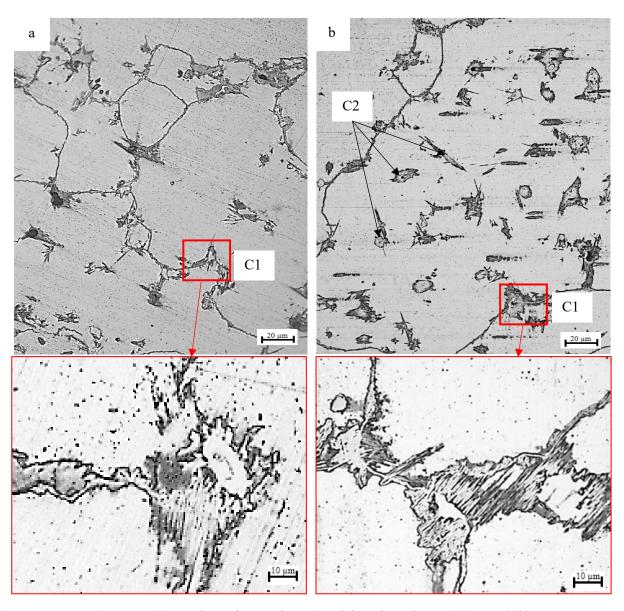


Figure III.97. Carbures inter et intragranulaires des aciers B1 (a) et A6 (b)

En se basant sur les micrographies MEB des deux aciers (figure III.97), il est clair que l'acier A6 présente une microstructure plus fine que l'acier B1. La taille des grains de chaque acier a été ainsi mesurée (tableau III.28) afin de confirmer cette observation. Les résultats ont montré que la taille des grains austénitique diminue avec l'augmentation de la teneur en chrome et l'ajout du niobium. Ces deux éléments sont des éléments générateurs de carbures. Leur addition favorise la formation des carbures aux joints des grains qui ralentie le grossissement des grains austénitiques et affine ainsi la structure.

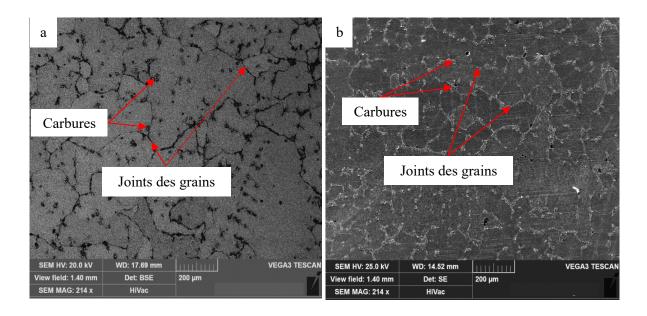


Figure III.98. Micrographies MEB des aciers B1 (a) et A6 (b) à l'état brut de coulée

Tableau III. 28. Tailles des grains des aciers B1 et A6 à l'état brut de coulée

	Acier B1	Acier A6	
Tailles des grains austénitique (μm)	52	30.1	

Dans l'optique de déterminer les éléments dissouts dans la matrice et dans les différents carbures inter et intragranulaires de l'acier A6, une analyse EDS a été réalisée (figure III.98). L'analyse spectrale des carbures intergranulaires (C1) a révélée principalement des pics de Fe, de Mn, de Cr et de C. Ceci montre que ces carbures sont de la cémentite alliée au manganèse et au chrome. Le spectre EDS de la matrice a révélée des pics de Fe, de Mn, de Cr, de Ni, de Nb et de C. Ce résultat est expliqué par l'enrichissement de la matrice en éléments ajoutés (Cr, Nb et Ni). Le spectre des carbures intragranulaires (C2) est composé essentiellement des pics de C et de Nb. Ceci correspond au carbure de niobium.

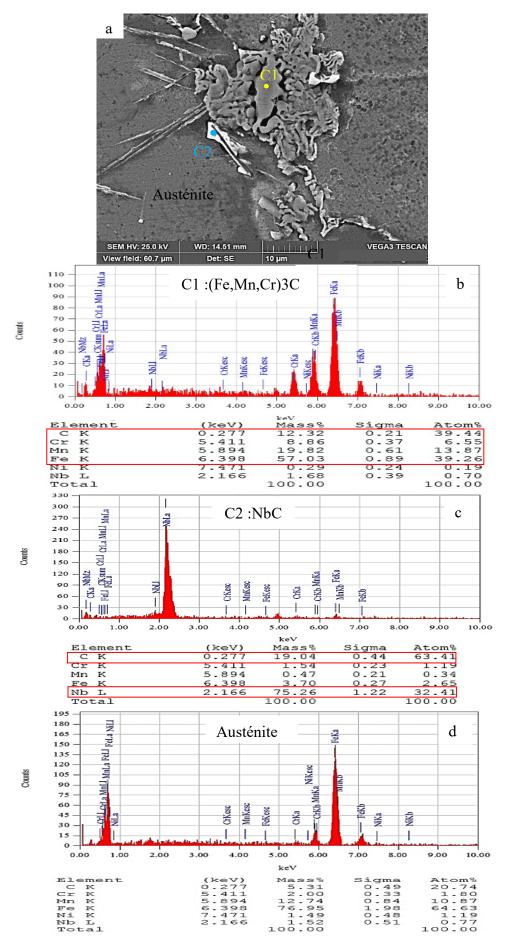


Figure III.99. Micrographie MEB et analyses EDS de l'acier A6

Les diffractogrammes des rayons X des aciers B1 et A6 à l'état brut de coulée sont présentés par la figure III.99. Ces derniers montrent que les deux aciers contiennent de l'austénite. Les carbures n'ont pas été identifiés à cause de leurs faibles tailles et leurs très faibles quantités comparativement à l'austénite. Les pics représentant l'austénite dans l'acier A6 sont considérablement moins intenses que ceux de l'acier B1. L'austénite (222) est révélée seulement pour l'acier B1. Ceci montre la quantité de l'austénite de l'acier A6 est faible comparativement à celle de l'acier B1. Les éléments ajoutés (Cr et Nb) ont participé à la formation de carbures simples et complexes conduisant légèrement à la diminution de la formation de l'austénite.

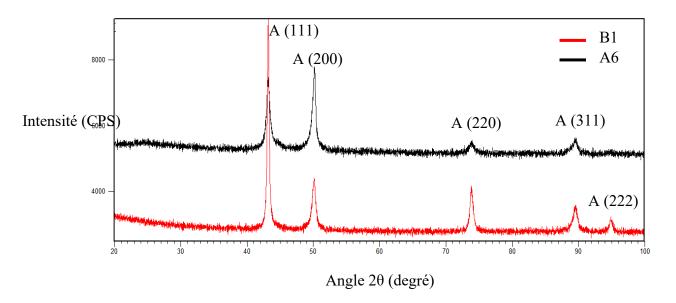


Figure III.100. Diffractogrammes des rayons X des aciers B1 et A6 à l'état brut de coulée. A :austénite

Les micrographies optiques des aciers B1 et A6 obtenues après traitements thermiques sont montrées par la figure III.100. A cet état, l'acier A6 est composé également de martensite, d'austénite résiduelle et de carbures précipités. La comparaison entre les microstructures des deux aciers montre que l'acier A6 présente plus de martensite que l'acier B1. Ceci est principalement lié à l'ajout du chrome et du niobium. Comme il a été expliqué précédemment, le chrome favorise également la formation de la martensite en grande quantité par son effet trempant. L'influence conjuguée du chrome et du niobium (présent dans l'acier A6) augmente la trempabilité de cet acier par rapport à l'acier B1. Ceci explique la présente de martensite en plus forte quantité dans l'acier A6. Les microstructures de l'acier A6 traité à 1050°C et à 1100°C (figure III.100 b et d) montrent que la quantité de la martensite formée est influencée

également par la température du traitement thermique. Le passage de la température de 1050°C à 1100°C conduit à une plus grande décomposition des carbures secondaires (principalement la cémentite). Cette décomposition favorise un enrichissement de l'austénite en ces éléments lors de la mise en solution conduisant ainsi à la formation de plus grande quantité de martensite lors de la trempe.

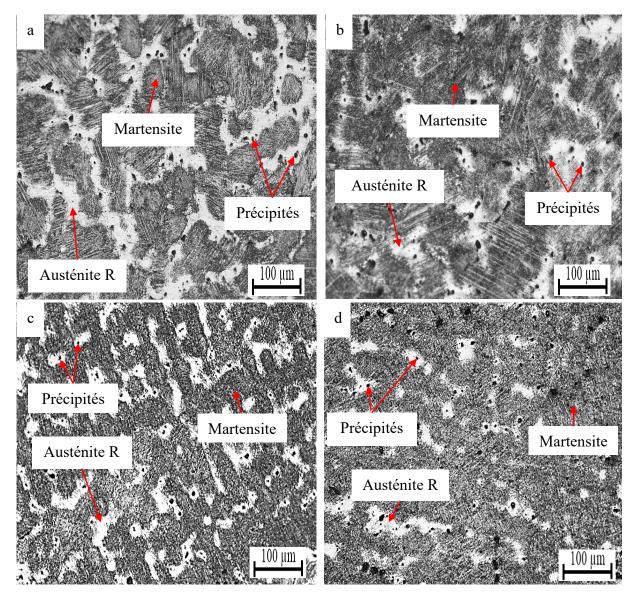


Figure III.101. Micrographies optiques des aciers considérés à l'état traité. B1 à 1050°C (a), A6 à 1050°C (b), B1 à 1100°C (c) et A6 à 1100°C (d)

Les micrographies MEB des deux aciers B1 et A6 traités à 1050°C sont présentées par la figure III.101. Cette dernière montre que la quantité de carbures précipités présents dans la microstructure de l'acier A6 est relativement importante que celle de l'acier B1. Ces précipités sont distribués uniformément dans toute la matrice. Ces derniers sont probablement un produit de la décomposition partielle des carbures secondaires formés à l'état brut de coulée. La

quantité élevée de ces précipités dans l'acier A6 est expliquée par l'ajout des éléments carburigènes (Cr et Nb). De ces observations, il résulte que le traitement thermique à 1050°C n'a pas assuré une décomposition complète des carbures secondaires formés à l'état brut de coulée.

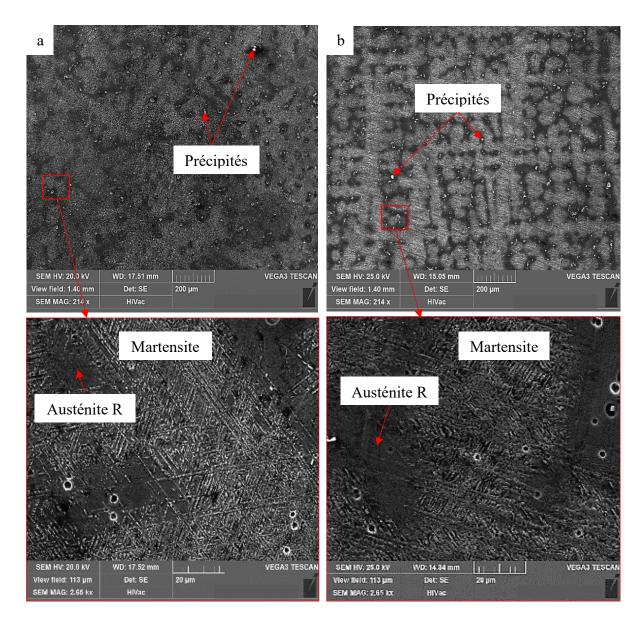


Figure III.102. Micrographies MEB des aciers B1 (a) et A6 (b) traités à 1050°C

L'analyse par diffraction des rayons X des aciers B1 et A6 à l'état traité (figure III.102) montre que ces derniers sont composés de martensite et d'austénite. Les pics représentant l'austénite dans l'acier A6 sont moins nombreux que dans l'acier B1. Ceci montre que l'acier B1 contient plus d'austénite résiduelle que l'acier A6. L'acier A6 traité à 1100°C a présenté plus de pics de martensite qu'à 1050°C et sont considérablement plus intenses. Ceci est expliqué par l'effet de la température du traitement thermique.

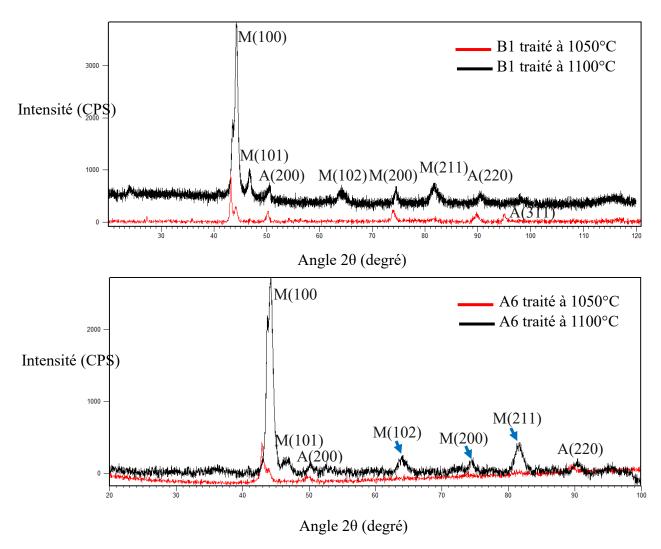


Figure III.103. Diffractogrammes des rayons X des aciers B1 et A6 à l'état traité. A : austénite résiduelle, M : Martensite

III.4.2.2. Dureté et microdureté

Les duretés HRC des aciers B1 et A6 à l'état brut de coulée et traité thermiquement sont montrées par la figure III.103. Les duretés de l'acier A6 sont plus élevées que celles de l'acier B1 à l'état brut de coulée. Cette propriété a été encore améliorée après les deux traitements thermiques appliqués. La dureté de l'acier A6 a été améliorée de 30 HRC à l'état brut de coulée à 44 HRC et à 57 HRC après traitement thermique à 1050°C et à 1100°C respectivement.

A l'état brut de coulée, l'augmentation de la dureté de l'acier A6 comparativement à l'acier B1 est expliquée par l'existence des carbures de niobium NbC et l'augmentation de la teneur en chrome dans l'acier A6 qui a conduit à une formation d'une quantité relativement importante de cémentite (Fe,Mn,Cr)₃C dans ce dernier. D'après l'observation microstructurale des deux aciers à l'état brut de coulée (figure III.94), les carbure de niobium sont distribués uniformément

dans toute la matrice, alors que la cémentite (Fe,Mn,Cr)₃C se trouve principalement aux joints des grains austénitiques. La formation des carbures intergranulaires influe inversement sur le grossissement des grains, ce qui affine la structure. Une microstructure fine et riche en carbures intragranulaires présente une meilleure dureté, ce qui est le cas pour l'acier A6.

A l'état traité, l'amélioration de la dureté des deux aciers B1 et A6 est justifié par la formation de la martensite. L'acier A6 présente une dureté élevée comparativement à l'acier B1 après les deux traitements thermiques appliqués. Ceci est dû à la présence des éléments trempant (Nb et Cr) dans cet acier. Le traitement à 1100°C a produit une forte dureté que le traitement à 1050°C.

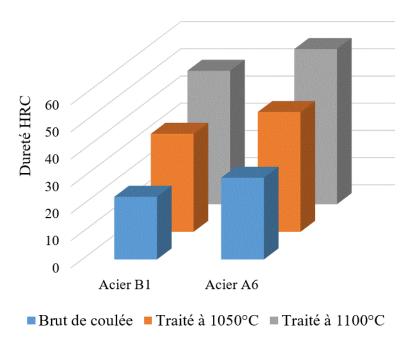


Figure III.104. Duretés HRC des aciers B1 et A6

Les microduretés des aciers B1 et A6 à l'état brut de coulée et traité thermiquement sont montrées par le tableau III.29 et la figure III.104. La microdureté de la matrice de l'acier A6 à l'état brut de coulée est légèrement élevée que celle de l'acier B1. Ceci est dû à son enrichissement en éléments ajoutés Nb, Cr et Ni. La microdureté des carbures intergranulaires de l'acier A6 est relativement élevée que celle des carbures de l'acier B1. Les carbures intergranulaires des deux aciers sont de même type M₃C et composés des mêmes éléments Fe, Mn, Cr et C (figure III.98). La seule différence entre les deux est que les carbures de l'acier A6 sont plus riche en chrome ce qui favorise l'augmentation de leur microdureté comparativement aux carbures intragranulaires de l'acier B1. La microdureté des carbures intra et intergranulaires sont totalement différentes. Les carbures intragranulaires présentent une dureté plus élevée (2126 μHv₂₀) que celle des carbures intergranulaires (1265 μHv₂₀). Ceci confirme que ces

derniers sont des carbures différents. La microdureté des carbures intragranulaires mesurée correspond à la dureté des carbures de niobium.

La microdureté de la martensite de l'acier A6 est plus importante que celle de l'acier B1. Cette dernière s'accroit avec l'élévation de la température du traitement thermique. L'ajout des éléments trempant tels que le niobium et le chrome accompagné d'une augmentation de la température du traitement thermique a favorisé une formation d'une martensite plus riche en ces éléments, ce qui a mené à l'augmentation de la microdureté de cette phase.

		Microduretés, μHV ₂₀										
	В	rut de coulée		Traité thermiq			niquement à 00°C					
	Matrice (Austénite)	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	NbC	Martensite	Austénite R	Martensite	Austénite R					
Acier B1	391	1120	/	610	404	649	411					
Acier A6	417	1265	2126	665	420	701	433					

Tableau III.29. Microduretés des phases des aciers B1 et A6

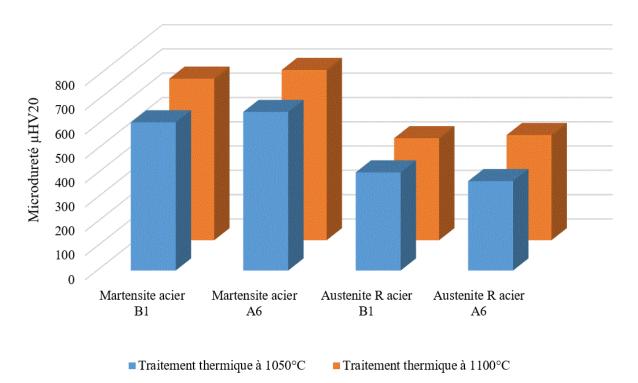


Figure III.105. Microduretés de la martensite et de l'austénite résiduelle des aciers B1 et A6 à l'état traité

III.4.2.3. Comportement tribologique

Les pertes de masse des aciers A6 et B1 à l'état brut de coulée et traité sont présentées par la figure III 105. La perte de masse de l'acier A6 est beaucoup plus faible que celle de l'acier B1 pour les deux états brut de coulée et traité thermiquement. Cette diminution est fortement liée

aux changements microstructuraux induits par les éléments d'addition et les traitements thermiques appliqués.

A l'état brut de coulée, les éléments carburigènes ajoutés (Cr et Nb) favorisent la formation d'une structure fine et riche en carbures intragranulaires, de faibles tailles et dispersées uniformément dans toute la matrice. De l'autre côté, la présence d'un autre élément fortement gammagène (0.89%Ni), ne provoquant pas un changement microstructural observable, participe à l'enrichissement de la matrice austénitique conduisant à son durcissement. Ceci explique la diminution de la perte de masse et l'amélioration la résistance à l'usure de cet acier. A l'état traité, la perte de masse des deux aciers est plus faible par rapport à l'état brut de coulée. La formation de la martensite après traitements thermiques améliore la tenue à l'usure des aciers considérés et réduit leur perte de masse. La perte de masse de l'acier A6 reste toujours plus faible par rapport à l'acier B1 après les deux traitements thermiques. Ceci est expliqué par l'effet des éléments trempant menant à la formation de la martensite en quantité significative lors de la trempe. La diminution de la perte de masse de l'acier A6 avec l'augmentation de la température du traitement thermique de 1050°C à 1100°C se traduit par une amélioration du comportement à l'usure de cet acier. Ceci est interprété par la formation d'une structure plus riche en martensite et en fins précipités dispersés uniformément dans la matrice (figure III.100).

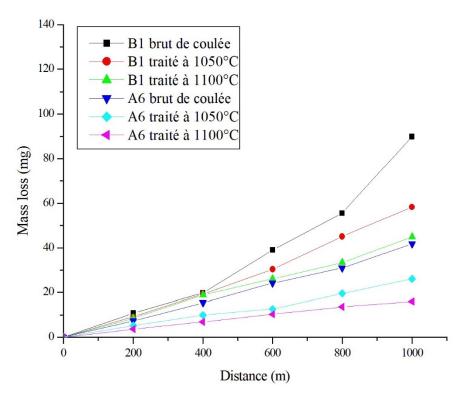


Figure III.106. Pertes de masse des aciers B1 et A6 à l'état brut de coulée et traité

Les courbes et les coefficients de frottement des aciers B1 et A6 à l'état brut de coulée et traité en fonction de la distance parcourue sont montrés respectivement par le tableau III.30 et la figure III.106.

Deux différents stades ont été identifiés, un stade de rodage et un stade de stabilité. Ces deux stades varient en fonction de la composition chimique, des traitements thermiques et de la charge appliquée.

A l'état brut de coulée et pour une charge de 3N, les coefficients de frottement des deux aciers B1 et A6 diminuent légèrement jusqu'à une distance de 50m puis se stabilisent à partir des valeurs de 0.366 et de 0.398 respectivement. Lors de l'application de la charge de 6N, les coefficients de frottement des deux aciers restent pratiquement invariables et égale à 0,482 pour l'acier B1 et 0.688 pour l'acier A6. A 10N, les coefficients de frottement des aciers B1 et A6 commencent à se stabiliser après une distance parcourue de 30m et de 20m respectivement (figure III.106 a et b). On remarque que les coefficients de frottement de l'acier A6 sont plus élevés que ceux de l'acier B1. Ceci est expliqué par la présence de carbures secondaires dans la microstructure de l'acier A6 en plus grande quantité par rapport à l'acier B1.

A l'état traité, la période de rodage est faible comparativement à l'état brut de coulée (figure III.106 c,d,e et f). Les courbes de coefficient de frottement de l'acier A6 commencent à se stabiliser après de faibles distances relativement à l'acier B1. Ces remarques sont expliquées par l'existence de quantité plus importante d'austénite résiduelle dans l'acier B1. Cette dernière conduit à une hétérogénéité de la structure nécessitant une longue durée de rodage par rapport à celle de l'acier A6. D'après les observations optiques de l'acier A6 (figure III.100), ce dernier présente une microstructure majoritairement composée de martensite. Cette dernière conduit à une faible période de rodage par rapport à l'acier B1 et favorise une augmentation du coefficient de frottement (figure III.106 d et f).

Tableau III.30. Coefficients de frottements des aciers B1 et A6

		Charges, N								
	0	13	0	6	10					
	B1	A6	B1	A6	B1	A6				
Brut de coulée	0.366	0.398	0,482	0.688	0.590	0.740				
Traité à 1050°C	0.492	0.689	0,494	0.693	0.602	0.751				
Traité à 1100°C	0.529	0.672	0,528	0.707	0.617	0.763				

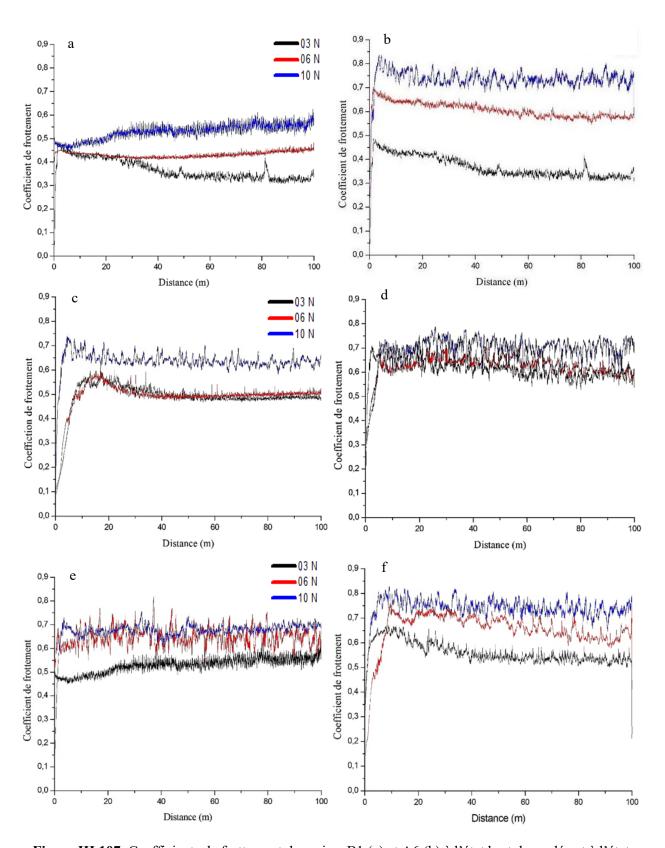


Figure III.107. Coefficients de frottement des aciers B1 (a) et A6 (b) à l'état brut de coulée et à l'état traité : B1 (c) et A6 (d) à 1050°C et B1 (e) et A6 (f) à 1100°C

Une analyse récapitulative regroupant les principales caractérisations des microstructures, de duretés et de comportements tribologiques des aciers A4, A5 et A6 et B1 est discuté dans cette partie.

L'observation microstructurale des aciers caractérisés montre qu'à l'état brut de coulée, ces derniers ont les mêmes constituants microstructuraux : austénite et carbures secondaires (inter et intragranulaires). Les carbures intergranulaires dans tous ces aciers sont de la cémentite alliée au manganèse et au chrome ((Fe,Mn,Cr)₃C). La grosseur de cette dernière évolue avec l'augmentation de la teneur en chrome. Quant aux carbures intragranulaires, dans les aciers B1, A4 et A5, ils sont de la cémentite alliée au manganèse ((Fe,Mn)₃C). Par contre dans l'acier A6, ces derniers sont des carbures de niobium de type MC (NbC).

La taille moyenne des grains austénitiques diffère également d'un acier à un autre. Cette dernière diminue avec l'augmentation de la teneur en chrome. Les tailles moyennes des grains austénitiques des aciers B1, A4, A5 et A6 sont 52µm, 40.4µm, 19.9µm et 30.1µm respectivement (figure III.107). L'acier A5 présente la plus fine structure. Le tableau III.31 montre les différents carbures formés et la taille des grains austénitiques des aciers considérés.

Tableau III.31. Carbures formés et tailles des grains austénitiques des différents aciers à l'état brut de coulée

Aciers	Eléments d'addition	Carbures	Distribution des carbures	Tailles moyennes des grains austénitiques (µm)	
B1	,	(Fe,Mn) ₃ C	Intragranulaires	52	
DI	(Fe,Mn,Cr) ₃ C		Intergranulaires	32	
A4	$C_n + N_n^2$	(Fe,Mn) ₃ C	Intragranulaires	40.4	
A4	Cr + Ni	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	Intergranulaires	40.4	
A5	Cr + Ni	(Fe,Mn) ₃ C	Intragranulaires	10.0	
A3	Cr + Ni	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	Intergranulaires	19.9	
۸.6	Ca + Ni + Nia	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	Intergranulaires	30.1	
A6	Cr + Ni + Nb	NbC	Intragranulaires	30.1	

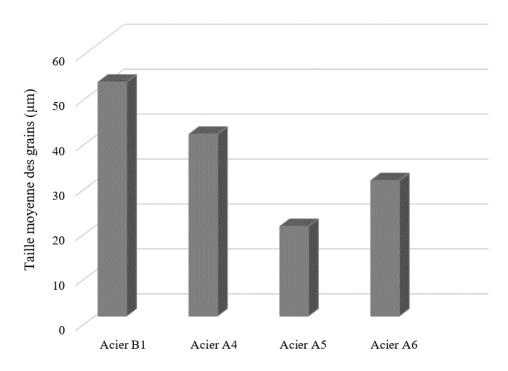


Figure III.108. Tailles moyennes des grains austénitiques des aciers B1, A4, A5 et A6 à l'état brut de coulée

A l'état traité, tous les aciers considérés ont les mêmes microstructures. Ces dernières sont composées de martensite, d'austénite résiduelle et de précipités. La martensite est la phase prédominante pour les deux traitements thermiques appliqués dans tous les aciers. Cette dernière évolue également avec l'augmentation des éléments ajoutés (trempant) et de la température du traitement thermique.

Les duretés HRC des aciers B1, A4, A5 et A6 à l'état brut de coulée et traité sont montrées par la figure III.108. Elles varient proportionnellement avec l'augmentation de la teneur en éléments ajoutés et de la température des traitements thermiques appliqués. L'acier A6 est l'acier le plus dur à l'état brut de coulée malgré qu'il présente une structure grossière par rapport à l'acier A5. Ceci est expliqué par la présence des carbures intragranulaires de type MC (NbC) dans sa microstructure. A l'état traité, cet acier reste également le plus dur pour les deux traitements thermiques appliqués grâce au taux de martensite le plus élevé.

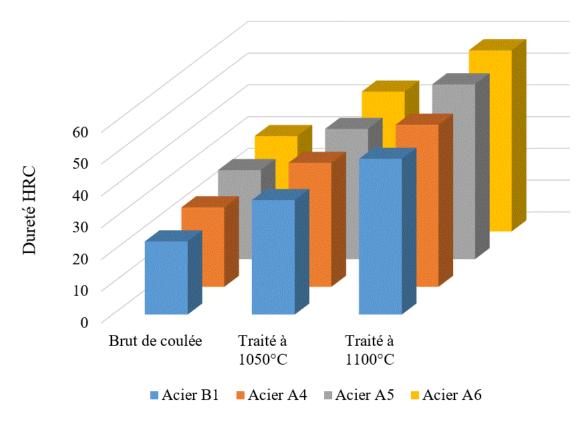


Figure III.109. Duretés HRC des aciers B1, A4, A5 et A6 à l'état brut de coulée et traité

Les microduretés des différentes phases existantes à l'état brut de coulée et traité des aciers considérés sont données par le tableau III.32 et présentées par la figure III.109. A l'état brut de coulée, l'acier A5 révèle une austénite et une cémentite plus dures que celles des aciers B1, A4 et A6. A l'état traité, l'austénite de l'acier A5 est relativement plus dure que celle des trois autres aciers pour les deux traitements thermiques. Par contre, la microdureté de la martensite des aciers considérés est améliorée sous l'action des éléments ajoutés et de la température des traitements thermiques appliqués. La martensite de l'acier A6 est la plus dure que celles des autres aciers pour les deux traitements thermiques. Ceci est dû à son enrichissement en chrome et en niobium.

Tableau III.32. Microduretés des différentes phases des aciers B1, A4, A5 et A6 à l'état brut de coulée et traité thermiquement

		Microduretés, μHV ₂₀											
		Brut de coulée		Traité thermie 1050°	-	Traité thermiquement à 1100°C							
Aciers	Matrice (Austénite)			Martensite	Austénite R	Martensite	Austénite R						
B1	391	1120	/	610	404	649	411						
A4	415	1270	/	643	418	661	423						
A5	450	1327	/	659	433	688	440						
A6	417	1265	2126	665	420	701	433						

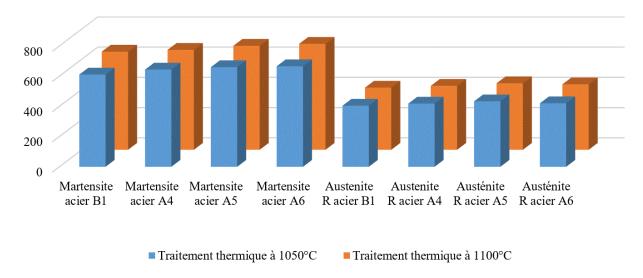


Figure III.111. Microduretés de la martensite et de l'austénite résiduelle des aciers B1, A4, A5 et A6 à l'état traité

Les pertes de masse des aciers B1, A4, A5 et A6 à l'état brut de coulée et traité sont présentées par la figure III.110. A l'état brut de coulée, la perte de masse des aciers considérés diminue avec l'augmentation de la teneur des éléments ajoutés. La perte de masse de l'acier A6 est la plus faible, ce qui explique son meilleur comportement au frottement comparativement aux autres aciers. A l'état traité, les pertes de masse sont plus faibles par rapport à l'état brut de coulée. Les fortes pertes de masse sont enregistrées dans l'acier B1. La perte de masse la plus faible est obtenue après traitement thermique à 1100°C.

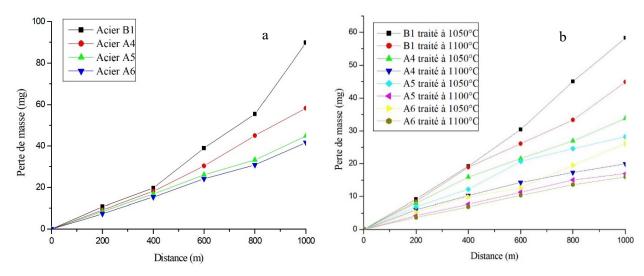


Figure III.110. Pertes de masse des aciers B1, A4, A4 et A6 à l'état brut de coulée (a) et traité (b)

La variation du coefficient de frottement en fonction de la charge appliquée est présentée par le tableau III.33 et la figure III.111. Le coefficient de frottement augmente avec la charge

0.529

1100°C

0.647

0.681

0.672

0.528

appliquée que ce soit à l'état brut de coulée ou à l'état traité. Ce dernier évolue aussi avec l'ajout des éléments d'alliage. A l'état brut de coulée, l'acier A5 présente un coefficient de frottement plus élevé que les autres aciers sous une charge de 3N. Par contre à 6N et à 10N, c'est l'acier A6 qui a le coefficient de frottement le plus élevé. A l'état traité, le coefficient de frottement est relativement plus élevé qu'à l'état brut de coulée pour tous les aciers et sous différentes charges. L'acier A6 présente un coefficient de frottement le plus élevé comparativement aux autres aciers pour les trois charges. Le traitement thermique à 1100°C a conduit à un coefficient de frottement le plus élevé pour tous les aciers.

						Charg	ges, N					
		0	3		06			10				
Aciers	B1	A4	A5	A6	B1	A4	A5	A6	B1	A4	A5	A6
Brut de coulée	0.366	0.606	0.669	0.398	0.482	0.622	0.672	0.688	0.590	0.638	0.706	0.740
Traité à 1050°C	0.492	0.634	0.675	0.689	0.494	0.639	0.691	0.693	0.602	0.648	0.723	0.751
T 1.7.3												

0.656

0.695

0.707

0.617

0.705

0.736

0.763

Tableau III.33. Coefficients de frottement des aciers à l'état brut de coulée et traité

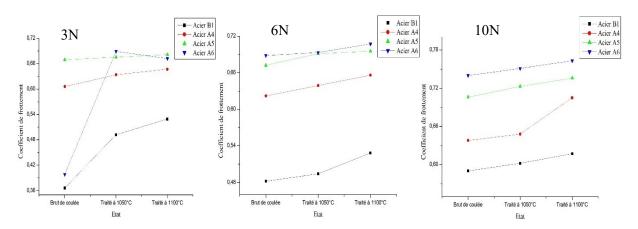


Figure III.112. Variation du coefficient de frottement en fonction de la charge appliquée des aciers B1, A4, A5 et A6 à l'état brut de coulée et traité

III.4.3. Conclusion

Les principaux résultats que l'on peut tirer de cette partie sont :

- Etat brut de coulée :

- La microstructure de l'acier Hadfield contenant une faible quantité de chrome est composée d'austénite et de carbures secondaires intra et intergranulaires. Les carbures intragranulaires sont de la cémentite alliée au manganèse ((Fe,Mn)₃C) et les intergranulaires sont de la cémentite alliée au manganèse et au chrome ((Fe,Mn,Cr)₃C);
- L'augmentation de la teneur en chrome a favorisé le grossissement de le cémentite (Fe,Mn,Cr)₃C et l'augmentation de sa quantité ;
- La formation de la cémentite alliée (Fe,Mn,Cr)₃C a réduit le grossissement des grains austénitique et a affiné la structure de l'acier;
- L'ajout du nickel en faible teneur n'a pas provoqué de changement microstructural remarquable ;
- L'ajout du niobium a conduit à la formation d'un nouveau carbure intragranulaire de type MC (NbC).

- Etat traité

- La microstructure de l'acier Hadfield est composée de martensite, d'austénite résiduelle et de précipités ;
- L'augmentation de la température du traitement thermique de 1050°C à 1100°C a provoqué la décomposition des carbures secondaires conduisant à la formation de la martensite en grande quantité;
- La quantité de la martensite augmente également avec l'élévation de la teneur en chrome et en niobium.
- La dureté et la résistance à l'usure sont améliorées avec l'augmentation de la teneur en chrome et en niobium et de la température des traitements thermiques appliqués.
- Le coefficient de frottement s'élève avec l'ajout du chrome et du niobium et avec la charge appliquée.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Ce travail est dédié à l'étude de deux aciers fortement alliés au manganèse dont l'un est un acier Hadfield et le second est un acier à un taux de manganèse plus faible comparativement au premier. Ces deux aciers ont été alliés à différents éléments (Cr, Ni, Mo, Nb et V).

A travers cette étude, nous pouvons conclure ce qui suit :

- Tous les aciers étudiés, au manganèse et Hadfield, ont des microstructures comparables que ce soit à l'état brut de coulée ou traité;
- La microstructure à l'état brut de coulée est composée d'austénite et de carbures secondaires inter et intragranulaires ;
- Les carbures intergranulaires sont de la cémentite alliée au manganèse et au chrome ((Fe,Mn,Cr)₃C). Alors que les carbures intragranulaires sont de la cémentite alliée au manganèse ((Fe,Mn)₃C);
- L'acier Hadfield présente dans sa microstructure plus de carbures secondaires que l'acier au manganèse ;
- L'ajout du Cr+Mo+Nb à l'acier au manganèse a conduit à l'enrichissement de la cémentite en chrome et favorise la formation de nouveau carbures intragranulaires (Fe,Mn,Cr,Mo)₃C et intergranulaires (Fe,Mn,Nb)₃C et NbC;
- L'ajout du Cr+Nb à l'acier au manganèse a participé également l'enrichissement de la cémentite en chrome et l'apparition du carbure intragranulaire NbC;
- L'addition du Ni+Nb+V à l'acier au manganèse a mené à la formation d'un carbure intergranulaire complexe (Nb,V)C;
- L'enrichissement de l'acier Hadfield en Cr+Ni a conduit à la formation d'une cémentite (Fe,Mn,Cr)₃C plus grossière et en quantité plus élevée ;
- L'addition du Cr+Ni+Nb à l'acier Hadfield a permis l'apparition d'un carbure intragranulaire NbC ;
- L'augmentation de la quantité des carbures intergranulaires a bloqué le grossissement des grains austénitiques et affiné la structure de l'acier;

- La microstructure des aciers au manganèse et Hadfield à l'état traité est composée de martensite, d'austénite résiduelle et de précipités ;
- La diminution de la teneur en carbone, l'ajout des éléments trempant (Mo, Nb, V et Cr) et l'élévation de la température du traitement thermique de 1050°C à 1100°C ont conduit à la formation de la martensite en plus grande quantité;
- Les éléments d'addition ont participé à l'enrichissement de la martensite et à son durcissement;
- L'augmentation du taux de carbure et de la quantité de martensite ont amélioré la dureté et la résistance à l'usure par frottement ;
- L'application de fortes charges lors des essais d'usure par frottement à sec et à la température ambiante a permis une déformation de la surface de contact de l'acier et à la transformation de l'austénite en martensite ;
- La formation de la martensite en plus grande quantité a abouti à une élévation du coefficient de frottement sans augmenter l'usure de l'acier;
- L'application de forte charge à chaud a provoqué une diminution du coefficient de frottement de l'acier au manganèse ;
- L'addition du lubrifiant a mené à une diminution supplémentaire du coefficient de frottement ;
- L'acier au manganèse A1 contenant une faible teneur en carbone et alliée au Cr+Mo+Nb est l'acier qui a présenté la dureté la plus élevée et le meilleur comportement tribologique.

Perspectives

Les sujets abordés dans cette étude étant vastes, de nombreuses perspectives des prochains travaux sont envisageables.

De point de vue académique, la compréhension de la formation de la microstructure de l'acier au manganèse que ce soit à l'état brut de coulée ou à l'état traité est accessible. Seulement il manque quelques clarifications sur les changements microstructuraux au cours des traitements thermiques. De ce fait, une étude approfondie basée principalement sur la simulation en utilisant le logiciel Thermo-Calc est proposée. Le développement des diagrammes ternaires Fe-C-Mn dont la teneur en manganèse est variable sera une étape primordiale permettant de faciliter d'autres travaux plus compliqués. La simulation avec Thermo-Calc va nous aider également à améliorer les propriétés mécaniques de ces aciers en utilisant d'autres traitements thermiques ou des traitements thermochimiques.

D'un autre côté, plusieurs éléments d'addition restent à étudier avec différentes teneurs. La combinaison des éléments de différents caractères et le regroupement de plusieurs éléments (surtout les éléments carburigènes) doivent être encore améliorés.

Afin d'élargir le domaine d'utilisation des aciers au manganèse, d'autres caractéristiques doivent être étudiées, à savoir la ductilité, la résistance à la traction et la résistance à la fatigue.

ANNEXE

Résultats et discussions

Annexe : résultats et discussions

Dans l'optique de mettre en valeur l'effet combiné du carbone, du manganèse et d'autres éléments d'alliage, une analyse comparative entre les microstructures, les duretés et les comportements à l'usure des deux gammes des aciers étudiés est discutée dans cette partie. Les compositions chimiques des aciers étudiés sont présentées par le tableau 1.

Tableau 1. Compositions chimiques des aciers considérés

			Eléments chimiques (en pourcentage massique, %)							
Aciers	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Nb	V
B1	1.266	11.88	0.434	0.051	0.008	1.05	0.17	/	/	/
B2	0.932	10.54	0.283	0.049	0.006	1.44	0.24	/	/	/
A1	0.809	11.36	0.334	0.070	0.011	2.32	0.24	0.929	0.779	/
A2	0.939	09.96	0.200	0.067	0.005	2.37	0.25	/	0.143	/
A3	0.954	10.36	0.285	0.053	0.005	1.48	1.09	/	0.193	0.356
A4	1.318	11.77	0.594	0.057	0.008	1.17	0.26	/	/	/
A5	1.256	11.61	0.616	0.057	0.011	1.79	0.47	/	/	/
A6	1.339	11.35	0.409	0.049	0.011	1.27	0.89	/	0.102	/

1. Analyse microstructurale

La comparaison entre les microstructures des aciers expérimentés a montré qu'à l'état brut de coulée, tous les aciers, que ce soit au manganèse ou Hadfield, présentent dans leurs microstructures de l'austénite et des carbures secondaires. La différence entre ces microstructures est observée au niveau de la finesse des grains austénitiques, la distribution des carbures (inter ou intragranulaires), la nature des carbures formés (simples ou complexes) et leur type. D'après les résultats (tableau 2), tous les aciers contiennent des carbures inter et intragranulaires. La cémentite alliée au manganèse et au chrome se trouve dans toutes les microstructures des aciers expérimentés. Tous les aciers contiennent des carbures de type M₃C. Par contre, seulement les aciers A1, A2, A3 et A6 contiennent des carbures de type MC. Généralement les microstructures des aciers Hadfield (A4, A5 et A6) sont plus fines que celles des aciers au manganèse (A1, A2 et A3) (figure 1). La microstructure la plus fine est celle de l'acier Hadfield A5 allié au chrome et au nickel. La microstructure la plus grossière est celle de l'acier au manganèse sans éléments d'alliage.

Tableau 2. Carbures formés et tailles des grains austénitiques des différents aciers à l'état brut de coulée

Aciers	Eléments d'addition	Carbures	Distribution des carbures	Tailles moyennes des grains austénitiques (µm)	
B1	,	(Fe,Mn) ₃ C	Intragranulaires	52	
DI	/	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	Intergranulaires] 32	
В2	1	(Fe,Mn) ₃ C	Intragranulaires	120	
DZ	/	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	Intergranulaires	138	
		(Fe,Mn,Cr) ₃ C	Intergranulaires	44	
A 1	C + M + M	(Fe,Mn,Nb) ₃ C	Intergranulaires		
A1	Cr + Mo + Nb	(Fe,Mn,Cr,Mo) ₃ C	Intragranulaires		
		NbC	Intergranulaires		
A2	C + NI	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	Intergranulaires	(0)	
	Cr + Nb	NbC	Intragranulaires	60	
A 2	NI: NIL NI	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	Intergranulaires	5.0	
A3	Ni + Nb + V	(Nb,V)C	Intergranulaires	56	
A 1	$C \rightarrow N'$	(Fe,Mn) ₃ C	Intragranulaires	40.4	
A4	Cr + Ni	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	Intergranulaires	40.4	
۸.5	$C_n + N_i$	(Fe,Mn) ₃ C	Intragranulaires	10.0	
A5	Cr + Ni	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	Intergranulaires	19.9	
A6	Cr + Ni + Nb	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	Intergranulaires	30.1	
A0	CI + INI + IND	NbC	Intragranulaires	30.1	

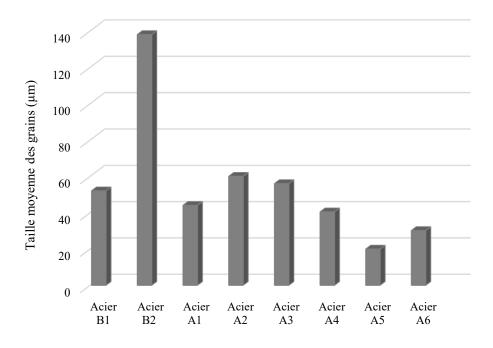


Figure 1. Tailles moyennes des grains austénitiques des différents aciers à l'état brut de coulée

A l'état traité, tous les aciers examinés présentent les mêmes microstructures. Ces dernières sont composées de martensite, d'austénite résiduelle et de précipités dont la martensite est la phase prédominante pour les deux traitements thermiques. La quantité de la martensite formée évolue avec la diminution de la teneur en carbone, avec l'augmentation des éléments trempant ajoutés et avec l'élévation de la température du traitement thermique.

2. Dureté et microdureté

Les duretés HRC des aciers considéré à l'état brut de coulée et traité sont montrées par la figure 2. A l'état brut de coulée, l'acier A3 est le plus dur. Par contre, à l'état traité, c'est l'acier A1 qui est le plus dur pour les deux traitements thermiques. Généralement, à cet état, les aciers au manganèse A1, A2 et A3 sont plus durs que les acier Hadfield A4, A5 et A6. Ceci est lié à la diminution de la teneur en carbone et l'ajout des éléments trempant dans les aciers au manganèse comparativement aux acier Hadfield. L'effet combiné de ces éléments favorise la formation de la martensite en grande quantité, ce qui améliore la dureté des aciers au manganèse considérés.

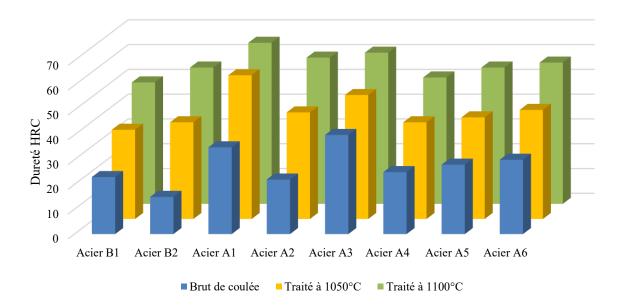


Figure 2. Duretés HRC des aciers considérés

Les microduretés des différentes phases existantes à l'état brut de coulée et traité des aciers considérés sont données par le tableau 2 et présentées par les figures 3 et 4. A l'état brut de coulée, l'acier A5 révèle une austénite et une cémentite plus dures que celles de tous les autres aciers. A l'état traité, l'austénite de cet acier reste relativement la plus dure comparativement à celle des autres aciers pour les deux traitements thermiques. On remarque également que la microdureté de la phase martensitique est améliorée en fonction des éléments d'addition et de l'élévation de la température des traitements thermiques. La microdureté de la martensite de l'acier A1 est la plus élevée pour les deux traitements thermiques.

Tableau 3. Microduretés des différentes phases des aciers considérés à l'état brut de coulée et traité thermiquement

thermiquement										
	Microduretés, μHV ₂₀									
		Brut de coulé	ée		niquement à 0°C	Traité thermiquement à 1100°C				
Aciers	Austénite	Carl	oures	Martensite	Austénite R	Martensite	Austénite R			
B1	391	(Fe,Mn,C	r) ₃ C: 1120	610	404	649	411			
B2	359	(Fe,Mn,Cr) ₃ C: 1097		653	368	684	366			
A1	420	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	(Fe,Mn,Nb) ₃ C	691	431	794	439			
Al		1125	1263				439			
A2	402	1150	/	671	417	740	428			
A 2	418	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	(Nb,V)C	690	420	766	421			
A3		1109	2312	680	429	766	431			
A4	415	(Fe,Mn,C	r) ₃ C : 1270	643	418	661	423			
A5	450	(Fe,Mn,C	r) ₃ C : 1327	659	433	688	440			
A.C.	417	(Fe,Mn,Cr) ₃ C	NbC	665	420	701	422			
A6	417	1265	2126		420	701	433			

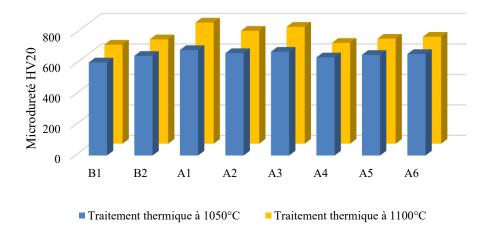


Figure 3. Microduretés de l'austénite résiduelle des aciers considérés

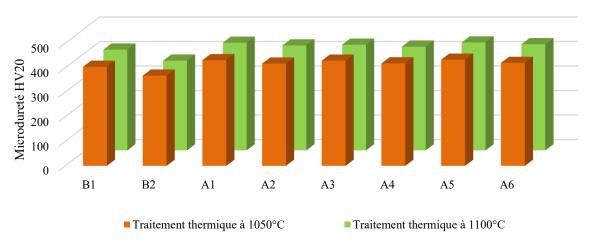


Figure 4. Microduretés de la martensite des acier considérés

3. Comportement tribologique

La perte de masse des aciers considérés, sous la charge de 300N à sec, à l'état brut de coulée et à l'état traité sont présentés par les figures 5 et 6, respectivement. A l'état brut de coulée (figure 5), la perte de masse de l'acier B2 est la plus importante alors que celle de l'acier A1 est la plus faible.

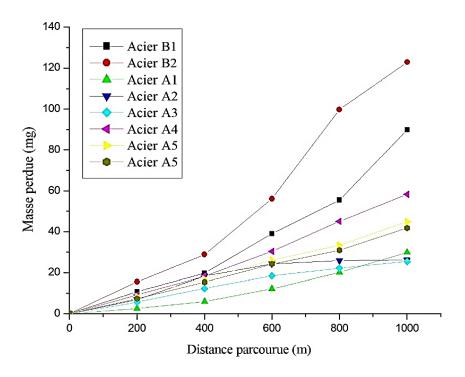


Figure 5. Pertes de masse des aciers considérés à l'état brut de coulée

Quant à l'état traité (figure 6), la perte de masse de l'acier B1 est la plus importante que se soit après traitement thermique à 1050°C ou à 1100°C. Alors que celle de l'acier A1 est la plus faible pour les deux traitements thermiques. Généralement, les aciers au manganèse présentent de faibles pertes de masse comparativement aux aciers Hadfield. Ceci est due aux faibles teneurs en carbone dans les aciers au manganèse et à l'effet des éléments d'alliage ajoutés à ces aciers. L'ajout des éléments trempant aux aciers contenant de faibles teneurs en carbone favorise la formation d'une quantité importante de martensite au cours de la trempe, ce qui améliore la tenue à l'usure et diminue la perte de masse.

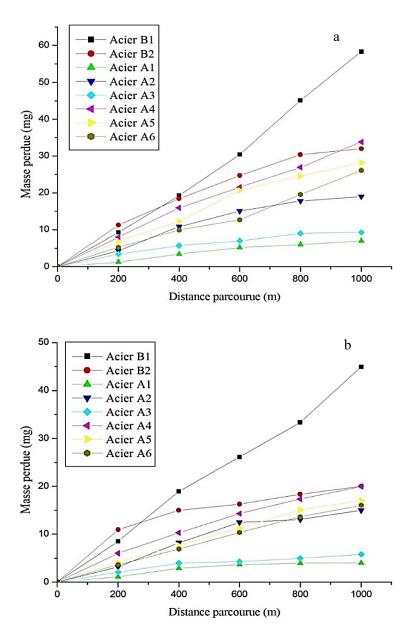


Figure 6. Pertes de masse des aciers considérés à l'état traité. a : à 1050°C et b : à 1100°C

Les coefficients de frottement des aciers considérés à l'état brut de coulée et à l'état traité sont donnés par les tableaux 4, 5 et 6 et la figure 7. A l'état brut de coulée, l'acier B2 présente le faible coefficient de frottement, alors que l'acier A5 révèle le coefficient de frottement le plus élevé sous la charge de 3N. Par contre pour le même état et sous les charges de 6 et 10N, c'est l'acier B1 qui a le coefficient de frottement le plus faible et l'acier A6 qui présente le coefficient de frottement le plus élevé. A l'état traité, le plus faible coefficient de frottement est celui de l'acier B1 pour les deux traitements thermiques et sous les trois charges (3, 6 et 10). Après traitement thermiques à 1050°C, le coefficient de frottement le plus élevé est celui de l'acier A6 pour les trois charges. A 1100°C, le coefficient de frottement de cet acier reste le plus élevé pour la charge de 10N. Par contre, les aciers A5 et A1 présentent les coefficients de frottements les plus élevés pour les charges de 3 et 6N, respectivement.

Tableau 4. Coefficients de frottement des aciers considérés sous une charge de 3N

Aciers	B1	B2	A1	A2	A3	A4	A5	A6
Brut de coulée	0.366	0.260	0.559	0,432	0,566	0.606	0.669	0.398
Traité à 1050°C	0.492	0,596	0.611	0.603	0.610	0.634	0.675	0.689
Traité à 1100°C	0.529	0,601	0.680	0.649	0.653	0.647	0.681	0.672

Tableau 5. Coefficients de frottement des aciers considérés sous une charge de 6N

Aciers	B1	B2	A1	A2	A3	A4	A5	A6
Brut de coulée	0.482	0.505	0,577	0,552	0.570	0.622	0.672	0.688
Traité à 1050°C	0.494	0.605	0,644	0.616	0.632	0.639	0.691	0.693
Traité à 1100°C	0.528	0.634	0.740	0.690	0.732	0.656	0.695	0.707

Tableau 6. Coefficients de frottement des aciers considérés sous une charge de 10N

Aciers	B1	B2	A1	A2	A3	A4	A5	A6
Brut de coulée	0.590	0.612	0,637	0,620	0.629	0.638	0.706	0.740
Traité à 1050°C	0.602	0.635	0.665	0.625	0.643	0.648	0.723	0.751
Traité à 1100°C	0.617	0.669	0.759	0.729	0.747	0.705	0.736	0.763

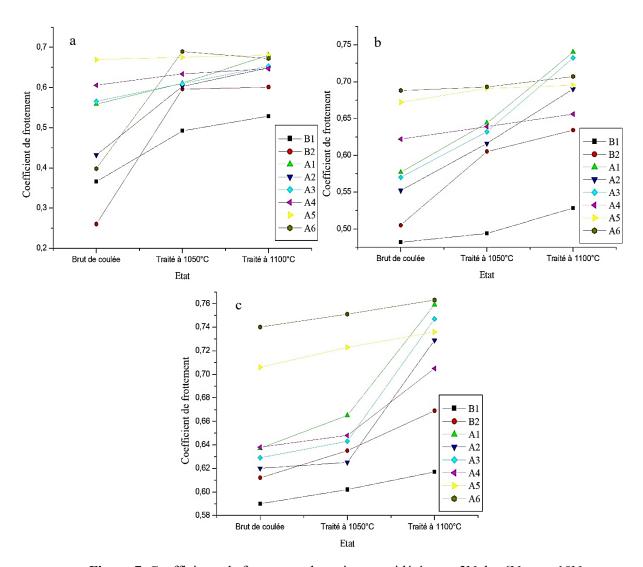


Figure 7. Coefficients de frottement des aciers considérés ; a : 3N, b : 6N et c : 10N

Références bibliographiques

- [1] D. Acevedo-reyes, "Evolution de l'état de précipitation au cours de l'austénitisation d'aciers microalliés au vanadium et au niobium", 2007.
- [2] M. Hantcherli, "Influence d'éments d'addition sur les transformations de la martensite revenue dans les aciers faiblement alliés présentée", 2010.
- [3] C. Okechukwu, O. A. Dahunsi, P. K. Oke, and I. O. Oladele, "Development of hardfaced crusher jaws using ferro-alloy hardfacing inserts and low carbon steel substrate Development of hardfaced crusher jaws using ferro-alloy hardfacing inserts and low carbon steel substrate", no. September, 2018.
- [4] S. K. Singh, S. Chattopadhyaya, A. Pramanik, and S. Kumar, "Tribological behaviour of chromium nitride coating", no. November, pp. 4–7, 2018.
- [5] T.P.M. Steels, "Microstructure-property relationships in thermomechanically processed medium-Mn steels with high Al content," pp. 1–19, 2018.
- [6] J. Schmitt and T. Iung, "Comptes rendus physique new developments of advanced high-strength steels for automotive applications,", vol. 19, no. 8, pp. 641–656, 2018.
- [7] M. Sabzi and S. Mersagh, "Post weld heat treatment of hypereutectoid Hadfield steel: Characterization and control of microstructure, phase equilibrium, mechanical properties and fracture mode of welding joint,", vol. 34, no. June, pp. 313–328, 2018.
- [8] A. Banis and S. Papaefthymiou, "Metallurgy and metal physics microstructure characterization of an ultrafast heated medium carbon chromium-manganese" no. December, 2018.
- [9] L. M. Steels, "Effect of particular combinations of quenching, tempering and carburization effect of particular combinations of quenching, tempering and carburization on abrasive wear of low-carbon manganese steels with metastable austenite," no. January, 2019.
- [10] V. G. Gavriljuk, A. I. Tyshchenko, O. N. Razumov, Y. N. Petrov, B. D. Shanina, and H. Berns, "Corrosion-resistant analogue of Hadfield steel,",vol. 420, no. 1–2, pp. 47–54, 2006.
- [11] X. Di, S. Deng, and B. Wang, "Effect of pulse current on mechanical properties and dendritic morphology of modified medium manganese steel welds metal,",vol. 66, pp. 169–175, 2015.
- [12] N. K. Tewary, S. K. Ghosh, R. Saha, and S. Chatterjee, "Deformation and annealing behaviour of a low carbon high Mn TWIP steel microalloyed with Ti", vol. 0, no. 0, pp. 1–30, 2019.
- [13] S. Ge, Q. Wang, and J. Wang, "The impact wear-resistance enhancement mechanism of medium manganese steel and its applications in mining machines,", vol. 376–377, pp. 1097–1104, 2017.
- [14] B. K. Zuidema, D. K. Subramanyam, and W. C. Leslie, "The effect of aluminum on the work hardening and wear resistance of hadfield manganese steel," vol. 18, no. September, pp. 1629–1639, 1987.
- [15] L. S. Malinov, I. E. Malysheva, E. S. Klimov, V. V Kukhar, and E. Y. Balalayeva, "Effect of particular combinations of quenching, tempering and carburization on abrasive wear of low-carbon manganese steels with metastable austenite," vol. 945, pp. 574–578, 2019.
- [16] J. A. Jiménez and G. Frommeyer, "Analysis of the microstructure evolution during tensile testing at room temperature of high-manganese austenitic steel,", vol. 61, no. 2, pp. 221–226, 2009.
- [17] S. Sevse, F. Brasche, C. Haase, and W. Bleck, "Combined deformation twinning and short-range ordering

- causes serrated flow in high-manganese steels", 2019.
- [18] H. T. Steel, "Formation of Surface Depression during Continuous," pp. 1–9, 2019.
- [19] L. M. T. Steels, Á. Salinas, D. Celentano, L. Carvajal, A. Artigas, and A. Monsalve, "Microstructure-based constitutive modelling of low-alloy multiphase TRIP steels", 2019.
- [20] A. Saeed-Akbari, A. Schwedt, and W. Bleck, "Low stacking fault energy steels in the context of manganese-rich iron-based alloys", vol. 66, no. 12, pp. 1024–1029, 2012.
- [21] H. Gwon, S. Shin, J. Jeon, T. Song, S. Kim, and B. C. De Cooman, "Hot deformation behavior of v micro-alloyed twip steel during hot hot deformation behavior of V micro-alloyed TWIP steel during hot compression", no. November, 2018.
- [22] A. H. M. B. Steels, "Phase equilibrium and austenite decomposition in advanced high-strength medium-Mn bainitic steels," pp. 1–14, 2016.
- [23] J. Mendez, M. Ghoreshy, W. B. F. Mackay, T. J. N. Smith, and R. W. Smith, "Weldability of austenitic manganese steel", vol. 153–154, no. 1–3, pp. 596–602, 2004.
- [24] I. Mejia, A. Bedolla-Jacuinde, J.R. Pablo "Sliding wear behavior of a high-Mn austenitic twinning induced plasticity (TWIP) steel microalloyed with Nb" no. April, 2013.
- [25] R. Dalai, S. Das, and K. Das, "Relationship between the microstructure and properties of thermomechanically processed Fe-17Mn and Fe-17Mn-3Al steels," vol. 26, no. 1, pp. 64–75, 2019.
- [26] R. W. Smith, A. Demonte, and W. B. F. Mackay, "Development of high-manganese steels for heavy duty cast-to-shape applications," vol. 154, pp. 589–595, 2004.
- [27] J. Kang and F. C. Zhang, "Deformation, fracture and wear behaviours of C-N enhancing alloying austenitic steels", 2012.
- [28] E. G. A. Y. I. Chumlyakov and H. J. Maier, "The effect of aluminum alloying on ductile to brittle transition in Hadfield steel single crystal," pp. 143–149, 2009.
- [29] Y. Bai, Y. Matsui, A. Shibata, and N. Tsuji, "Effect of thermomechanical processing at $\alpha+\gamma$ two-phase temperatures on microstructure and mechanical property of 5Mn-0.1C-2Si medium- manganese steel", 2018.
- [30] P. Havlicek and C. Republic, "Experience with explosive hardening of railway frogs from Hadfield steel" no. May 2014.
- [31] H. Lampman, ASM Handbook, Properties and Selection: Irons, Steels and High-Performance Alloys, vol. 15. 2008.
- [32] C. M. Allen and B. Boardman, ASM Handbook: Casting, Vol 1,2005.
- [33] F.George, V. Vander, ASTM Handbook: Metallography and Microstructures, Vol 9, 2004.
- [34] ASM Metals Handbook: Alloy Phase Diagram, Vol 03,1992.
- [35] G. Tęcza and S. Sobula, "Effect of heat treatment on change microstructure of cast high-manganese hadfield steel with elevated chromium content," pp. 67–70, 2014.
- [36] K. N. Vdovin, D. A. Gorlenko, and N. A. Feoktistov, "Formation of cast structure in high-manganese steels under different rates of cooling of castings," vol. 59, pp. 203–207, 2017
- [37] A. Gramlich, R. Emmrich, and W. Bleck, "Austenite reversion tempering-annealing of 4 wt.% manganese steels for automotive forging application", 2019.
- [38] I. Karaman, H. Sehitoglu, A. J. Beaudoev, Y. I. Chumlyakov, H. J. Maier, and C. N. Tomé, "Modeling the

- deformation behavior of Hadfield steel single and polycrystals due to twinning and slip,", vol. 48, no. 9, pp. 2031–2047, 2000.
- [39] S. A. Ibitoye, J. O. Olawale, and M. D. Shittu, "Mechanical properties of quench-hardened, martem-pered and tempered ASTM A 128 grade B-4 steel," vol. 29, no. 2, 2009.
- [40] J. Pu, Z. Li, Q. Hu, and Y. Wang, "Effect of heat treatment on microstructure and wear resistance of high manganese steel surfacing layer," vol. 33, pp. 1–6, 2019.
- [41] X. G. Wang, B. B. He, C. H. Liu, C. Jiang, M. X. Huang, "Wear behavior of austempered and quenched and tempered gray cast irons under similar hardness", 2019.
- [42] M. Khedr, W. Li, X. Zhu, P. Zhou, S. Gao, and X. Jin, "Improving hydrogen embrittlement resistance of Hadfield steel by thermo-mechanical flash-treatment," vol. 712, pp. 133–139, 2018.
- [43] H. Materials, K. Kishore, M. Adhikary, G. Mukhopadhyay, and S. Bhattacharyya, "International Journal of Refractory Metals Development of wear resistant hammer heads for coal crushing application through experimental studies and fieldtrials", vol 79, pp. 185–196, 2019.
- [44] K. Panchal, "Life improvement of Hadfield manganese steel castings," no. December, 2018.
- [45] H. A. Steel, "Influence of heat-treatment on enhancement of yield strength and hardness by Ti-V-Nb alloying", 2019.
- [46] F. Zhang, C. Chen, B. Lv, H. Ma, E. Farabi, and H. Beladi, "Effect of pre-deformation mode on the microstructures and mechanical properties of Hadfield steel," vol. 743, pp. 251-258, 2019.
- [47] L. Qian, X. Feng, and F. Zhang, "Deformed microstructure and hardness of hadfield high manganese steel," vol. 52, no. 8, pp. 1623–1628, 2011.
- [48] E. G. Astafurova, M. S. Tukeeva, G. G. Zakharova, E. V. Melnikov, and H. J. Maier, "The role of twinning on microstructure and mechanical response of severely deformed single crystals of high-manganese austenitic steel", vol. 62, no. 6, pp. 588–592, 2011.
- [49] R. Skrypnyk, M. Ekh, J. C. O. Nielsen, and B. A. Pålsson, "Prediction of plastic deformation and wear in railway crossings- Comparing the performance of two rail steel grades," Wear, vol. 428–429, pp. 302–314, 2019.
- [50] C. Chen, B. Lv, X. Feng, and H. Beladi, "Strain hardening and nanocrystallization behaviors in Hadfield steel subjected to surface severe plastic deformation", 2018.
- [51] A. A. Nikulina, A. I. Smirnov, and E. Y. Velikosel, "Structural Changes in Hadfield Steel under Cold Deformation," vol. 7, no. 1, pp. 172–177, 2013.
- [52] A. M. Steel, "Austenitic Manganese Austenitic Manganese," pp. 1–19, 2017.
- [53] H. Materials, S. Pawar, A. Kumar, and G. Mukhopadhyay, "International Journal of Refractory Metals Effect of different carbides on the wear resistance of Fe-based hardfacing alloys", vol. 78, pp. 288–295, 2019.
- [54] F. Zhang, R. Fu, L. Qiu, and Y. Zheng, "Microstructure and property of nitrogen-alloyed high manganese austenitic steel under high strain rate tension" no. 2008.
- [55] L. N. Bartlett, "Minimizing phosphorus pickup during melting and casting of lightweight fe -mn al c steels" vol. 12, no. 1, pp. 164–181, 2018.
- [56] O. A. Zambrano, J. Valdés, L. A. Rodriguez, D. Reyes, E. Snoeck, S. A. Rodríguez, and J. J. Coronado, "Elucidating the role of κ-carbides in FeMnAlC alloys on abrasion wear", 2019.

- [57] N. Yan, H. Di, R. D. K. Misra, H. Huang, and Y. Li, "Enhancing austenite stability in a new medium-Mn steel by combining deep cryogenic treatment and intercritical annealing: An experimental and theoretical study", 2019.M. K. El Fawkhry, "Feasibility of new ladle-treated Hadfield steel for mining purposes," vol. 25, no. 3, pp. 300–309, 2018.
- [58] M. Haupt, M. Müller, C. Haase, S. Sevsek, and F. Brasche, "The Influence of Warm Rolling on Microstructure and Deformation Behavior of High Manganese Steels", no. July, 2019.
- [59] B. Liang, Z. Xu, Z. Ding, and B. Liang, "The observation of the structure of M23C6/γ coherent interface in the 100Mn13 high carbon high manganese steel", no. February, 2018.
- [60] X. Wang, X. Sun, C. Song, H. Chen, S. Tong, W. Han, and F. Pan, "Materials Characterization Evolution of microstructures and mechanical properties during solution treatment of a Ti-V-Mo-containing high manganese cryogenic steel" vol. 135, , pp. 287–294, 2018.
- [61] C. M. Steel, "Influence of intercritical annealing temperature on microstructure and mechanical properties of of Laser-Welded Ferritic Fe-Al-Mn-C Steel," 2017.
- [62] H. S. Comparison and M. M. Atabaki, "Abrasive wear behavior of high chromium cast iron and Hadfield steel," vol. 19, no. 4, pp. 43–50, 2012.
- [63] J. Xie "Mecanism of work hardening for austenitic manganese steel under non-sever impact loading conditions", vol 8, 1992.
- [64] Y. H. Wen, H. B. Peng, H. T. Si, R. L. Xiong, and D. Raabe, "A novel high manganese austenitic steel with higher work hardening capacity and much lower impact deformation than Hadfield manganese steel," vol. 55, pp. 798–804, 2014.
- [65] S. B. Sant, "A study in the work-hardening behaviour of austenitic manganese steels" vol. 22, 1987.
- [66] H. M. Steel, "Mechanism of Work Hardening in Hadfield Manganese Steel," vol. 12, no. May, pp. 749–759, 1981.
- [67] N. D. Nam, L. Thichieu, and P. M. Khanh, "Studies on the Mechanism of Work Hardening of Austenitic High Manganese Steel Alloyed with Chromium and Vanadium," vol. 737, pp. 32–37, 2017.
- [68] C. Chen, B. Lv, D. Sun, and F. Zhang, "Low-cycle fatigue behavior of pre-hardening Hadfield steel", 2017.
- [69] J. Xie "Mechanism of Work-hardening for Austenitic Manganese Steel under Non-severe Impact Loading Conditions", 1987.
- [70] P. C. Machado, J. I. Pereira, J. J. Penagos, T. Yonamine, and A. Sinatora, "The effect of in-service work hardening and crystallographic orientation on the micro-scratch wear of Hadfield steel", vol. 376–377, 2017.
- [71] N. Popova, T. Dement, E. Nikonenko, I. Kurzina, E. Kozlov, N. Popova, T. Dement, E. Nikonenko, I. Kurzina, and E. Kozlov, "Structure and phase composition of manganese steels modified by alloying elements", 2017.
- [72] M. P. N. High-mn, A. Hot, and W. Die, "Effect of heat treatment on the microstructure of manganese steel" pp. 1–16, 2017.
- [73] A. Physica, P. Series, A. Gharbi, H. Maouche, I. Technologies, O. Ghelloudj, and B. Mokhtar, "Influence of Vanadium on the Corrosion Behavior of High Manganese Steel in 0.5 MH₂SO₄ Solution" no. March, pp. 8–11, 2017.

- [74] A. Pesin, "Surface wear in Hadfield steel castings doped with nitrided vanadium", no. October, 2018.
- [75] F. Engineering, "Microstructure of cast high-manganese steel containing titanium", vol. 16, no. 4, pp. 163–168, 2016.
- [76] G. Tecza, J. Głownia "Resistance to Abrasive Wear and Volume Fraction of Carbides in Cast Highmanganese Austenitic Steel with Composite Structure," no. December 2015.
- [77] B. Han and S. Wu, "Microstructural evolution of high manganese steel solidified under superhigh pressure", vol. 70, pp. 7–10, 2012.
- [78] I. Mejia, A. Bedolla-Jacuinde, J.R. Pablo "Sliding wear behavior of a high-Mn austenitic twinning induced plasticity (TWIP) steel microalloyed with Nb" no. April, 2013.
- [79] R. Dalai, S. Das, and K. Das, "Effect of thermo-mechanical processing on the low impact abrasion and low stress sliding wear resistance of austenitic high manganese steels",2018.
- [80] V. Nam, "Effects of chromium content and impact load on microstructures and properties of high manganese steel", vol. 804, pp. 297–300, 2015.
- [81] B. Kalandyk, G. Tęcza, R. Zapała, and S. Sobula, "Cast high-manganese steel-the effect of microstructure on abrasive wear behaviour in Miller test," pp. 35–38, 2015.
- [82] E. Konca, "Effects of alloying elements (Mo, Ni, and Cu) on the austemperability of GGG-60 Ductile Cast Iron," pp. 1–9, 2017.
- [83] J. Takahashi, K. Kawakami, J. Hamada, and K. Kimura, "Direct observation of niobium segregation to dislocations in steel,", vol. 107, pp. 415–422, 2016.
- [84] W. L. Gao, Y. Leng, D. F. Fu, and J. Teng, "Effects of niobium and heat treatment on microstructure and mechanical properties of low carbon cast steels," vol. 105, pp. 114–123, 2016.
- [85] J. J. Penagos, J. I. Pereira, P. C. Machado, E. Albertin, and A. Sinatora, "Synergetic effect of niobium and molybdenum on abrasion resistance of high chromium cast irons," Wear, vol. 376–377, pp. 983–992, 2017.
- [86] X. Zhang, W. Wei, L. Cheng, J. Liu, K. Wu, and M. Liu, "Effects of niobium and rare earth elements on microstructure and initial marine corrosion behavior of low-alloy steels", 2018.
- [87] A. Graux, S. Cazottes, D. De Castro, D. S. Mart, C. Capdevila, J. M. Cabrera, M. Bugnet, D. Fabr, C. Capdevila, J. M. Cabrera, S. Schreiber, and D. Mirkovi, "Precipitation and grain growth modelling in Ti-Nb microalloyed steels" 2019.
- [88] L. García-sesma, B. López, and B. Pereda, "Effect of coiling conditions on the strengthening mechanisms of Nb microalloyed steels with high Ti addition levels", 2019.
- [89] B. Chiaki and K. Matsumoto, "Hot Ductility in Nb-bearing Steels" no. 181, 1981.
- [90] P. R. Wilson and Z. Chen, "TEM characterisation of iron titanium sulphide in titanium- and niobium-containing low manganese steel," vol. 56, no. 2007, pp. 753–756, 2011.
- [91] V. V Sagaradze, Y. V Belozerov, N. L. Pecherkina, M. L. Mukhin, and Y. R. Zaynutdinov, "The shape memory effect in high-strength precipitation hardening austenitic steels," vol. 440, pp. 812–815, 2006.
- [92] S. Wei, J. Zhu, and L. Xu, "Research on wear resistance of high speed steel with high vanadium content," vol. 404, pp. 138–145, 2005.
- [93] E. G. Moghaddam, N. Varahram, and P. Davami, "On the comparison of microstructural characteristics

- and mechanical properties of high-vanadium austenitic manganese steels with the Hadfield steel",vol. 532, no. January, pp. 260–266, 2011.
- [94] D. Z. E. Staliwa and S. K. Hardness, "tools cast from the steel of composite structure" pp. 4–9, 2013.
- [95] A. M. Y. Zahia, "Caractérisation de l'acier inoxydable X5CrNi18-10 et étude de son oxydation à température" 2013.
- [96] Y. Nakamura, A. Shibata, W. Gong, S. Harjo, T. Kawasaki, A. Ito, and N. Tsuji, "In situ neutron diffraction study on microstructure evolution during thermo-mechanical processing of medium manganese steel," 2018.
- [97] Y. Han, J. Shi, L. Xu, W. Q. Cao, and H. Dong, "Effects of Ti addition and reheating quenching on grain refinement and mechanical properties in low carbon medium manganese martensitic steel," vol. 34, pp. 427–434, 2012.
- [98] X. Yuan "Influence of annealing on the mechanical properties and microstructures of a high manganese austentic steel", 2015.
- [99] J. Gao, P. Fu, H. Liu, and D. Li, "Effects of rare earth on the microstructure and impact toughness of H13 Steel," pp. 383–394, 2015.
- [100] M. I. N. H. Kwon, J. Kim, J. Bian, and H. Mohrbacher, "Solidification Microsegregation and Hot Ductility of Fe-Mn-C-Al-xNb TWIP", no. August, 2018.
- [101] H. Zhao, D. Ponge, and D. Raabe, "Segregation assisted grain boundary precipitation in a model Al-Zn-Mg-Cu alloy Acta Materialia Segregation assisted grain boundary precipitation in a model Al-Zn-Mg-Cu alloy," no. July, 2018.
- [102] O. Bouaziz, C. P. Scott, and G. Petitgand, "Nanostructured steel with high work-hardening by the exploitation of the thermal stability of mechanically induced twins," Scr. Mater., vol. 60, no. 8, pp. 714–716, 2009.
- [103] B. Venturelli, C. Roberto, and D. F. Azevedo, "The effect of the austenite grain refinement on the tensile and impact properties of cast Hadfield steel," no. August, 2018.
- [104] V. G. Gavriljuk, B. D. Shanina, and H. Berns, "Ab initio development of a high-strength corrosion-resistant austenitic steel", vol. 56, no. 18, pp. 5071–5082, 2008.
- [105] J. O. Agunsoye and S. I. Talabi, "A properties optimization of hadfield austenitic manganese steel casting" no. July 2015.
- [106] A. Bedolla-jacuinde, F. Guerra, I. Mejia, and U. Vera, "Niobium additions to a 15%Cr–3%C white iron and its effects on the microstructure and on abrasive wear behavior," pp. 1–13, 2019.
- [107] N. K. Tewary, S. K. Ghosh, R. Saha, and S. Chatterjee, "Deformation and annealing behaviour of a low carbon high Mn TWIP steel microalloyed with Ti", vol. 0, no. 0, pp. 1–30, 2019.
- [108] J. Park, K. Lee, H. Sung, and Y. J. I. N. Kim, "J-integral Fracture Toughness of High-Mn Steels at Room and Cryogenic J-integral Fracture Toughness of High-Mn Steels at Room and Cryogenic Temperatures", no. May, 2019.
- [109] M. Ali, E. Hoda, E. Faramawy, T. Mattar, "Effect of cooling rate and composition on microstructure and mechanical properties of ultrahigh-strength steels," vol. 0, 2019.
- [110] J. Ramos, and G. A. P, "Comparative study of the mechanical and tribological properties of a Hadfield and a Fermanal steel," 2017.

- [111] T. Allam, X. Guo, S. Sevsek, "Development of a Cr-Ni-V-N Medium manganese steel with balanced mechanical and corrosion properties" pp. 1–13, 2019.
- [112] H. Pan, H. Ding, and M. Cai, "Microstructural evolution and precipitation behavior of the warm-rolled medium Mn steels containing Nb or Nb-Mo during intercritical annealing", 2018.
- [113] R. Dalai, S. Das, and K. Das, "Effect of thermo-mechanical processing on the low impact abrasion and low stress sliding wear resistance of austenitic high manganese steels", no. October, pp. 0–1, 2018
- [114] M. H. S. Lissarrague and S. L. F. P. A. C. Picasso, "Study of the microstructural evolution in a 35Ni-25Cr-Nb heat- resistant alloy by dilatometry and electron microscopy",2018.
- [115] H. Materials, M. Jalaly, F. José, and M. Jesús, "Mechanochemical combustion synthesis of vanadium carbide (VC), niobium carbide (NbC) and tantalum carbide (TaC) nanoparticles," vol. 79, no. November 2018, pp. 177–184, 2019.
- [116] I. N. Baker and T. N. Baker, "Titanium microalloyed steels," vol. 0, no. 0, pp. 1–55, 2018.
- [117] M. Gustavo, D. Vernieri, and S. F. Santos, "Physical Properties of the NbC Carbide," 2016.
- [118] G. Tressia, J. J. Penagos, and A. Sinatora, "Effect of abrasive particle size on slurry abrasion resistance of austenitic and martensitic steels," vol. 376–377, pp. 63–69, 2017.
- [119] L. Qian, X. Cui, D. Li, S. Liu, and J. Meng, "Cyclic deformation fi elds interactions between pores in cast high manganese steel",vol. 112, no. April 2018.
- [120] A. Varela, L. Garc, S. Naya, and M. Su, "Comparing the tribological behaviour of an austenitic steel subjected to diverse thermal treatments," vol. 258, pp. 203–207, 2005.
- [121] S. Papaefthymiou and V. Karamitros, "Ultrafast heating and initial microstructure effect on phase transformation evolution of a CrMo steel,", 2019.
- [122] X. Zhang, G. Miyamoto, Y. Toji, and T. Furuhara, "Effects of heating rate on formation of globular and acicular austenite during reversion from martensite," pp. 1–9, 2019.
- [123] M. X. Huang, "Enhancing austenite stability in a new medium-Mn steel by combining deep cryogenic treatment and intercritical annealing: An experimental and theoretical study",2018.
- [124] F. De Cuevas and J. G. Sevillano, "Effects of temperature and strain rate in strain hardening in torsion of a twinning-induced plasticity steel" pp. 1–11, 2019.
- [125] M. Monsalve, "Cooling kinetics effect on abrasive wear behaviour of an ASTM A128 Steel," no. September, 2018.
- [126] J. Hu, L. Du, W. Xu, J. Zhai, Y. Dong, Y. Liu, and R. D. K. Misra, "Materials Characterization Ensuring combination of strength, ductility and toughness in medium-manganese steel through optimization of nano-scale metastable austenite,", vol. 136, no. November 2017, pp. 20–28.
- [127] M. Lindroos, A. Laukkanen, G. Cailletaud, and V. Kuokkala, "Microstructure based modeling of the strain rate history e ff ect in wear resistant Had fi eld steels,", vol. 396–397, no. September 2017, pp. 56–66, 2018.
- [128] H. Ding, H. Ding, D. Song, Z. Tang, and P. Yang, "Strain hardening behavior of a TRIP/TWIP steel with 18.8% Mn," vol. 528, no. 3, pp. 868–873, 2011.
- [129] R. T. Van Tol, Microstructural evolution in deformed austenitic TWinning Induced Plasticity steels. 2014.
- [130] M. Azadi, A. Mirani, P. Mohammad, and J. Olya, "The effect of new double solution heat treatment on the

- high manganese Hadfield steel properties,", vol. 0, 2018.
- [131] S. H. Behavior and I. T. Tests, "Strain hardening behavior and microstructure interrupted tensile tests," 2018.
- [132] E. G. Astafurova and Y. I. Chumlyakov, "Ductile to Brittle Transition in (111) Hadfield steel single crystals," 2010.
- [133] Y. Feng, R. Song, Z. Pei, and L. Li, "Microstructural Evolution and Wear Behavior Involving the K-Carbides Precipitation of a Fe-25Mn-6.6Al-1.3C Austenitic Steel," vol. 941, pp. 668–673, 2018.
- [134] S. A. Balogun, D. E. Esezobor, and J. O. Agunsoye, "Effect of melting temperature on the wear characteristics of austenitic manganese steel," vol. 7, no. 3, pp. 277–289, 2008.
- [135] I. O. P. C. Series and M. Science, "Investigation on simultaneous effects of shot peen and austenitizing time and temperature on grain size and microstructure of austenitic manganese steel (Hadfield)" 2018.
- [136] R. Harzallah, A. Mouftiez, E. Felder, S. Hariri, and J. Maujean, "Rolling contact fatigue of Hadfield steel X120Mn12,", vol. 269, no. 9–10, pp. 647–654, 2010.
- [137] M. B. Jabłońska and K. Kowalczyk, "Microstructural Microstructural aspects aspects of of energy energy absorption of high manganese steels", vol. 27, pp. 91–97, 2019.
- [138] Y. Yang, Z. Mi, M. Xu, Q. Xiu, J. Li, and H. Jiang, "Impact of intercritical annealing temperature and strain state on mechanical stability of retained austenite in medium Mn steel", 2018.
- [139] M. Lindroos, A. Laukkanen, G. Cailletaud, and V. Kuokkala, "Microstructure based modeling of the strain rate history e ff ect in wear resistant Had fi eld steels,", vol. 396–397, no. September 2017, pp. 56–66, 2018.
- [140] R. Dalai, S. Das, and K. Das, "Effect of thermo-mechanical processing on the low impact abrasion and low stress sliding wear resistance of austenitic high manganese steels", no. October, pp. 0–1, 2018
- [141] D. Canadinc, C. Efstathiou, and H. Sehitoglu, "On the negative strain rate sensitivity of Hadfield steel," Scr. Mater., vol. 59, no. 10, pp. 1103–1106, 2008.
- [142] L. Bracke, L. Kestens, and J. Penning, "Direct observation of the twinning mechanism in an austenitic Fe-Mn-C steel," Scr. Mater., vol. 61, no. 2, pp. 220–222, 2009.
- [143] M. Abbasi, S. Kheirandish, Y. Kharrazi, and J. Hejazi, "On the comparison of the abrasive wear behavior of aluminum alloyed and standard Hadfield steels," vol. 268, pp. 202–207, 2010.
- [144] C. Efstathiou and H. Sehitoglu, "Strain hardening and heterogeneous deformation during twinning in Hadfield steel,"., vol. 58, no. 5, pp. 1479–1488, 2010.
- [145] O. Bouaziz, S. Allain, C. P. Scott, P. Cugy, and D. Barbier, "High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships,", vol. 15, no. 4, pp. 141–168, 2011.
- [146] P. Cirp, "Simulation and experimental validation of residual stress and surfac roughness of high manganese steel after shot peening", vol. 71, pp. 227–231, 2018.
- [147] P. H. Adler, G. B. Olson, and W. S. Owen, "Strain Hardening of Hadfield manganese steel," vol. 17, no. October, 1986.
- [148] W. S. Owen and M. Grujicic, "Strain aging of austenitic hadfield manganese steel," vol. 47, no. 1, 1999.
- [149] I. Karaman, H. Sehitoglu, K. Gall, and Y. I. Chumlyakov, "On the deformation mechanisms in single crystal hadfield manganese steels,", vol. 38, no. 6, pp. 1009–1015, 1998.
- [150] I. Karaman, H. Sehitoglu, K. Gall, Y. I. Chumlyakov, and H. J. Maier, "Deformation of single crystal

Hadfield steel by twinning and slip,", vol. 48, no. 6, pp. 1345–1359, 2000.

- [151] I. Karaman, H. Sehitoglu, A. J. Beaudoev, Y. I. Chumlyakov, H. J. Maier, and C. N. Tomé, "Modeling the deformation behavior of Hadfield steel single and polycrystals due to twinning and slip,", vol. 48, no. 9, pp. 2031–2047, 2000.
- [152] R. Harzallah, "Etude du comportement méecanique et tribologique des aciers austénitiques au manganèse : application aux cœurs de voies ferroviaires",2010.
- [153] S. Kahrobaee and E. Z. Karimi, "Characterisation of work-hardening in Hadfield steel using non-destructive eddy current method,",pp. 1–15, 2019.
- [154] Q. Luo, H. H. Wang, G. Q. Li, C. Sun, D. H. Li, X. L. Wan, H. H. Wang, G. Q. Li, C. Sun, D. H. Li, and X. L. Wan, "On mechanical properties of novel high-Mn cryogenic steel in terms of SFE and microstructural evolution," 2019.
- [155] J. R. Mcdermid, "Modeling the work hardening behavior of high-manganese steels,", 2018.
- [156] S. Ge, Q. Wang, and J. Wang, "The impact wear-resistance enhancement mechanism of medium manganese steel and its applications in mining machines,", vol. 376–377, pp. 1097–1104, 2017.