

## **Effet du titane, manganèse et molybdène sur le comportement à l'usure des fontes au chrome traitées**

B. Khédidja

Unité de recherche Appliquée à la Sidérurgie et Métallurgie/ Centre de soudage et de contrôle,  
bkh13@yahoo.com

H. Ali

Laboratoire de fonderie, Département de métallurgie, Université de Annaba

H. Maouche

Laboratoire de fonderie, Département de métallurgie, Université de Annaba

M. Ibrir

Département de physique, laboratoire de magnétisme et de spectroscopie des solides, Université Annaba

### **Résumé**

Les fontes à haute teneur en chrome sont largement utilisées dans les domaines où la résistance à l'usure est recommandée. Elles constituent la troisième génération d'alliage après les fontes ordinaires et les fontes au nickel. Le présent travail étudie l'effet de l'addition des éléments carburigènes sur le comportement à l'usure d'une fonte au chrome légèrement hypoeutectique. L'objectif visé est un compromis entre les propriétés de la matrice et des phases eutectiques constituant la microstructure de la fonte étudiée en vue d'atteindre un comportement optimal en cours d'usure caractérisé par de faibles pertes de masse en cours d'exploitation. La méthodologie utilisée consiste à introduire des éléments fortement carburigènes tel que le titane, le manganèse et le molybdène. L'utilisation du titane a été variée entre 0 et 3% par contre le manganèse et le molybdène ont été introduits à des proportions de l'ordre de 0,5% combinés avec le titane (Ti+Mn ; Ti+Mo et Ti+Mn+Mo). La microscopie optique et électronique à balayage ainsi la diffraction des rayons X complétée par affinement Rietveld du diffractogramme expérimental ont été utilisées pour mettre en évidence les précipitations secondaires ainsi que les principales phases microstructurales de cette fonte. Les résultats discutés en terme de comportement à l'usure montrent que la plus faible perte de masse a été obtenue pour l'alliage titrant 3% de titane. Ceci est justifié par le fait que la microstructure de la fonte est composée d'une fine martensite renforcée par des carbures du type MC (TiC) et des carbures secondaires du type  $M_7C_3$  et d'un carbure eutectique allié.

**Mots clés:** fonte au chrome, carbures, usure, eutectique.

### **Abstract**

High chromium cast irons are widely used in many engineering practices where wear resistance is required. They constitute the third generation of alloy after common and Ni-hard cast irons. This paper studies the effect of titanium amount on the wear behaviour of a slightly hypoeutectic high chromium white cast iron. The amount of titanium was varied in the ranging of (0.5-3%). Other approach was investigated by adding other carbide forming elements such as manganese and molybdenum as a combination of two and three elements. The scope of this work is to find a compromise between matrix and eutectics properties in order to reach an optimal behaviour during wear process. The aim is mainly to see the influence of these elements on the toughness of the matrix, the smoothness of the structure as well as the wear properties of this kind of cast iron. A metallographic characterization (optical and MEB observations) and DRX completed by refinement Rietveld of the experimental diffractogramme was realised. Results, discussed in terms of wear behaviour, shows that lower volume loss is seen for the sample having higher titanium content (3% Ti). This explains that the microstructure

of the studied white cast iron is constituted of fine martensite reinforced by proeutectic carbide (TiC) and  $M_7C_3$  type secondary and eutectic carbides.

**Key words:** Chromium cast iron, carbides, wear, eutectic.

## 1. INTRODUCTION

Les fontes au chrome constituent une classe spéciale de matériaux surtout pour les propriétés d'usure qui les caractérisent. Ces fontes sont utilisées pour la fabrication des pièces travaillant à l'usure dans le domaine minier, sidérurgique, cimentier, automobile...etc. Leurs propriétés de travailler à l'usure sont principalement liées à la présence de carbures de chrome durs supportés par une matrice austénitique ou martensitique selon le traitement thermique adopté. En cours de service, la matrice et l'eutectique carburé dont les propriétés d'usures sont trop espacées ne peuvent pas résister de la même manière aux multiples sollicitations abrasives et de frottement [1,2]. Plusieurs recherches effectuées sur l'effet des éléments d'alliage ont été menées en vue d'améliorer le comportement en cours de service de ces fontes [3-8]. En fonction de la teneur en chrome, ces fontes sont le siège de la formation de plusieurs types de carbures de chrome tel que  $M_7C_3$ ,  $M_{23}C_6$ ,  $M_3C$  et MC [4, 9-10].

La présente étude porte sur l'effet de l'addition d'éléments carburigène (titane, manganèse et molybdène) sur les propriétés à l'usure des fontes à haute teneur en chrome. Le titane est introduit à des teneurs variant entre 0 et 3% et associé au manganèse et molybdène suivant les combinaisons suivantes : 0.5% de (Ti+Mo), 0.5%(Ti+Mn) et 0.5%(Ti+Mo+Mn). Les paramètres étudiés pour mettre en évidence l'effet de ces éléments sont la résistance à l'abrasion et au frottement. Une analyse par diffraction RX complétée par la méthode de Rietveld ainsi que des observations métallographique par microscope optique et MEB sont utilisées dans cette étude afin de déceler les différentes phases microstructurales présentes dans cette fonte.

## 2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

### 2.1 Elaboration des échantillons

Les échantillons des fontes au chrome étudiés sont élaborés dans un four à induction industriel. L'addition des éléments d'alliages à l'état de poudre très fine sous forme de ferro-alliages (Fe-Ti, Fe-Mo et Fe-Mn) est effectuée en dehors du four dans des creusets préchauffés préalablement. Moyennant cette procédure, des échantillons titrant (0-3) % de titane, 0,5%(Ti+Mo), 0,5%(Ti+Mn) et 0,5%(Ti+Mo+Mn) sont élaborés. L'analyse chimique de la fonte de base ayant servi pour la production des différents échantillons destinés pour cette étude est présentée dans le tableau 1.

C	Si	Mn	S	P	Cr	Mo
2.31	0.87	0.77	0.08	0.031	15.01	0.02

**Tableau 1** Analyse chimique (%) de la fonte de base (FB)

Des échantillons de forme cylindrique et de dimension 100 X 20 mm sont coulés dans des moules en silicate de soude. La figure 1 illustre dans le détail le type de moule utilisé.

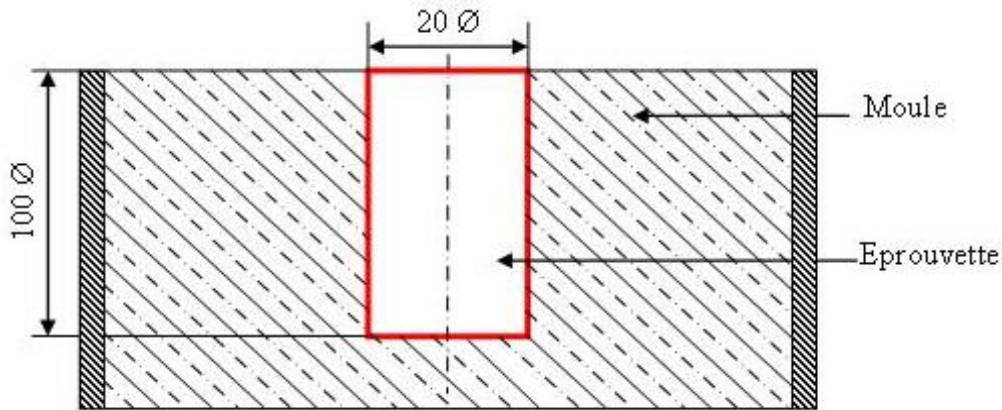


Figure 1 : Type de moule utilisé

## 2.2 Préparation des échantillons

Pour la réalisation des différentes caractérisations, plusieurs échantillons sont découpés par une meule sous lubrifiant afin d'éviter tout changement possible de structure en cours de l'opération de découpage. Les échantillons destinés à l'étude métallographique sont soigneusement polis suivant un jeu de papier abrasifs et finis par une pâte diamantée.

## 2.3 Traitement thermique

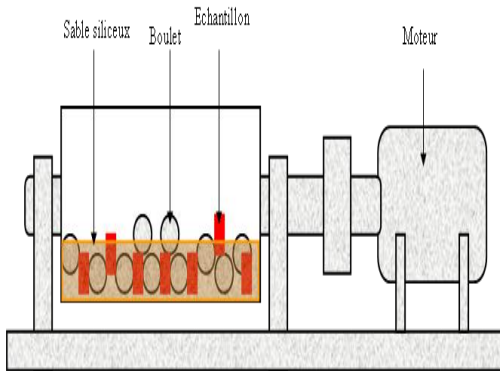
Le traitement thermique adopté est le même utilisé à l'échelle industrielle. L'objectif est de respecter les mêmes procédures pour pouvoir facilement situer les résultats obtenus. Il consiste en une austénitisation à 980°C suivie d'un refroidissement à l'air jusqu'à la température ambiante. Les échantillons sont par la suite revenus à 250°C et refroidis dans le four.

## 2.4 Etude microstructurale

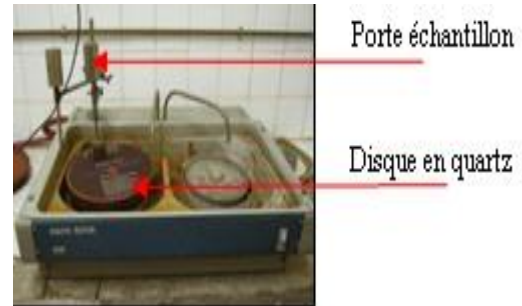
Les microstructures des fontes étudiées sont examinées sur un microscope optique assisté par caméra du type LEIKA et par MEB. L'observation est effectuée sur des surfaces attaquées au nital à 4%. Aussi une analyse par diffraction RX est menée sur un échantillon de fonte de base en vue de déceler les principales phases microstructurales par un diffractomètre de type Siemens à anticathode de cuivre. Le balayage est effectué sur une plage  $2\theta$  variant entre 0 et 100° avec un pas de 0.02. Le spectre expérimental est analysé par la méthode de Rietveld en utilisant le logiciel MAUD [11]. Cette technique a l'avantage de nous fournir le type, la proportion des phases microstructurales qui constituent la fonte étudiée ainsi que la dimension des grains et les micro-contraintes.

## 2.5 Usure par abrasion

La perte de masse par abrasion est réalisée dans un broyeur à boulet de laboratoire qui est décrit par la figure 2. Cette technique consiste à mettre les échantillons à étudier dans un broyeur à boulets avec du sable siliceux pour augmenter le taux d'usure. Le broyeur tourne à une vitesse de 75 tours /min. La perte de matière est mesurée après chaque cinq minutes d'intervalle pendant soixante minutes.



**Figure 2** : Dispositif d'essai d'usure par broyage.



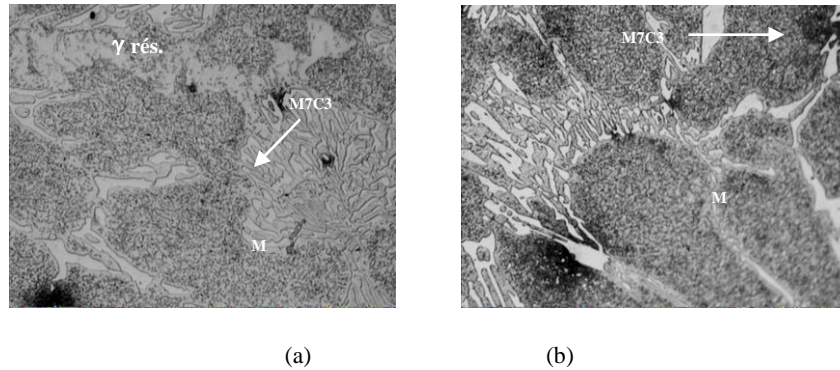
**Figure 3** : Dispositif d'essai d'usure par frottement

## 2.6 Usure par frottement

L'essai effectué sur cet appareil est un essai normalisé utilisé par l'ensemble du monde industriel. Il s'agit de mesurer la quantité de matière perdue après passage de 40 m de l'échantillon sur un disque en quartz de granulométrie 120 mm, avec une vitesse de rotation de 120 tours / minute et une charge P de 0.5 Kgf (figure3).

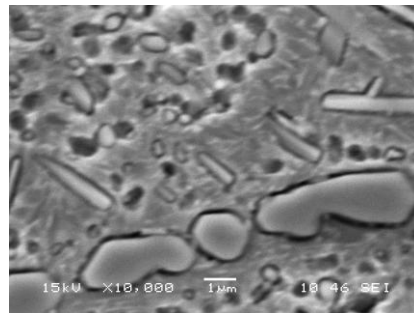
## 3. RESULTATS

La fonte de base étudiée est une fonte de composition légèrement hypoeutectique contenant 15% de chrome et 2.7% de carbone (tableau 1). Selon le diagramme Fe-Cr-C la solidification de cette fonte débute par la formation de l'austénite primaire riche en chrome et se termine par une transformation eutectique au cours de laquelle un carbure de type  $M_7C_3$  se forme. Les figures 4a et 4b représentent des micrographies à un grossissement de 1000 de la fonte de base (FB) et de la fonte titrant 3% de titane respectivement. La microstructure de la fonte de base (figure 4a) révèle la présence d'un réseau continu de carbures en forme de rosette avec des contours bien mis en évidence par l'attaque, témoignant d'une transformation eutectique et d'une matrice composée majoritairement de martensite et de quelques plages d'austénite résiduelle. Cette forme d'eutectique est due à un rapprochement du point de vue cinétique de transformation, lors de la solidification, de l'austénite et des carbures eutectiques [12]. La même morphologie de carbure est observée sur la figure 4b. Ces microstructures montrent aussi la présence de fines précipitations, de couleur sombre, réparties d'une manière homogène et de dimension uniforme dans la matrice. Dans la figure 4b, de fins précipités de couleur claire apparaissent aussi dans la matrice qui peuvent être éventuellement des carbures de titane (TiC).



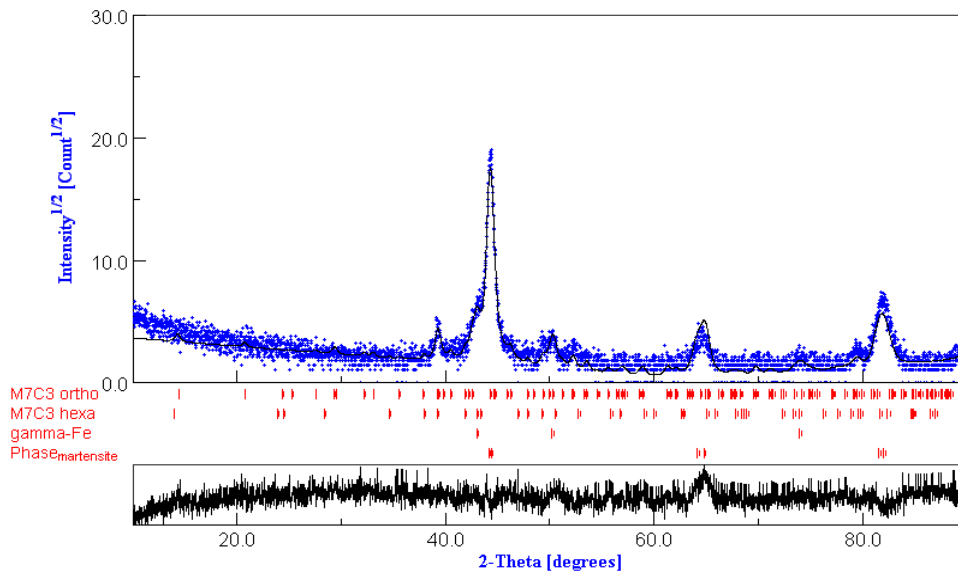
**Figure 4 :** Micrographies (X1000) a : fonte de base, b : fonte à 3% Ti ; M : martensite.

L'observation au microscope électronique à balayage a clairement mis en évidence les précipitations secondaires qui ont lieu dans la matrice suite au traitement thermique (figure 5). Elles se présentent sous différentes formes et tailles dans la matrice de la fonte de base. Se sont des carbures fins issus du traitement thermique. Se sont carbures du type  $M_7C_3$ . On note aussi la présence de précipitations sur les frontières carbures eutectiques matrice.



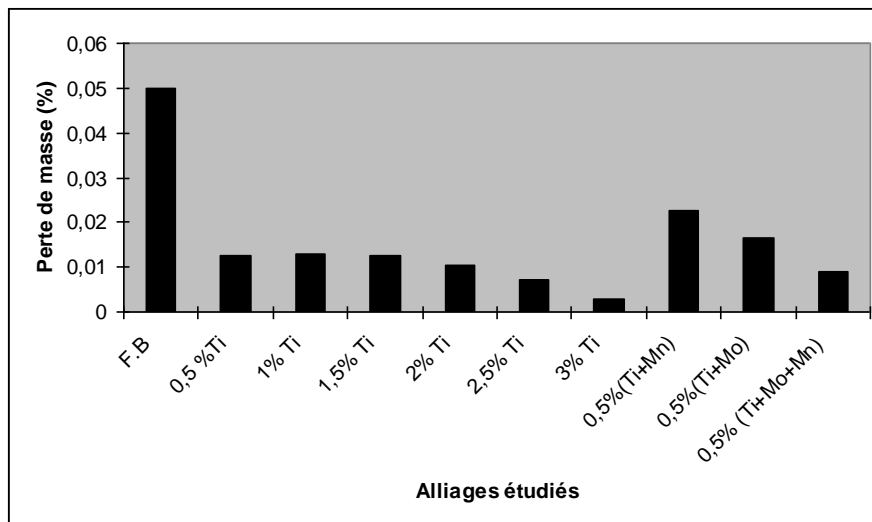
**Figure 5:** Micrographie MEB de la fonte de base

L'analyse par diffraction RX de la fonte de base a permis l'identification du type de carbure et de matrice qui la constituent. Le spectre RX (figure 6) montre la présence de pics de carbures alliés  $M_7C_3$  orthorhombique et hexagonal, des pics de martensite et d'austénite résiduelle. Cette dernière se présente sous forme de plages claires sur les micrographies (figure 4a). L'affinement Rietveld du spectre expérimental moyennant le logiciel MAUD a montré que la matrice représente 60 % de la microstructure de la fonte dont 52 % de la martensite et 8 % de l'austénite résiduelle (figure 4a). Le carbure  $M_7C_3$  du type orthorhombique paraît dominant par rapport au carbure hexagonal (38% et 1,9% respectivement). Du point de vue grosseur des grains, cette méthode a aussi montré que le carbure allié  $M_7C_3$  orthorhombique est plus fin ( $257 \text{ \AA}$ ) que le carbure hexagonal ( $1110 \text{ \AA}$ ) et la matrice ( $348 \text{ \AA}$ ). Le manganèse est bien connu pour son effet carburigène et gammagène. Il contribue à la formation de carbures eutectiques alliés de type  $(Cr,Mn,Fe)_7C_3$  comme il s'incère dans le réseau de l'austénite en cours de solidification contribuant ainsi à son durcissement. Le molybdène, élément carburigène, pour le rapport Cr/C de la fonte étudiée, ne permet pas la formation de carbures du type  $M_2C$ , il peut se trouver sous forme de carbures eutectique et également en solution solide dans la matrice.



**Figure 6 :** Affinement Rietveld du diffractogramme X de la fonte de base (Nuage de point : diagramme expérimental, trait : diagramme calculé).

Les essais d'usure par abrasion et par frottement sont effectués sur des échantillons de fonte de base et sur ceux alliés au titane, molybdène et manganèse. La figure 7 illustre la perte de masse par broyage des différents échantillons étudiés. Il en ressort que la fonte de base est l'alliage le moins résistant. La variation de la teneur en titane a permis une nette amélioration de la résistance à l'usure par abrasion. Ceci est le résultat d'une amélioration des propriétés de la matrice suite à la précipitation des carbures secondaires après traitement thermique. La résistance à l'usure augmente en fonction de l'augmentation de la teneur en titane. Le meilleur comportement à l'usure est donné par l'échantillon titrant 3% de titane



**Figure 7 :** Perte de masse par abrasion des différentes fontes au chrome alliées traitées.

Les autres combinaisons du titane avec le molybdène et le manganèse ont donné des résultats nettement plus faibles. Ceci est expliqué par le fait que la variation du titane entre 0 et 3% a favorisé la formation de carbures de type MC. Ces carbures se forment à haute température et conduisent à un affinement de la matrice (figure 4b). Le titane est caractérisé par une solubilité très limitée dans l'austénite. Il est rejeté vers les joints de grains en cours de solidification [9, 13], ce qui favorise sa liaison avec le carbone du métal liquide. La présence de ce type de carbure joue un rôle très favorable quant aux propriétés de la matrice. Cette dernière devient plus tenace et contribue à une amélioration des propriétés à l'usure des échantillons étudiés. En cours d'abrasion, la matrice contenant des carbures fins et durs de TiC résiste d'une manière proportionnelle à leur quantité. Ceci est clairement montré par la figure 7.

La figure 8 montre la variation de la perte de masse par frottement des différents échantillons des fontes étudiées. Cet essai simule un type d'usure rencontré en cours d'exploitation. Tenant compte des différents éléments d'alliage utilisés, il apparaît que la fonte, sous l'effet des deux types d'usure, manifeste le même comportement c'est à dire qu'avec l'augmentation de la teneur en titane, la résistance à l'usure par abrasion et par frottement augmente. La combinaison du titane avec le manganèse et le molybdène à des proportions de 0.5% chacun a donné des résultats visiblement plus faibles.

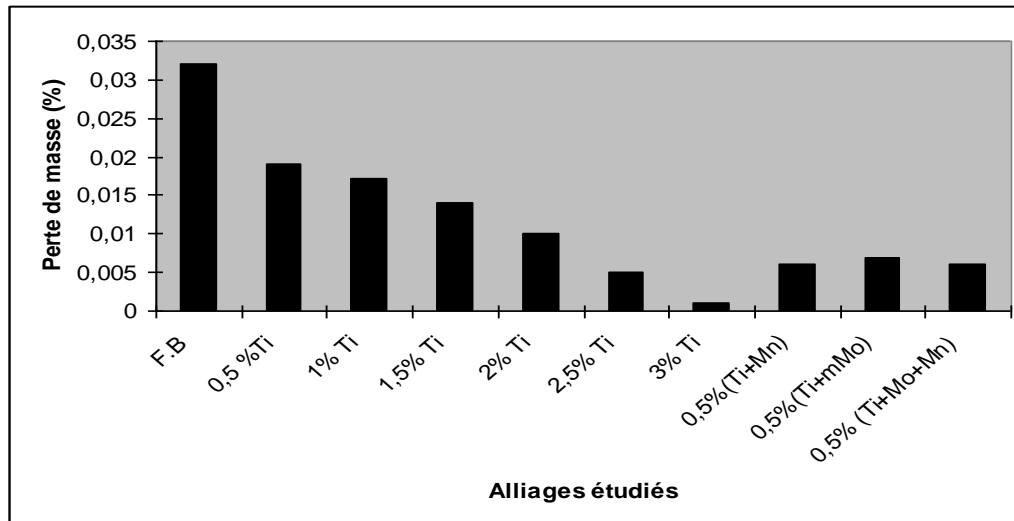


Figure 8 : Perte de masse par frottement des fontes au chrome traitées

Le meilleur résultat est aussi atteint sur l'échantillon titrant 3% de titane. En comparant les résultats obtenus, on remarque que l'addition du titane a beaucoup plus favorisé le comportement à l'usure par frottement. Pour la même teneur en titane (3%), la fonte étudiée se comporte mieux au frottement qu'à l'abrasion.

#### 4. CONCLUSION

Cette étude a permis de faire ressortir les conclusions suivantes :

- La fonte de base étudiée est une fonte au chrome de composition légèrement hypoeutectique.
- L'analyse par la méthode Rietveld du spectre RX a révélé les différentes phases microstructurales de la fonte : la matrice est d'une dominance martensitique avec la présence d'une proportion

d'austénite résiduelle avoisinant le taux de 8%. Le carbure eutectique est composé de deux types carbures alliés  $M_7C_3$ , l'un hexagonal et l'autre orthorhombique. La microscopie à balayage amis en évidence la forme les dimensions ainsi que la répartition d'une fine précipitation secondaire dans la matrice.

- L'addition du titane a permis une augmentation de la résistance à l'usure. Le meilleur comportement à l'usure est obtenu pour la fonte titrant 3% de titane. Ce dernier participe fortement à un affinement de la structure par la formation de carbure du type MC de forte dureté et à haut point de fusion.

## 5. RÉFÉRENCES

1. Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys, ASM hand book, Edition ASM international, Volume 1, 2005.
2. Manuel des fontes moulées, éditions techniques des industries de la fonderie- Paris 1983.
- 2 Maldonado-Ruiz S. I., Martinez D. I., Velasco A., Colas R., Wear of white cast irons by impact of direct reduced iron pellets, *Wear* 259, p. 361-366, 2005.
- 3 Kishore, Sampathkuraman P., Seetharamu S., Erosion and abrasion characteristics of high manganese chromium irons, *Wear* 259, p. 70-77, (2005).
- 4 Cetinkaya C., An investigation of wear behaviours of white cast irons under different compositions, *Material and Design* 27, p. 437-445, (2006).
- 5 Bedolla A., Jacuinde, Rainforth W. M, The wear behaviour of high-chromium white cast irons as a function of silicon and Mischmetal content, *Wear* 250, p. 449-4461,2001.
- 6 Tabrett C. P., Sare I. R., The effect of heat treatment on the abrasion resistance of alloy white irons, *Wear* 203-204, p. 206-219, 1997.
- 7 Tylcgak J. H., Awk J. A., Wilson R. D., A comparison of laboratory abrasion and field wear results, *Wear* 225-229, p.1059-1069, 1999.
- 8 Kuyucak S., Llewellyn R. High-chrome white irons incorporating ultra-hard carbide-forming elements for improved wear-resistance. *AFS Transactions*, paper 06-097(05), p.1-23, 2006.
- 9 Durant-charre M., la microstructure des aciers et des fonts, genèse et interprétation, Ed. SIRPE, Paris 2003.
- 10 Lutterotti L., MAUD Tutorial – Instrumental Broadening determination, 2006.
- 11 Pero-Sanz J. A., Plaza D., Verdeja J. I., and Asensio J., Metallographic characterisation of hypoeutectic matensitic white cast irons: Fe-C-Cr system, *Material characterization* 43, p. 33-39, 1999.
- 12 Bedolla-Jacuinde A., Correa R., Quezada J. G., Maldonado C., Effect of titanium on the as cast microstructure of a 16% chromium white cast iron, *Material Science & Engineering A* 398, p. 297-308, 2005.