



**HAL**  
open science

# Étude du vieillissement des fontes à graphite lamellaire en vue de amélioration de leur usinabilité

Alexis Vaucheret

► **To cite this version:**

Alexis Vaucheret. Étude du vieillissement des fontes à graphite lamellaire en vue de amélioration de leur usinabilité. Sciences de l'ingénieur [physics]. Arts et Métiers ParisTech, 2018. Français. NNT : 2012ENAM0016 . tel-01924054

**HAL Id: tel-01924054**

**<https://pastel.hal.science/tel-01924054>**

Submitted on 15 Nov 2018

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

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

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

## Doctorat ParisTech

# THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

## l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

### Spécialité " Mécaniques et Matériaux "

*présentée et soutenue publiquement par*

**Alexis VAUCHERET**

le 5 juin 2012

## ETUDE DU VIEILLISSEMENT DES FONTES A GRAPHITE LAMELLAIRE EN VUE DE L'AMELIORATION DE LEUR USINABILITE

Directeur de thèse : **Michel LAMBERTIN**

Co-encadrement de la thèse : **Jean QUESADA et Frédéric ROSSI**

### Jury

**M. Michel VILASI**, Professeur des Universités, LCSM, Université Henry Poincaré Nancy I

**M. Patrice BERTHOD**, Maître de Conférences HDR, LCSM, Université Henry Poincaré Nancy I

**M. Ivan GUILLOT**, Professeur des Universités, ICMPE – UMR 7182, Paris X

**M. Eric ALBERTALLI**, Expert fonderie fonte, Renault SAS

**M. Michel LAMBERTIN**, Professeur des Universités, LaBoMaP, Arts et Métiers ParisTech Cluny

**M. Frédéric ROSSI**, Maître de Conférences, LaBoMaP, Arts et Métiers ParisTech Cluny

**M. Jean QUESADA**, Maître de Conférences, LaBoMaP, Arts et Métiers ParisTech Cluny

Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examineur  
Examineur  
Examineur  
Invité

T  
H  
È  
S  
E



# *Remerciements*

Je tiens à remercier l'ensemble des membres du jury : M. Patrice BERTHOD et M. Ivan GUILLOT pour avoir accepté d'être rapporteur de ces travaux de thèse ainsi que M. Michel VILASI pour la présidence de ce jury.

Je remercie chaleureusement mon directeur de thèse M. Michel LAMBERTIN professeur au centre Arts et Métiers ParisTech de Cluny, pour avoir consacré une partie de sa retraite à l'encadrement de mes travaux. J'adresse également tous mes remerciements à M. Frédéric ROSSI et Jean QUESADA, co-encadrants de ces travaux, pour leur aide et leur soutien permanent.

Je remercie l'ensemble des équipes du LaBoMaP (Laboratoire Bourguignon des Matériaux et Procédés) pour m'avoir aidé dans ces travaux. Les enseignants et enseignants-chercheurs de toutes les équipes et en particulier Philippe JACQUET pour m'avoir encadré lors de mon passage à l'ECAM et avoir continué à me soutenir durant la thèse, Serge GUERIN pour ses conseils en fonderie, Gérard POULACHON pour avoir toujours facilité la coordination fonderie/usinage lors de mes essais et Louis-Etienne DENAUD pour m'avoir aidé à faire vibrer la fonte. Les techniciens Patrice HONORE et Romaric MASSET pour leur aide indispensable lors de toutes les coulées en fonderie entre autres, Pierre-Michel BARBIER et les deux Denis BONSEMBIANTE et LAGADRILLERE pour la partie matériaux et Gilles DETROYAT pour l'usinage plus ou moins facile (selon la couleur de la fonte...) de mes disques. Un grand merci à Benoit CEYTE, élève de troisième année, pour sa collaboration indispensable lors des essais d'usinage instrumenté. Le service entretien et surtout les électriciens Yves BERNAUD et Jérôme RAVAT pour leur aide lors de la conception de certains systèmes de mesure. L'équipe ARTS et en particulier Bertrand COULON pour m'avoir confié la suite de cette étude. Pour finir, je remercie l'ensemble des doctorants présents ou passés avec qui j'ai partagé de nombreux bons moments.

Ces travaux n'auraient bien sûr pas été possibles sans Renault Le Mans qui est à l'origine de ce projet. Je tiens tout d'abord à remercier Alain RIOU pour avoir cru en mes capacités à mener ce projet et pour l'avoir suivi avant de partir vers d'autres contrées. Un grand merci à Eric ALBERTALLI pour son aide, ses conseils et son encadrement permanent tout au long de cette thèse. Je remercie tout particulièrement Franck JOUSSE et Joël HOUBRON pour leurs capacités de résolution de tous types de problèmes à distance et leur soutien indéfectible. Je remercie aussi l'équipe fonderie de Renault Le Mans pour leur aide, leur bonne humeur et leur accueil chaleureux durant mes deux mois passés avec eux. Finalement, je remercie sincèrement la fonderie Vénissieux SAS et plus particulièrement Patrick LAGARDETTE, André MONTMARTIN et l'équipe du laboratoire pour leur aide durant le projet et pour m'avoir permis de faire mes premiers pas dans le monde de la fonderie.

Je souhaite remercier toute ma famille : mes parents, mon frère, ma sœur et mes grands-mères qui m'ont soutenu du début à la fin de ces travaux. Une pensée particulière pour mon grand-oncle Joseph VAUCHERET qui a toujours cru en mes capacités et sans qui je n'en serai sûrement pas là aujourd'hui. Un grand merci aussi à ma traductrice franco-allemand Agnès NICOD. Le meilleur étant toujours pour la fin, c'est avec beaucoup d'émotion que je remercie ma compagne Anne-Lise qui me soutient depuis si longtemps. Son amour, son écoute, son soutien précieux et surtout sa patience m'ont permis de mener à bien ce projet.



# *Table des matières*

I. INTRODUCTION GENERALE .....	1
I.1 Le contexte industriel.....	3
I.2 Le contexte de l'étude .....	3
I.2.1 Le freinage .....	3
I.2.2 Le moyeu-disque et son usinabilité.....	5
I.3 Plan d'étude .....	9
II. ETAT DE L'ART .....	11
II.1 Le matériau : la fonte à graphite lamellaire .....	13
II.1.1 Bref historique de la fonte .....	13
II.1.2 Corrélation entre microstructures et refroidissement des fontes .....	14
II.2 Vieillessement des fontes .....	30
II.2.1 Généralités .....	30
II.2.2 Mécanismes de vieillissement .....	32
II.2.3 Influence des éléments d'addition .....	34
II.2.4 Cinétique du phénomène .....	34
III. TECHNIQUES EXPERIMENTALES DE CARACTERISATION .....	37
III.1 Techniques de suivi de vieillissement.....	39
III.1.1 Dureté .....	39
III.1.2 Micro-dureté.....	48
III.1.3 Fréquences propres.....	50
III.1.4 Résistivité .....	54
III.2 Techniques de caractérisation chimiques et microstructurales .....	60
III.2.1 Analyses micrographiques .....	60
III.2.2 Analyses chimiques.....	61
III.2.3 Analyse thermique.....	62
IV. REALISATION DES ECHANTILLONS .....	65
IV.1 Plaque-modèle fonderie .....	67
IV.1.1 Adaptation des moyeux-disques Renault aux conditions de coulée en laboratoire pour l'élaboration d'échantillons de suivi de vieillissement.....	67
IV.1.2 Dimensionnement des échantillons.....	68
IV.1.3 Création de l'outillage fonderie .....	69
IV.1.4 Contrôle du remplissage et du refroidissement de l'empreinte.....	73
IV.2 Protocole de coulée .....	78
IV.2.1 Moulage .....	78
IV.2.2 Instrumentation des moules .....	80

IV.2.3 Protocole de fusion.....	81
V. CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE ET MECANIQUE : RESULTATS ET DISCUSSION .....	91
V.1 Analyses microscopiques .....	93
V.1.1 Microscopie optique .....	93
V.1.2 Microscopie électronique à balayage .....	97
V.2 Corrélation des techniques de caractérisation lors d'un suivi de vieillissement .....	98
V.2.1 Simulation vibratoire du moyeu-disque .....	98
V.2.2 Corrélation entre suivi par mesure de dureté et par détermination de fréquences propres .....	100
V.3 Essais de vieillissement .....	101
V.3.1 Suivi de vieillissement sur pièces Renault .....	101
V.3.2 Suivis de vieillissement sur échantillons élaborés en laboratoire : recherche des paramètres matière influençant le vieillissement .....	106
V.3.3 Etude cinétique du phénomène.....	120
V.3.4 Conclusions concernant l'étude du vieillissement des fontes .....	122
VI. ESSAIS D'USINAGE INSTRUMENTES .....	129
VI.1 Conditions d'essais .....	131
VI.2 Essais et résultats .....	134
VI.2.1 Couple Outil-Matière .....	134
VI.2.2 Essais de durée de vie de l'outil.....	135
VI.2.3 Essai d'usinage instrumenté : métallurgie N°1 .....	137
VII. CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES .....	139
VII.1 Conclusion générale.....	141
VII.2 Perspectives .....	142
VIII. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....	143

## *Table des figures*

Figure I-1 : Effets sur le véhicule de la répartition des efforts de freinage (communication interne Renault) .....	4
Figure I-2 : Système de freinage avant des véhicules Renault (a) et disque ventilé en coupe (b) .....	4
Figure I-3 : Système de freinage arrière des véhicules Renault (a) et moyeu-disque (b) .....	5
Figure I-4 : Grappe complète de moyeux-disques avec ses systèmes de coulées .....	6
Figure I-5 : Composition chimique et caractéristiques mécaniques de la fonte GL09 selon la norme Renault [REN 2004] .....	6
Figure I-6 : Description de l'ébauche des moyeux-disques : OP120 [JOU 2005] .....	6
Figure I-7 : Description de l'OP140 [JOU 2005] .....	7
Figure I-8 : Cotation fonctionnelle d'un moyeu-disque [CEY 2011] .....	7
Figure I-9 : Outil de finition des pistes (dépinceur) lors de l'OP140 [CEY 2011] .....	8
Figure II-1 : Diagramme Fe-C métastable (a) et stable (b) [BAR 1991] .....	14
Figure II-2 Diagramme Fe-C présentant la transition stable/métastable lors de la solidification d'une fonte [BAR 1991] .....	15
Figure II-3 : Evolution des phases au cours de la solidification de la fonte GL [MAE 1983] .....	15
Figure II-4 : Corrélation entre courbe de refroidissement, sa dérivée et diagramme de phase pour une fonte eutectique .....	16
Figure II-5 : Corrélation entre courbe de refroidissement, sa dérivée et diagramme de phase pour une fonte hyper eutectique .....	16
Figure II-6 : Corrélation entre surfusion et qualité de la germination [STE 2005] .....	17
Figure II-7 : Diagramme d'Ellingham de formation des sulfures (a) et des oxydes (b) [DAT 2005] .....	18
Figure II-8 : Composition d'un nodule d'après Jacobs (à gauche) et d'après Skaland (à droite) [STE 2005] .....	19
Figure II-9 : Mécanismes de croissance du graphite [ALP 2005] .....	19
Figure II-10 : Description des différentes zones de ségrégation [ADR 2004] .....	20
Figure II-11 : Diagramme Fer/carbone stable(a) [BAR 1991] et diagramme ternaire Fer/Carbone/Silicium pour une teneur de silicium de 2.4% (b) [MAE 1983] .....	21
Figure II-12 : Ségrégation du silicium et du manganèse au sein de la fonte [ADR 2004] .....	21
Figure II-13 : Table indiquant l'excès ou non de manganèse en fonction des teneurs en manganèse, en soufre et de l'épaisseur des pièces [CHE 1994] .....	22
Figure II-14 : Description des zones de cisaillement en usinage [BON 2010] .....	23
Figure II-15 : Micrographie d'une fonte GL attaquée au Nital 4%, montrant un sulfure de manganèse [CON 2007] .....	23
Figure II-16 : Diagramme ternaire Fe-Fe <sub>3</sub> C-Fe <sub>3</sub> P simplifié [MAR 1989] .....	24
Figure II-17 : Eutectique phosphoreux schématisé (a) et micrographie d'une fonte GL attaquée à l'hypobromite de sodium, montrant un eutectique phosphoreux (b) [CON 2007].	25



Figure II-18 : Micrographie d'une fonte GL présentant une porosité due à l'excès d'azote (a) et porosités dues à l'excès d'azote (b) [CAS 2009] .....	26
Figure II-19 : Solubilité théorique de l'azote en fonction de la teneur en carbone et de la température du bain de fusion [CAS 2009].....	26
Figure II-20 : Evolution des propriétés mécaniques d'une fonte en fonction du taux d'azote : la résistance à la rupture Rm (a), le module d'élasticité E (b) et résistance à la fatigue (c) [CAS 2009] .....	28
Figure II-21 : Image partielle d'une analyse de longueur des lamelles de graphite pour une fonte GL ayant une teneur en azote de 38 ppm (a) et pour une fonte GL ayant une teneur en azote de 141 ppm (b) [CAS 2009] .....	29
Figure II-22 : Longueur moyenne des lamelles de graphite en fonction de la teneur en azote [CAS 2009] .....	29
Figure II-23 : Influence de l'enrichissement d'une fonte en azote sur son usinabilité et en particulier sur l'usure en dépouille de l'outil [CAS 2009].....	30
Figure II-24 : Nombre de pièces usinées avant usure de l'outil en fonction du temps de maturation [RIC 2003].....	30
Figure II-25 : Etat de surface en fonction du nombre de pièces usinées pour différentes durées de maturation [RIC 2003].....	31
Figure II-26 : Contrainte à rupture d'une fonte grise en fonction du temps de maturation [RIC 2003].....	31
Figure II-27 : Diagramme de phase Fe-N [LAV 2001] .....	32
Figure II-28: Analyse DSC entre un échantillon non-vieilli et un échantillon de fonte enrichie en azote comme référence [RIC 2003] .....	33
Figure II-29 : Equation de prédiction du gain de résistance mécanique des fontes lors du vieillissement [RIC 2006].....	34
Figure II-30 : Cinétique du vieillissement selon une loi d'Avrami (a) et variation de la vitesse du vieillissement en fonction de la température(b) [ANI 2007] .....	35
Figure III-1 : Etalons de dureté après test : Dureté Rockwell (a) et dureté Brinell 10/3000 (b) .....	40
Figure III-2 : Dispersion des essais de dureté Rockwell (a), Brinell 10/3000 (b) et Brinell 5/250 (c) .....	41
Figure III-3 : Procédure du test de dispersion de mesure sur pièce de fonderie .....	42
Figure III-4 : Dispersion des essais de dureté Rockwell (a), Brinell 10/3000 (b), Brinell 5/250 (c) sur pièce en fonte GL 09 et tableau récapitulatif .....	44
Figure III-5 : Cartographie de la dureté sur un moyeu-disque Renault Le Mans en fonte GL09 .....	45
Figure III-6 : Procédure du test de suivi de vieillissement sur moyeu-disque Renault le Mans .....	46
Figure III-7 : Evolution de la dureté lors du vieillissement de pièces Renault issues d'une même coulée : Rockwell (a), Brinell 10/3000 (b) et Brinell 5/250 (c) .....	47
Figure III-8 : Machine de dureté Rockwell et son plateau modifié.....	48

Figure III-9 : Spectre de micro-dureté obtenu sur la matrice perlitique d'une fonte GL09 vieillie, empreinte de mesure non analysable à cause du graphite (a) et empreinte de mesure correcte (b) .....	49
Figure III-10 : Schéma présentant le décalage fréquentiel des fréquences propres durant le vieillissement.....	51
Figure III-11 : Banc de mesure de fréquences propres .....	52
Figure III-12 : Diagramme waterfall relatif à l'essai de répétabilité.....	53
Figure III-13 : Dispersion de mesure observée sur le système de suivi de vieillissement par fréquences propres.....	53
Figure III-14 : Barreau de résistivité préparé .....	55
Figure III-15 : Schéma de principe du système de mesure de résistivité et interface du programme de contrôle [ROS 2006].....	57
Figure III-16 : Corrélation dureté/résistivité observée sur pièce industrielle.....	58
Figure III-17 : Essai de résistivité sur un acier inox stable .....	59
Figure III-18 : Calcul des résistivités théoriques des constituants de la fonte pour les barreaux de l'étude .....	59
Figure III-19 : Analyseur d'azote et d'oxygène EMGA 620W .....	62
Figure III-20 : Déplacement du point eutectique en passant d'une solidification grise à une solidification blanche avec une pastille de tellure [VDP].....	63
Figure III-21 : Différentes formes de surfusion lors de refroidissement d'une fonte et son annulation lors du passage en fonte blanche [VDP] .....	63
Figure IV-1 : Détail d'une grappe de moyeux-disque Renault et de son système d'alimentation .....	70
Figure IV-2 : Schéma présentant le fonctionnement d'un système « cul d'œuf ».....	71
Figure IV-3 : Détail de la plaque-modèle inférieure .....	71
Figure IV-4 : Détail de la plaque-modèle supérieure .....	72
Figure IV-5 : Centrage des châssis sur les plaques-modèles .....	72
Figure IV-6 : Moule inférieur (a), moule supérieur (b) et pièces obtenues (c) .....	73
Figure IV-7 : Modélisation numérique des pièces d'essais et du système d'alimentation.....	73
Figure IV-8 : Maillage des pièces pour la simulation numérique .....	74
Figure IV-9 : a) Température des pièces et b) fraction liquide en fin de remplissage .....	75
Figure IV-10 : Evolution de la fraction liquide lors du refroidissement .....	76
Figure IV-11 : Position des thermocouples dans le moule lors de la coulée instrumentée de validation thermique.....	76
Figure IV-12 : Courbes de refroidissement des différents éléments de l'empreinte (a), zoom sur le palier eutectique (b) et zoom sur le remplissage (c).....	78
Figure IV-13 : Malaxeur automatisé pour l'obtention de sable à vert .....	79
Figure IV-14 : Machine de moulage « secousse-pression ».....	80
Figure IV-15 : Moule instrumenté (a) et détail du positionnement du thermocouple dans le moule (b) .....	81

Figure IV-16 : Four de coulée .....	82
Figure IV-17 : Poche et brancard de coulée (a) et préchauffe de la poche de coulée (b) .....	82
Figure IV-18 : Détail d'un chargement type .....	84
Figure IV-19 : Rendements d'addition pour l'ajout de manganèse, phosphore, soufre, étain et titane .....	85
Figure IV-20 : Résultats de l'analyse thermique pour la coulée d'essai .....	86
Figure IV-21 : Rendements d'addition pour l'ajout de carbone et de silicium .....	86
Figure IV-22 : Rendements d'addition pour l'ajout d'azote à la poche .....	87
Figure IV-23 : Addition d'azote à la poche lors d'une coulée .....	87
Figure IV-24 : Relation entre teneur en azote et santé matière .....	88
Figure IV-25 : Disques ayant une teneur en azote de plus de 200 ppm : porosités visibles ....	88
Figure IV-26 : Feuille Excel permettant le calcul de la quantité des différents éléments d'addition pour chaque coulée .....	89
Figure IV-27 : Compositions des différentes fontes élaborées (les numéros de coulées font référence aux conditions définies dans la figure V-16).....	89
Figure IV-28 : Schéma explicatif de la procédure de coulée utilisée lors de cette étude.....	90
Figure V-1 : Présentation de la découpe des moyeux-disques (a) et des échantillons obtenus (b) .....	93
Figure V-2 : Résultats de la cartographie du graphite sur une grappe de moyeu-disque.....	94
Figure V-3 : Profondeur des différentes zones graphitiques .....	95
Figure V-4 : Observation de la matrice perlitique.....	96
Figure V-5 : Profondeur des différentes zones microstructurales (grandissement X100) .....	97
Figure V-6 : Sulfure de manganèse dans la matrice (a) et son analyse EDS (b).....	98
Figure V-7 : Fréquences propres d'un moyeu-disque obtenues par sonnage.....	99
Figure V-8 : Fréquences propres d'un moyeu-disque obtenues par simulation numérique.....	99
Figure V-9 : Comparaison des fréquences propres théoriques et expérimentales .....	100
Figure V-10 : Essai de corrélation entre techniques de suivis de vieillissement .....	101
Figure V-11 : Procédure du test de suivi de vieillissement par mesure de dureté .....	102
Figure V-12 : Suivis de vieillissement par mesure de dureté sur moyeux-disques Renault ..	103
Figure V-13 : Influence de la température de maturation sur le vieillissement de la fonte ...	104
Figure V-14 : Influence de la vitesse de refroidissement sur le vieillissement de la fonte ....	105
Figure V-15 : Table des différents teneurs en azote et en titane lors des essais de suivis de vieillissement en laboratoire et explications .....	106
Figure V-16 : Plan d'essais mis en place en laboratoire lors des essais de suivis de vieillissement.....	107
Figure V-17 : Moules instrumentés lors d'une coulée de fonte en laboratoire .....	108
Figure V-18 : Composition chimique de la fonte lors de l'essai de mise en évidence de l'influence de la vitesse de refroidissement sur le vieillissement .....	108

Figure V-19 : Résultats montrant l'influence de la vitesse de refroidissement sur le vieillissement de la fonte.....	111
Figure V-20 : Synthèse des résultats montrant l'influence de la vitesse de refroidissement sur le vieillissement.....	111
Figure V-21 : Composition chimique de la fonte lors de l'essai de mise en évidence de l'influence de la teneur en titane sur le vieillissement .....	112
Figure V-22 : Résultats montrant l'influence de la teneur en titane sur le vieillissement de la fonte.....	114
Figure V-23 : Composition chimique de la fonte lors de l'essai de mise en évidence de l'influence de la teneur en azote sur le vieillissement.....	115
Figure V-24 : Résultats obtenus lors des suivis de dureté à température ambiante et à 80°C	115
Figure V-25 : Résultats montrant l'influence de la teneur en azote sur le vieillissement de la fonte.....	117
Figure V-26 : Synthèse des résultats montrant l'influence de la teneur en azote sur le vieillissement.....	117
Figure V-27 : Composition chimique de la fonte lors de l'essai de mise en évidence de l'influence couplée de la teneur en azote et en titane sur le vieillissement.....	118
Figure V-28 : Résultats montrant l'influence couplée de la teneur en azote et en titane sur le vieillissement de la fonte.....	119
Figure V-29 : Synthèse des résultats montrant l'influence couplée de la teneur en azote et en titane sur le vieillissement de la fonte .....	120
Figure V-30 : Cinétique de vieillissement en fonction de la température de maintien (a) et de la teneur en azote libre (b).....	121
Figure V-31 : Synthèse des résultats obtenus lors de cette étude.....	122
Figure V-32 : Diagramme d'Ellingham de formation des nitrures <b>[GAT 1974]</b> .....	124
Figure V-33 : Influence de l'azote libre sur le vieillissement : suivis par mesure de dureté (a) et par fréquences propres (b).....	125
Figure V-34 : Equations tirées du modèle de prédiction de l'évolution des caractéristiques mécaniques et du temps de vieillissement en fonction du taux d'azote libre.....	126
Figure V-35 : Modèle de prédiction de l'évolution des caractéristiques mécaniques et du temps de vieillissement en fonction du taux d'azote libre .....	127
Figure VI-1 : Pièces utilisées pour les essais d'usinabilité .....	131
Figure VI-2 : Plan des plaquettes (a) et du porte-outil (b) utilisés lors de cette étude.....	132
Figure VI-3 : Tour à commande numérique instrumenté pour les usinages (a) et montage de mesure de rugosité in-situ (b).....	133
Figure VI-4 : Représentation des efforts de coupe lors du dressage des disques <b>[CEY 2011]</b> .....	134
Figure VI-5 : Evolution de la vitesse de coupe lors d'un dressage à vitesse de broche constante.....	134
Figure VI-6 : Résultats du couple outil-matière <b>[CEY 2011]</b> .....	135
Figure VI-7 : Evolution de l'usure en dépouille en fonction de la longueur usinée <b>[CEY 2011]</b> .....	136

Figure VI-8 : Courbe de durée de vie type d'un outil [POU 1999] .....	136
Figure VI-9 : Evolution des efforts de coupe en fonction de la longueur usinée durant l'essai de durée de vie de l'outil [CEY 2011] .....	137
Figure VI-10 : Evolution des efforts de coupe en fonction de la longueur usinée durant l'usinage instrumenté de la métallurgie N°1 [CEY 2011] .....	138

# ***I. INTRODUCTION GENERALE***



# *Introduction générale*

## *1.1 Le contexte industriel*

Depuis 2008, le groupe Renault a mis en place une politique de relocalisation de la fabrication de certaines pièces essentielles à la production des véhicules. Cette démarche a pour but d'assurer la qualité et l'approvisionnement des pièces. Cette politique a conduit aux rachats de certaines filiales abandonnées dans les années 1980 et à un investissement massif sur ces divers sites de production. Auto-Châssis International, devenu Renault Le Mans, fait partie intégrante de ces sites : cela a abouti à la construction d'un nouveau chantier de moulage fonderie d'une capacité de 40 000 pièces/jour et de nouvelles lignes d'usinage. Grâce à ces investissements, la quasi-totalité des rotors de frein (disques, moyeux-disques et tambours) du groupe Renault sont fabriqués et usinés sur le site du Mans.

Cependant, afin de faire face à la concurrence étrangère, l'optimisation de la chaîne de production des pièces de freinage doit être maximale. Les performances atteintes, principalement dans le domaine de l'usinage de pièces en fonte, doivent être en permanence améliorées afin de garantir la compétitivité des entreprises. Cette exigence est d'autant plus forte lorsqu'il s'agit de pièces produites en très grande série. Les processus d'usinage toujours plus performants et plus exigeants mis en œuvre pour la production de ces pièces deviennent de plus en plus sensibles à la qualité des pièces brutes obtenues par fonderie en moule sable. Afin de respecter ces exigences et pour garantir la qualité des pièces, des spécifications strictes ont été définies pour les bruts. Toutefois, malgré un respect du cahier des charges fonderie, des difficultés sont rencontrées au cours de l'opération d'usinage. Elles se traduisent par :

- une usure prématurée des outils coupants qui génère un surcoût important.
- un taux de rebut des pièces trop élevé.
- la nécessité d'un stockage de bruts couteux de 10 jours entre les étapes de fonderie et d'usinage pour les résoudre partiellement.

## *1.2 Le contexte de l'étude*

### *1.2.1 Le freinage*

Afin de comprendre au mieux les problèmes d'usinabilité rencontrés par Renault Le Mans et ayant abouti à cette thèse, il est nécessaire de faire un rappel de la fonction freinage d'un véhicule et en particulier de la différence entre le freinage avant et arrière.

La principale différence entre le freinage avant et arrière réside dans la répartition des efforts de freinage. Afin de conserver la maîtrise totale du véhicule, il faut éviter le blocage des roues arrière qui entraînerait la perte de direction du véhicule : il faut donc équilibrer les charges de freinage afin d'obtenir une répartition de 80% des efforts à l'avant et 20% des efforts à l'arrière. Cette répartition des efforts de freinage entraîne un phénomène connu de tous les conducteurs visible sur la figure I-1 :

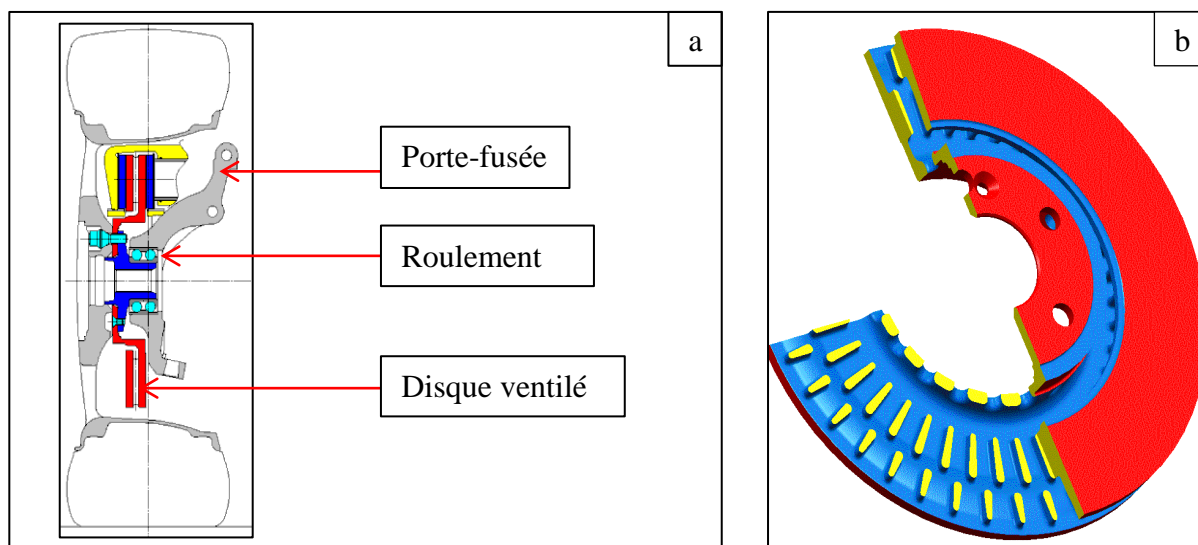




*Figure I-1 : Effets sur le véhicule de la répartition des efforts de freinage (communication interne Renault)*

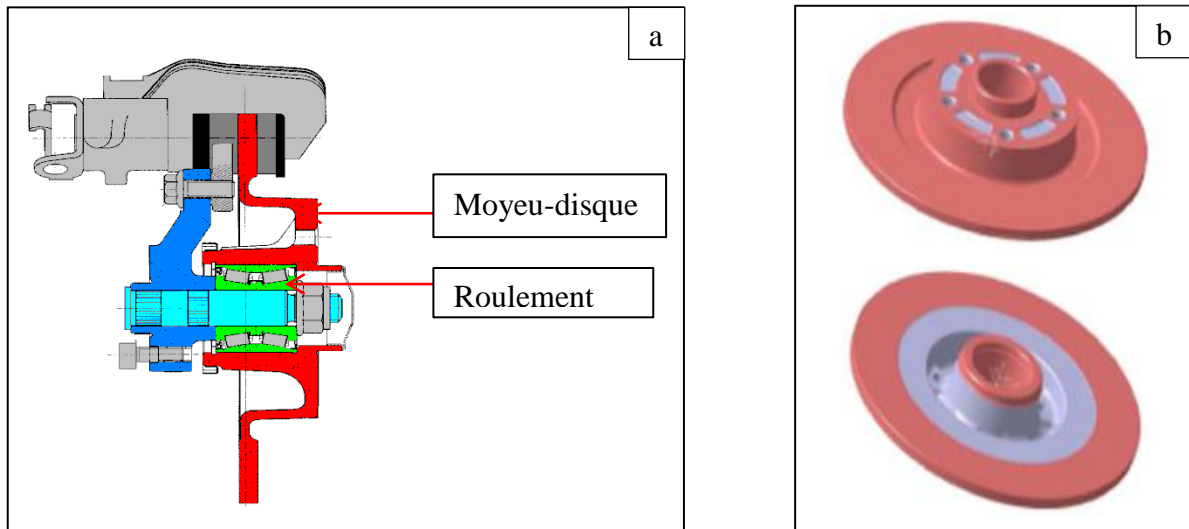
Cette différence de répartition des efforts de freinage va conduire à des choix différents de rotors de freins entre l'arrière et l'avant.

- A l'avant, les efforts étant plus importants, les rotors de freins vont être plus sollicités et vont devoir évacuer une quantité de chaleur importante produite à chaque freinage. A cause de cette contrainte thermique, la métallurgie et la géométrie des pièces vont devoir être adaptées : les disques ventilés vont donc être privilégiés. Ces pièces sont en fonte à haut carbone (hyper eutectique) dite fonte GL11 chez Renault afin d'augmenter la quantité de graphite dans les pièces pour une meilleure conduction thermique. A cause des forts efforts radiaux de freinage, les rotors de frein avant sont dans l'incapacité d'assurer la fonction de « moyeu non moteur » c'est-à-dire l'intégration du roulement de l'arbre d'entraînement moteur. Cette fonction introduirait des efforts axiaux sur le disque : de par sa conception et sa fonte plus fragile, le disque ne supporterait pas ces efforts. Le montage des disques avant sur le véhicule introduit donc une pièce supplémentaire : le porte-fusée en fonte GS pour pouvoir récupérer tous les efforts. La figure I-2 montre la partie avant du système de freinage.



*Figure I-2 : Système de freinage avant des véhicules Renault (a) et disque ventilé en coupe (b)*

- A l'arrière, comme indiqué précédemment, les efforts de freinage sont moindres. Il est donc possible d'intégrer la fonction « moyeu non moteur » dans la conception des pièces (figure I-3). Pour ce faire, il faut adapter la métallurgie à cette contrainte : la diminution de la teneur en carbone des pièces est obligatoire afin de rendre la fonte plus tenace. La fonte de ces pièces va être quasi eutectique afin de maximiser ses caractéristiques mécaniques : elle sera désignée fonte GL09 (norme Renault) et sera la fonte étudiée lors de ce travail. Pour le freinage arrière, deux types de rotors sont utilisables : les moyeux-tambours et les moyeu-disques. Cependant, afin de répondre aux contraintes esthétiques de plus en plus importantes pour les pièces de freinage (jante évidée = pièces de freinage visibles), les moyeu-disques sont de plus en plus employés sur les véhicules.



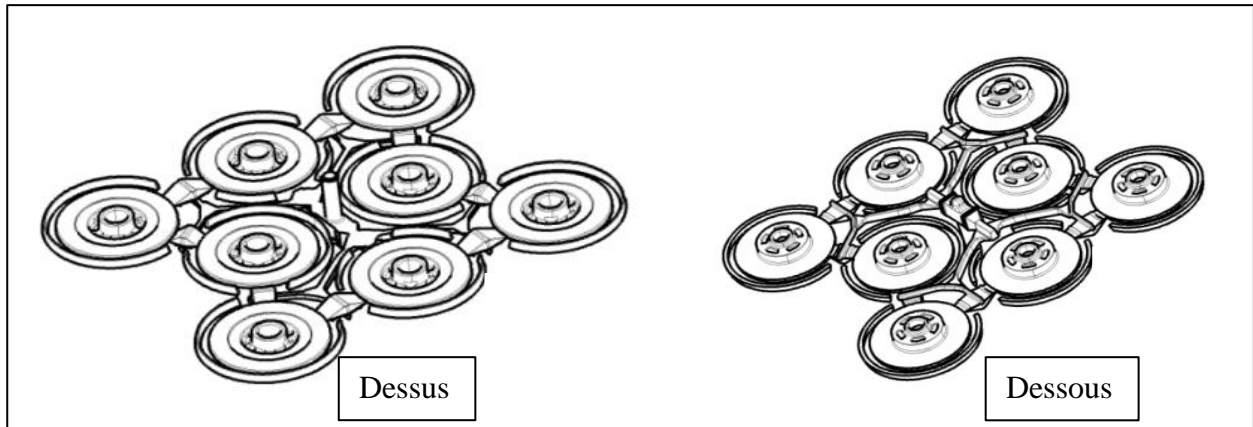
*Figure I-3 : Système de freinage arrière des véhicules Renault (a) et moyeu-disque (b)*

## ***1.2.2 Le moyeu-disque et son usinabilité***

Dans cette étude, le cas du moyeu-disque va être spécialement abordé. En effet, les principaux problèmes d'usinabilité rencontrés sur les lignes de production de Renault Le Mans sont concentrés sur cette pièce. Afin de tenter d'éliminer ces problèmes, Renault a décidé de mettre en place cette thèse afin de mettre en évidence l'influence du matériau (vieillesse, composition chimique...) sur l'usinabilité des pièces. Avant d'aborder en détail l'étude du comportement de la fonte GL09, il est nécessaire de revenir sur la fabrication des pièces et sur leurs problèmes d'usinabilité.

### ***1.2.2.1 Fabrication des pièces***

Les moyeu-disques sont coulés par grappes de 8 à 12 pièces par moule en fonction de leur diamètre. Le moulage et la coulée des pièces se font sur un chantier dit « à plat » c'est-à-dire que les pièces sont moulées et coulées horizontalement (figure I-4).



*Figure I-4 : Grappe complète de moyeux-disques avec ses systèmes de coulées*

Comme indiqué précédemment, l'alliage utilisé pour la fabrication des pièces est la fonte GL09. Cette fonte correspond à une fonte GL 200 classique (norme ISO) avec une dureté moyenne de 220 HB et une résistance mécanique  $R_m = 200$  MPa. La composition de la fonte est précisée sur la figure I-5 [REN 2004] :

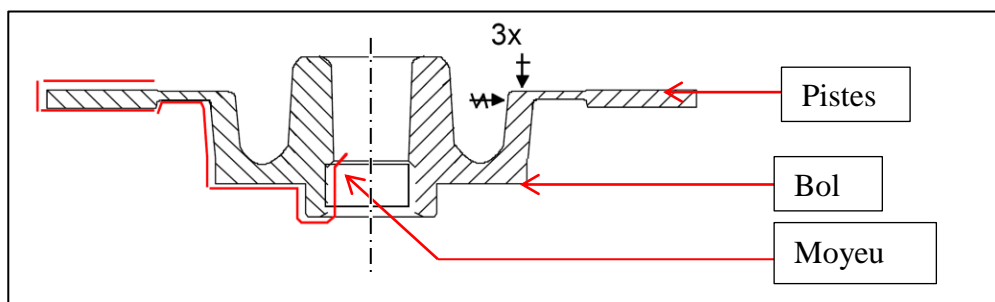
Symbole	Désignation	Exemples d'emploi	Composition chimique en %										Structure micrographique *		Caractéristiques mécaniques *	
			C	Si	Mn	S	P	Divers **					Graphite	Matrice	Dureté	Traction $R_m$
								Cr	Sn	Cu	Ni	Mo				
GL 09	- Fonte GL de frottement	- Disques - Tambours - Moyeux -disques - Moyeux -tambours	3,20 3,50	1,80 2,40	0,50 0,90	< 0,15	< 0,10	< 0,35	< 0,10	< 0,60	< 0,20	< 0,10	I A4-5 B < 10% D + E < 5%	Perlitique : - ferrite < 5 % - cémentite < 5 %	HB 197-241	> 200 MPa

*Figure I-5 : Composition chimique et caractéristiques mécaniques de la fonte GL09 selon la norme Renault [REN 2004]*

### ***1.2.2.2 Usinage des pièces***

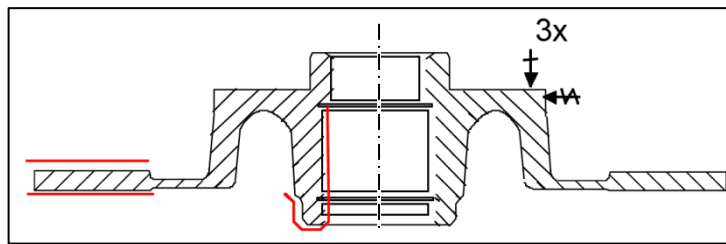
L'usinage des moyeux-disques se fait en trois opérations distinctes. Lors du cycle d'usinage, la deuxième opération est la plus critique c'est pourquoi elle sera traitée plus longuement.

- La première opération est l'ébauche, appelée OP120. Lors de cette opération, l'ébauche des pistes (zones de contact entre les plaquettes de frein et le moyeu-disque), du bol (zone d'attachement et de centrage du moyeu-disque sur la roue) et d'une partie du moyeu est réalisée comme indiqué sur la figure I-6.



*Figure I-6 : Description de l'ébauche des moyeux-disques : OP120 [JOU 2005]*

- La deuxième opération consiste à usiner le reste de la partie moyeu ainsi que la finition des pistes : c'est l'OP140 (figure I-7). Cette opération est la plus critique du process car elle concentre l'ensemble des problèmes d'usinabilité que nous décrirons dans le paragraphe suivant.

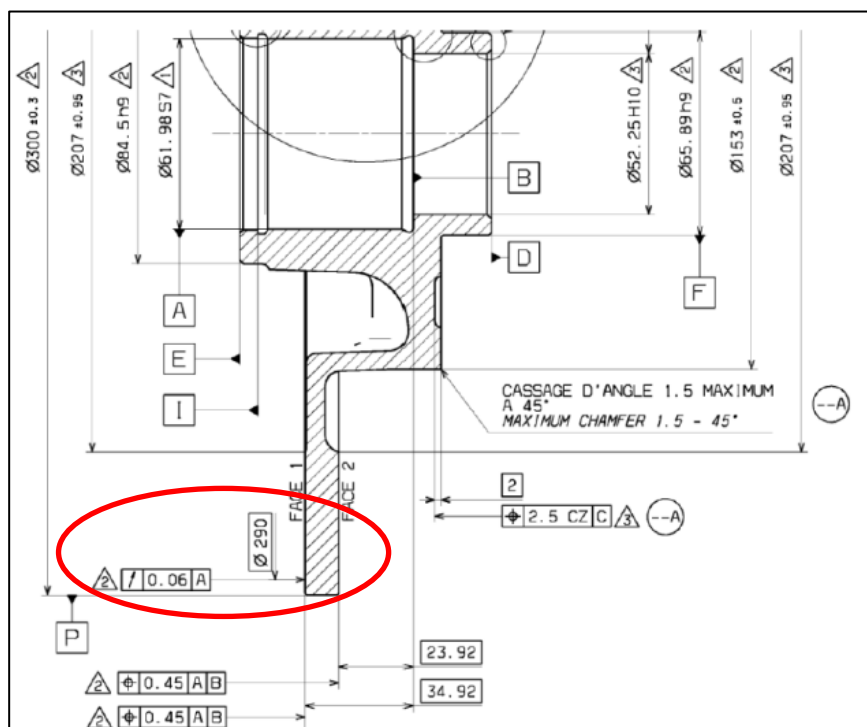


*Figure I-7 : Description de l'OP140 [JOU 2005]*

- La dernière opération ne pose aucun problème d'usinabilité. Cette opération consiste à percer et à tarauder cinq fois le bol afin d'assurer la fixation du moyeu-disque sur la roue.

### ***1.2.2.3 Problème d'usinabilité lors l'OP140***

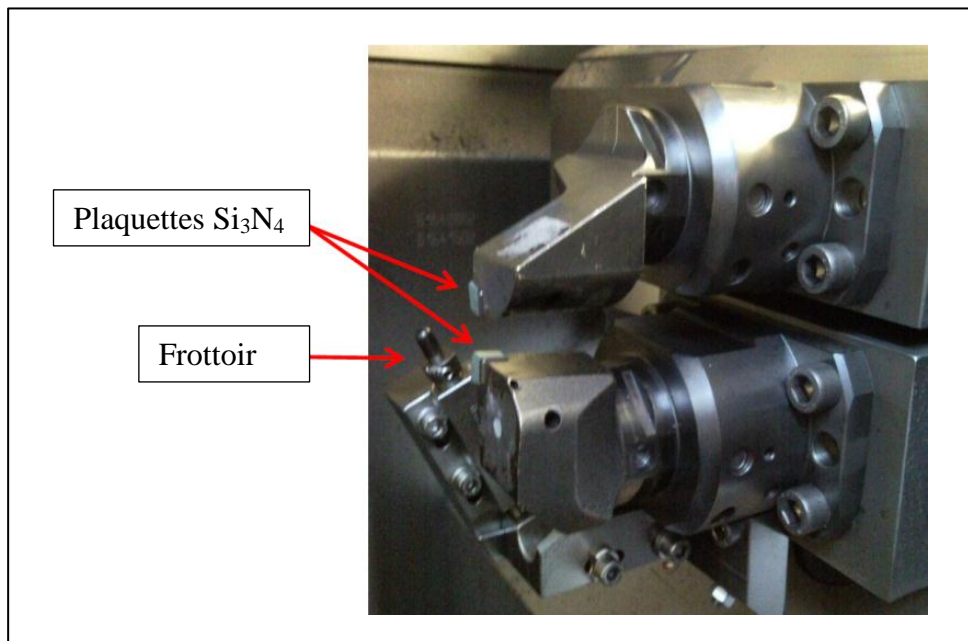
Cette opération est la plus critique du process d'usinage pour les outils comme pour les pièces. En effet, c'est à sa suite que la plupart des défauts apparaissent. Les principaux défauts pièces concernent la finition des pistes et la portée de roulement. Ces phases d'usinage entraînent beaucoup de rebuts car les tolérances sont faibles et l'impact sur le véhicule peut s'avérer rédhibitoire au montage ou plus grave pour le consommateur. Pour commencer, il est nécessaire de présenter un extrait du dessin de définition d'un moyeu-disque pour comprendre l'ensemble des contraintes de fabrication (figure I-8) :



*Figure I-8 : Cotation fonctionnelle d'un moyeu-disque [CEY 2011]*

Le problème principal concerne la finition des pistes car il n'affecte pas seulement la pièce mais aussi les outils. L'opération de finition des pistes se fait avec un dépinneur, visible sur la figure I-9, qui permet d'usiner en même temps les deux pistes afin de minimiser les défauts de parallélisme des pistes. De plus, l'outil est équipé d'un frottoir afin de stabiliser la dynamique de la coupe et d'éviter les vibrations de la pièce. Les outils utilisés sont des plaquettes en nitrures de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) adaptées à l'usinage à sec des fontes, possible grâce à la présence de graphite qui joue le rôle de lubrifiant solide. Les conditions de coupe sont les suivantes :

- vitesse de coupe  $V_C = 900$  m/min.
- avance par tour  $f = 0.35$  mm.
- profondeur de passe  $a_p = 0.4$  mm.



*Figure I-9 : Outil de finition des pistes (dépinneur) lors de l'OP140 [CEY 2011]*

Cette opération présente trois problèmes récurrents qui peuvent s'avérer complémentaires et/ou interdépendants.

- Le premier défaut se situe sur la pièce et concerne surtout l'état de surface des pistes. Il s'agit d'un problème qui influera directement la capacité de freinage du véhicule. A la suite de l'opération de finition des pistes, la contrainte d'état de surface de la pièce est très serrée car la rugosité  $R$  doit être inférieure à  $10\mu\text{m}$  afin de garantir un serrage optimal des plaquettes de frein sur le moyeu-disque. Le respect de cette tolérance entraîne un changement d'outil assez important.

- Le second défaut est un défaut géométrique des pièces. Il s'agit du défaut de battement de la pièce, autrement appelé le défaut de chips. Le battement des pistes est un défaut d'irrégularité d'épaisseur mesuré sur un diamètre défini de la pièce. Il s'agit de la cote fonctionnelle entourée sur la figure I-8. Ce défaut est très important car il peut conduire au brouttement lors du freinage. Le brouttement est dû au frottement de la plaquette sur la piste de frein avec des variations de pression/couple excessives dues à une variation d'épaisseur de piste du disque de frein trop importante sur la circonférence. Elle conduit à la vibration de la

colonne de direction et donc du volant. Ce défaut est à proscrire sur véhicule car il donne une image de non-qualité aux clients.

- Le dernier défaut est la vibration de la pièce lors de l'usinage. Il est problématique car il conduit non seulement au rebut de la pièce (état de surface et battement non conformes) mais aussi à la dégradation très rapide voire à la casse des outils de coupe. De plus, ce phénomène est très difficilement prévisible et est renforcé par la géométrie de la pièce qui ressemble à une cloche.

En analysant les performances des lignes d'usinage, Renault Le Mans a constaté une usure excessive des outils de coupe. Leur changement est piloté par l'état de surface des pièces. Plus les plaquettes sont usées, plus l'état de surface se détériore : les plaquettes sont donc changées quand  $R > 10 \mu\text{m}$  sur les pistes. Le fréquentiel de changement outil attendu pour avoir un rendement économique acceptable est de 150 cycles. Dans les faits, le fréquentiel outil est en moyenne d'une centaine de cycles et il n'est pas rare, lors de l'usinage de certains lots, d'observer des changements d'outil au bout de 10 ou 15 cycles sans en connaître la raison. Le surcout outil sur l'ensemble des lignes de production de Renault Le Mans est donc assez conséquent (entre 100 et 200 k€ par an) auquel il faut ajouter les surcouts dus à la casse outil lors de l'apparition de vibration pendant l'OP140.

Après avoir analysé l'ensemble des conditions de coupe et en avoir testé de nouvelles, le fréquentiel outil ne s'est pas amélioré et les changements n'ont pas apporté les effets escomptés. L'unique paramètre n'ayant pas été pris en compte est l'interaction de la matière avec le process d'usinage. La seule mesure efficace sur l'usinabilité, décidée de manière empirique, a été le stockage des pièces après coulée pendant une période de 10 jours. Cette période de vieillissement a permis de connaître moins de crises d'usinabilité mais n'a toutefois pas résolu l'ensemble des problèmes.

### ***1.3 Plan d'étude***

Le but de cette étude est donc de connaître l'influence de la matière sur le process d'usinage en déterminant le rôle et les mécanismes du vieillissement des pièces sur l'usinabilité. La première étape de ce travail a été de procéder à un examen métallographique des pièces de fonderie afin de mettre en évidence d'éventuels défauts, hétérogénéités de structure... pouvant conduire à une dégradation de leur usinabilité.

Afin de pouvoir comprendre le vieillissement de la fonte, il a été nécessaire de développer des techniques de mise en évidence et de suivi du vieillissement. Il a fallu, tout d'abord, déterminer l'ensemble des techniques susceptibles de permettre l'observation de ce phénomène et compatible avec le matériau étudié. Dans cette partie, la démarche a été de favoriser le suivi temporel du vieillissement : le suivi de l'évolution de ces grandeurs caractéristiques de la fonte au cours du temps était indispensable afin de pouvoir qualifier et quantifier au mieux le vieillissement.

Une fois les techniques de suivi définies, il a fallu essayer de trouver quels paramètres régissent le vieillissement des fontes afin d'en identifier les mécanismes. Une étape nécessaire a été de mettre au point un protocole de coulée de pièces en fonderie laboratoire, répétable et représentatif au maximum du process fonderie industriel.

Le plan de ce manuscrit rendant compte de ces essais sera le suivant : après la présente introduction, un deuxième chapitre sera consacré à une étude bibliographique destinée à mieux connaître le matériau et son comportement. Le troisième chapitre présentera l'ensemble des techniques de caractérisation retenues durant cette thèse. Ensuite, le quatrième chapitre détaillera la réalisation des échantillons en fonderie ; celui-ci sera divisé en deux parties : la première traitera de la géométrie des éprouvettes au travers de la création d'outillage (plaques-modèles) et la seconde décrira le process fonderie aboutissant à l'obtention de brut. La compréhension du vieillissement se fera au travers du cinquième chapitre. Ce dernier détaillera l'ensemble des résultats issus des suivis de vieillissement de différentes fontes. Le sixième chapitre est complémentaire du précédent puisqu'il décrira des essais d'usinage instrumenté de fontes ayant un vieillissement connu. Pour finir, le dernier chapitre fera état des conclusions générales de cette étude ainsi que des perspectives qu'elle ouvre.

## ***II. ETAT DE L'ART***





# *Etat de l'art*

## *II.1 Le matériau : la fonte à graphite lamellaire*

### *II.1.1 Bref historique de la fonte*

La fonte est un matériau assez ancien : la première pièce connue en fonte est un lion produit en Chine en 502 avant J.C. Cependant, l'introduction de la fonte en Europe a été assez tardive puisqu'elle remonte seulement au Moyen Age (environ 1200 après J.C.) [ELI 1978]. La production de la fonte se faisait alors dans des hauts-fourneaux à charbon de bois, ce qui donnait un métal très riche en soufre. Ce n'est qu'en 1709 qu'Abraham Darby résolut ce problème en réalisant la première coulée de fonte à base de coke. Malgré cette avancée technologique, la production de fonte à partir de charbon de bois, réputée de meilleure qualité, persista en grande partie à cause du protectionnisme économique des pays producteurs de bois comme la France ou l'Allemagne. Les premiers grands ouvrages réalisés en fonte datent des 17<sup>ième</sup> et 18<sup>ième</sup> siècles avec les canalisations des égouts de Versailles en 1681 et le pont de Coalbrookdale en Angleterre en 1779 par Abraham Darby III. A partir de la fin du 18<sup>ième</sup> la fonte devint l'un des matériaux majeurs de la révolution industrielle. Malgré son utilisation depuis le Moyen Age, la connaissance de ce métal resta toutefois très limitée. En effet, seuls deux types de fontes pouvaient être distingués à l'époque en fonction du faciès de leur rupture : la fonte blanche qui doit sa couleur aux carbures qui la composent et la fonte dite grise à cause du graphite présent dans celle-ci [STE 2005].

Ce n'est qu'à partir de 1860 que la connaissance de la fonte a fait une de ses plus grandes avancées grâce à la démocratisation du microscope. Celui-ci a en effet permis au métallurgiste de pouvoir observer la microstructure de la fonte et de voir pour la première fois la forme lamellaire du graphite. Cependant, malgré son utilisation, il aura fallu attendre 1896 pour que la fonte soit réellement reconnue au travers de la première publication qui lui a été consacrée par le "Journal of the American Foundrymen's Association" [STE 2005]. Cet article évoquait les différentes propriétés de la fonte en ces mots : " *Les propriétés physiques des pièces de fonderie sont les retassures, sa résistance, son durcissement, sa trempe et sa dureté*" [AFS 1896]. De plus, dans cette parution, le journal faisait aussi états des différents tests qu'il fallait appliquer à la fonte pour la caractériser " *Les tests de traction ne doivent pas être utilisés pour les pièces de fonderie, mais doivent être limités aux aciers et autres matériaux ductiles. Les tests de compression peuvent être faits, bien qu'ils soient généralement négligés [...]*" Après cette reconnaissance, il aura fallu attendre les années 1940, soit plus de 50 ans, pour voir l'une des nouvelles découvertes majeures concernant la fonte : l'élaboration de la fonte à graphite sphéroïdal. Cette trouvaille a été faite indépendamment par trois chercheurs : Adey et Millis entre 1938 et 1940. Pour finir, la dernière grande avancée a été la découverte du graphite vermiculaire dans les années 70 [NEC 1982]. Cette dernière a permis de comprendre pleinement la relation qui existe entre le magnésium et la forme du graphite dans la fonte [STE 2005].

Malgré une arrivée tardive en Europe et une forte croissance de sa production seulement au moment de la révolution industrielle, la fonte est de nos jours un des matériaux les plus utilisés dans l'industrie quelle que soit la forme du graphite :

- dans le secteur automobile et les tuyauteries principalement pour la fonte à graphite sphéroïdal ou fonte GS.
- les bâtis, les blocs moteurs, les radiateurs entre autres pour la fonte à graphite lamellaire ou fonte GL.

La principale raison de la longévité de l'utilisation de fonte dans l'industrie est l'importante plage de caractéristiques physiques et mécaniques que ce matériau offre avec un coût de production des plus compétitif.

## II.1.2 Corrélation entre microstructures et refroidissement des fontes

### II.1.2.1 Généralités

Afin de mieux comprendre la microstructure des fontes, il faut commencer par se référer au diagramme Fe-C stable. La figure II-1 présente les diagrammes stable et métastable ainsi que les phases en présence. De plus, pour mieux comprendre la solidification de la fonte dans le domaine stable, il faut introduire la notion de carbone équivalent. Le carbone équivalent traduit la notion de participation du silicium et du phosphore à la solidification de la fonte en jouant le même rôle que le carbone avec une efficacité respective de 25 et 50% par rapport au carbone d'où l'équation du carbone équivalent suivante :  $C_{eq} = (C + \frac{Si}{4} + \frac{P}{2})$  [HEC 1986].

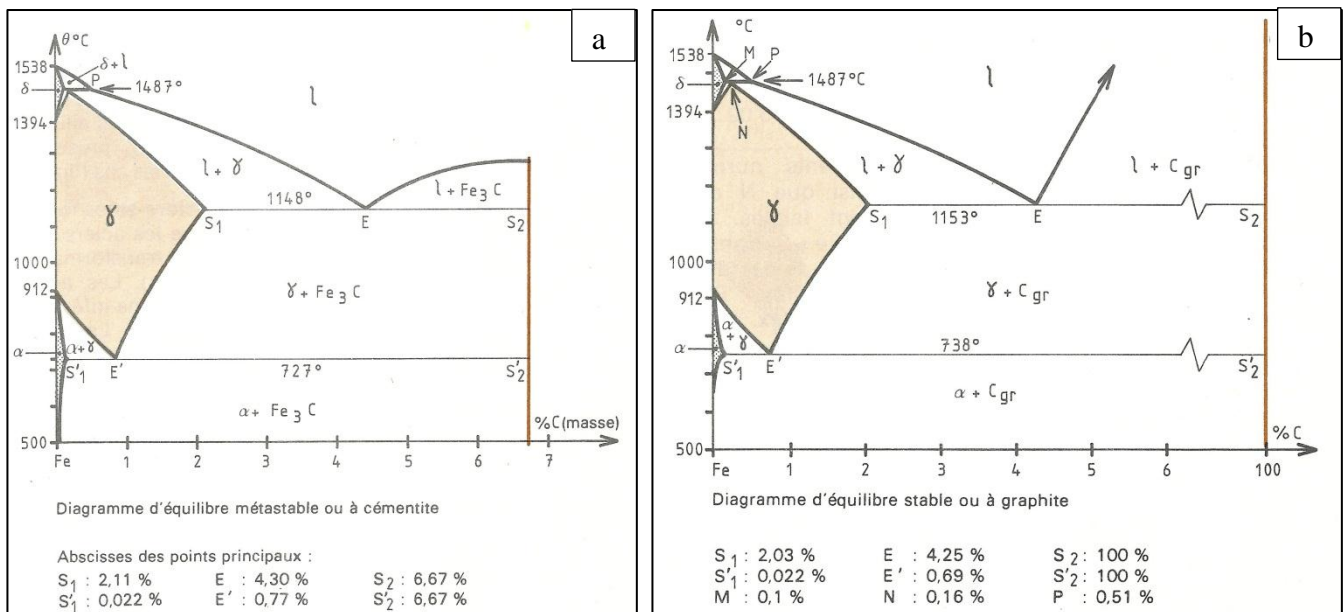
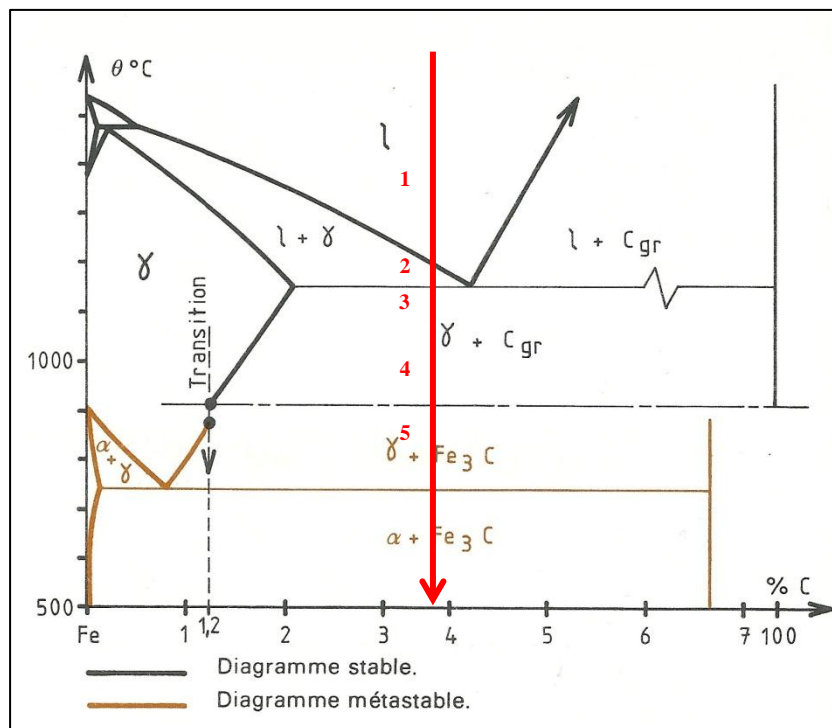


Figure II-1 : Diagramme Fe-C métastable (a) et stable (b) [BAR 1991]

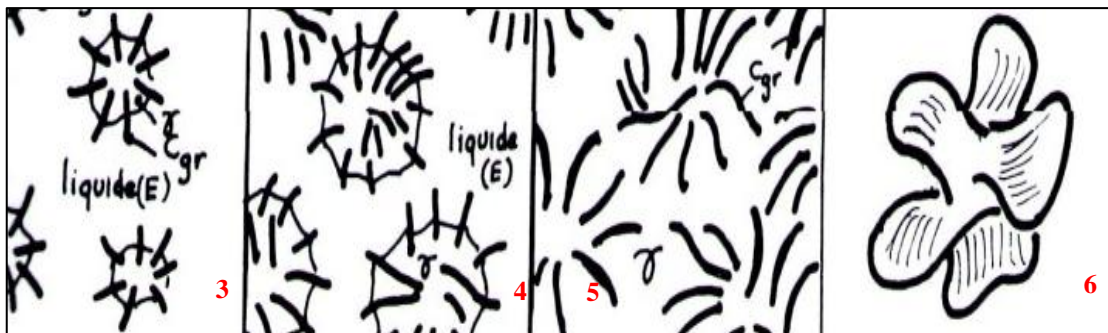
Lors du refroidissement de la fonte de l'état liquide à l'état solide, différentes transformations surviennent dont dépendent la microstructure et les caractéristiques du produit fini. L'ordre dans lequel se déroulent les transformations dépend du carbone équivalent.

Les fontes GL utilisées pour la fabrication de rotors de frein sont principalement de composition hypo-eutectique ou eutectique. Les figures II-2 et II-3 illustrent le présent paragraphe décrivant la solidification d'une fonte hypo-eutectique. En conséquence, la première phase à solidifier est l'austénite primaire. Au commencement, toute la matière est liquide (1), on a donc une seule phase. Au passage du liquidus, la solidification de l'austénite primaire se fait sous forme de dendrite (2). Ensuite, on assiste à formation des lamelles de graphites autour des sites de germination formés par l'inoculation et donc la solidification du constituant eutectique (3) (austénite + graphite) sous la forme d'une gaine d'austénite entourant les lamelles de graphite. Par la suite la cellule eutectique grandit autour des lamelles de graphite qui croissent elles aussi par diffusion du carbone à travers la couche austénitique (4). Enfin, toute la matière est solidifiée. Au passage du palier eutectoïde, une ultime transformation prend place changeant l'austénite en perlite (5). La solidification se fait alors dans le domaine métastable.



*Figure II-2 Diagramme Fe-C présentant la transition stable/métastable lors de la solidification d'une fonte [BAR 1991]*

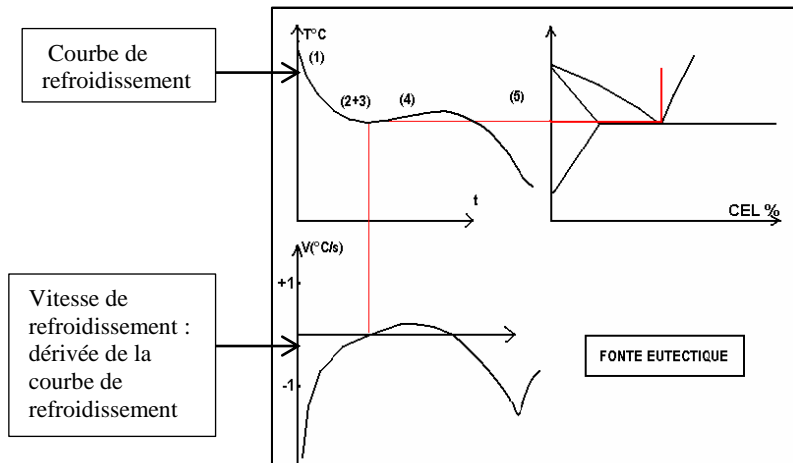
Pour terminer, une rosette de graphite dans l'espace est présentée sur la figure II-3 (6)



*Figure II-3 : Evolution des phases au cours de la solidification de la fonte GL [MAE 1983]*

Nous pouvons maintenant étudier de plus près la courbe de refroidissement afin d'identifier les zones caractéristiques. La numérotation utilisée dans le paragraphe précédent demeure toujours valable :

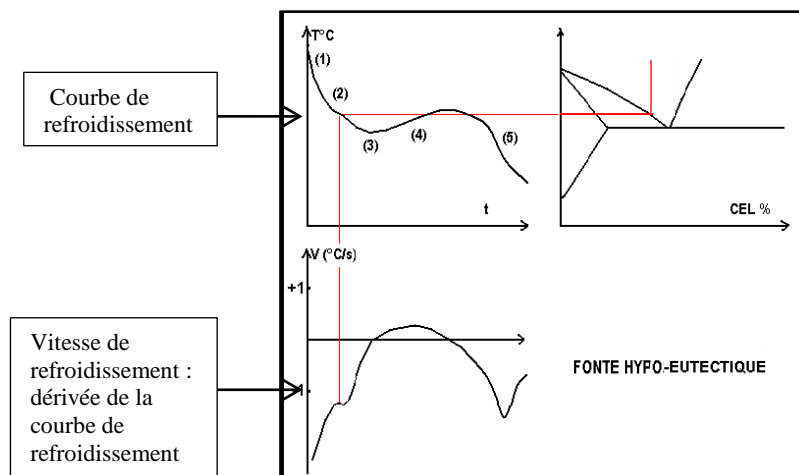
- Fonte eutectique  $4.25 < C_{eq} < 4.5$



*Figure II-4 : Corrélation entre courbe de refroidissement, sa dérivée et diagramme de phase pour une fonte eutectique*

Cette fonte a la particularité de voir le graphite et l'austénite se solidifier en même temps (2+3). Le croisement de la courbe dérivée avec l'axe des abscisses indique le début de cette solidification où la chaleur latente de solidification compense le refroidissement normal et la température remonte. On appelle ce phénomène la recaescence et il correspond à la croissance des cellules eutectiques. Lorsque la dérivée redevient négative, celle-ci est presque terminée. La solidification totale est atteinte peu après et est marquée par le « V » de la dérivée typique d'un changement d'inflexion. A partir de ce point-là, plus aucune chaleur latente n'est produite.

- Fonte hypo-eutectique  $C_{eq} < 4.25$



*Figure II-5 : Corrélation entre courbe de refroidissement, sa dérivée et diagramme de phase pour une fonte hyper eutectique*

Dans ce cas, l'austénite précipite avant le constituant eutectique. Le premier accident sur la dérivée signale donc l'apparition de l'austénite primaire. Comme sur le schéma précédent, le premier point de rencontre entre la dérivée et l'axe des abscisses indique le début de la précipitation de l'eutectique alors que le deuxième indique une forte baisse de chaleur latente suivie de peu par la solidification complète.

*\*/Remarque* : le diagramme pour les fontes hyper-eutectiques est similaire en forme, mais c'est le graphite qui précipite en premier sous forme de lamelles.

### II.1.2.2 Nucléation et morphologie du graphite

La présence de germes dans le bain liquide est le point de départ de la solidification. Ceux-ci forment des sites préférentiels de germination et seront la base de la solidification du graphite et des cellules eutectiques au sein de la fonte. La présence de germes est assez faible dans la fonte liquide, il faut donc en apporter en cours d'élaboration : c'est le rôle de l'inoculant qui par dissolution dans le métal liquide apportera les éléments à l'origine de la formation des germes.

Durant le refroidissement d'un alliage métallique, un retard à la solidification, appelé surfusion, est toujours observé. Cette surfusion renseigne sur la qualité de la germination et sur le nombre et la taille des germes présents dans la fonte. Patterson et Ammann ont démontré que la manière dont se déroule la surfusion est un facteur déterminant de la qualité de la germination [PAT 1959]. Il existe deux causes possibles à la surfusion : soit elle est due à une vitesse de refroidissement trop importante, soit au manque de germes. Dans le premier cas, la germination sera excellente et entrainera un grand nombre de sites de germination et dans le second, un déficit de germes est observé. La figure II-6 témoigne de l'importance de la surfusion dans la qualité de la nucléation [STE 2005]:

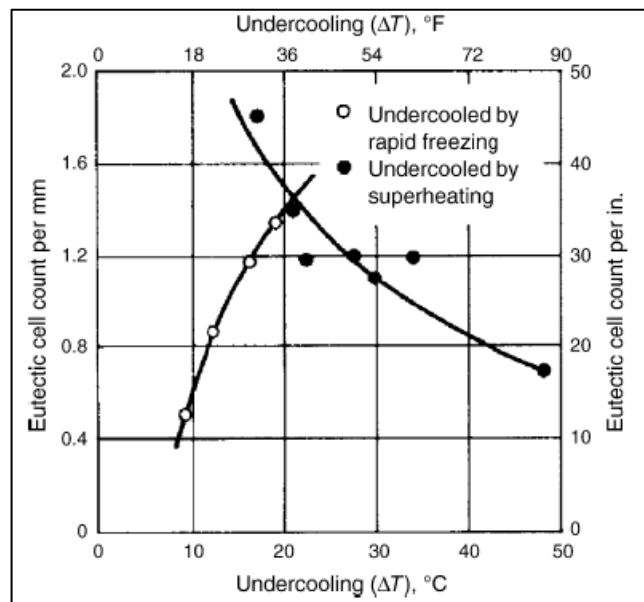


Figure II-6 : Corrélation entre surfusion et qualité de la germination [STE 2005]

Les progrès dans la compréhension des mécanismes de nucléation sont survenus à la suite des travaux d'Oldfield en 1961, qui a réussi à quantifier le nombre de germes présents dans la

fonte [OLD 1961]. Par la suite, de nombreuses études se sont succédées afin de mieux comprendre les mécanismes de la germination ainsi que la composition des germes. Ces études ont finalement mis en évidence le rôle primordial de l'inoculation dans la germination et surtout du silicium, du baryum, du calcium et du magnésium qui composent les différents inoculants. Il n'est pas surprenant de trouver ces éléments comme étant responsables de la germination : en effet leurs oxydes ou sulfures ont une enthalpie libre de formation faible ce qui favorise leur stabilité, comme le montre les diagrammes d'Ellingham reportés sur la figure II-7. Ces oxydes et ces sulfures formés dans le bain seront alors les germes nécessaires à la précipitation du graphite.

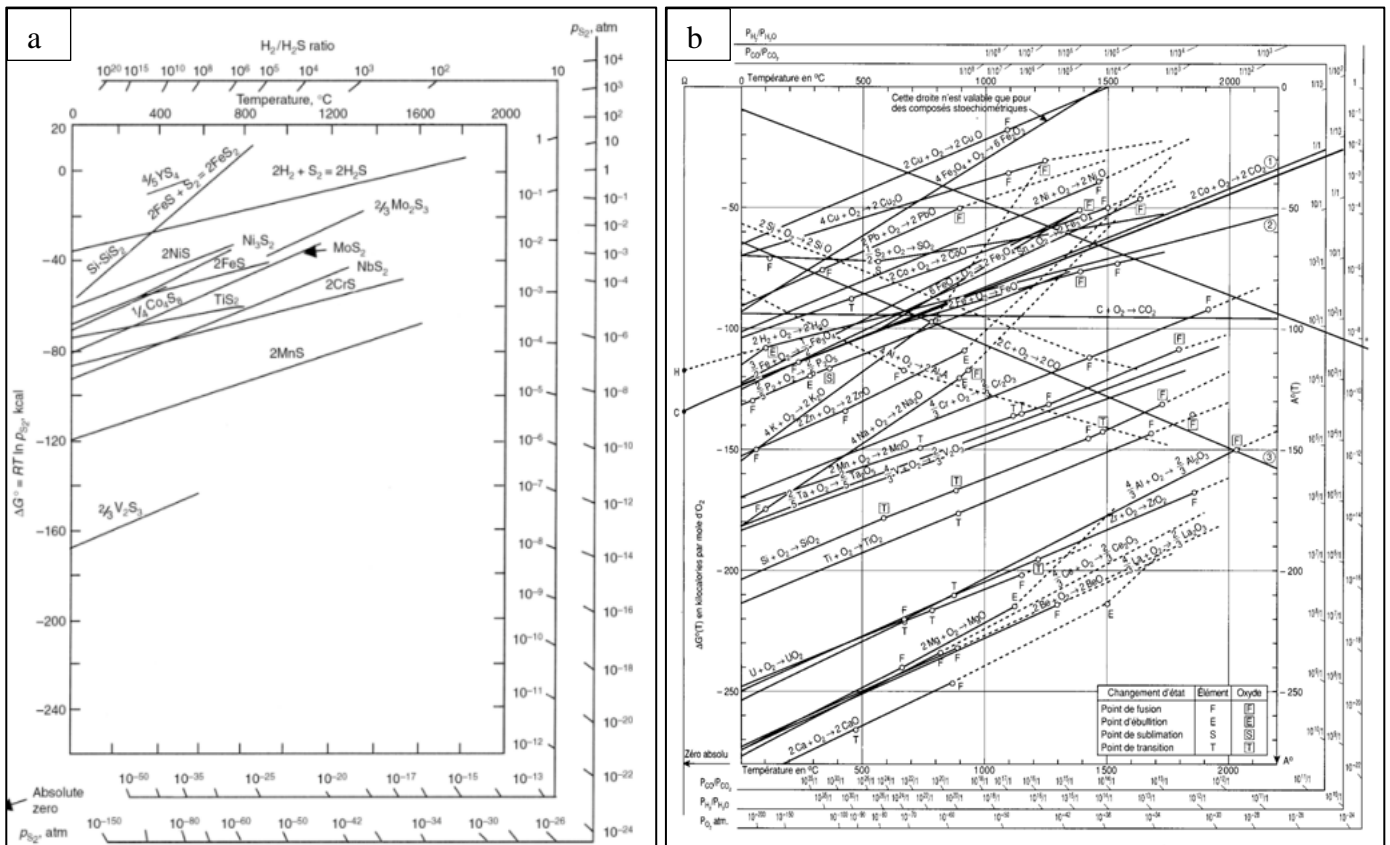
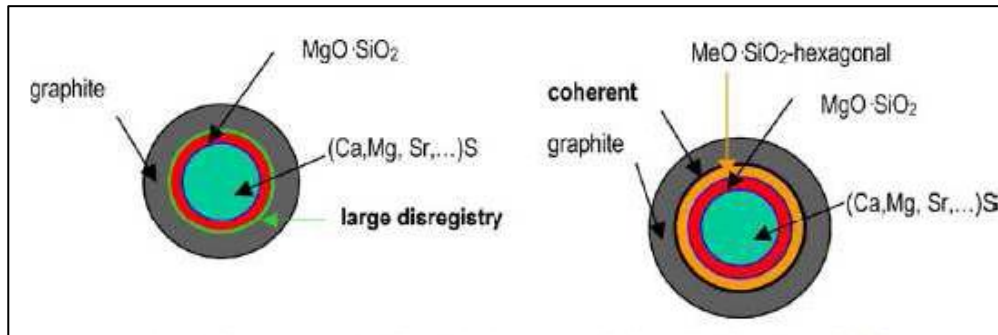


Figure II-7 : Diagramme d'Ellingham de formation des sulfures (a) et des oxydes (b) [DAT 2005]

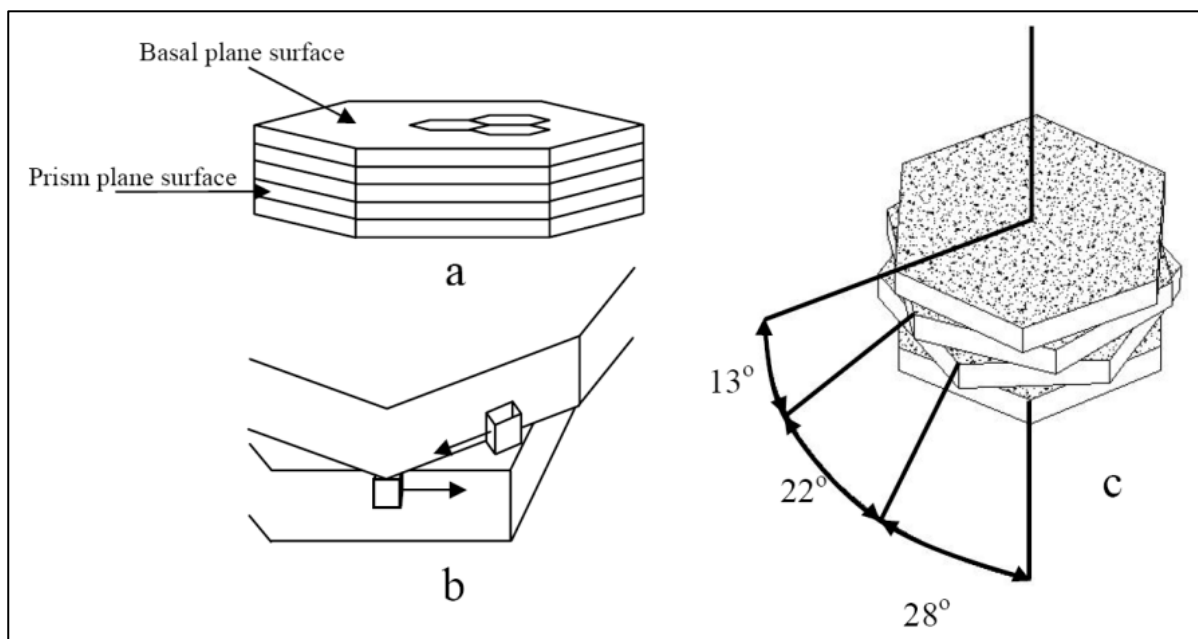
La première théorie de la nucléation des fontes a été proposée par Jacobs [JAC 1974]. Selon lui, un germe est composé d'un corps de sulfure de magnésium ou de calcium d'environ un micromètre de diamètre sur lequel se dépose une couche d'oxyde de silicium ou de magnésium. Pour finir, on assiste ensuite à la précipitation du graphite sur ce germe. Cependant, Skaland propose pour sa part une théorie plus complexe de la nucléation [SKA 1993]. Il reprend tout d'abord les travaux de Jacobs qu'il vérifiera : en effet le corps d'un germe est bien constitué d'un sulfure central sur lequel se dépose une couche d'oxyde ayant un faible potentiel énergétique. Après inoculation avec un ferro-silicium contenant d'autres métaux ou terres rares comme l'aluminium, le baryum... il vient se former une autre couche d'oxyde (du type  $Al_2O_3$  ou  $SiO_2$ ) sur l'autre. Cette couche d'oxyde possède une énergie cohérente de liaison avec le graphite, ce qui explicite la précipitation de ce dernier à la surface de ces germes. Finalement, le modèle de nucléation dite haut potentiel de Skaland est préféré à celui dit à bas potentiel de Jacobs. En effet, le modèle de Skaland est plus complet et est en parfaite cohérence avec toutes les étapes du processus de fabrication de la fonte. Pour

compléter cette explication, le schéma suivant montre la composition des germes présents dans la fonte d'après Jacobs et Skaland [STE 2005]:



*Figure II-8 : Composition d'un nodule d'après Jacobs (à gauche) et d'après Skaland (à droite) [STE 2005]*

Ce paragraphe a pour but d'expliquer les mécanismes de formation des lamelles de graphite. Rappelons que celui-ci possède une structure hexagonale dont la maille principale est définie par deux plans de base (0001) et six plans rectangulaires perpendiculaires aux plans de base  $\{10\bar{1}0\}$ . Les atomes de carbone des plans de base sont liés par de fortes liaisons covalentes tandis que ceux des plans adjacents sont liés par des liaisons faibles de type Van der Waals. Les plans de base ressemblent à un empilement de couches d'épaisseurs de  $10^{-4}\mu\text{m}$  et décalés par rapport à l'axe C de 13, 22 et 28°. La figure II-9 illustre plus en détail cette morphologie [ALP 2005]. La croissance du graphite lamellaire se fait parallèlement aux plans de base : la croissance est dite longitudinale. Le graphite croît grâce à des germes qui se développent aux extrémités des plans prismatiques décalés d'un angle variable parallèlement aux plans de base. On appelle cela la croissance de type A [LUX 1974]. Cependant, on observe tout de même une légère croissance verticale c'est-à-dire le long de la direction perpendiculaire au plan de base : c'est la croissance de type C en référence à l'axe visible sur le schéma précédent [ALP 2005].



*Figure II-9 : Mécanismes de croissance du graphite [ALP 2005]*

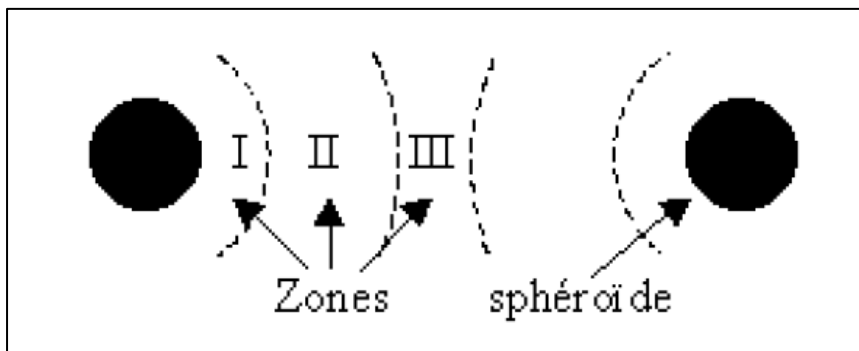


### ***II.1.2.3 Rôle des différents éléments d'additions sur les caractéristiques d'une fonte GL***

Afin de solidifier la fonte dans le domaine stable (Fer/Graphite) et d'obtenir les caractéristiques mécaniques et la microstructure souhaitées, l'ajout d'éléments d'addition dans le lit de fusion ou dans le moule est indispensable. Il convient d'en distinguer deux principaux types : ceux dit graphitisants (silicium, titane...) qui favorisent la solidification du graphite et ceux dit perlitisants (étain, cuivre, nickel, manganèse...) qui permettent l'obtention d'une matrice perlitique.

Avant de comprendre le rôle de chacun des éléments d'addition sur la fonte GL, il est nécessaire de définir les différentes zones de ségrégation où les divers éléments d'addition seront présents. Conformément à la figure II-10 ci-dessous, 3 zones de ségrégation peuvent être distinguées.

- Zone 1 : la zone la plus proche des lamelles de graphite.
- Zone 2 : la zone intermédiaire.
- Zone 3 : la zone située au plus proche des joints des cellules eutectiques.

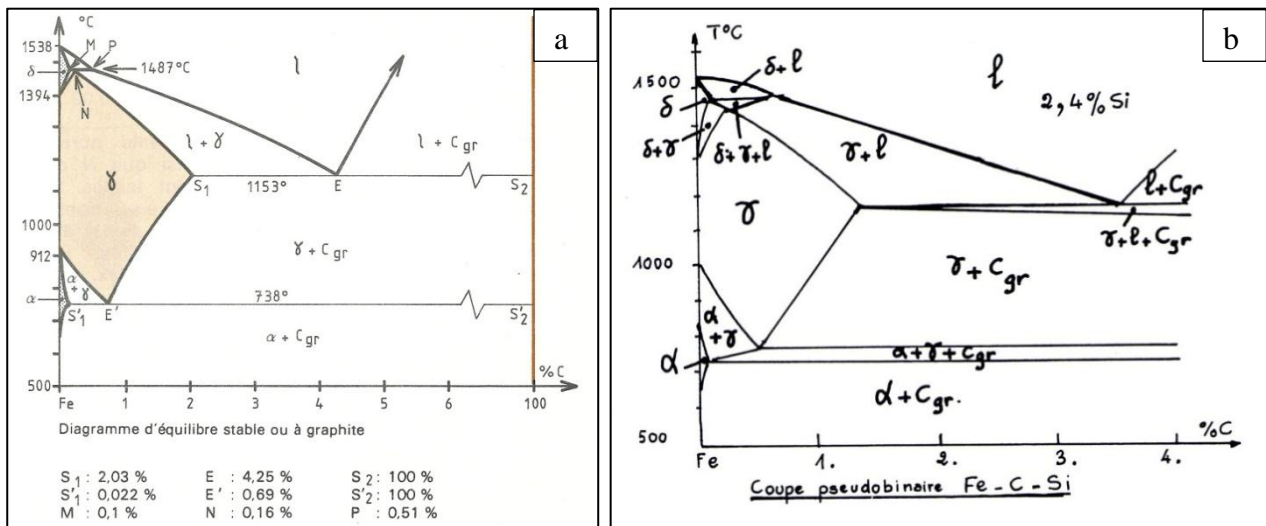


*Figure II-10 : Description des différentes zones de ségrégation [ADR 2004]*

Dans ce qui suivra, seule l'influence des éléments d'addition présents dans la composition de la fonte GL09 de Renault et susceptibles d'influer sur le vieillissement de la fonte seront traités.

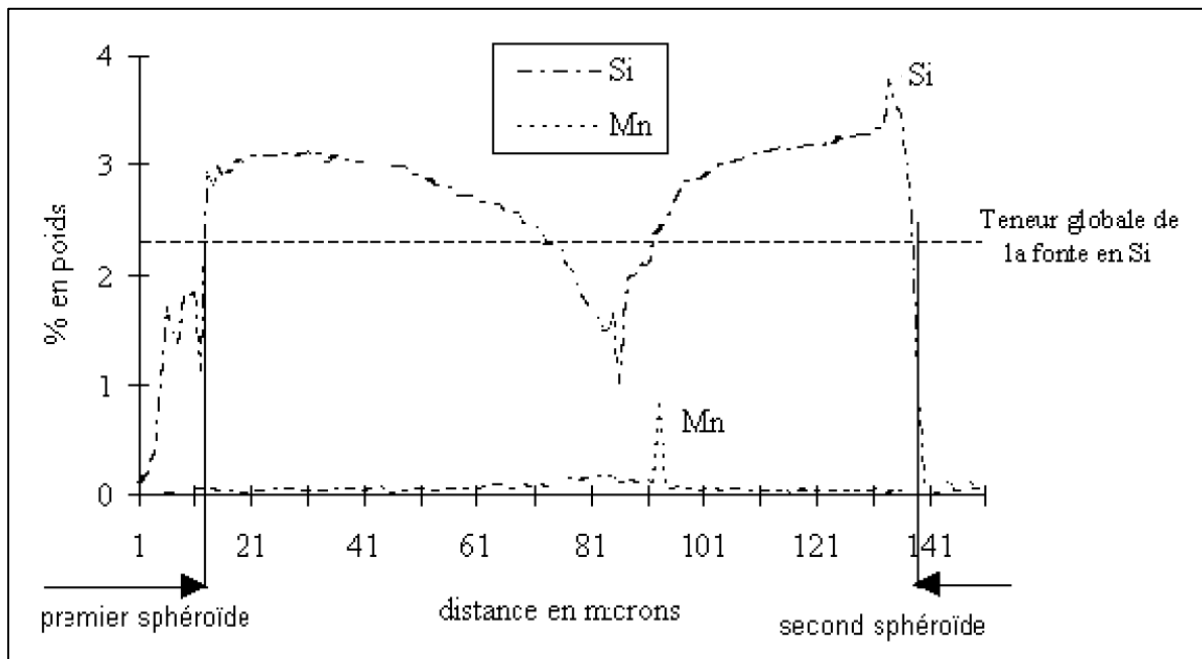
#### ***II.1.2.3.1 Le silicium***

Après le carbone, le silicium est le second composant principal des fontes GL ou GS. Le silicium est utilisé principalement dans la fonte pour son rôle dit graphitisant. L'ajout de silicium dans le bain liquide provoque une augmentation des températures eutectiques et eutectoïdes de l'alliage. Cette augmentation des températures remarquables de l'alliage favorise la solidification de la fonte dans le domaine stable en accentuant l'écart entre les températures d'eutectique dites grise et blanche. L'accentuation de cet écart contribue à diminuer le risque de trempe inverse dans les pièces : tendance à la formation de fonte blanche dans les zones de refroidissement rapide. Pour finir, l'ajout de silicium dans le bain liquide provoque la formation de carbures de silicium qui seront aussi des sites de germination idéaux pour la formation de lamelles de graphite. La figure II-11 ci-dessous présente le décalage observé sur le diagramme stable par l'ajout de silicium :



**Figure II-11 : Diagramme Fer/carbone stable(a) [BAR 1991] et diagramme ternaire Fer/Carbone/Silicium pour une teneur de silicium de 2.4% (b) [MAE 1983]**

Lors de la solidification de la fonte, la répartition du silicium dans le solide n'est pas uniforme. Lors de la croissance des lamelles de graphite, le silicium est rejeté à l'avant du front de croissance du graphite car il ne peut s'intégrer en solution solide dans le graphite. La teneur en silicium est donc maximale dans la zone de ségrégation 1 (figure II-9). Cette ségrégation du silicium se retrouve donc conservée une fois la fonte solidifiée comme le prouve la figure II-12 qui présente la répartition du silicium dans le solide pour une fonte GS. Cependant, les mécanismes de solidification de la fonte sont les mêmes pour une fonte GS ou GL, seul le mode de croissance du graphite diffère. Cette répartition reste donc valable pour la fonte GL [ADR 2004].



**Figure II-12 : Ségrégation du silicium et du manganèse au sein de la fonte [ADR 2004]**

### II.1.2.3.2 Le manganèse et le soufre

Il est important de traiter le rôle de ces deux éléments simultanément car la quantité de soufre impose une quantité minimale de manganèse afin de ne pas détériorer les propriétés mécaniques de la fonte.

Pour commencer, le soufre est un élément néfaste dans les alliages de fonte pour 2 raisons.

- Il diminue la coulabilité de l'alliage.
- Il tend à promouvoir la formation de carbures ce qui fragilise la fonte.

Cependant, le soufre possède aussi certains avantages, surtout dans le cas des fontes GL. Pour ce type de fonte, il peut favoriser, dans une faible mesure, le rendement du traitement de post inoculation [ELK 1997] en formant des sulfures qui peuvent servir de sites de germination pour la formation du graphite [SKA 1993] [STE 2005]. Il contribue aussi à la croissance de type A du graphite (croissance en lamelle) : en effet, le soufre a tendance à s'adsorber sur le graphite en formation, empêchant alors sa croissance verticale. C'est pourquoi, il est primordial de le piéger lors du traitement au magnésium des fontes GS afin que l'efficacité du traitement de sphéroïdisation soit maximale.

Afin de contrebalancer les aspects négatifs du soufre, un ajout de manganèse est réalisé lors de l'élaboration de l'alliage afin de piéger le soufre sous forme de sulfure de manganèse : MnS. Le manganèse est maintenu à une teneur suffisante pour neutraliser le soufre présent dans l'alliage. Cette teneur minimale est fixée à :  $Mn = 1.7 \%S + K$  avec K étant compris entre 0.1 et 0.26 suivant les cas [CHE 1994]

e (mm)	S (%)			
	0,06	0,08	0,10	0,12
Pièces minces.....Mn (%)	0	0,05	0,10	0,15
e < 8 mm.....K	- 0,103 2	- 0,087 6	- 0,072	- 0,056 4
Pièces moyennes.....Mn (%)	0,10	0,15	0,20	0,25
e = 8 à 12 mm .....K	- 0,003 2	+ 0,012 4	+ 0,028	+ 0,043 6
Pièces épaisses.....Mn (%)	0,20	0,25	0,30	0,35
e > 12 mm.....K	+ 0,096 8	+ 0,112 4	+ 0,128	+ 0,143 6

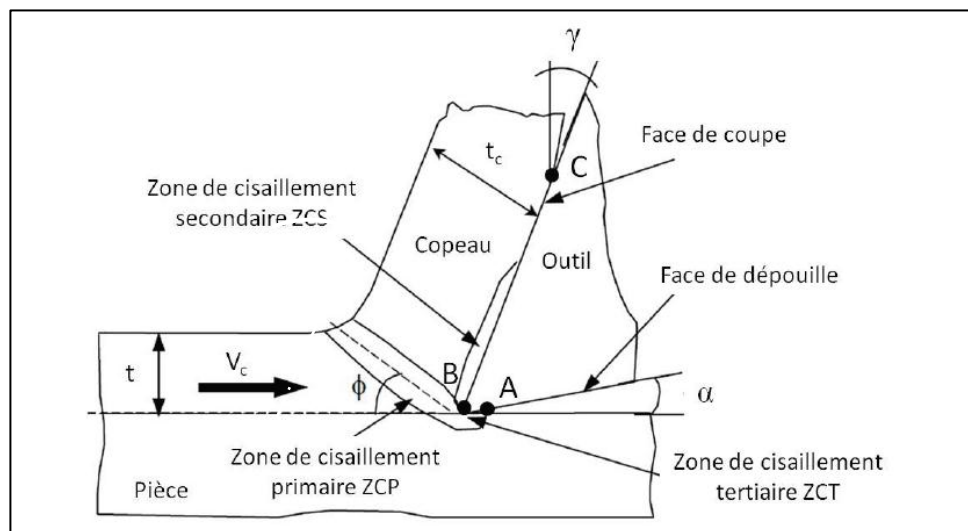
e (mm)	S (%)			
	0,14	0,16	0,18	0,20
Pièces minces.....Mn (%)	0,20	0,25	0,30	0,35
e < 8 mm.....K	- 0,040 8	- 0,025 2	- 0,009 6	+ 0,006
Pièces moyennes.....Mn (%)	0,30	0,35	0,40	0,45
e = 8 à 12 mm .....K	+ 0,059 2	+ 0,074 8	+ 0,090 4	+ 0,106
Pièces épaisses.....Mn (%)	0,40	0,45	0,50	0,60
e > 12 mm.....K	+ 0,159 2	+ 0,174 8	+ 0,190 4	+ 0,256

Figure II-13 : Table indiquant l'excès ou non de manganèse en fonction des teneurs en manganèse, en soufre et de l'épaisseur des pièces [CHE 1994]

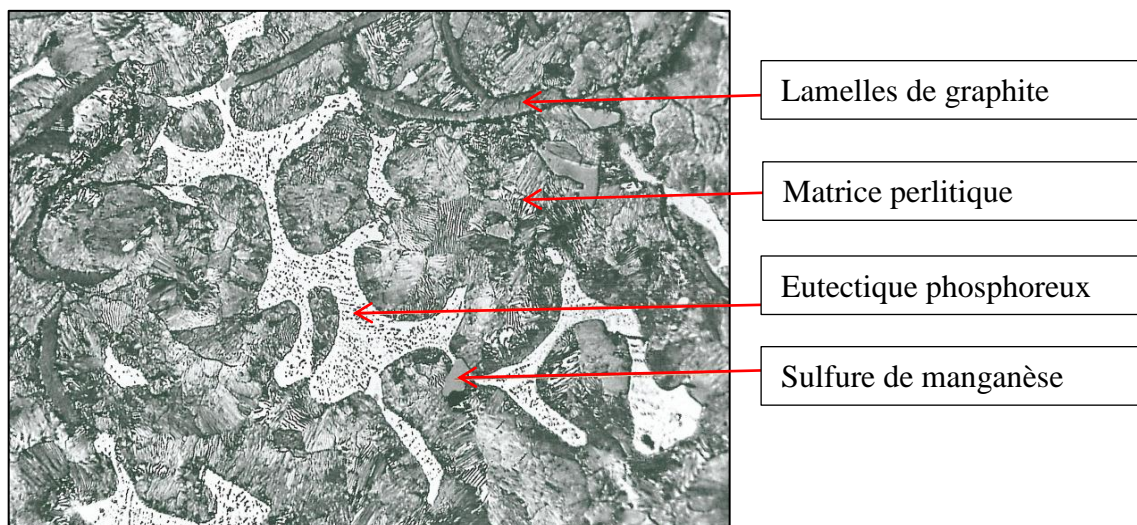
Au-dessus de cette proportion, le manganèse agit comme un faible stabilisant des carbures. En outre, le manganèse affine la perlite et de ce fait élève la résistance à la traction [ELK 1997].

Dans certaines applications, l'ajout de manganèse et de soufre est volontaire afin de favoriser la formation de MnS car ce composé facilite l'usinabilité des pièces : c'est le cas pour la fonte GL09 étudiée dans cette thèse et utilisée pour les moyeux-disques Renault. Les sulfures de manganèse n'ont guère d'influence sur les propriétés de la fonte : ils n'entraînent aucune modification sur la morphologie du graphite, sur les différents constituants et n'agissent pas sur la dureté de l'alliage [PER 2006]. Les sulfures de manganèse ont un rôle distinct dans les deux zones principales de cisaillement lors de la coupe.

- Etant un composé ductile, ils facilitent le cisaillement du copeau dans la zone de cisaillement primaire et donc diminuent les efforts de coupe. L'influence de MnS sur l'usinabilité augmente avec l'augmentation de la vitesse de coupe  $V_c$  [PER 2006].
- Dans la zone de cisaillement secondaire, ils facilitent le glissement du copeau le long de l'outil de coupe.



*Figure II-14 : Description des zones de cisaillement en usinage [BON 2010]*



*Figure II-15 : Micrographie d'une fonte GL attaquée au Nital 4%, montrant un sulfure de manganèse [CON 2007]*

Pour finir, comme le montre la figure II-12, le manganèse est ségrégé dans la zone 3 comme la plupart des autres éléments d'addition de faibles teneurs : soufre, phosphore. Ceci explique la répartition du MnS au cœur de la matrice de la fonte.

### II.1.2.3.3 Le phosphore

Par analogie avec la classification des fontes neuves, il est possible de classer les fontes issues du recyclage en trois catégories en fonction de leur teneur en phosphore [MAR 1989].

- Les fontes hématites contenant moins de 0.15% de phosphore.
- Les fontes phosphoreuses contenant plus de 1% de phosphore. Ces fontes sont principalement utilisées pour couler des pièces de grande taille possédant des parois minces.
- Les fontes semi-hématites qui font la transition entre les deux types de fontes précédents.

Le phosphore est principalement utilisé en fonderie afin d'augmenter la coulabilité des pièces. Cependant, cet élément présente un inconvénient majeur : à partir d'une teneur de 0.1% environ, il forme un eutectique Fe-Fe<sub>3</sub>C-Fe<sub>3</sub>P contenant 6,9 % P et 2,4 % C et ayant un point de fusion bas, à 983°C [MAR 1989]. Cet eutectique dit phosphoreux peut être mis en évidence sur une micrographie par une attaque à l'hypobromite de sodium qui colore uniquement le phosphure de fer (Fe<sub>3</sub>P) du composé [CON 2007]. Le point de fusion de l'eutectique phosphoreux est visible sur le diagramme ternaire Fe-Fe<sub>3</sub>C-Fe<sub>3</sub>P en E1 (figure II-16). Cet eutectique phosphoreux ou steadite, crée des difficultés d'usinage et peut engendrer des porosités. Il est donc préférable d'adapter la teneur en carbone de la fonte ainsi que la température de coulée afin de se prémunir de l'ajout de phosphore et donc du risque de formation d'eutectique phosphoreux.

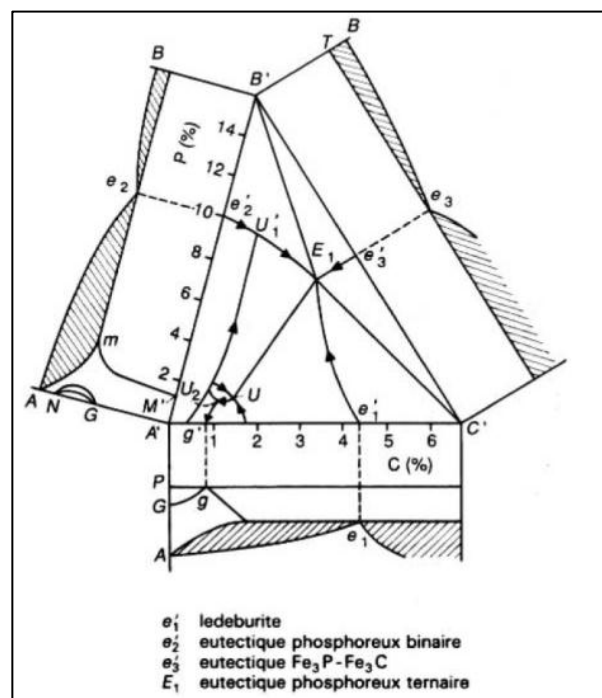
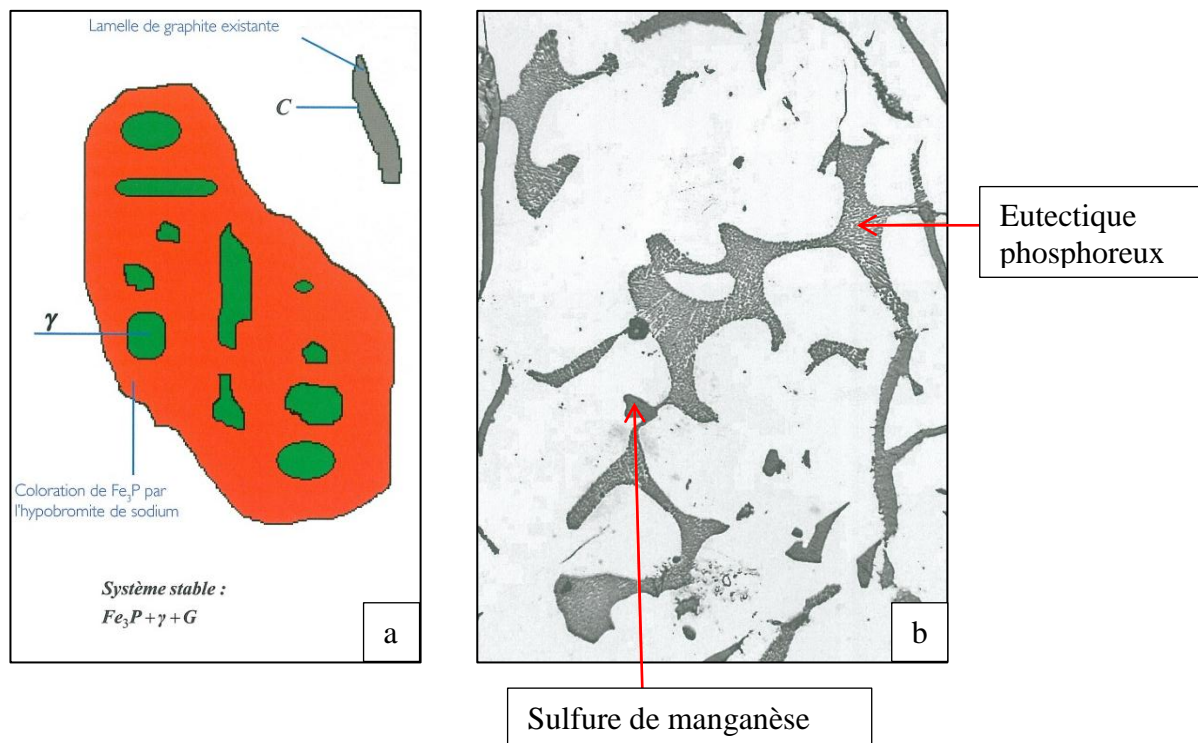


Figure II-16 : Diagramme ternaire Fe-Fe<sub>3</sub>C-Fe<sub>3</sub>P simplifié [MAR 1989]



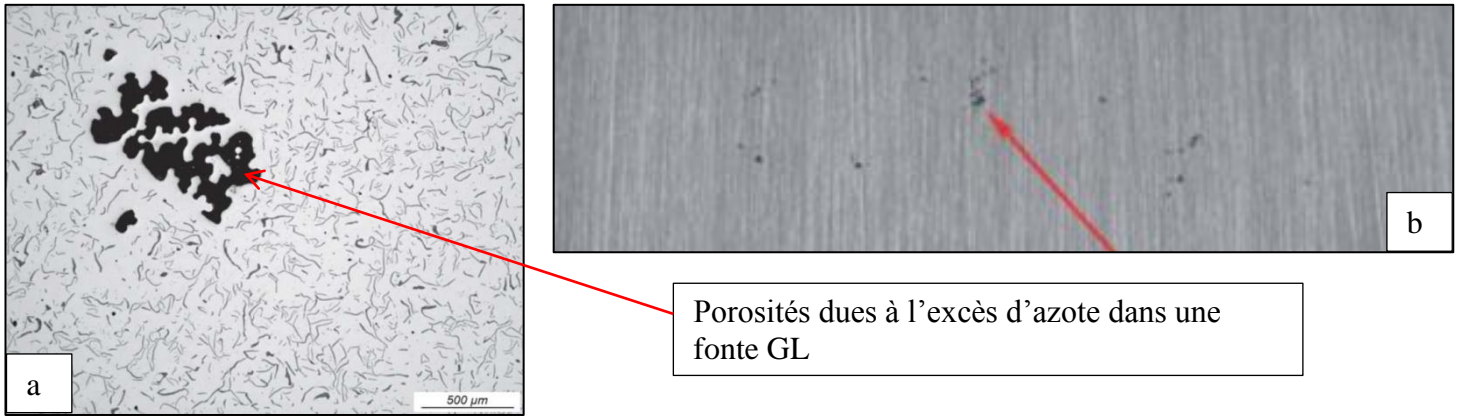
*Figure II-17 : Eutectique phosphoreux schématisé (a) et micrographie d'une fonte GL attaquée à l'hypobromite de sodium, montrant un eutectique phosphoreux (b) [CON 2007]*

#### **II.1.2.3.4 L'étain**

Cet élément est intéressant dans les pièces courantes de fonderie lorsque l'on veut obtenir une matrice perlitique. Ainsi avec 0.1% de Sn seulement, on transforme une matrice ferrito-perlitique en une matrice perlitique [ELK 1997].

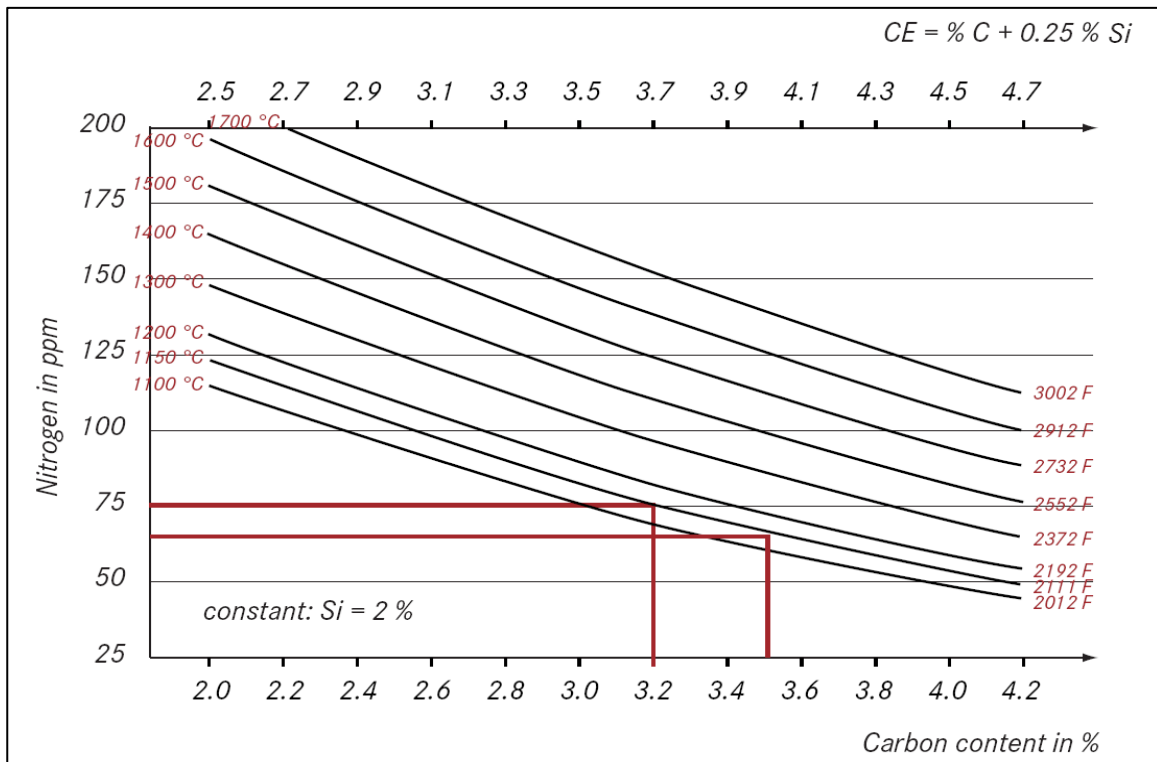
#### **II.1.2.3.5 L'azote et le titane**

L'azote est principalement utilisé dans les fontes afin d'augmenter leur caractéristiques mécaniques comme la dureté et la résistance mécanique. L'azote peut servir d'alternative aux éléments perlitisants susceptibles de générer des carbures (Cr, et Mo) afin de renforcer les fontes. Dans le cas des fontes enrichies à l'azote [CAS 2009], il est possible d'observer une augmentation de la résistance à la rupture  $R_m$  allant jusqu'à 25%. Cependant, pour des teneurs élevées, supérieures à 120 ppm, l'azote peut provoquer des dégagements gazeux dans l'alliage liquide se traduisant par des porosités dans les pièces comme le montre la figure II-18 :



*Figure II-18 : Micrographie d'une fonte GL présentant une porosité due à l'excès d'azote (a) et porosités dues à l'excès d'azote (b) [CAS 2009]*

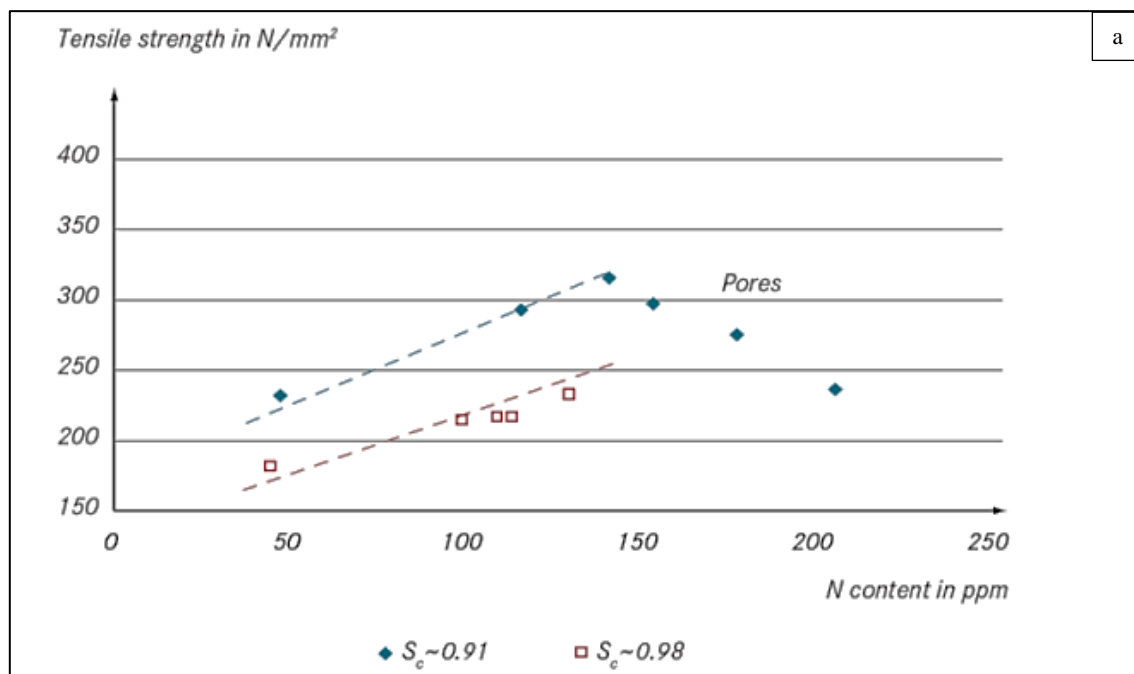
Le renforcement des fontes par l'ajout d'azote présente deux contraintes principales, raisons pour lesquelles l'addition d'éléments perlitisants est privilégiée. La première est la formation de porosités dans les pièces si le taux d'azote est trop élevé. La seconde est la solubilité de l'azote dans la fonte liquide. L'azote a une solubilité limitée dans les constituants de la fonte : 400 ppm dans la ferrite et 200 à 260 ppm dans l'austénite [CAS 2009]. Certains éléments d'addition vont favoriser la solubilité de l'azote comme le titane, le manganèse ou le chrome. Cependant, le carbone, le silicium et le phosphore diminuent la solubilité de l'azote comme le montre la figure II-19 [CAS 2009]. Ces éléments sont ceux entrant dans le calcul du carbone équivalent : il est fréquemment évoqué qu'une augmentation du carbone équivalent d'1% (de 3.5 à 4.5% par exemple) entraîne une diminution de la solubilité de l'azote de 25% dans l'alliage final par rapport à l'initial [MAR 1995].



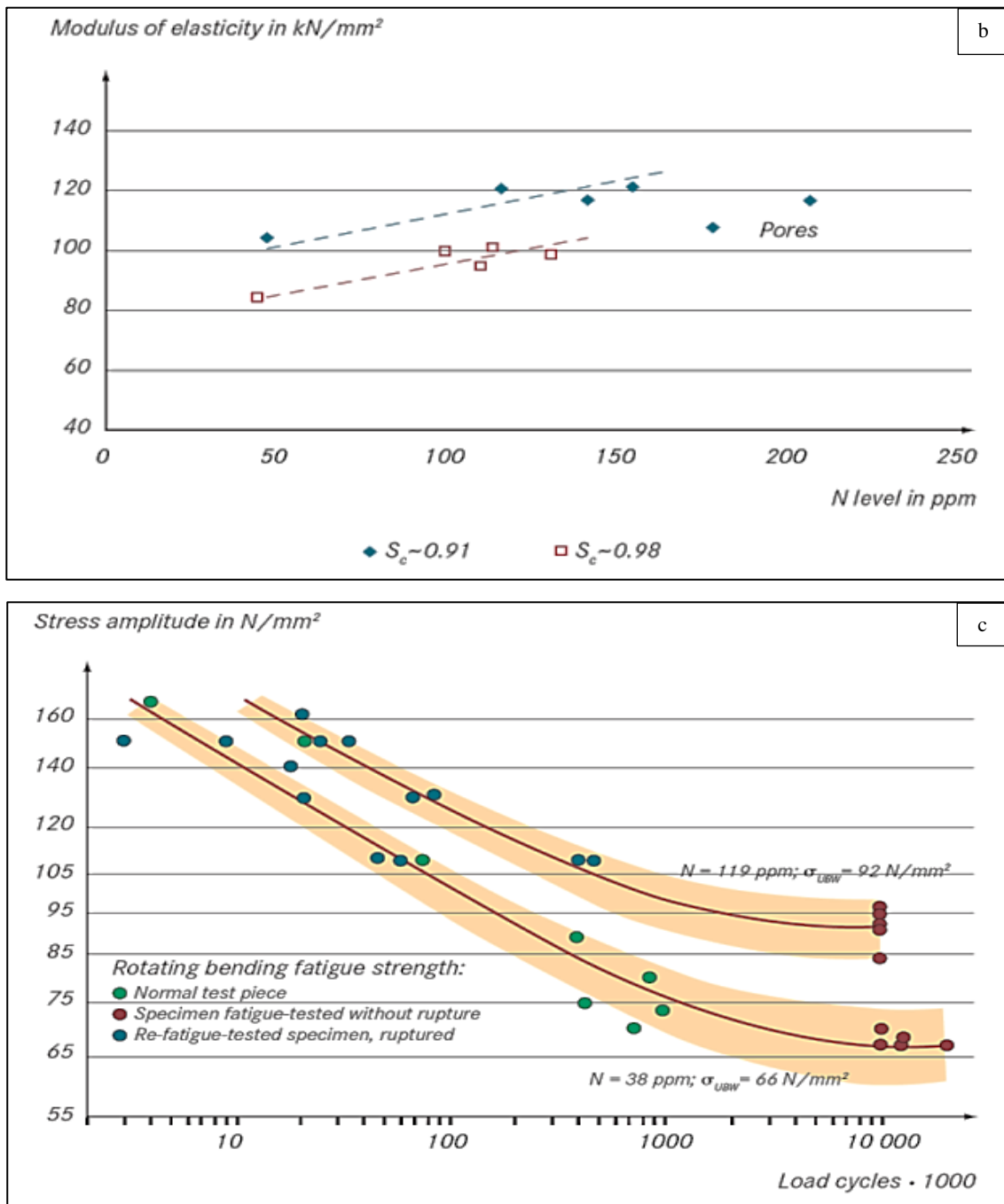
*Figure II-19 : Solubilité théorique de l'azote en fonction de la teneur en carbone et de la température du bain de fusion [CAS 2009]*

Comme évoqué brièvement au début de ce paragraphe, l'azote est utilisé principalement pour renforcer la fonte. Cette augmentation des caractéristiques mécaniques se fait par la formation de nitrures : l'azote se couple avec les éléments présents ayant une facilité à former des nitrures comme le titane, l'aluminium ou le zirconium par exemple. Il est donc nécessaire d'introduire la notion d'azote dit libre. L'azote libre  $N_L$  est l'azote restant dans la fonte après la formation de nitrures dans la fonte :  $N_L = N_T - N_{Nitrures}$  avec  $N_T$  la teneur d'azote de la fonte et  $N_{Nitrures}$  la quantité d'azote couplée au sein de l'alliage pour former des nitrures [ANI 2007]. Le calcul de l'azote libre diffère dans la littérature : selon [CAS 2009] [ANI 2007], il s'exprimerait sous la forme :  $N_L = N_T - \frac{33}{100}Ti$  et selon [MAR 1995], le taux d'azote libre vaudrait  $N_L = N_T - \frac{14}{18}Ti - \frac{19}{91}Zr$ . En considérant que l'ensemble du titane et du zirconium est piégé par l'azote respectivement en TiN et ZrN, le taux d'azote libre devrait théoriquement être  $N_L = N_T - \frac{14}{48}Ti - \frac{14}{91}Zr$ . La formulation de [CAS 2009] [ANI 2007] paraît plus cohérente : le coefficient du terme relatif au titane est quasiment le même et celui du zirconium est simplement négligé. Malgré leurs différences de calcul de l'azote libre, les différents ouvrages s'accordent sur le fait qu'un taux de 50 ppm à 100 ppm d'azote libre est nécessaire dans les fontes. En effet, l'azote participe au renforcement de la fonte par formation de nitrures mais aussi en stabilisant et en affinant la perlite, en augmentant le nombre de cellules eutectiques et en diminuant la quantité de ferrite [CAS 2009] : c'est un élément gammagène.

Cette augmentation des propriétés mécaniques de la fonte se traduit par l'augmentation de la dureté généralisée mais aussi l'augmentation de la dureté de chaque composant de la fonte (ferrite et perlite), de la résistance à la rupture  $R_m$ , du module d'élasticité et de la résistance à la fatigue. L'évolution des propriétés mécaniques de la fonte en fonction du taux d'azote est illustrée sur la figure II-20 [CAS 2009] :

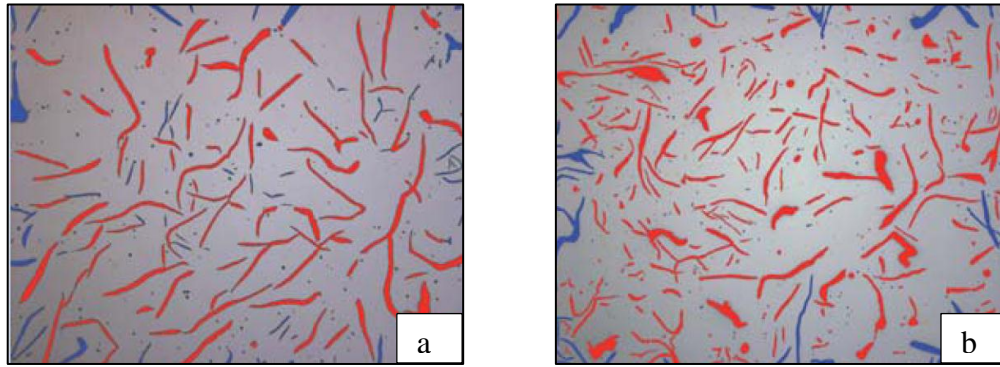




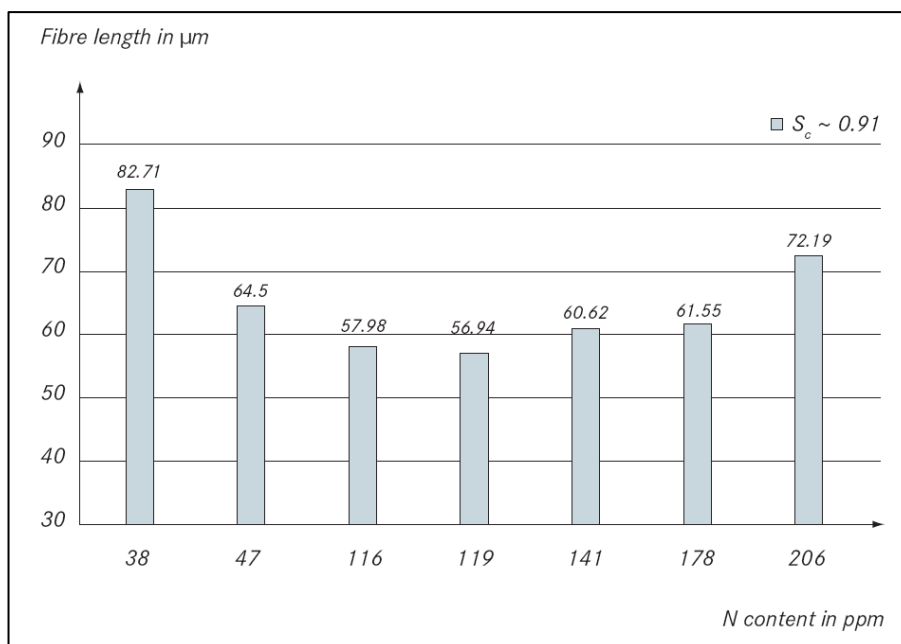


*Figure II-20 : Evolution des propriétés mécaniques d'une fonte en fonction du taux d'azote : la résistance à la rupture  $R_m$  (a), le module d'élasticité  $E$  (b) et résistance à la fatigue (c) [CAS 2009]*

Pour finir, l'azote a aussi une influence sur la microstructure des fontes. En plus d'affiner la perlite et d'influer sur la quantité de ferrite, l'azote diminue la taille des lamelles de graphite, augmente leur épaisseur et change leur forme en les incurvant. Cette modification de forme et de taille du graphite améliore la résistance à la traction de la fonte [MOU 2005]. L'azote favoriserait aussi la formation de graphite de type A. Cependant, ce phénomène a pour l'instant simplement été constaté mais n'est pas expliqué [CAS 2009]. Les micrographies suivantes (figure II-21) mettent en évidence l'influence de l'azote sur la réduction de la taille des lamelles de graphite (figure II-22) :

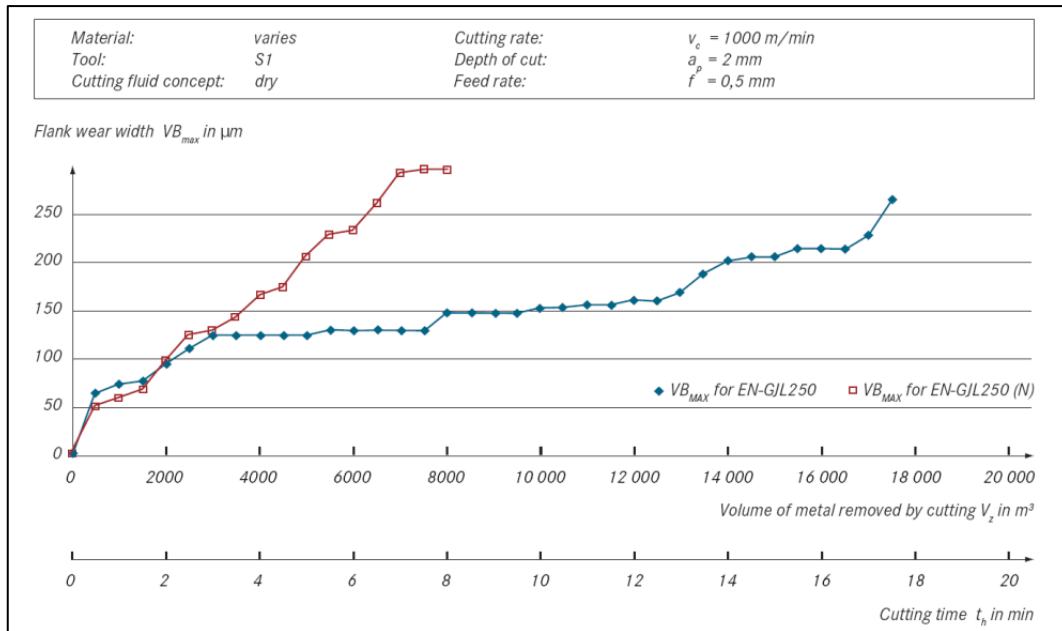


*Figure II-21 : Image partielle d'une analyse de longueur des lamelles de graphite pour une fonte GL ayant une teneur en azote de 38 ppm (a) et pour une fonte GL ayant une teneur en azote de 141 ppm (b) [CAS 2009]*



*Figure II-22 : Longueur moyenne des lamelles de graphite en fonction de la teneur en azote [CAS 2009]*

Après avoir évoqué les différentes actions de l'azote sur la fonte, il est évident que ce renforcement aura une influence sur l'usinabilité des pièces enrichies à l'azote. L'étude publiée dans la revue Casting Plant and Technology [CAS 2009] montre cette dégradation de l'usinabilité des fontes par l'usure prématurée de la face de coupe de l'arête en fonction du volume d'alliage usiné ou du temps de coupe :

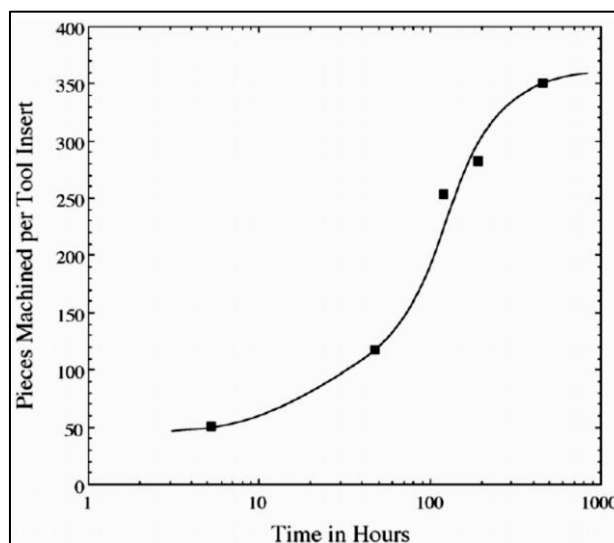


*Figure II-23 : Influence de l'enrichissement d'une fonte en azote sur son usinabilité et en particulier sur l'usure en dépouille de l'outil [CAS 2009]*

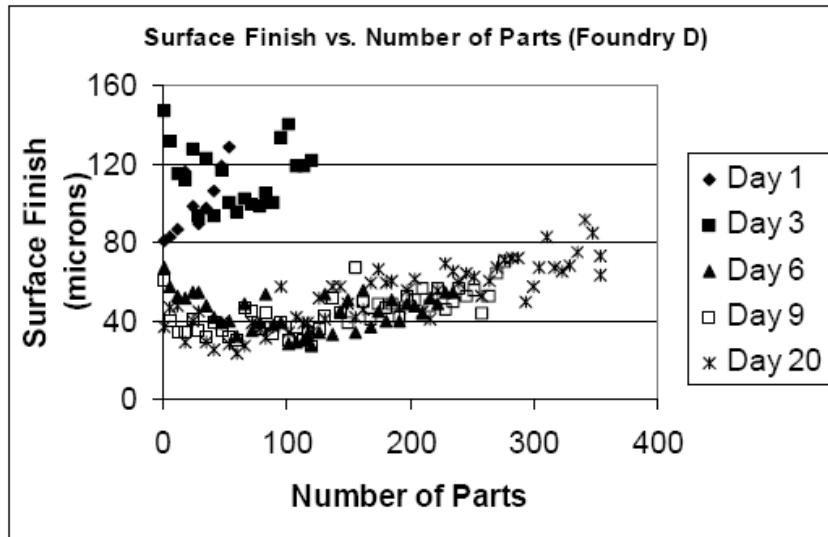
## II.2 Vieillessement des fontes

### II.2.1 Généralités

Même si le phénomène de maturation ou vieillissement des fontes n'a pas vraiment été traité, quelques études ont montré que l'usinabilité d'une pièce en fonte s'améliore avec le temps de stockage qu'elle subit. Ainsi V. L. Richards et W. Nicola [RIC 2003] ont montré que le nombre de pièces usinées avant usure totale de l'outil augmentait et que leur état de surface s'améliorait avec le temps de maturation de la fonte à température ambiante.

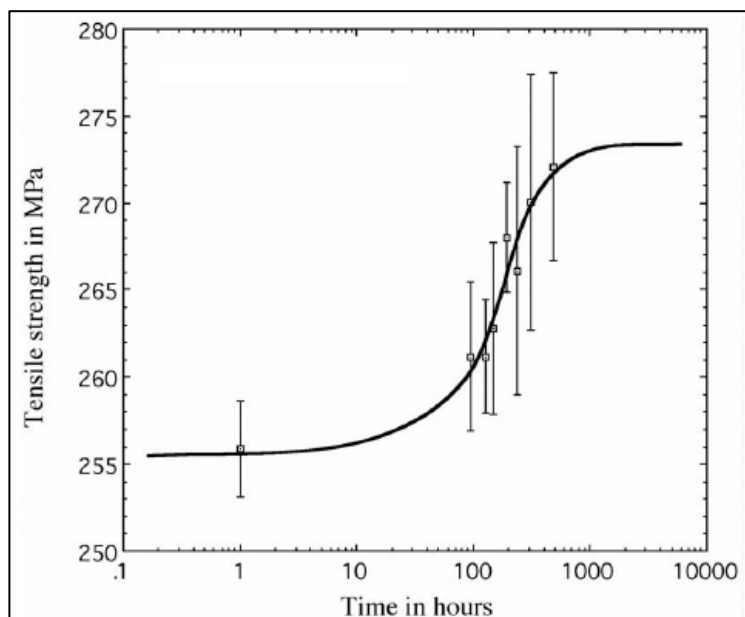


*Figure II-24 : Nombre de pièces usinées avant usure de l'outil en fonction du temps de maturation [RIC 2003]*



*Figure II-25 : Etat de surface en fonction du nombre de pièces usinées pour différentes durées de maturation [RIC 2003]*

Ces auteurs ont en outre étudié l'évolution des propriétés mécaniques de la fonte durant cette période de vieillissement. Ils ont ainsi montré que la résistance mécanique augmente. Une légère évolution de la micro-dureté Vickers dans la matrice a pu aussi être mise en évidence.



*Figure II-26 : Contrainte à rupture d'une fonte grise en fonction du temps de maturation [RIC 2003]*

Il est facile de constater que l'amélioration de l'usinabilité s'effectue en même temps que la résistance mécanique et la dureté croissent. A priori, il est pourtant difficile d'imaginer une telle corrélation car une augmentation de la dureté correspond généralement à une usure plus rapide des outils. Cependant, dans ce cas, l'augmentation des caractéristiques mécaniques des pièces favorise leur usinabilité. V. L. Richards et W. Nicola [RIC 2003] supposent donc que l'augmentation des propriétés mécaniques entraîne la diminution de la ductilité de la fonte ce qui facilite ainsi la fragmentation du copeau lors de la coupe.

## II.2.2 Mécanismes de vieillissement

L'hypothèse la plus probable concernant la cause du vieillissement serait un durcissement structural avec précipitations de nitrures de fer  $Fe_4N$ . C'est pourquoi dans cette partie, le système fer/azote sera présenté et détaillé avant de décrire les études permettant d'aboutir à cette hypothèse.

### II.2.2.1 Le système Fe-N

Dans le cas d'une fonte à matrice perlitique, comme la fonte Renault GL09, l'azote se trouve dissout et en solution solide dans les sites interstitiels octaédriques de la maille cubique centré de la ferrite (phase  $\alpha$ ). En cas de sursaturation de la solution solide, il se forme alors des nitrures de fer. La figure II-27 présente le diagramme fer/azote pour des faibles teneurs en azote (figure II-27a) et pour de très faibles teneurs (figure II-27b):

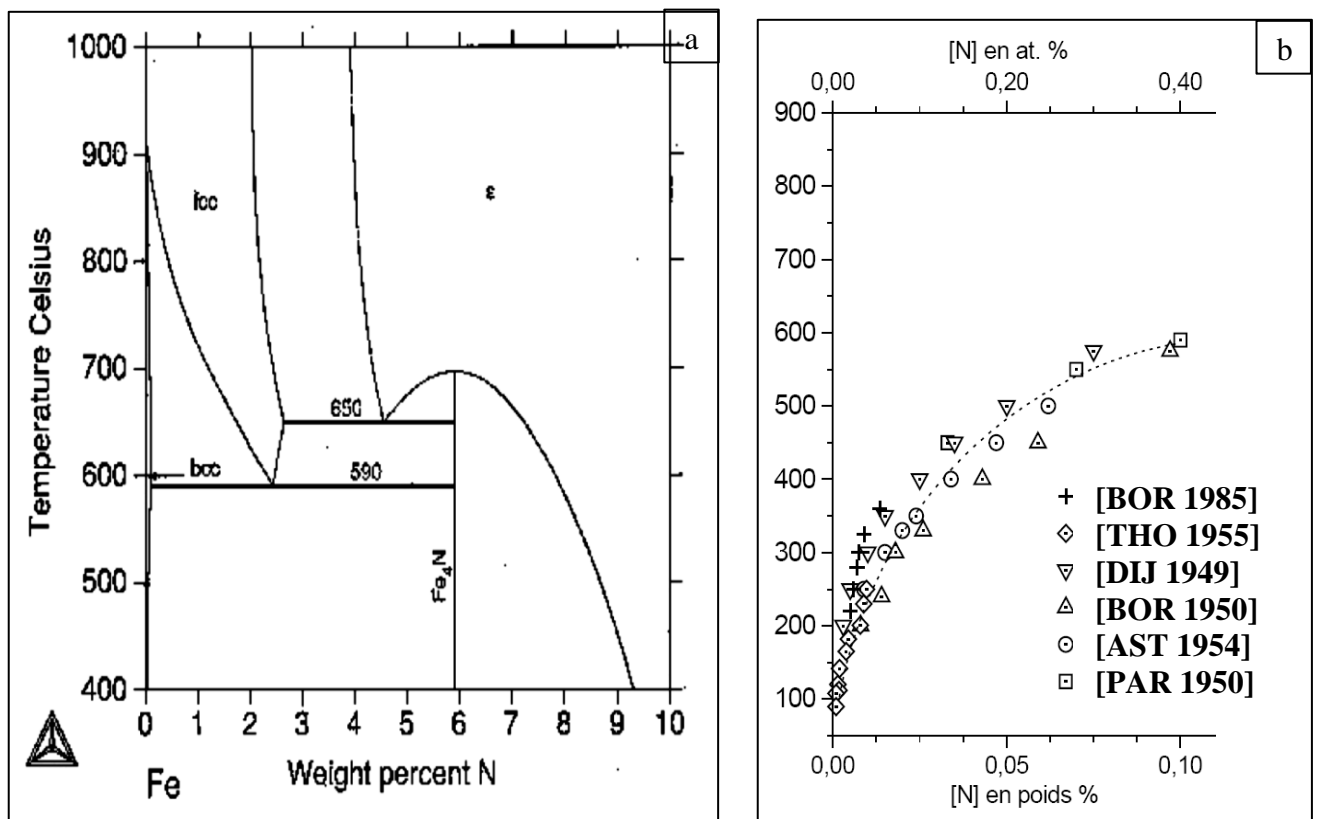


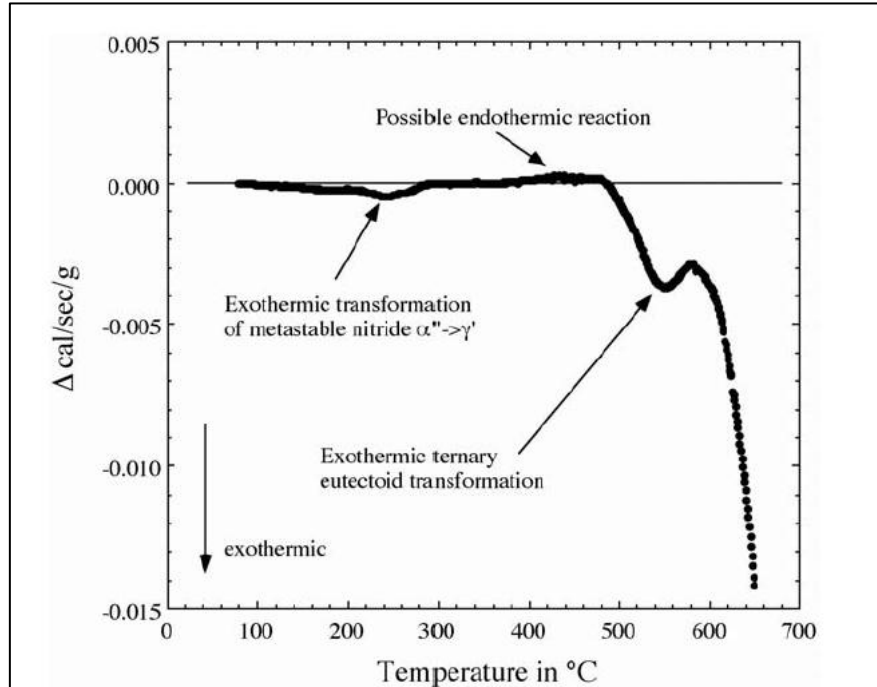
Figure II-27 : Diagramme de phase Fe-N [LAV 2001]

Dans la ferrite, deux types de nitrures peuvent se former :  $Fe_4N$  et  $Fe_8N$ . Le premier,  $Fe_4N$ , serait à l'origine du vieillissement. Il est incohérent avec la ferrite et présente la même structure cubique faces centrées que l'austénite  $\gamma$ . Ce nitrure est d'autant plus stable que la température est basse, comme le montre le diagramme d'Ellingham de formation des nitrures [GAT 1974] (figure V-32). En ce qui concerne  $Fe_8N$ , il se forme pour des teneurs faibles en azote et des températures inférieures à 250°C. De plus il est cohérent et métastable dans la ferrite.

### II.2.2.2 Hypothèses sur la cause du vieillissement

Plusieurs hypothèses ont été envisagées pour expliquer ce phénomène. La plus probable est la diffusion d'atomes interstitiels en solution dans la ferrite de la matrice perlitique, notamment le carbone et l'azote. Ces atomes ont une vitesse de diffusion qui n'est pas négligeable à température ambiante, ils peuvent donc se réorganiser dans la matière. Le rôle prépondérant joué par l'azote dans le renforcement des fontes par vieillissement est cohérent avec l'effet théorique des additions d'azote dans les bains de fusion. Comme décrit dans un article de la revue Casting [CAS 2009], l'addition d'azote lors du processus de fabrication de la fonte provoque l'augmentation de ses caractéristiques mécaniques (Rm, dureté et résistance à la fatigue). Cette pratique est couramment utilisée lors de la fabrication des carter-cylindres. Cependant dans notre cas, seul l'azote dit libre -en solution solide- a de l'influence car il peut diffuser dans la matrice et former par la suite des précipités cohérents. En effet, l'azote, qui est déjà combiné avec d'autres éléments ou piégé dans le champ de déformation des dislocations, n'a pas d'influence car il ne peut précipiter.

Les interstitiels en solution dans la matrice ont donc un rôle démontré et plusieurs hypothèses expliquent leur façon de modifier les propriétés mécaniques. Selon Richards et Nicola [RIC 2003], ces éléments peuvent former des zones de Guinier-Preston à température ambiante qui sont les prémices de précipités métastables de  $Fe_8N$  qui se transforment par la suite en précipités stables de type  $Fe_4N$ . La formation de ces micro-précipités incohérents permettrait donc de renforcer la matrice. Ces transformations ont pu être mises en évidence par l'intermédiaire d'analyse DSC entre un échantillon non-vieilli et un échantillon de fonte enrichie en azote comme référence.



*Figure II-28: Analyse DSC entre un échantillon non-vieilli et un échantillon de fonte enrichie en azote comme référence [RIC 2003]*

Pour finir, V. L. Richards et W. Nicola mettent en avant un phénomène de sur-vieillissement des pièces se produisant au bout d'environ 30 jours de maturation à température

ambiante. Une diminution des caractéristiques mécaniques (Rm et dureté) est constatée durant cette période. Celles-ci passent donc par un maximum qui se produit une fois tout l'azote libre transformé en nitrures de fer. Il est donc préférable d'usiner les pièces au plus proche de cet extrémum afin de bénéficier de la meilleure usinabilité possible due à la perte de ductilité de la fonte.

### ***II.2.3 Influence des éléments d'addition***

V. L. Richards et T.V. Anish [RIC 2006] ont démontré l'influence de la présence d'éléments avides en azote tels que l'aluminium, le bore ou le titane sur la formation de nitrures et donc la fixation de l'azote libre dans la matrice. En effet, l'azote va se coupler en priorité avec ces éléments lors du refroidissement de la fonte : la quantité d'azote dit libre est donc dépendante de la teneur de chacun de ces éléments. Il serait donc possible de contrôler l'intensité du vieillissement en influant sur la teneur de ces éléments. Cependant, cette solution n'est guère viable industriellement en raison de leur prix à la tonne. V. L. Richards et T.V. Anish ont tiré de leurs expériences une équation qui permet de déterminer l'influence de la teneur des différents atomes cités précédemment sur l'amplitude du changement de résistance mécanique.

$$UTS_{20} - UTS_0 = 6.07 + 788 * \%N - 324 * \%Al - 173 * \%Ti - 390 * \%B$$

Figure II-29 : Equation de prédiction du gain de résistance mécanique des fontes lors du vieillissement [RIC 2006]

avec  $UTS_{20}-UTS_0$  correspondant à la variation de contrainte à rupture Rm pour une maturation de 20 jours. Cependant, cette formule est valable pour une fonte spécifique et n'est certainement pas applicable sur tous les types de fonte.

Le carbone et le silicium influent sur l'ampleur du vieillissement. Comme dans le cas des fontes enrichies à l'azote [CAS 2009], leur teneur respective régit la solubilité de l'azote dans la fonte. Leur augmentation entraîne la diminution de la solubilité de l'azote dans le bain. Cependant, d'autres éléments vont favoriser la solubilité de l'azote dans le bain comme par exemple le manganèse ou les éléments dits nitrurants (aluminium, chrome, titane ...).

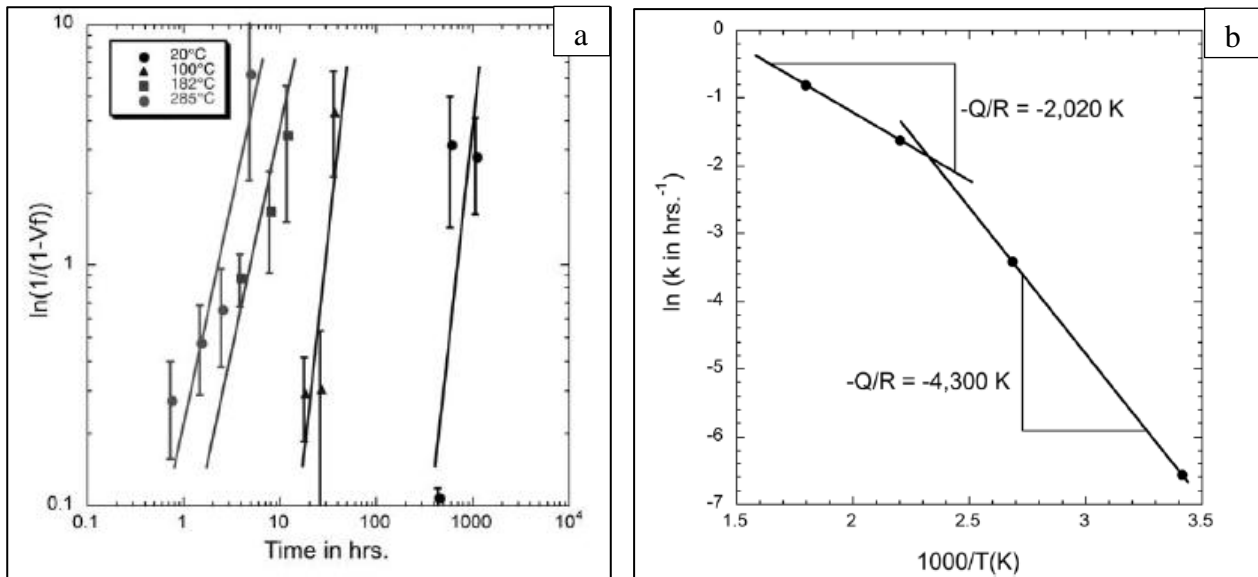
### ***II.2.4 Cinétique du phénomène***

Le phénomène étant relié à la diffusion des atomes en solution, il est normal qu'il soit thermiquement activé. Ainsi, T. V. Anish [ANI 2007] a montré que la maturation suivait une loi de type Avrami qui a pour équation :  $V_f = 1 - e^{-(kt)^n}$  avec  $V_f$  la fraction volumique transformée. Le coefficient k est défini par la relation suivante :  $k = k_0 e^{\frac{-Q}{RT}}$  où R est la constante des gaz parfaits, T est la température,  $k_0$  est une fréquence attendue et Q est l'énergie d'activation. Si  $k_0$ , Q et n sont constants sur une plage de température, alors la réaction est dite iso-cinétique sur cette plage.

Cette constante k, qui a pour unité l'inverse d'un temps, correspond physiquement à un nombre qui prend en compte le taux de croissance des précipités. L'exposant n permet lui

aussi de prendre en compte cette grandeur. Dans le cas étudié, les résistances mécaniques mesurées ont été converties en fraction précipitée en utilisant la relation suivante entre la résistance maximale  $R_{max}$ , la résistance initiale  $R_{min}$ , et la résistance mesurée pendant le vieillissement  $R(t)$  :  $1 - V_f = \frac{R_{max} - R(t)}{R_{max} - R_{min}}$ .

Cette équation et la mesure de l'évolution de la résistance mécanique de la fonte en fonction du temps pour différentes températures a permis de déterminer l'exposant  $n$  ainsi que l'énergie d'activation  $Q$  dans le cas étudié comme le montre la figure II-30.



*Figure II-30 : Cinétique du vieillissement selon une loi d'Avrami (a) et variation de la vitesse du vieillissement en fonction de la température(b) [ANI 2007]*

D'après les courbes précédentes, T.V. Anish [ANI 2007] a déterminé un exposant  $n$  de 3,7 et une énergie d'activation  $Q$  de 36 kJ/mol pour les températures qui vont de l'ambiante à 150°C alors que  $n$  vaut 1,8 et  $Q$  est égale à 17 kJ/mol pour les températures supérieures allant jusqu'à 285°C.

Les différents travaux réalisés par V.L. Richards [RIC 2003] ont aussi montré une vitesse de maturation plus faible avec un taux de manganèse supérieur. Ils ont observé que l'essentiel de la maturation s'effectue avant 500 h pour un taux de 0,07% alors que la maturation débute à peine à 500 h et se termine aux alentours de 700 h pour un taux de 0,51%. Cette cinétique de réaction plus lente est due à la distorsion du réseau provoquée par le manganèse. En effet, il crée des champs de déformation dans le réseau cristallin qui empêchent la diffusion de l'azote : N est donc ralenti et met donc plus de temps à précipiter.





# ***III. TECHNIQUES EXPERIMENTALES DE CARACTERISATION***



# ***Techniques expérimentales de caractérisation***

Comme évoqué dans l'introduction, les objectifs à réaliser durant cette étude sont les suivants :

- mettre en évidence le vieillissement de la fonte et son suivi au cours du temps.
- trouver les paramètres exerçant une influence sur celui-ci.

Il a donc fallu mettre en œuvre un ensemble de techniques de caractérisation aussi large que possible pour répondre à ces deux points particuliers. Concernant le suivi de vieillissement, trois techniques ont été retenues : la mesure de dureté, la mesure de résistivité et la détermination des fréquences propres de résonance. Parmi les paramètres susceptibles d'exercer une influence, deux ont paru particulièrement importants : la vitesse de refroidissement des pièces et la composition chimique du matériau. Pour contrôler ce dernier point, diverses méthodes d'analyses chimiques ont été utilisées ainsi qu'un examen de la microstructure des pièces par microscopie optique.

C'est donc l'ensemble de ces techniques de caractérisation qui sera détaillé dans le présent chapitre.

## ***III.1 Techniques de suivi de vieillissement***

### ***III.1.1 Dureté***

#### ***III.1.1.1 Choix du type de dureté***

Dès le début de la thèse, la dureté a semblé être la technique de caractérisation la plus évidente. En effet, elle est non seulement un élément fondamental du cahier des charges d'élaboration fonderie mais également un des indicateurs les plus courants de l'état métallurgique permettant d'évaluer l'usinabilité d'un alliage. Cependant, les variations de caractéristiques mécaniques dues au vieillissement étant faibles, les choix du type de mesure de dureté et de la charge utilisée ont été primordiaux. Il a fallu trouver une mesure de dureté adaptée permettant de mettre en évidence les évolutions de caractéristiques mécaniques en ayant une faible erreur de mesure. Plusieurs types de mesures ont été testés : la micro-dureté, la dureté Brinell 10/3000 (bille de 10 mm et charge de 3 kN) qui est l'essai de référence dans le domaine de la fonderie, la dureté Brinell 5/250 et la dureté Rockwell bille non normalisée 1/8 de pouce et charge de 250 daN appelée dureté Rockwell lors de la suite de cette étude.

#### ***III.1.1.1.1 Caractérisation de la dispersion des machines de dureté***

Pour commencer, la répétabilité des machines de dureté a été contrôlée. Pour ce faire, un échantillon d'acier 35CrMo4 trempé puis revenu à 650°C a servi d'étalon. Cet acier a été choisi car il a une forte aptitude à la trempe et qu'il permet d'obtenir une structure homogène

une fois traité. Les machines de dureté Rockwell et Brinell ont été testées : seule la micro-dureté n'a pas fait l'objet de ce test. Les essais ont été réalisés dans la même demi-journée par un seul opérateur : 200 indentations ont été faites pour chaque dureté (Brinell et Rockwell) testée. Selon le diamètre de la bille, il a fallu réaliser plusieurs étalons provenant de la même barre et traités en même temps afin de respecter la distance minimale entre deux points de mesure qui est égale à 2.5 fois le diamètre de la bille utilisée. La figure III-1 montre deux des étalons une fois les mesures de dureté faites.

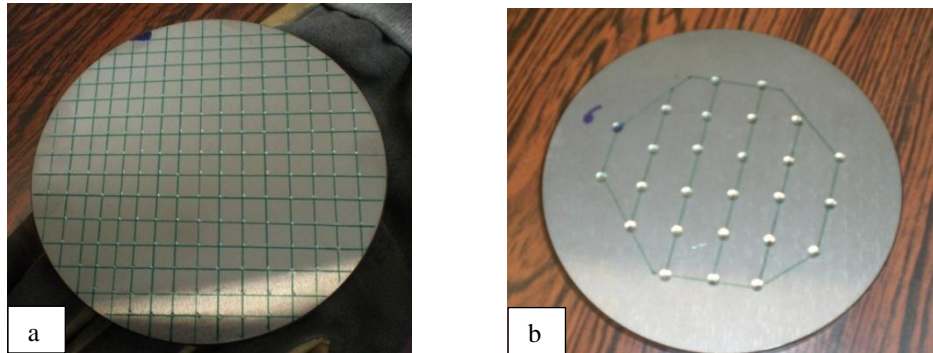
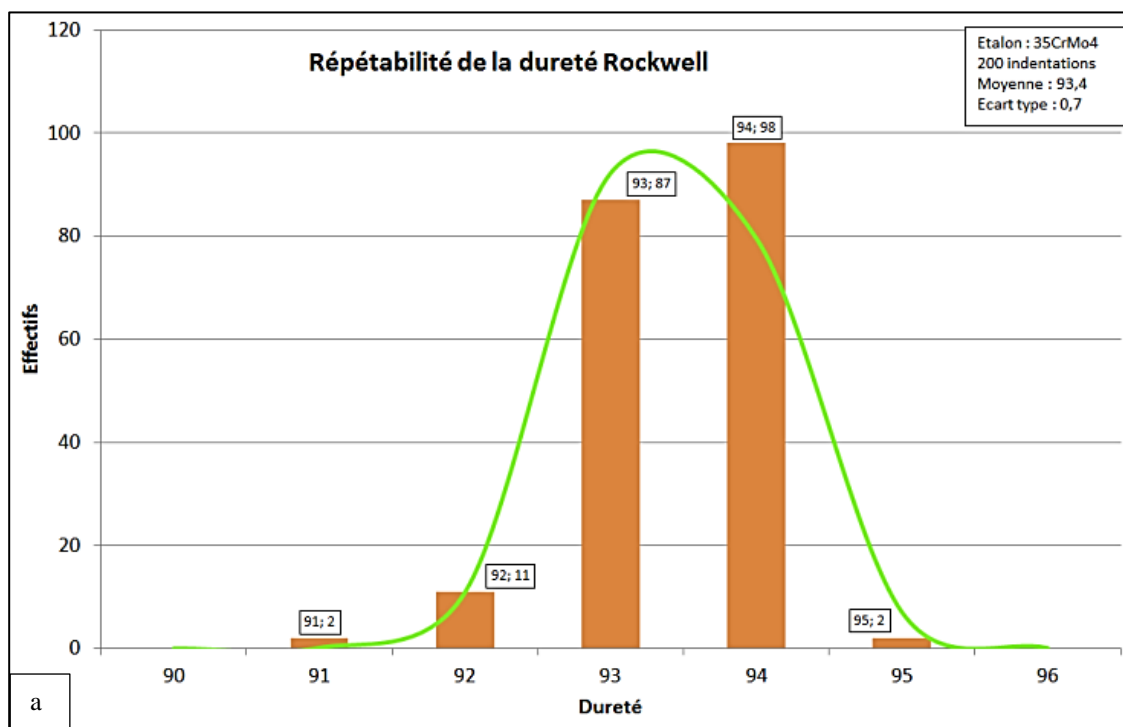
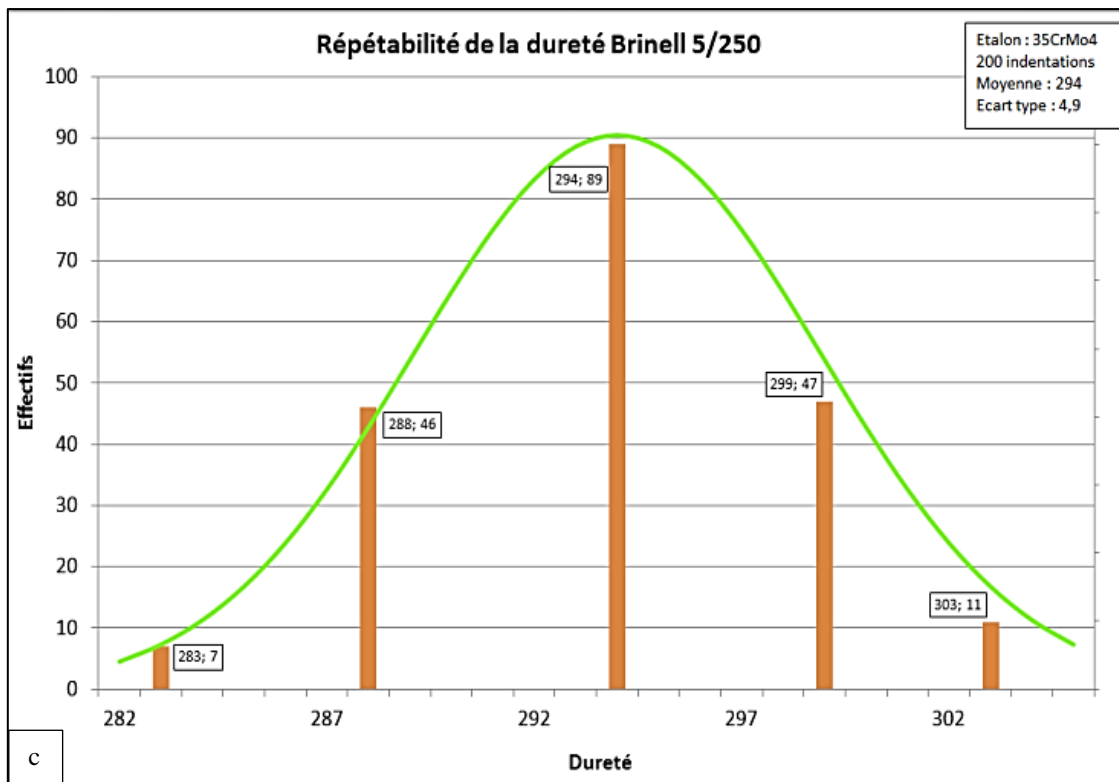
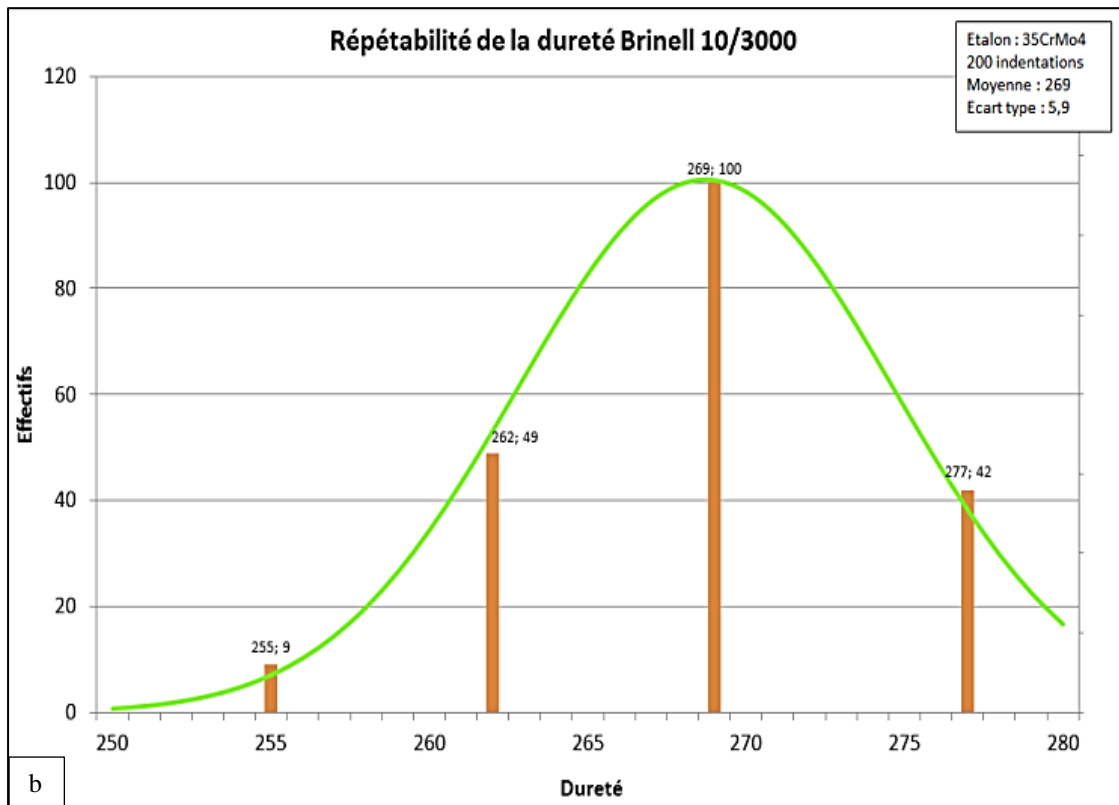


Figure III-1 : Etalons de dureté après test : Dureté Rockwell (a) et dureté Brinell 10/3000 (b)

La figure III-2 présente les résultats obtenus pour chaque type de mesure de dureté :





*Figure III-2 : Dispersion des essais de dureté Rockwell (a), Brinell 10/3000 (b) et Brinell 5/250 (c)*

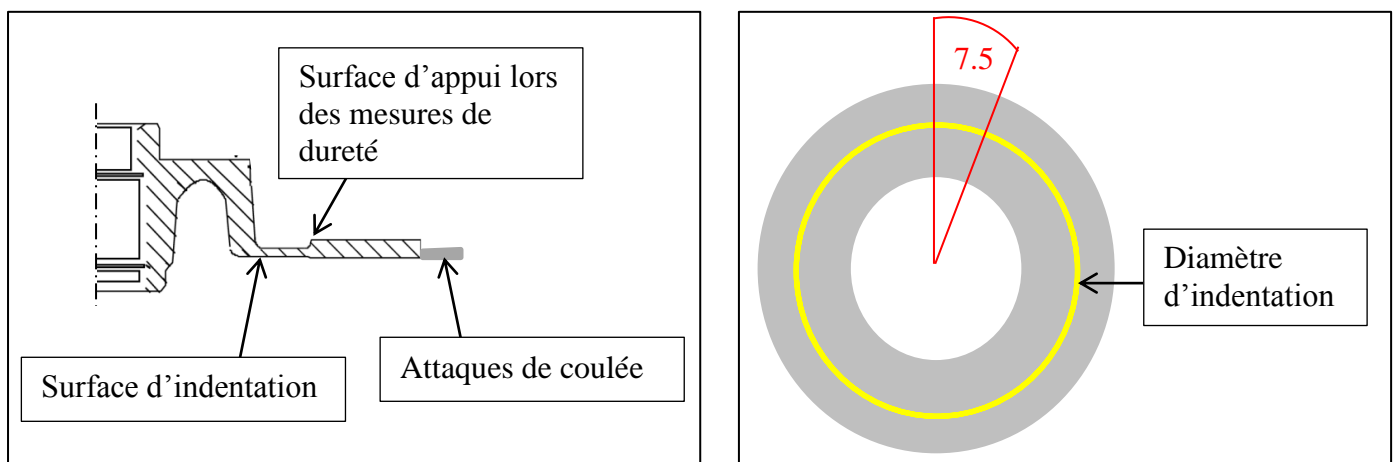
Les résultats montrent que la dureté Rockwell serait à privilégier car la mesure réalisée est beaucoup plus répétable et les valeurs déterminées moins dispersées. Cette différence de

répétabilité entre les duretés Rockwell et Brinell s'explique par le fait que la dureté Brinell cumule deux erreurs : l'erreur mécanique due à la machine lors de la mesure et celle due à l'opérateur lors de la lecture des diamètres de l'empreinte, qui s'avère être la plus importante et la plus difficile à corriger. Au contraire, la dureté Rockwell donne directement la valeur de dureté par comparaison d'enfoncement, l'erreur de l'opérateur est donc annulée. Cependant, ces résultats nécessitent d'être confirmés sur de la fonte. En effet, cette campagne d'essai qualifie simplement la répétabilité du type de mesure sur un matériau homogène. Or, la fonte étant un matériau composite, il se peut que les essais de répétabilité sur une pièce de fonderie soit différents à cause de l'alternance matrice/graphite.

### ***III.1.1.1.2 Caractérisation de la dispersion de mesure sur pièce de fonderie***

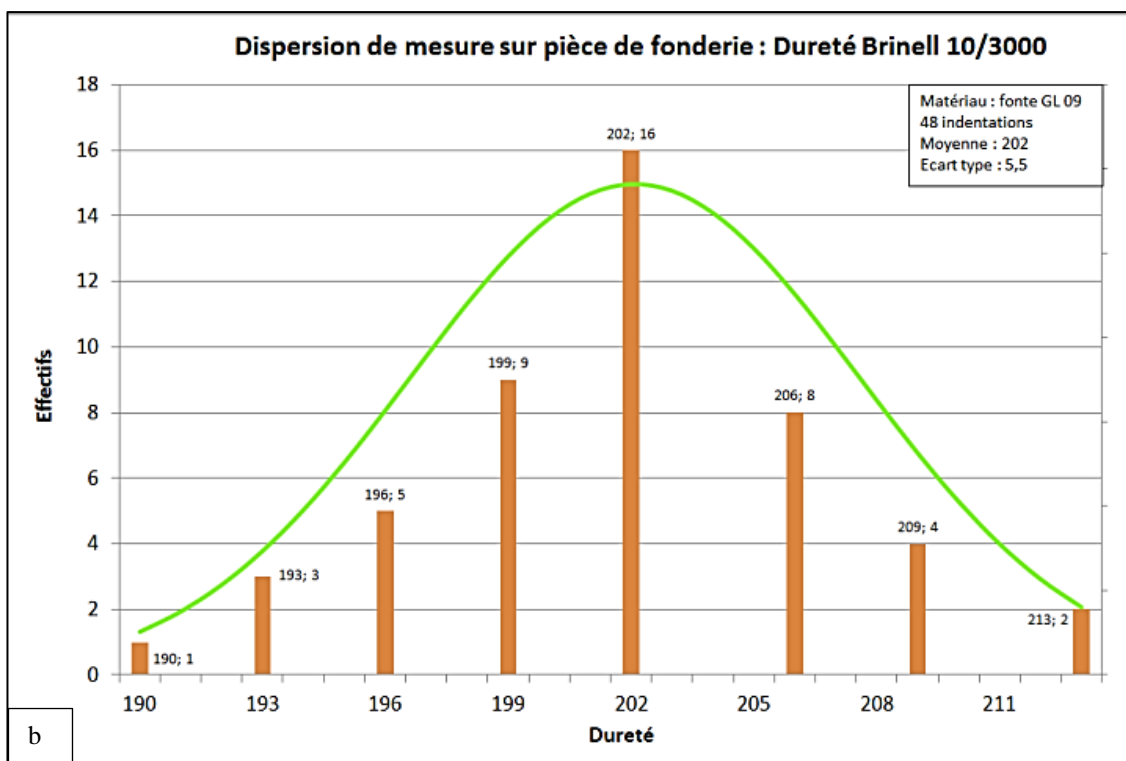
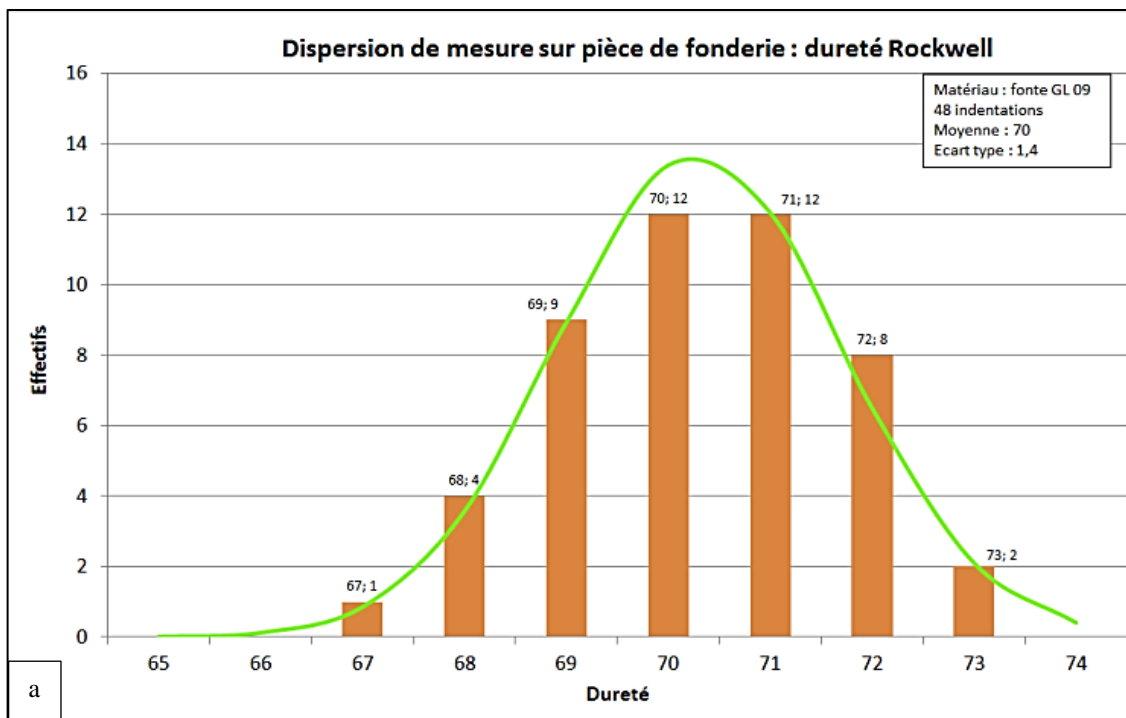
Cet essai a pour but de connaître la dispersion de chaque mesure de dureté sur une pièce en fonte GL09. Cette étape est complémentaire des mesures de répétabilité sur pièce homogène car elle permettra de mettre en évidence l'hétérogénéité éventuelle de nos pièces d'étude ainsi que la réponse de chaque type de dureté à cette hétérogénéité.

Pour cette campagne d'essai, des moyeux-disques produits à la fonderie Renault Le Mans ont été utilisés. Les pièces ont été choisies de manière à être les plus stables possibles c'est-à-dire hors période de vieillissement. Ce sont donc des pièces ayant été coulées depuis plus d'un mois qui ont été retenues pour effectuer cet essai. Afin de pouvoir réaliser nos mesures de dureté, il a fallu préparer les pièces : le moyeu a été carotté et les pistes ont été dressées et rectifiées sur chaque face. Les mesures ont été faites sur 360° sur le diamètre médian des pistes. Il a été décidé de prendre 48 mesures sur un diamètre afin d'obtenir un échantillon représentatif statistiquement et un pas de mesure de 7.5° dans le but d'obtenir plusieurs mesures sur chaque attaque de coulée.

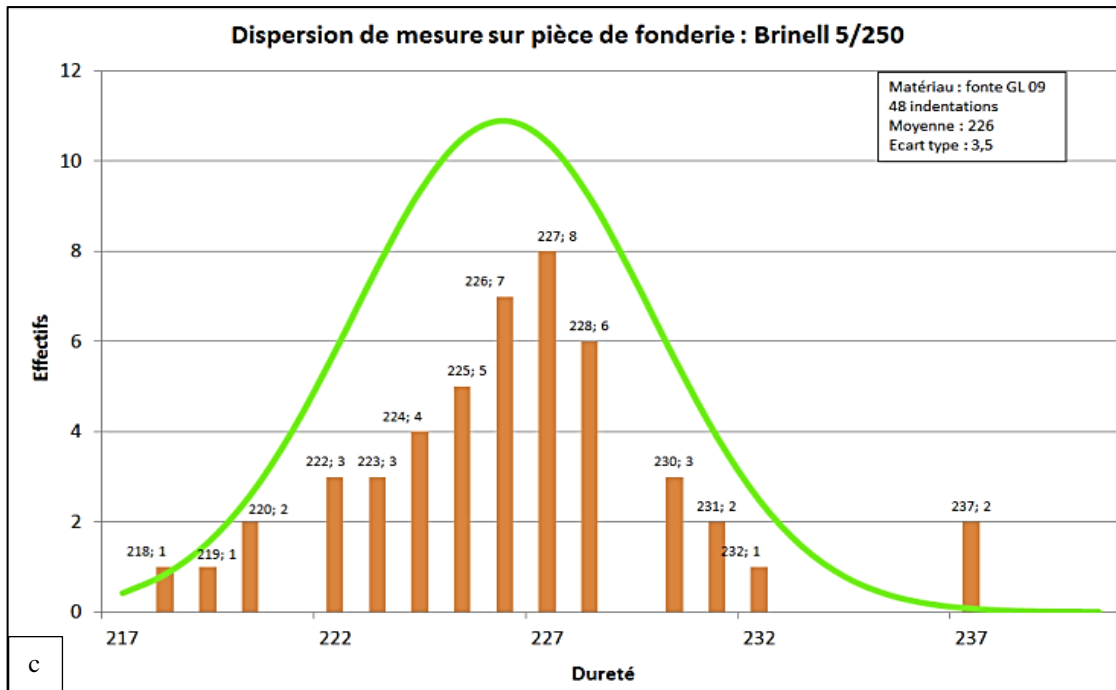


*Figure III-3 : Procédure du test de dispersion de mesure sur pièce de fonderie*

Les résultats de cette campagne de mesures sont reportés sur la figure III-4 et confirment ceux déjà obtenus sur un étalon homogène.







	<i>Acier : 35 CrMo4</i>		<i>Fonte GL09</i>	
	<i>Moyenne : m</i>	<i>Ecart-type : <math>\sigma</math></i>	<i>Moyenne : m</i>	<i>Ecart-type : <math>\sigma</math></i>
<b><i>Dureté Rockwell</i></b>	93.4	0.7	70	1.4
<b><i>Dureté Brinell 5/250</i></b>	269	5.9	202	5.5
<b><i>Dureté Brinell 10/3000</i></b>	294	4.9	226	3.5

*Figure III-4 : Dispersion des essais de dureté Rockwell (a), Brinell 10/3000 (b), Brinell 5/250 (c) sur pièce en fonte GL 09 et tableau récapitulatif*

Cet essai nous permet donc de confirmer la pertinence de l'utilisation de la mesure de dureté Rockwell sur une fonte grise, mesure généralement préconisée pour des matériaux durs. De plus, les résultats montrent que l'essai normalisé pour les fontes, la dureté Brinell 10/3000, est la mesure la plus dispersive de toutes : son utilisation est donc à relativiser. Elle permet de donner une valeur indicative de la dureté des pièces et de s'assurer que la mesure soit faite sur une surface plus importante afin de lisser au mieux la différence de dureté entre la matrice de la fonte et le graphite. Cependant, cet essai ne garantit pas une répétabilité de mesure suffisante pour observer des phénomènes précis. En ce qui concerne la dureté Brinell 5/250, elle se situe à mi-chemin entre les deux autres.

Lors de cet essai, il a été observé que les hétérogénéités de dureté sur un moyeu-disque ne sont pas aléatoires mais au contraire localisées de manière particulière. Les zones présentant les valeurs de dureté les plus faibles se situent au niveau des attaques de coulée : ce phénomène est connu et s'explique par les différences de cinétiques de refroidissement au sein d'une pièce. En effet, les attaques de coulée sont les zones dites chaudes de la pièce car elles sont constamment alimentées en métal chaud lors du remplissage : leur vitesse de refroidissement est donc plus lente ce qui entraîne cette différence de dureté. Une cartographie des hétérogénéités en dureté est donc possible et est illustrée par la figure III-5 : cette cartographie est valable quel que soit le type de mesure utilisé.

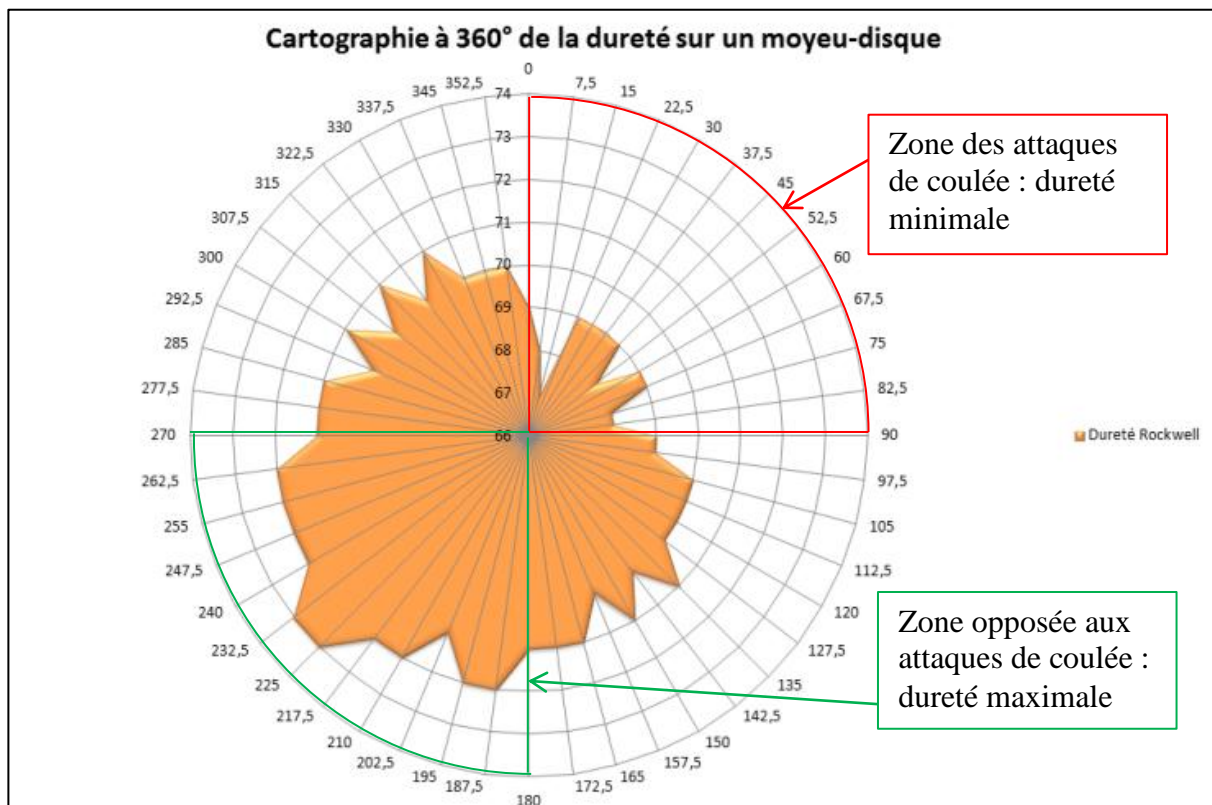


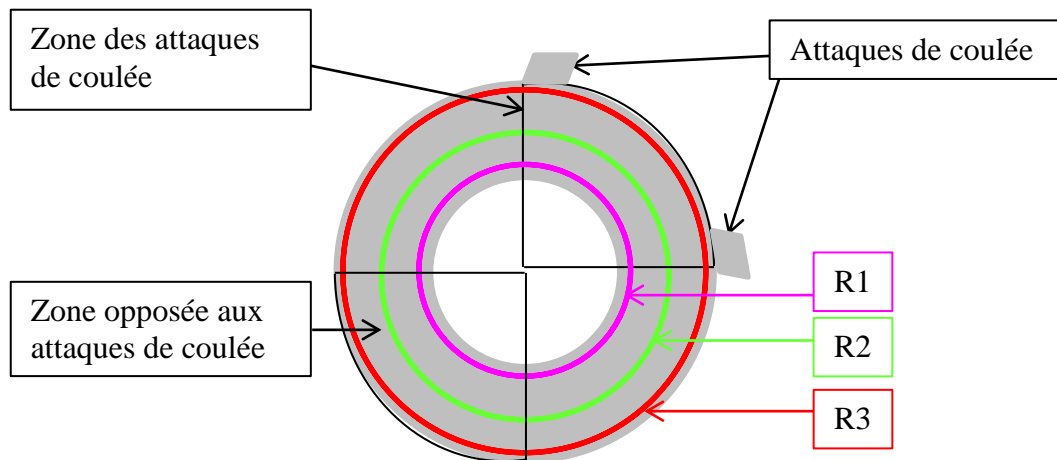
Figure III-5 : Cartographie de la dureté sur un moyeu-disque Renault Le Mans en fonte GL09

### III.1.1.1.3 Essai de suivi de vieillissement sur pièce Renault Le Mans

Ne connaissant pas l'ampleur des variations de dureté lors du vieillissement de la fonte, il faudra donc le suivre au cours du temps avec ces trois types de mesure de dureté différents afin de savoir si l'évolution de la dureté du matériau se situe ou non dans la dispersion de mesure. Cet essai permettra de filtrer le ou les types de dureté à utiliser au cours de cette étude.

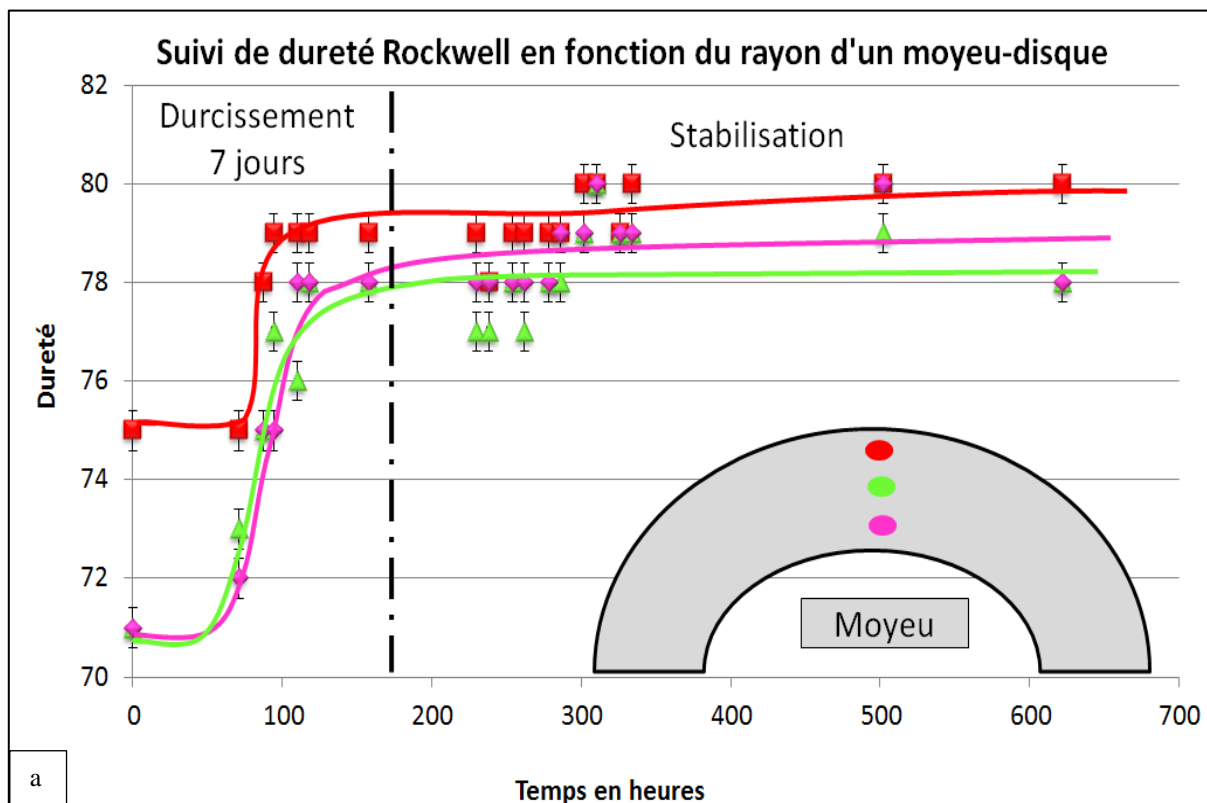
Afin de mener à bien cet essai, il a été nécessaire d'anticiper l'approvisionnement des pièces venant du Mans afin de ne pas perdre de temps entre la coulée et le suivi de vieillissement. Pour ce faire, il a fallu acheminer les moyeux-disques directement en sortie de fonderie jusqu'à Cluny. La préparation des pièces est sensiblement la même que celle décrite précédemment : carottage du moyeu et dressage des pistes par tournage. La rectification a été abandonnée car elle n'était pas nécessaire : la planéité des pistes des pièces usinées était suffisante pour réaliser les mesures de dureté. Une fois la préparation des pièces achevée, les mesures de dureté de référence ont été faites immédiatement : le temps écoulé entre la sortie de fonderie et les premières indentations est d'environ 15 heures. Ensuite, des mesures ont été réalisées quotidiennement afin de suivre l'évolution de la dureté au cours du temps et la pertinence des trois différents types de mesures de dureté. Deux zones d'indentation ont été définies : la zone des attaques de coulée et la zone à l'opposé de ces dernières. Le choix de ces zones d'indentation a été guidé par la cartographie de dureté : en effet, ces zones sont relativement homogènes en dureté. Sur chaque zone, trois rayons d'indentation ont été

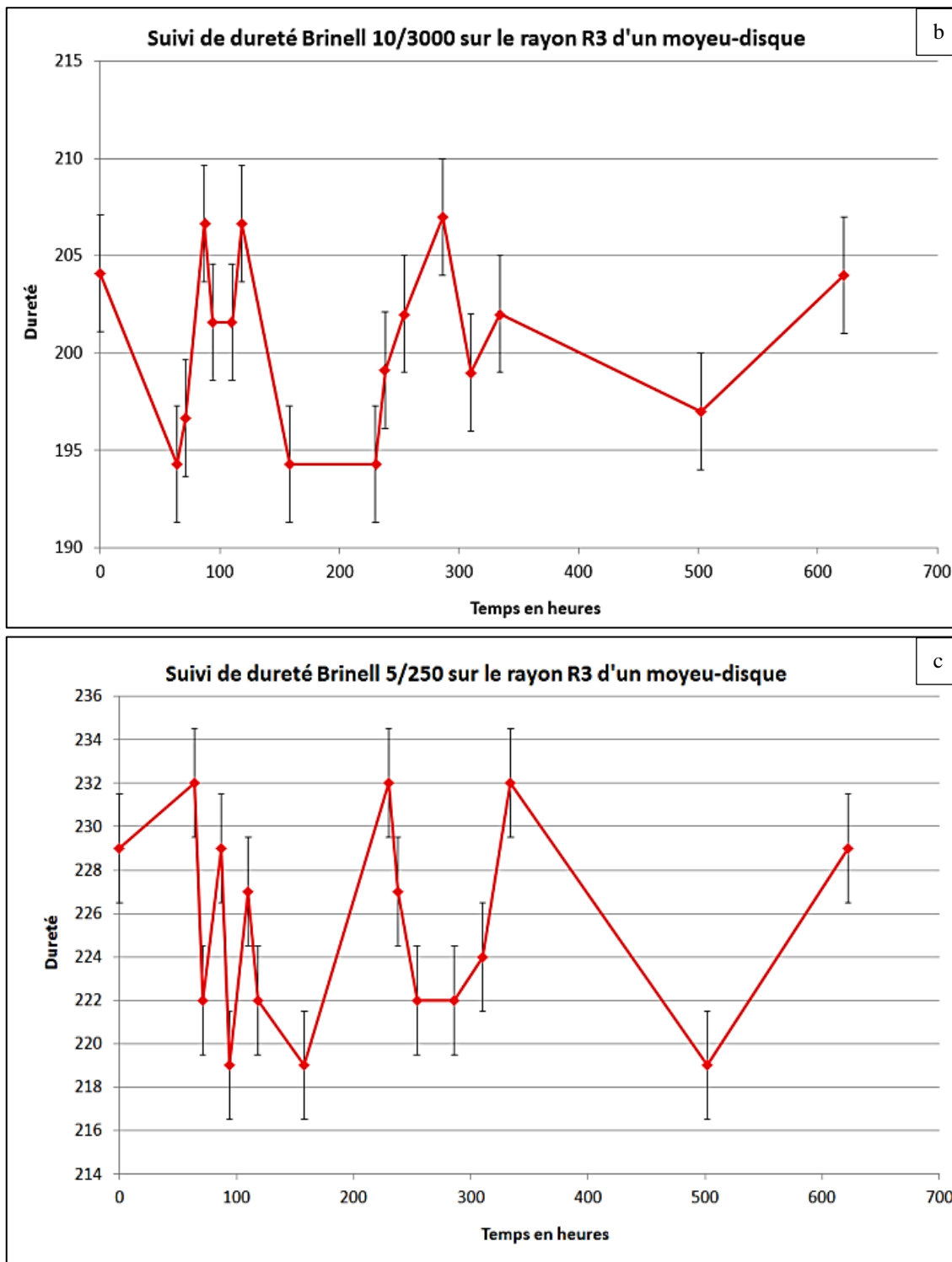
sélectionnés : le premier R1 proche du moyeu, le deuxième R2 étant le rayon médian de la piste et le troisième R3 proche du bout de piste.



*Figure III-6 : Procédure du test de suivi de vieillissement sur moyeu-disque Renault le Mans*

La figure III-7 présente l'évolution de la dureté en fonction du temps pour chaque type de dureté sur la zone opposée aux attaques. Les barres d'erreur présentes sur les graphiques suivants correspondent à l'écart-type observé sur chaque type de mesure de dureté lors de l'essai sur échantillon homogène. Grâce à ces résultats, le choix du type de mesure de dureté utilisée lors de l'étude a pu être arrêté. Sur chaque graphique, un point de mesure correspond à la moyenne de trois indentations successives.

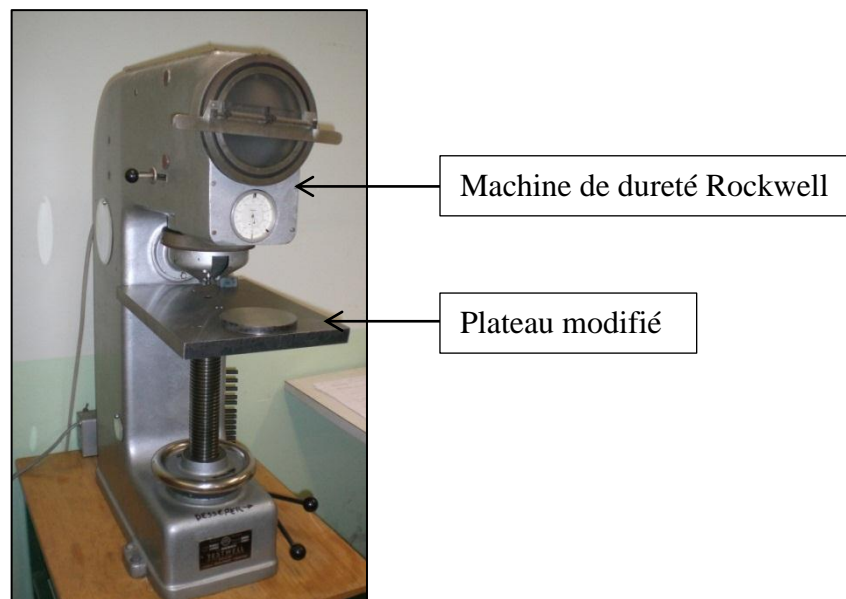




*Figure III-7 : Evolution de la dureté lors du vieillissement de pièces Renault issues d'une même coulée : Rockwell (a), Brinell 10/3000 (b) et Brinell 5/250 (c)*

Suite à ces essais, il est aisé de remarquer la différence notable entre la dureté Rockwell et les duretés Brinell. La dureté Rockwell montre une évolution caractéristique de la dureté au cours du temps quel que soit le rayon d'indentation. L'augmentation de dureté est largement plus élevée que la dispersion de mesure : ce type de mesure donne donc des résultats qui apparaissent cohérents avec la bibliographie [RIC 2003], quantifiables et surtout fiables. Au

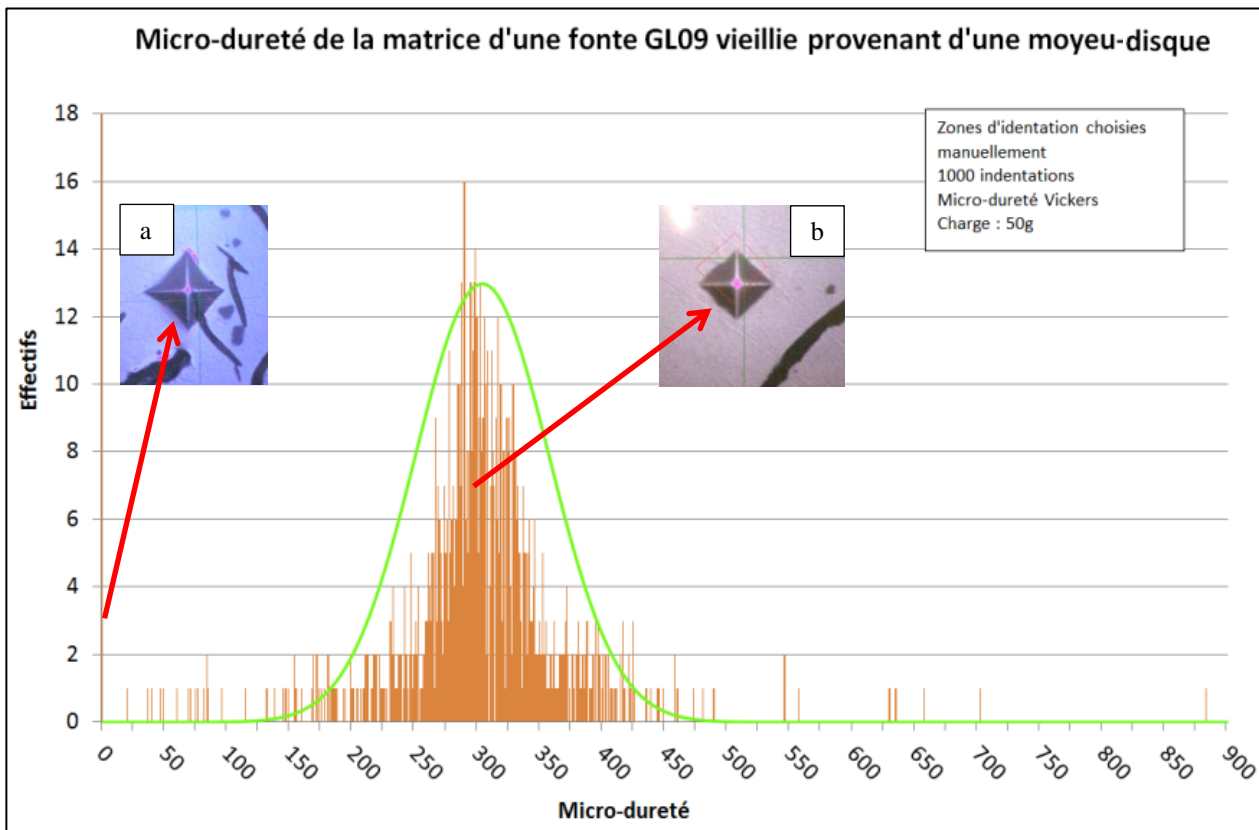
contraire, les duretés Brinell ne montrent aucune évolution caractéristique : les variations de mesure se trouvent presque intégralement dans l'intervalle de dispersion. Il semble donc impossible d'observer une quelconque évolution avec ces types de mesure de dureté : le problème vient principalement de l'erreur de lecture de l'empreinte par l'utilisateur durant la mesure. Finalement, les mesures de dureté Brinell ont définitivement été écartées et les suivis de vieillissement de cette étude se feront donc avec une dureté Rockwell : bille 1/8 de pouce (3.18mm) et une charge de 250 daN (pour adapter les mesures à l'échelle Rockwell). La figure III-8 présente la machine de dureté Rockwell utilisée lors de cette étude. Cette machine a dû être modifiée afin de s'adapter à la taille des échantillons employés pour le suivi de dureté (disques de diamètre 200mm). Un plateau spécifique a donc été conçu pour pouvoir indenter des pièces ayant un diamètre maximal de 350mm.



*Figure III-8 : Machine de dureté Rockwell et son plateau modifié*

### **III.1.2 Micro-dureté**

Le dernier type de mesure de dureté à avoir été testé durant cette étude est la micro-dureté Vickers. La littérature suggère en effet que la modification des caractéristiques mécaniques de la fonte se fait grâce à des changements se produisant dans la matrice ; la micro-dureté semblait alors parfaitement adaptée à la mesure des propriétés de la matrice perlitique de la fonte GL09. Afin de tester la faisabilité des mesures de micro-dureté sur la fonte, une micrographie a été réalisée sur une fonte GL09 provenant d'un moyeu-disque vieilli du Mans. Les zones d'indentation ont été choisies manuellement : cela était nécessaire afin de s'assurer que la mesure de dureté se fasse bien dans la matrice. La charge utilisée pour cet essai est de 50 g : plusieurs autres masses ont été testées mais cette masse s'est révélée être le choix optimal. En effet, cette masse est suffisante pour obtenir une empreinte mesurable par la détection d'image, englobant plusieurs lamelles de perlite et pouvant se situer entre les lamelles de graphite. Pour cet essai, 1 000 indentations ont été faites afin de s'assurer de la validité du traitement statistique des résultats. La figure III-9 détaille le spectre de valeurs de dureté obtenues :



*Figure III-9 : Spectre de micro-dureté obtenu sur la matrice perlitique d'une fonte GL09 vieillie, empreinte de mesure non analysable à cause du graphite (a) et empreinte de mesure correcte (b)*

Plusieurs enseignements, détaillés ci-dessous, peuvent être tirés de la figure III-9.

- La distribution des duretés obtenues suit une loi normale de moyenne  $m = 274$  HV et d'écart-type  $\sigma = 112$  HV : 80% des valeurs se situent donc dans l'intervalle  $[m-\sigma ; m+\sigma]$ . Cependant, Celle-ci est très dispersée et un grand nombre d'indentation est requis afin d'obtenir des résultats cohérents et exploitables. Cette nécessité de multiplier le nombre de points à choisir manuellement est clairement un critère des plus défavorable pour l'utilisation de la micro-dureté lors de suivis de vieillissement temporel.

- Afin de rendre la figure III-9 plus lisible, l'échelle des effectifs a été tronquée car le nombre d'indentations donnant une dureté de 0 HV est de 94 soit un effectif très supérieur au plus fort effectif non nul (290 HV avec 16 unités). Ces nombreuses valeurs de dureté nulles peuvent s'expliquer. En effet, lors des indentations correspondantes, la matrice s'écroule sous la charge en laissant apparaître une lamelle de graphite située juste sous le point d'indentation. La valeur de dureté est alors nulle car l'empreinte obtenue ne peut être reconnue lors de la mesure par analyse d'image : l'empreinte étant de trop grande taille et de forme non prismatique ( (a) de la figure III-9), à comparer avec une empreinte normale visible sur l'image ( (b) de la figure III-9) .

Finalement, suite à cet essai et en raison des problèmes et contraintes évoqués, il a été décidé de ne pas conserver la micro-dureté comme une technique de caractérisation du vieillissement car elle nécessite trop de temps quotidiennement pour des résultats très dispersés dont le traitement statistique pourrait se révéler fastidieux.

### III.1.3 Fréquences propres

Comme indiqué précédemment, le vieillissement de la fonte modifie l'usinabilité des pièces. De ce fait, outre la dureté du matériau, il a semblé opportun de s'intéresser à sa rigidité, donc à la mesure de son module d'Young.

Une mesure directe et classique de cette grandeur à l'aide d'éprouvettes de traction n'était toutefois guère envisageable en raison de nombre élevé d'échantillons à préparer et de la complexité de déterminer un module d'Young sur de la fonte. Déterminer les fréquences propres de vibration des pièces, celles-ci étant l'image directe du module d'Young, est apparu comme le choix le plus pertinent

#### III.1.3.1 Théorie de l'analyse vibratoire

Le suivi de vieillissement par mesure des fréquences propres se fait en contrôlant le décalage des spectres de fréquences des échantillons. La mesure consiste à frapper avec un marteau de choc équipé d'un capteur de choc sur la pièce en fonte munie d'un accéléromètre ; tous deux sont reliés à un analyseur de spectre. Le but de la mesure est d'étudier la réponse vibratoire de la pièce de fonderie à une sollicitation impulsionnelle : le coup de marteau de fonction  $h(t)$ . L'analyseur va alors obtenir deux fonctions dans le domaine temporel :  $x(t)$  : la fonction enregistrée par le marteau et  $y(t)$  la fonction enregistrée par l'accéléromètre de la pièce. L'analyseur va alors calculer la fonction de transfert du système  $H(f)$  dans le domaine fréquentiel. La fonction de transfert  $H(f)$  est définie comme le rapport des transformées de Fourier du signal de sortie sur le signal d'entrée d'où :  $H(f) = \frac{Y(f)}{X(f)}$  avec  $Y(f)$  et  $X(f)$  : transformées de Fourier respectives de  $y(t)$  et  $x(t)$ . Pour information la transformée de Fourier d'un signal temporel est exprimée par l'équation suivante :  $A(f) = \int_{-\infty}^{+\infty} a(t)e^{-j2\pi f * t} dt$  . C'est le passage dans le domaine fréquentiel qui permet d'utiliser un marteau de choc pour caractériser la réponse en fréquence d'un système mécanique, le choc étant assimilé à une impulsion de type Dirac [DEN 2006]. Cependant, le spectre obtenu n'est pas entièrement exploitable. Il convient d'introduire la notion de cohérence de la fonction de transfert. La fonction de cohérence de deux signaux  $x(t)$  et  $y(t)$  permet de quantifier dans quelle partie de la bande spectrale les phénomènes que représentent ces fonctions échangent de l'information. Elle est comprise entre 0 et 1. Dans la pratique, la justesse de la détermination d'une fonction de transfert n'est assurée que lorsque la cohérence des signaux d'entrée et de sortie est proche de la valeur 1. Elle est définie par :  $\Gamma_{xy} = \frac{|S_{xy}(f)|^2}{S_{xx}(f)S_{yy}(f)}$  avec  $S_{xx}(f)$  qui correspond à la transformée de Fourier de la fonction de corrélation. La fonction de corrélation permet de traduire la ressemblance de deux fonctions dans un domaine. On parle d'autocorrélation lorsqu'on compare une fonction à elle-même décalée de  $\tau$  dans le temps pour notre application. La fonction de corrélation est définie par :  $C_{xx}(\tau) = \frac{1}{T} \int_0^T x(t)x(t - \tau)dt$ .

### III.1.3.2 Principe du suivi de vieillissement par fréquences propres

Le principe du suivi de vieillissement par fréquences propres consiste à observer le décalage fréquentiel de chacune des fréquences propres au cours du temps comme le montre la figure III-10. En effet, durant le vieillissement, la valeur de chaque fréquence propre augmente. Ce décalage fréquentiel est différent pour chaque fréquence propre : plus la valeur de la fréquence propre est élevée, plus le décalage fréquentiel augmente.

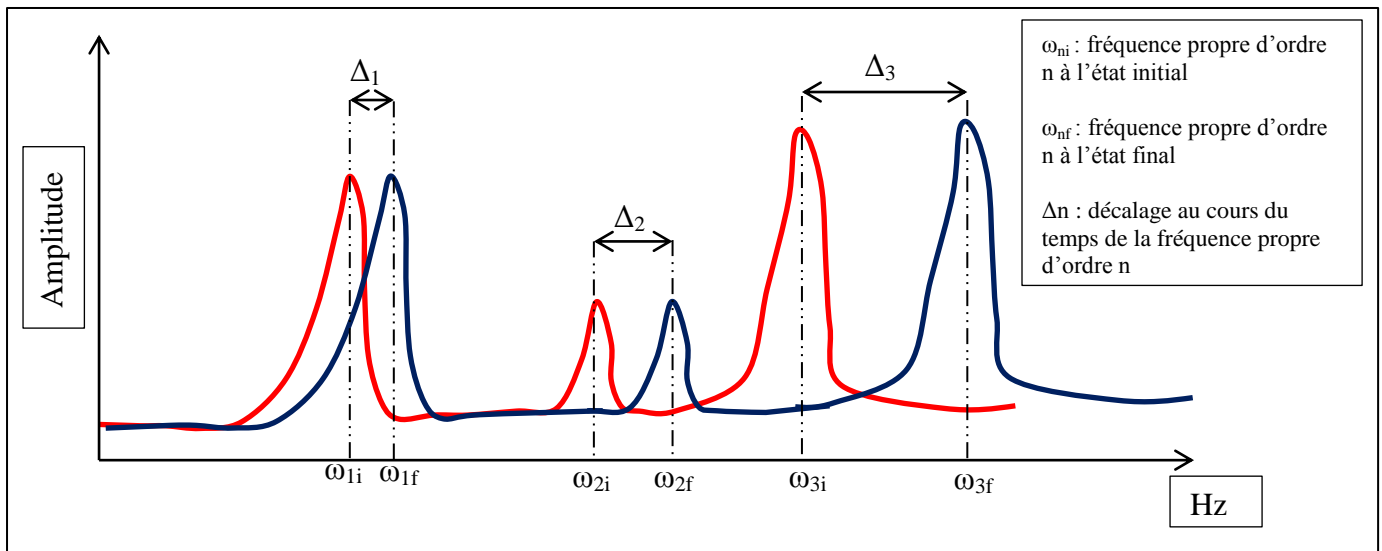


Figure III-10 : Schéma présentant le décalage fréquentiel des fréquences propres durant le vieillissement

L'étude de ces décalages de fréquences propres permet de remonter par calcul à la variation de module d'Young  $E$  (en GPa) de la fonte durant la maturation. En effet, dans le cas d'un sonnage de pièce en libre/libre, le système s'apparente à un système masse/ressort (l'amortissement étant négligé) dont les fréquences propres valent :  $\omega_0 = \sqrt{\frac{K}{m}}$  avec  $K$  et  $m$  représentant respectivement la raideur et la masse du système. Or, la raideur  $K$  est liée au module de Young donc l'équation des fréquences propres devient :  $\omega_0 = \sqrt{\frac{\beta E}{m}}$  avec  $\beta$  une constante. La relation entre fréquences propres et module d'Young est du type  $\omega_0^2 = \alpha E$  avec un coefficient  $\alpha$  différent selon l'ordre de la fréquence propre. Il est alors possible de définir une relation permettant de remonter au module de Young après vieillissement et vérifiable quel que soit l'ordre de la fréquence propre :

$$E_1 = E_0 \left( \frac{\omega_{n1}^2}{\omega_{n0}^2} \right) \text{ avec } E : \text{ module de Young (en Gpa)}$$

$\omega$  : la fréquence propre (en Hz)

$n$  : l'ordre de la fréquence propre

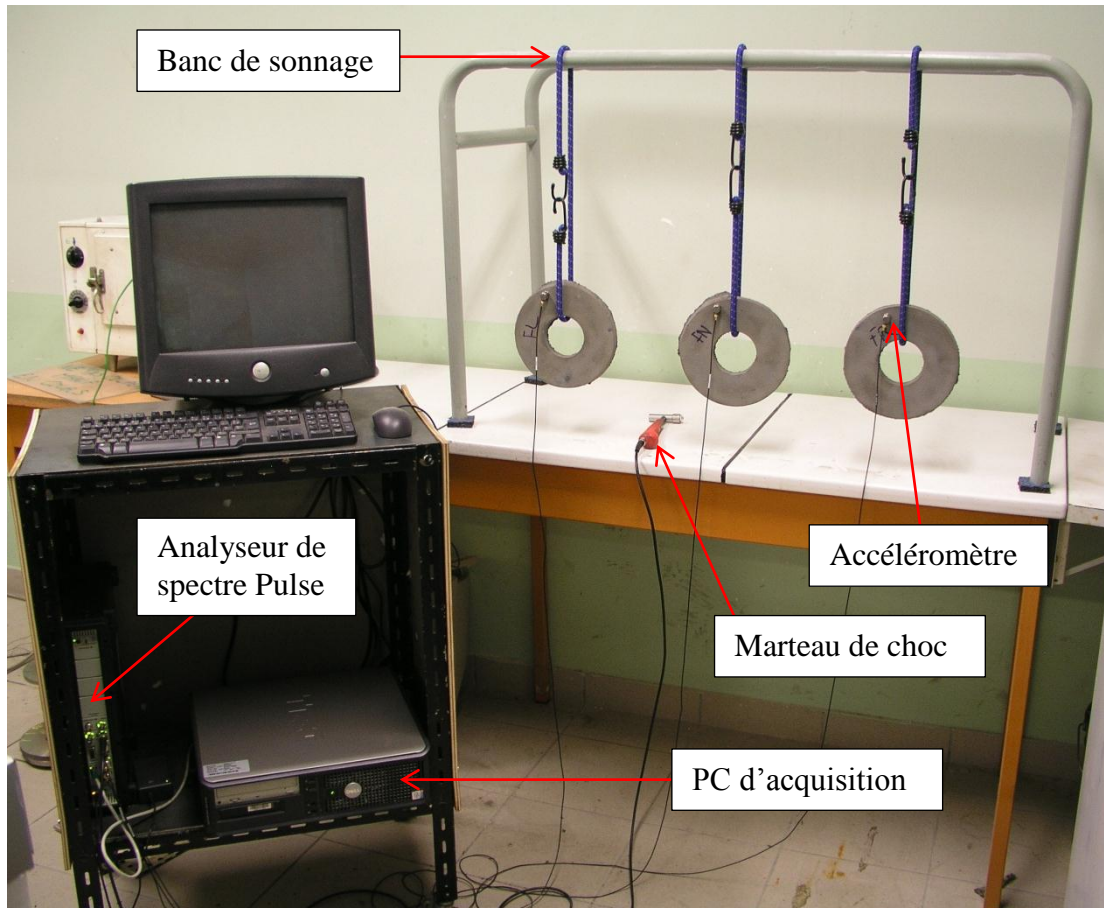
$0$  : état de vieillissement initial et  $1$  : état de vieillissement final



### III.1.3.3 Système de mesure

Le système de mesure utilisé pour le suivi de fréquences propres, composé des éléments suivant est visible sur la figure III-11:

- analyseur de spectre PULSE de la société Brüel & Kjaer et de son PC.
- accéléromètres Brüel & Kjaer mesurant de 0 à 5kHz.
- un marteau de choc.
- banc de sonnage libre/libre conçu en interne.



*Figure III-11 : Banc de mesure de fréquences propres*

La mesure se fait en frappant une pièce avec le marteau de choc. L'analyseur de spectre détecte alors la mesure par un trigger automatique et affiche le spectre fréquentiel. Lors des suivis de vieillissement, trois mesures successives sont effectuées sur un même échantillon. L'ensemble des spectres de mesures sont regroupés sur un même diagramme en cascade appelé waterfall. La figure III-12 présente un exemple de diagramme waterfall : l'axe des abscisses représente la fréquence en Hz, l'axe des ordonnées l'amplitude et l'axe z s'incrémente d'un nouveau spectre à chaque mesure. Le diagramme est celui réalisé afin de mesurer la répétabilité du système de mesure dont traite la partie suivante. L'échantillonnage de chacune des courbes de fréquences propres présentées dans la suite de cette étude est de 0.8 Hz, c'est-à-dire que chaque point du spectre fréquentiel obtenu est séparé par un pas de 0.8 Hz. De plus, l'ensemble des courbes qui seront présentées sont cohérentes (cohérence

comprise entre 0.9 et 1) dans l'intervalle [0Hz ; 4000Hz] : elles sont donc exploitables dans ce domaine.

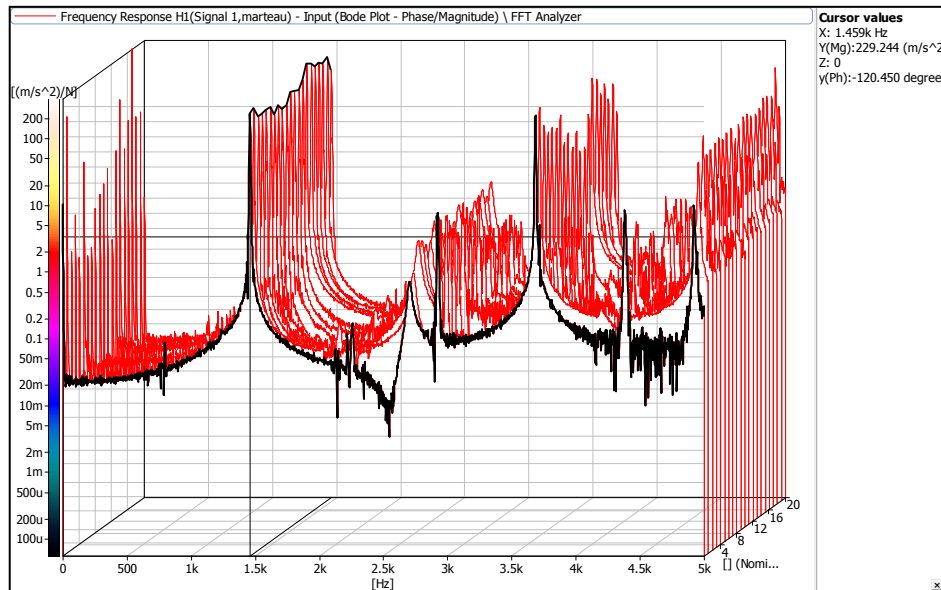


Figure III-12 : Diagramme waterfall relatif à l'essai de répétabilité

### III.1.3.4 Répétabilité de mesure

Comme pour la dureté, il est nécessaire de connaître la dispersion du système de mesure. Pour cela, une pièce en fonte stable (déjà vieillie) a été impactée vingt fois. La dispersion de mesure a été contrôlée sur chaque fréquence. Dans la suite de l'étude, chaque évolution de fréquence propre sera traitée en prenant en compte la dispersion de celle-ci. La figure III-13 présente les résultats obtenus :

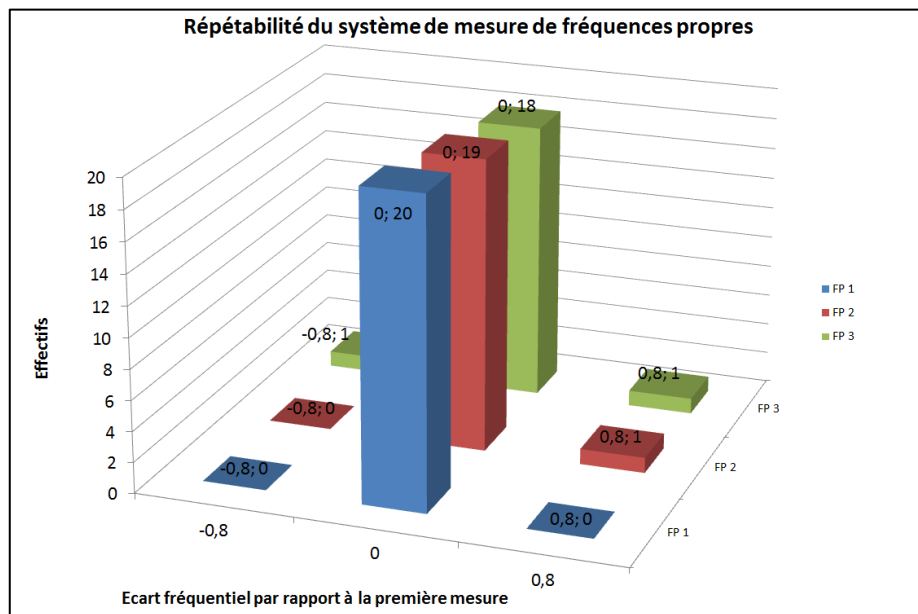


Figure III-13 : Dispersion de mesure observée sur le système de suivi de vieillissement par fréquences propres

La dispersion de système de mesure est acceptable puisque dans le cas défavorable, elle est de  $\pm 0.8$  Hz.

### ***III.1.4 Résistivité***

Comme mentionné précédemment, les modifications des propriétés intervenant lors du vieillissement de la fonte seraient le résultat d'une diffusion d'azote dans la matrice suivie d'une précipitation de nitrures de fer [RIC 2003]. Cette modification de composition des espèces en solution se traduit par des réorganisations de la distribution électronique et donc des changements des propriétés de conductivité électrique du matériau. De ce fait, le suivi de vieillissement par mesure de la résistivité a été l'un des premiers choix de technique de caractérisation fait pour cette étude. Cette technique présente l'avantage d'être entièrement automatisée et ne nécessite aucune intervention de la part d'un opérateur. Cependant, contrairement à d'autres études [ROS 2006], la mise en œuvre de ce type de suivi sur la fonte GL présente quelques difficultés.

#### ***III.1.4.1 Théorie de la résistivité***

Pour commencer, il convient de rappeler le principe de la mesure de résistivité. La résistivité électrique  $\rho$  d'un alliage est l'inverse de la conductivité électrique  $\sigma$  (en  $S.m^{-1}$ ). Or la conductivité est définie par la relation suivant [ROS 1987] :

$J = \sigma E$  avec  $E$  le champs électrique appliqué à l'échantillon (en V) et  $J$  la densité de courant présent dans ce dernier (en  $A/m^2$ ).

Or, la densité de courant présent dans un échantillon peut être reliée à sa structure atomique par la relation suivante :  $J = \frac{ne^2\tau E}{m}$  dans un échantillon de masse  $m$  (en kg) contenant  $n$  électrons de charge élémentaire  $q = -e$  (en C) et dont le temps de collision entre électrons est de  $\tau$  (en s) d'où la relation de la conductivité suivante :  $\sigma = \frac{ne^2\tau}{m}$ .

La conductivité électrique représentant la capacité d'un alliage à permettre le passage d'un courant électrique, la résistivité est donc son opposée. Elle représente la capacité d'un alliage à s'opposer au passage d'un courant électrique. La résistivité correspond à la résistance électrique d'un alliage pour un échantillon de longueur  $L = 1m$  et de section  $S = 1m^2$ . La résistance électrique  $R$  (en  $\Omega$ ) peut donc être reliée à la résistivité  $\rho$  (en  $\Omega/m$ ) par la relation :  $R = \rho \frac{L}{S}$  avec  $R$  la résistance (en  $\Omega$ ) d'un échantillon de longueur  $L$  (en m), de section  $S$  (en  $m^2$ ) et de résistivité  $\rho$  (en  $\Omega/m$ )

La résistance électrique étant reliée à la conductivité via la résistivité, sa valeur dans un échantillon dépend donc de la structure de cet échantillon. En effet, tout changement de structure au sein d'un matériau entraîne une réorganisation de sa structure électronique et donc un changement de conductivité et donc de résistivité. Cependant, la conductivité dépendant du mouvement des électrons, elle est donc fortement influencé par la température : plus la température est élevée, plus le déplacement des électrons est facilité [ROS 2006].

Le principe de la mesure dépend des propriétés énoncées précédemment. Le suivi de vieillissement par résistivité se fait par une mesure continue de la tension électrique d'un échantillon de fonte soumis à un courant électrique imposé et régulé thermiquement. Chaque variation de résistance au cours du temps correspondra alors à un changement au sein du matériau.

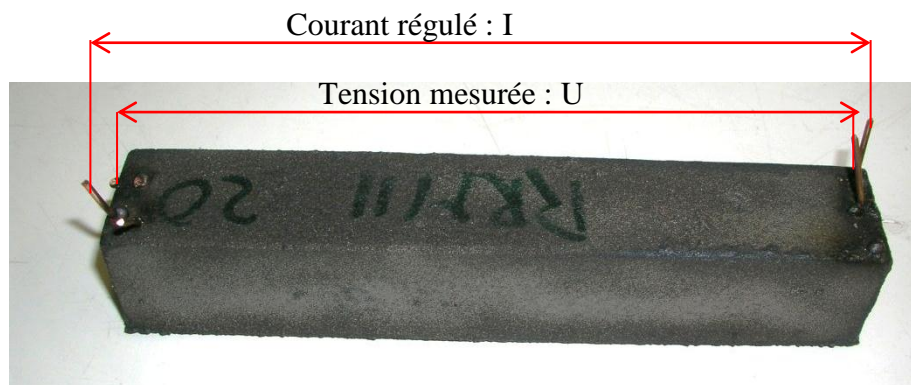
### ***III.1.4.2 Principe de mesure***

Comme évoqué dans le paragraphe précédent, le suivi de résistivité se fait par la mesure de la résistance électrique d'un échantillon de fonte GL soumis à un courant électrique constant et imposé, plongé dans un bain d'huile régulé thermiquement.

#### ***III.1.4.2.1 Echantillon de résistivité***

Les échantillons de résistivité doivent subir une préparation spécifique afin d'optimiser la mesure. Tout d'abord, l'échantillon doit être le plus long possible tout en ayant une section la plus faible possible afin de rendre la résistance électrique maximale et donc le signal enregistré (relation résistance/résistivité). Dans cette étude, les barreaux utilisés pour les suivis de résistivité ont une longueur  $L = 200$  mm et une section  $S = 702$  mm<sup>2</sup>. Il ne faut pas perdre de vue que ces échantillons doivent être représentatifs des disques de même composition, donc avoir subi un cycle thermique identique. La longueur et la section des barreaux de résistivité ont été obtenues par une étude thermique de l'outillage fonderie réalisé spécialement pour cette étude. Le dimensionnement de cet outillage fonderie sera présenté ultérieurement.

La technique employée pour mesurer la résistance des échantillons est la méthode dite « 4 points » [ROS 2006]. Il faut leur imposer un courant électrique constant et mesurer la tension aux extrémités de l'éprouvette. La résistance électrique est obtenue par calcul grâce à la relation :  $R = \frac{U}{I}$  avec  $R$  la résistance (en  $\Omega$ ),  $U$  la tension (en V) et  $I$  le courant (en A). Il est nécessaire de souder des électrodes sur l'échantillon afin de faire passer le courant, de le mesurer et de mesurer la tension. Les électrodes sont faites en fil de cuivre monobrin de section 2.5 mm<sup>2</sup> et sont soudées sur les échantillons par soudure à l'arc (courant de soudure 40 à 45 A). La figure III-14 montre un barreau de résistivité entièrement préparé.



***Figure III-14 : Barreau de résistivité préparé***

### *III.1.4.2.2 Système de mesure*

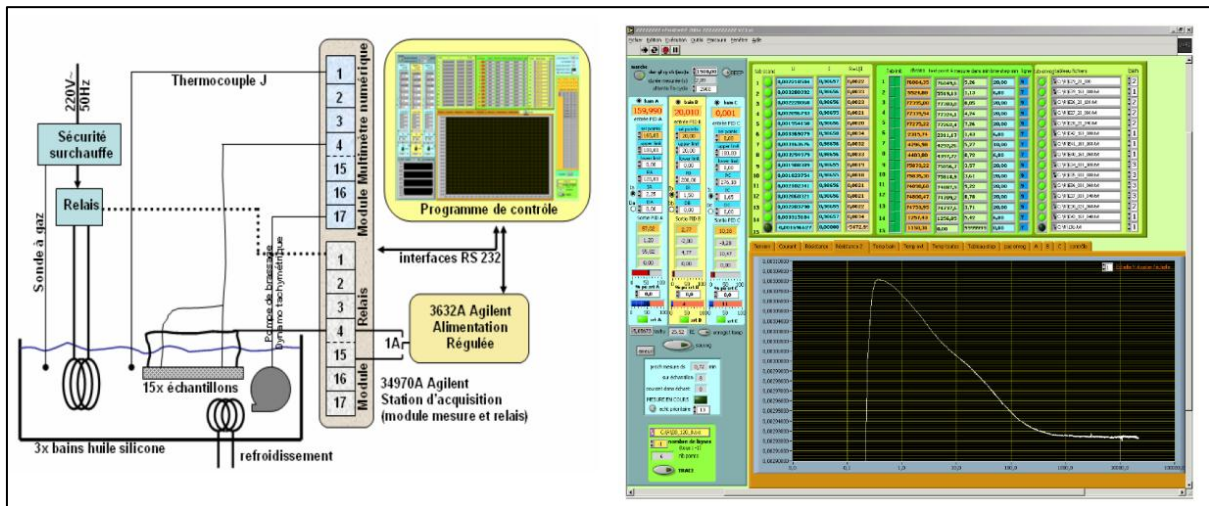
Le système de mesure de résistivité a été conçu dans le but d'automatiser au maximum les opérations. Développé à Arts et Métiers ParisTech, il permet de mesurer en continu la résistivité de 15 échantillons de manière entièrement automatisée pendant plusieurs mois dans trois bains d'huile silicone régulés thermiquement à différentes températures. Les mesures de température, de résistance électrique et les régulations thermiques sont pilotées par un seul programme à partir d'un PC. Ces mesures de température ainsi que les fonctions d'automatisme sont réalisées via une station 34970A Agilent. Il est alors possible de prendre les points de mesure en synchronisation avec le chauffage : arrêt du chauffage du bain au moment de la mesure afin de limiter le bruit thermique.

A partir de l'écran de contrôle du programme, on visualise en continu l'évolution et les valeurs de l'ensemble des paramètres mesurés pour les 15 échantillons. Le système enregistre à chaque mesure et de manière automatique pour chaque échantillon les paramètres suivants :

- le temps de vieillissement (en s).
- le courant injecté (en A).
- la tension en (V).
- la résistance électrique calculée (en  $\Omega$ ).
- la température du bain (en  $^{\circ}\text{C}$ ).
- la température extérieure (en  $^{\circ}\text{C}$ ).

La fréquence de mesure est prédéfinie pour chaque échantillon par l'utilisateur. La commutation du courant injecté dans les 15 échantillons est gérée automatiquement, par le programme via une carte à relais (34971A) de la station d'acquisition. Le courant de 1A maximal est commuté d'un échantillon à un autre, sans ouverture du circuit, de manière à améliorer la stabilité du signal et à limiter l'usure des relais mécaniques.

Le maintien en condition isotherme des échantillons est réalisé par 3 bains régulés thermiquement, constitués de bacs, brassés par des pompes centrifuges pour en garantir l'homogénéité thermique. Les éprouvettes sont immergées et maintenues sur un caillebotis en bois de manière à assurer une isolation électrique parfaite. L'utilisation d'huile de silicone permet d'atteindre des températures élevées sans risquer une auto-inflammation (point éclair de l'huile supérieur à  $280^{\circ}\text{C}$ ). La régulation numérique PID adaptative développée spécialement permet à priori d'atteindre une stabilité thermique de l'ordre de quelques centièmes de degrés.



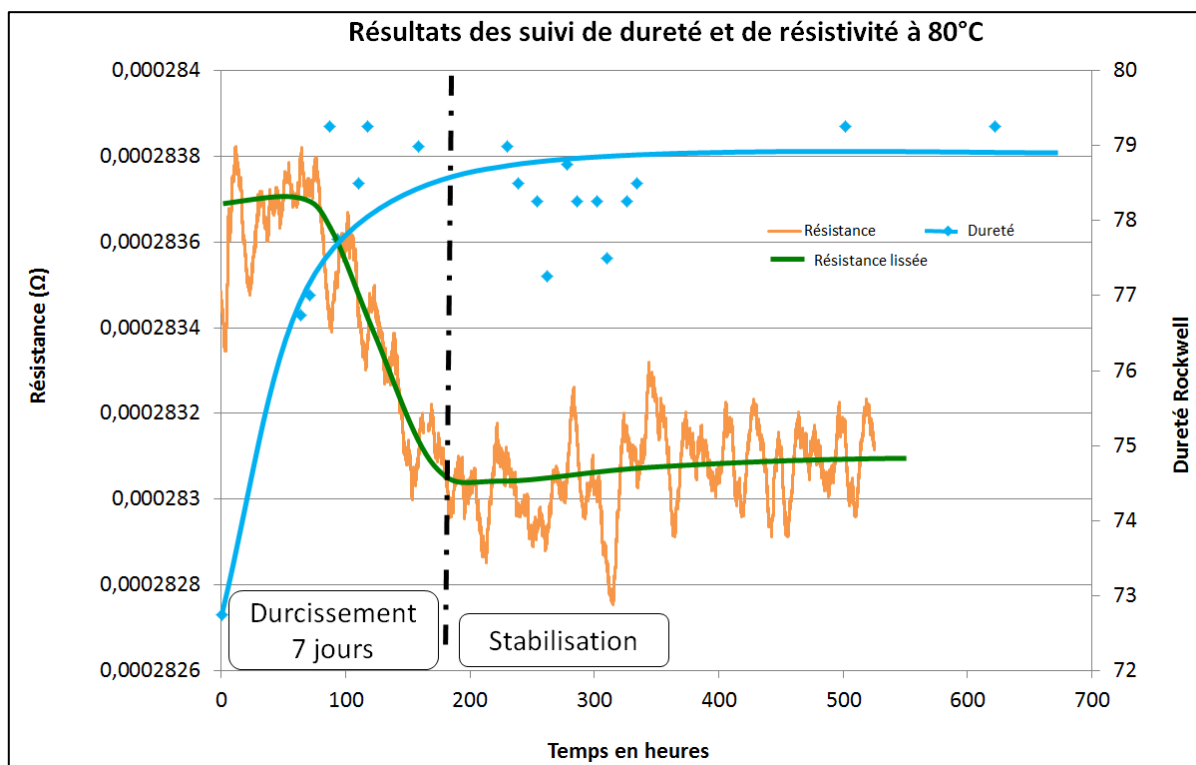
*Figure III-15 : Schéma de principe du système de mesure de résistivité et interface du programme de contrôle [ROS 2006]*

### **III.1.4.3 Résultats et difficultés rencontrées**

Plusieurs suivis de résistivité ont été réalisés en parallèle de suivis de dureté. Peu de résultats satisfaisants ont cependant été obtenus. Certaines hypothèses pourraient expliquer ce manque de résultats.

#### **III.1.4.3.1 Corrélation dureté/résistivité**

Lors des premiers suivis de vieillissement sur pièces industrielles en provenance de la fonderie Renault Le Mans, des essais de dureté et de résistivité à même température ont été menés en parallèle. Les éprouvettes de résistivité utilisées étaient des chenaux de coulée des pièces Renault. Leur section était environ trois fois plus faible que celles des éprouvettes de laboratoire pour une longueur équivalente. Les mesures de résistivité ont été faites à 80°C dans le système utilisé par F. Rossi lors de sa thèse [ROS 2006]. Ce système était particulièrement bien régulé thermiquement mais non adapté à des éprouvettes de grandes tailles comme celles employées lors de cette étude. Cependant des résultats assez encourageants ont été obtenus comme le montre la figure III-16 :



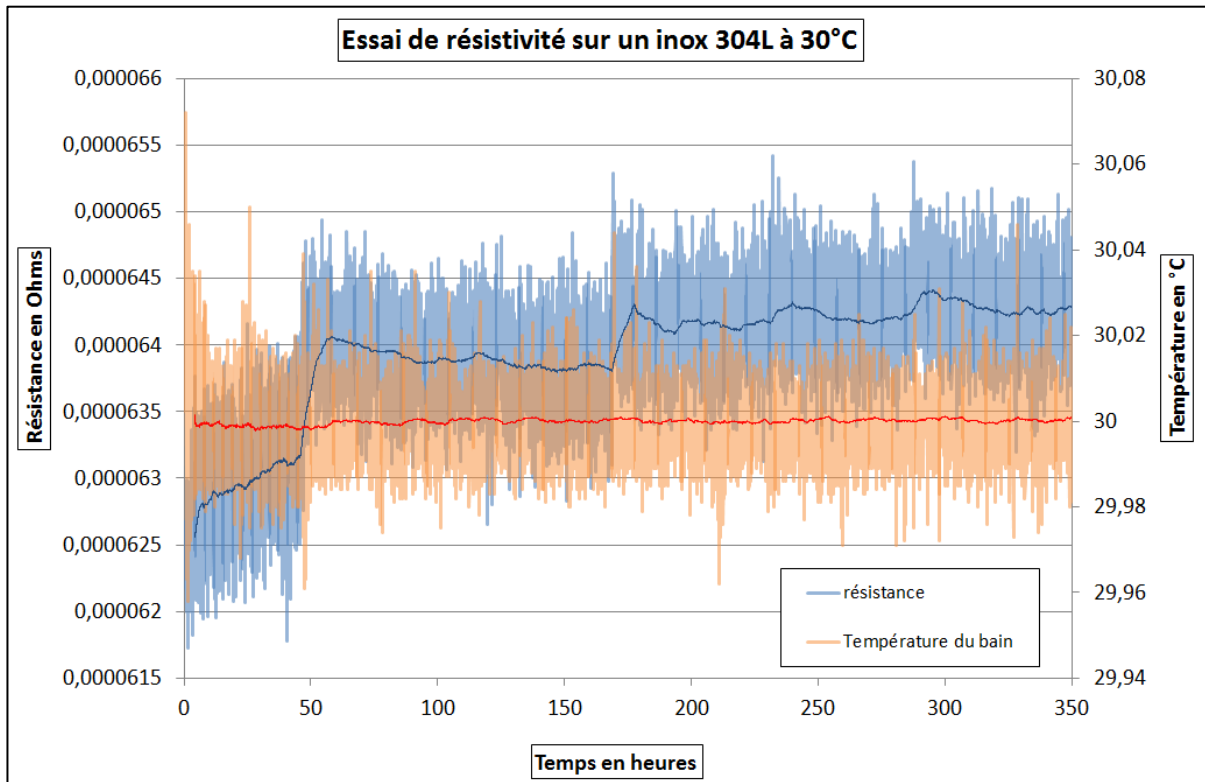
*Figure III-16 : Corrélation dureté/résistivité observée sur pièce industrielle*

Des décalages sont observés entre les deux techniques mais il est globalement possible d'estimer que les informations recueillies sont en bon accord.

### ***III.1.4.3.2 Difficultés de mise en œuvre du suivi de résistivité sur la fonte***

Malheureusement, les résultats visibles précédemment sont les seuls probants obtenus durant ce travail. La corrélation dureté/résistivité reste donc à confirmer. Plusieurs difficultés dans la mise en œuvre ont été rencontrées.

- La qualité de la régulation thermique et du brassage du bain est un élément primordial de la qualité du signal obtenu. Afin de s'adapter à la taille des échantillons de fonte, une augmentation de la taille des bains a été nécessaire. Cependant, malgré une régulation thermique à priori efficace, les résultats obtenus ne paraissent pas cohérents comme l'indique la figure III-17 : l'essai de résistivité a été fait sur un inox austénitique stable, aucune variation ne devrait être enregistrée. L'hypothèse émise est celle d'un brassage non homogène du bain conduisant à des hétérogénéités thermiques. En dépit de nombreuses tentatives de modifications, aucune amélioration n'a été observée.



*Figure III-17 : Essai de résistivité sur un acier inox stable*

- L'autre hypothèse émise pour expliquer le défaut de résultat est la présence de graphite au sein de la fonte. En effet, la matrice perlitique de la fonte et le graphite ont une différence de résistivité théorique très importante : le graphite est environ 100 fois plus conducteur que la perlite. La résistivité théorique de la fonte se situe à mi-chemin entre celle de la matrice et du graphite.

	<i>Acier perlitique</i>	<i>Graphite</i>	<i>Fonte</i>
<b>Résistivité théorique [ASM 1993]</b>	0,142 $\mu\Omega\cdot m$	13,75 $\mu\Omega\cdot m$	0,774 $\mu\Omega\cdot m$
<b>Résistance théorique des barreaux <math>R = \rho L/S</math></b>	0,4 m $\Omega$	35 m $\Omega$	2,8 m $\Omega$

*Figure III-18 : Calcul des résistivités théoriques des constituants de la fonte pour les barreaux de l'étude*

Cependant, lorsqu'un courant électrique est imposé à la fonte, celui-ci aura tendance à privilégier le passage par la perlite. A priori le graphite ne perturbe pas ou peu le passage du courant dans un échantillon de fonte et ce, malgré la différence entre sa résistivité et celle de la matrice perlitique. Seule une répartition non homogène et non aléatoire du graphite pourrait influencer le passage du courant dans l'échantillon. Cependant, les observations micrographiques réalisées ont montré que le graphite est aléatoirement réparti (graphite de type A) au sein des pièces comme cela est visible sur la figure V-2. Il est donc impossible d'imputer les problèmes observés en résistivité au fait que la fonte soit un matériau composite.



### ***III.1.4.4 Conclusion sur la résistivité***

La mesure de résistivité présente l'avantage d'être une technique entièrement automatisée et indépendante. Cependant la complexité du système nous a amené à remettre en cause son utilisation durant l'étude. Bien qu'un premier résultat encourageant ait été obtenu avec un système de mesure rodé et parfaitement réglé, il a été impossible de répéter ces résultats lors de l'agrandissement du système nécessaire pour son adaptation aux échantillons utilisés. Sur la figure III-17, il est visible que l'ordre de grandeur du bruit de mesure est sensiblement le même que celui des variations de résistance attendues. La variation de résistance moyenne sur l'ensemble du suivi est de  $0.7 \mu\Omega$  tandis que le bruit de mesure (bruit thermique + bruit de court-circuit graphitique) maximum est de  $0.5 \mu\Omega$  et cela dans des conditions de mesure optimales. Cette faible différence entre variation de résistance et bruit du signal illustre la complexité de la mesure : amplitude de variation de résistance faible nécessitant des moyens de mesure très précis (limite de précision de la station d'acquisition), bruit de mesure élevé même dans des conditions optimales, interférence du graphite...

En conclusion, même si la mesure de résistivité pourrait s'avérer être la plus simple et la moins chronophage des techniques de caractérisation, une fois optimisée, il a été décidé ne pas l'utiliser au cours de l'étude. Aucun résultat de suivi de résistivité ne sera donc rapporté car il est impossible de lever tous les doutes concernant cette technique dans le temps imparti de la thèse. Cependant, les premiers résultats encourageant montrent qu'en disposant de plus de temps de mise au point, cette technique pourra devenir très intéressante.

## ***III.2 Techniques de caractérisation chimiques et microstructurales***

En dehors de l'analyse thermique, les autres techniques employées sont courantes et bien connues. Elles ne seront donc pas décrites de façon détaillée mais seules les données propres à cette étude seront fournies.

### ***III.2.1 Analyses micrographiques***

Des analyses micrographiques ont été réalisées durant cette thèse afin d'observer d'éventuelles évolutions de la microstructure du matériau dans le temps ou en fonction des conditions d'élaboration. L'ensemble des échantillons a été enrobé avec une résine de prise à froid avant d'être polis miroir. Une attaque au nital 4% (4 ml d'acide nitrique et 96 ml d'alcool pour 100 ml de solution) a été réalisée pour révéler la microstructure de la fonte. Ces derniers ont été observés à l'aide d'un microscope couplé au programme d'analyse Analysis d'Olympus. La norme ISO 945-1 a servi de base à l'analyse micrographique des échantillons. La classification du graphite de la fonte a été faite par un module d'analyse d'images du logiciel Analysis.

## ***III.2.2 Analyses chimiques***

L'analyse de la composition chimique des fontes de cette étude, après coulée, a été faite à l'aide de trois techniques de caractérisation.

### ***III.2.2.1 Spectrométrie étincelle***

Afin de connaître la composition chimique de la fonte, la spectrométrie étincelle a été utilisée. Cette technique de caractérisation est une des plus courantes dans les fonderies. Elle nécessite tout de même de couler une médaille en fonte blanche afin de pouvoir créer l'étincelle nécessaire à la mesure. L'ensemble des mesures par spectrométrie étincelle ont été faites à la fonderie Vénissieux SAS. Le choix de ne pas faire ces analyses en interne vient du nombre d'éléments analysés plus élevé mais aussi de la meilleure précision de détection à l'extérieur. Les éléments suivants ont été dosés par spectromètre étincelle : silicium, manganèse, phosphore, étain, cuivre, nickel, titane et molybdène.

### ***III.2.2.2 Fusion oxydante carbone/soufre***

Le dosage du carbone et du soufre a été fait par fusion oxydante à l'aide d'un appareil LECO CS 200 dont les principales caractéristiques sont :

- four de fusion à induction 2.2 kW.
- gaz porteur : oxygène pur à 99.95%.
- accélérateur de combustion : minerai de tungstène.
- détection du CO<sub>2</sub> et de SO<sub>2</sub> par infra-rouge donnant la teneur en carbone et en soufre.
- analyse du taux de carbone et de soufre en moins de deux minutes.

Les analyses ont été réalisées à la fonderie Vénissieux SAS car le laboratoire matériaux de Cluny n'en était pas équipé. Le choix de cette technique de dosage a été guidé par la plus grande précision de mesure de ce type d'analyse par rapport à la spectrométrie étincelle. La dispersion de mesure est de  $\pm 0.04\%$  pour une analyse de carbone et de  $\pm 0.003\%$  pour le soufre.

### ***III.2.2.3 Fusion réductrice azote/oxygène***

Le dosage de l'azote et de l'oxygène a été fait par fusion réductrice à l'aide d'un appareil HORIBA de type EMGA 620W au laboratoire matériaux de Arts et Métiers ParisTech. Les principales caractéristiques de cet analyseur sont :

- four de fusion à induction 7 kW.
- gaz porteur : hélium pur à 99.98%.
- accélérateur de combustion : non nécessaire pour l'analyse de fonte.
- détection du taux d'oxygène par spectromètre infra-rouge (détection du CO).
- détection du taux d'azote par pont de Weaston.
- analyse complète en moins de cinq minutes.

La connaissance de la teneur en oxygène de la fonte n'est pas indispensable pour cette étude car celui-ci n'intervient pas dans le vieillissement : cette mesure est donc purement indicative. Le choix de ce matériel s'est fait pour la qualité de détection de l'azote et ce, même en petite quantité. Cet appareil peut en effet détecter des taux d'azote allant de la dizaine de pourcent à quelques ppm. Après calibration de la détection d'azote dans l'intervalle [10 ppm ; 300 ppm] correspondant aux fontes, un essai de dispersion de mesure a été fait. Trois étalons distincts ont été analysés dix fois chacun : l'étendue maximale sur la mesure d'azote est de  $\pm 2$  ppm. La figure III-19 présente l'analyseur d'azote et d'oxygène :



*Figure III-19 : Analyseur d'azote et d'oxygène EMGA 620W*

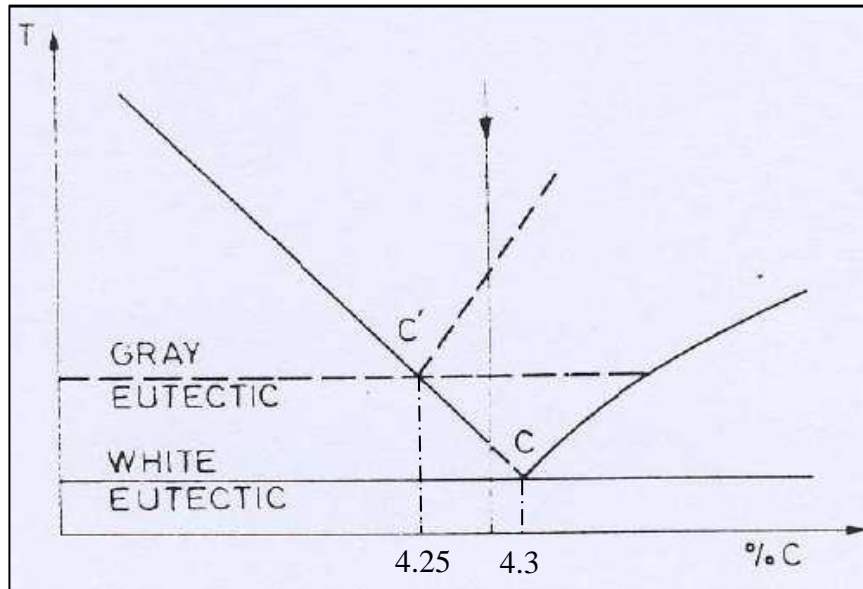
### **III.2.3 Analyse thermique**

La microstructure de la fonte peut être déduite grâce à la valeur du carbone équivalent. Cependant, il est impossible d'étudier le comportement de la fonte dans un système Fe-C-Si-P car un diagramme quaternaire serait trop compliqué à représenter et à analyser. Plusieurs études ont donc été menées pour pouvoir relier les températures de liquidus et de solidus aux teneurs en carbone et en silicium. Dans le cas des fontes non alliées, l'influence du phosphore est souvent négligée car celui-ci est présent en très faible quantité. Le premier à avoir trouvé une relation entre le liquidus et le carbone équivalent a été Humphreys :

$$T_{liq} = 1669 - 124\left(C + \frac{Si}{4} + \frac{P}{2}\right)$$

En pratique, il suffirait seulement d'enregistrer le refroidissement de la fonte et de trouver le changement de pente correspondant au liquidus pour déterminer le carbone équivalent de n'importe quelle fonte. Cependant, la détermination du carbone équivalent s'accompagne de certaines restrictions. Avec les valeurs croissantes de carbone équivalent, la fin du liquidus sur la courbe de refroidissement se rapproche de plus en plus du palier eutectique jusqu'à se confondre lorsque la fonte est eutectique. Lorsque le carbone équivalent augmente, la fonte devient alors hyper-eutectique. Or, la solidification d'une fonte hyper-eutectique commence par la précipitation de graphite qui dégage une faible quantité de chaleur : le changement de pente sur la courbe de refroidissement n'est donc pas très important. La différence entre la courbe de refroidissement d'une fonte eutectique et hyper-eutectique est donc difficilement visible. La valeur maximale de carbone équivalent mesurable est donc de 4,3 avec une courbe de refroidissement classique [VDP]. Il a donc fallu élargir la plage de mesure pour pouvoir adapter l'analyse thermique à tous les types de fontes. La solution trouvée a été de solidifier

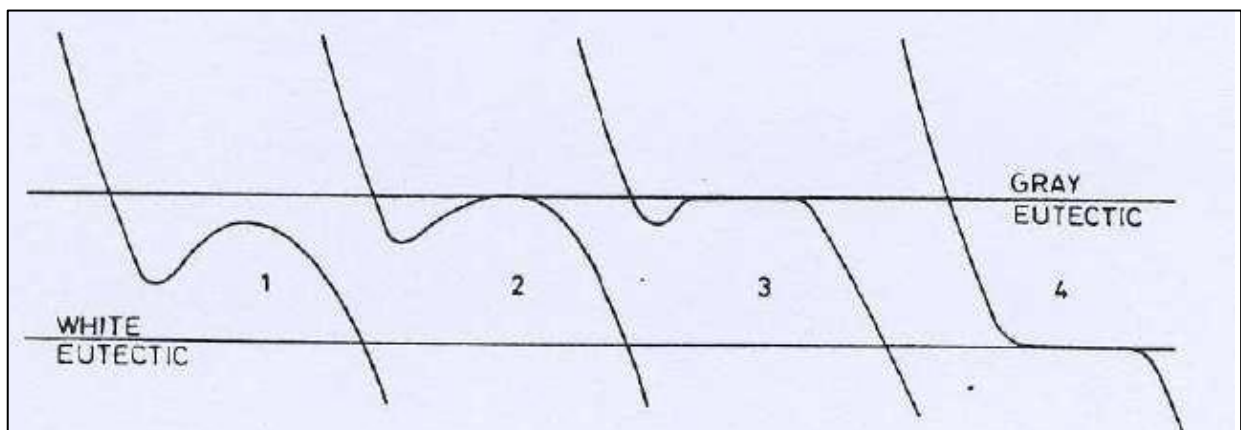
une fonte grise en une fonte blanche en ajoutant dans le godet d'analyse thermique un élément extrêmement carburigène : une pastille de tellure de masse connue. La figure III-20 montre comment la solidification dans le système métastable d'une fonte grise décale le point eutectique. Une fonte grise hyper-eutectique devient alors une fonte blanche hypo-eutectique et la détermination du carbone équivalent par analyse thermique est alors possible.



*Figure III-20 : Déplacement du point eutectique en passant d'une solidification grise à une solidification blanche avec une pastille de tellure [VDP]*

Il a été montré que, grâce à la solidification dans le système métastable, il est possible de mesurer le carbone équivalent pour des fontes ayant une composition vérifiant l'équation suivante mise au point par la BCIRA (équivalent britannique du CTIF) [VDP] :

$C + \frac{Si}{9} + \frac{P}{3.5} \leq 4.3$  En dehors d'une plus grande plage de carbone équivalent mesurable, la solidification blanche présente un autre avantage : la détermination du liquidus est beaucoup plus facile car aucune surfusion n'est visible lors du refroidissement comme le montre la figure III-21 :



*Figure III-21 : Différentes formes de surfusion lors de refroidissement d'une fonte et son annulation lors du passage en fonte blanche [VDP]*

Cependant, la détermination du carbone équivalent en fonte blanche ne se fait pas seulement grâce au liquidus mais aussi grâce au solidus. La détermination du carbone équivalent est donc soumise à une équation différente de celle d'Humphreys car celui-ci avait déterminé sa relation avec une fonte grise. La nouvelle relation permettant de donner par analyse thermique le carbone équivalent au liquidus est [VDP]:  $C_{eq} = 14.45 * 0.0089T_{liq}$ . La détermination du carbone équivalent se fait sans attendre le passage au solidus ce qui augmente la rapidité d'analyse.

La mesure du carbone et du silicium se fait cette fois en fonction du liquidus et du solidus. Le temps de mesure est donc un petit peu plus long mais n'excède en aucun cas les cinq minutes. Avec la solidification blanche, toutes les fontes se solidifient dans le système métastable en étant hypo-eutectique : il correspond donc à chaque teneur en carbone un couple (liquidus ; solidus). Le silicium est ensuite déduit grâce aux équations donnant le carbone et le carbone équivalent. L'équation régissant la teneur en carbone est la suivante [VDP] :  $C = -6.51 - 0.0084T_{liq} + 0.178T_{sol}$ .

Pour la mesure du silicium, l'équation est déduite des autres relations, sa précision dépend donc de celle des relations donnant le carbone équivalent et le carbone [HEC 1986]:  $Si = 86.79 - 0.0056T_{liq} - 0.07T_{sol}$ .

## ***IV. REALISATION DES ECHANTILLONS***



# ***Réalisation des échantillons***

Après avoir décrit l'ensemble des techniques de caractérisation mises en œuvre durant ce travail, il a fallu s'intéresser aux échantillons employés pour sa réalisation. Pour les premiers essais, des moyeux-disques produits à la fonderie du Mans ont été utilisés. Toutefois, il est très vite apparu qu'il était impossible de s'en tenir à cette solution en raison des contraintes imposées par une production industrielle. Le procédé industriel a donc été reproduit en laboratoire de manière à pouvoir faire varier et maîtriser les paramètres identifiés comme influents, indépendamment des contraintes de production. Il a donc fallu concevoir un outillage de fonderie spécifique et mettre en place une procédure de coulée adéquate, tous deux décrits dans le présent chapitre.

## ***IV.1 Plaque-modèle fonderie***

### ***IV.1.1 Adaptation des moyeux-disques Renault aux conditions de coulée en laboratoire pour l'élaboration d'échantillons de suivi de vieillissement***

Pour commencer, il a fallu adapter la géométrie des pièces afin de simplifier la préparation des échantillons avant le suivi du vieillissement. En effet, le suivi sur un moyeu-disque demande un usinage préalable assez complexe, à savoir une opération de carottage du moyeu suivie d'un dressage des faces pour obtenir le parallélisme nécessaire aux mesures de dureté. Le dressage des faces est une opération classique contrairement au carottage qui implique beaucoup de risques pour l'outil comme pour la machine. Il a donc été décidé de supprimer le moyeu sur les échantillons de suivi. Ceux-ci ont donc la forme d'une simple couronne. Dans la suite de ce mémoire, les échantillons coulés à la fonderie de Cluny seront appelés disques. Cette absence de moyeu présente aussi plusieurs avantages en dehors de la simplicité de préparation :

- gain de temps lors de l'usinage des échantillons : environ vingt minutes par échantillon. Les mesures de suivi de vieillissement se feront donc plus rapidement après décochage.
- diminution du risque de vibration des pièces lors de leur usinage. Lors de cette étape, il est impératif de ne pas vibrer car cela compromettrait le suivi de dureté : il serait alors impossible d'obtenir deux faces parallèles nécessaires à l'indentation.
- simplicité du moulage des pièces : le moyeu est un élément complexe lors du moulage. Le serrage du sable avec la machine à mouler semi-automatique du laboratoire de Cluny étant moins fort, il aurait probablement fallu avoir recours à un noyau intérieur pour obtenir la portée de roulement du moyeu. Ceci aurait entraîné une forte diminution de la représentativité des pièces de laboratoire. En effet, celles-ci n'auraient pas refroidi simplement au contact du sable à vert mais aussi au contact de sable à prise chimique (silice + silicate de soude + catalyseur).



- complexité de création d'un montage fiable pour indenter les pièces directement sur la machine de dureté avec le moyeu.

Cependant, il existe un problème majeur : la différence de cinétique de refroidissement entre une pièce avec et sans moyeu. Les conditions de refroidissement des pièces s'avèrent relativement différentes. Afin de contourner cette difficulté, il a été décidé de ne pas utiliser le temps de refroidissement comme paramètre indicateur mais la température réelle des pièces en instrumentant le moule grâce à des thermocouples. De ce fait, pour des pièces représentatives du process Renault, le décochage se fera lorsque la température des échantillons sera comprise entre 450 et 500°C. Cette température correspond à la température de mise à l'air des pièces dans la fonderie du Mans. Les pièces industrielles et de laboratoire n'auront donc pas même temps de refroidissement en moule mais les températures de démoulage (en sable et à l'air) seront les mêmes.

### ***IV.1.2 Dimensionnement des échantillons***

Afin de créer l'outillage fonderie adéquat, il a fallu définir nos besoins pour un suivi de vieillissement. Lors de la mise au point de la plaque-modèle, le suivi par résistivité n'était pas encore complètement abandonné. C'est pourquoi l'outillage final possède des barreaux bien qu'ils ne seront finalement pas utilisés. Les suivis de dureté et de fréquences propres nécessitent chacun un disque. Chaque moule devra donc être composé de deux disques et d'au minimum un barreau. Par souci de symétrie, deux barreaux et deux disques seront coulés par moule.

Tout d'abord, il a fallu définir les dimensions des disques. La contrainte principale a été la taille des châssis utilisés pour le moulage. Les plus grands châssis disponibles à la fonderie de Cluny ont les dimensions suivantes : longueur = 600 mm, largeur = 450 mm et hauteur = 100 mm. Or, le diamètre des moyeux-disques Renault oscille entre 275 et 300 mm. Ces diamètres étant trop importants, il a fallu les réduire afin de pouvoir faire tenir deux disques par moule tout en ayant une épaisseur de sable suffisante autour. Il a donc été convenu de diminuer le diamètre extérieur des disques d'essai à 200 mm. Cette réduction est possible car elle n'affecte pas le comportement thermique des pièces. En effet, un disque est assimilable à une plaque infinie lorsque le rapport diamètre/épaisseur est supérieur à 5. En conservant une épaisseur de 17 mm brute, comme les pièces Renault, ce rapport reste supérieur à 5 pour un disque de diamètre 200 mm. Pour les deux diamètres (200 et 300 mm), les disques se comportent comme une plaque infinie : leurs comportements thermiques seront donc les mêmes. Le diamètre intérieur des disques a été fixé à 80 mm. Il devait être au minimum de 75 mm pour laisser passer les mors lors de l'opération de dressage des faces. La cote de 80 mm a été définie pour obtenir un jeu suffisant pour le passage des mors et pour maximiser la matière pour le suivi de dureté.

La taille des barreaux de résistivité a été imposée par celle des disques. Afin de pouvoir faire varier la vitesse de refroidissement durant cette étude, les barreaux ont été dimensionnés pour avoir le même refroidissement que celui des disques. Pour cela, il a fallu commencer par calculer le module géométrique M des disques. Le module M est défini par le rapport du volume V de la pièce sur la section totale en contact avec le sable S d'où le calcul suivant :

$$M_{disque} = \frac{V_{pièce}}{S_{refroid}} = \frac{\pi(R_{max}^2 - R_{min}^2) \times h}{2 \times \pi(R_{max}^2 - R_{min}^2) + 2\pi R_{max}h + 2\pi R_{min}h}$$

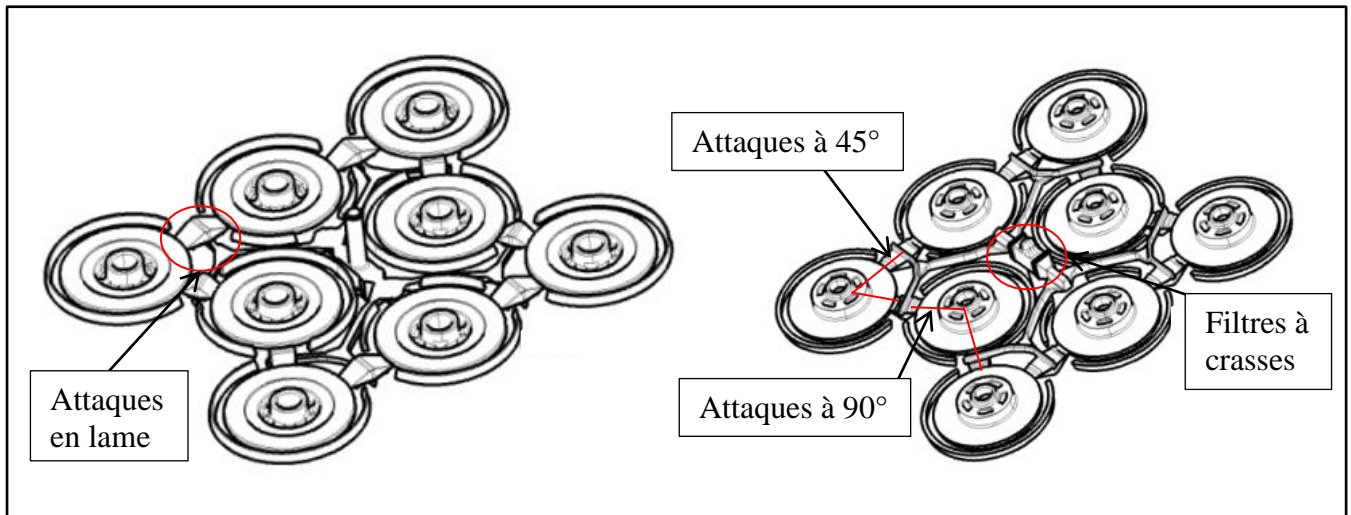
$$M_{disque} = \frac{V_{pièce}}{S_{refroid}} = \frac{\pi(200^2 - 80^2) \times 17}{2 \times \pi(200^2 - 80^2) + 2\pi \times 200 \times 17 + 2\pi \times 80 \times 17} = 7.45$$

Afin de pouvoir déterminer la section des barreaux, il faut calculer le module thermique des disques. Le module thermique  $\mathcal{M}$  est égal au module  $M$  pondéré par un facteur correctif de forme  $\omega$ . Dans le cas d'une plaque infinie,  $\omega=1$  et donc  $\mathcal{M}=M$ . Les barreaux de résistivité étant de section carrée, leur épaisseur est égale à leur largeur qui sera nommée  $e$ . La longueur des barreaux sera quant à elle appelée  $L=200\text{mm}$ . Dans le cas d'un barreau carré infini, c'est-à-dire  $\frac{L}{e} \rightarrow \infty$ , le facteur correctif  $\omega=0.85$ . Or ici,  $\frac{L}{e}$  est compris entre 5 et 10 : il faut donc se placer dans le cas d'un parallépipède étendu avec un coefficient  $\omega$  valant 0.9. Il est donc possible de calculer l'épaisseur  $e$  du barreau grâce à la méthode des modules donnée par le CTIF [FAC 1994]. Dans le cas d'un barreau, le module thermique vaut  $\frac{e}{4}$  or il vaut aussi  $\mathcal{M}=\omega M$ . En prenant  $\mathcal{M}=7.45$  donné par les disques, l'épaisseur  $e$  vaut alors :  $e = 4\omega M = 26.8 \text{ mm}$ . Cette épaisseur  $e$  des barreaux sera vérifiée et validée dans un des paragraphes suivants par simulation numérique.

### IV.1.3 Création de l'outillage fonderie

L'outillage fonderie a été conçu au sein du LaBoMaP en partenariat avec un modelleur professionnel de Renault. Ce paragraphe présente la conception de l'outillage fonderie. La plaque-modèle a été réalisée de façon à respecter trois règles principales :

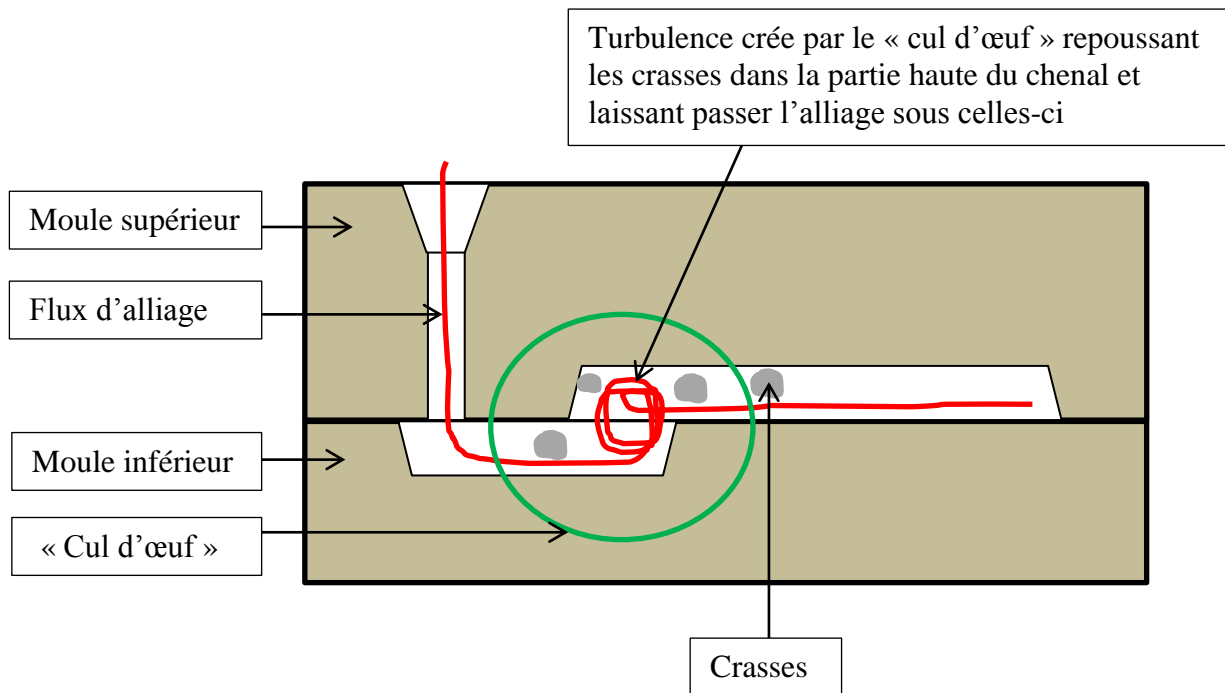
- observer une symétrie dans le moule par rapport au chenal de coulée principal afin d'avoir un disque et un barreau de part et d'autre de celui-ci.
- dimensionner le remplissage de l'empreinte afin de pouvoir engorger l'entonnoir lors de la coulée de pièces. Pour cela, la section de chaque élément de remplissage successif doit être de plus en plus petite donc  $S_{chenal} > S_{attaques}$  avec  $S$  représentant la section. Le fait d'engorger lors du remplissage permet d'éviter que les crasses ne rentrent dans le moule. En effet, les crasses étant moins denses que l'alliage, elles flottent au-dessus du bassin de coulée si l'entonnoir est correctement engorgé.
- adapter au mieux la plaque-modèle à celle de Renault. Comme le montre la figure IV-1, chaque moyeu-disque a deux attaques de coulée. Les perpendiculaires aux tangentes au niveau de chaque attaque forment un angle compris entre 45 et 90° selon la position de la pièce dans la grappe. Seuls deux moyeux-disques ont des attaques qui se font face : cette solution est à éviter mais est utilisée industriellement afin de maximiser le nombre de pièces par moule. Il faudra donc respecter cette condition. De plus, les pièces Renault sont attaquées en lame, c'est-à-dire en biseau. Cette forme d'attaque permet de fortement diminuer la section ce qui facilite l'engorgement de l'empreinte. Ainsi, par application du théorème de Bernoulli relatif au fluide [FAC 1994], la diminution de la section augmente le temps de remplissage du moule. L'autre avantage des attaques en lame concerne le parachèvement. En effet, les pièces sont plus faciles à séparer du système d'alimentation : en regard à la fragilité de la fonte GL au choc, un simple coup suffit pour détacher les pièces.



*Figure IV-1 : Détail d'une grappe de moyeux-disque Renault et de son système d'alimentation*

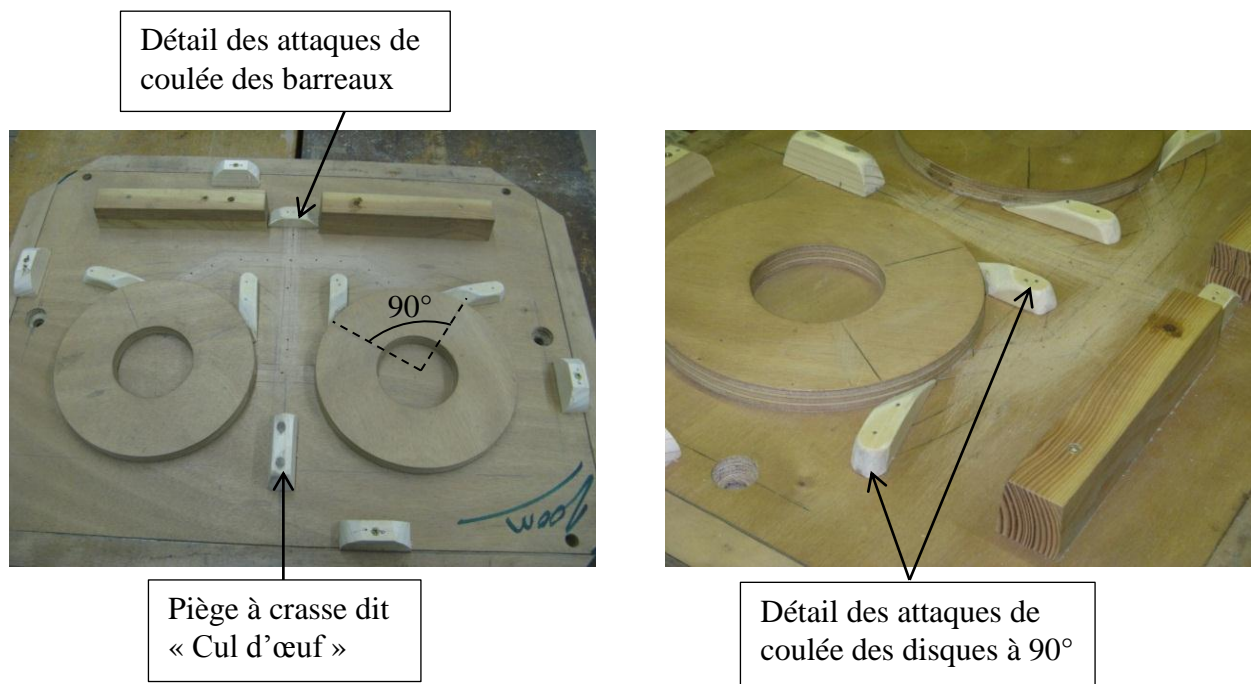
L'outillage a été réalisé dans le respect des règles précédentes. Ses principales caractéristiques sont :

- le positionnement des modèles et du système d'alimentation dans le moule supérieur : les crasses étant moins denses que l'alliage liquide, elles ont donc tendance à flotter. C'est pour cela que les défauts qu'elles génèrent se situent principalement dans ce moule. Il a donc fallu répartir les modèles et le système d'alimentation dans les deux châssis. Les modèles des pièces ont été positionnés dans le moule inférieur avec leurs attaques. La descente de coulée ainsi que les chenaux d'alimentation ont été placés dans le moule supérieur. Les crasses se retrouveront alors piégées dans la partie haute des chenaux et non plus dans les pièces.
- le positionnement du châssis sur la plaque-modèle. La conception d'un outillage à deux plaques-modèles complémentaires impose un centrage du châssis afin que les empreintes des moules supérieur et inférieur tombent l'une en face de l'autre lors de la fermeture. Pour cela, il a fallu ajouter des centreurs à l'intérieur des châssis sur les plaques-modèles : ce sont simplement des parties en bois dépouillées placées à la limite des châssis.
- le positionnement de la descente de coulée de manière à ne diviser le flux d'alliage qu'en deux à la sortie de la descente. Celle-ci a donc dû être placée de façon à alimenter un chenal principal. Celui-ci se sépare en deux pour alimenter chacun des disques puis continue pour ensuite remplir chaque barreau.
- un système de filtration des crasses « cul d'œuf ». Malgré l'engorgement de l'entonnoir de coulée lors du remplissage, il est impossible de garantir que toutes les crasses resteront en flottaison. Devant la complexité de mise en place d'un système de filtration par filtre inséré en moule, un système dit « cul d'œuf » a été ajouté. Ce type de filtration était largement utilisé dans l'industrie avant la démocratisation des filtres céramiques. La figure IV-2 présente ce système :

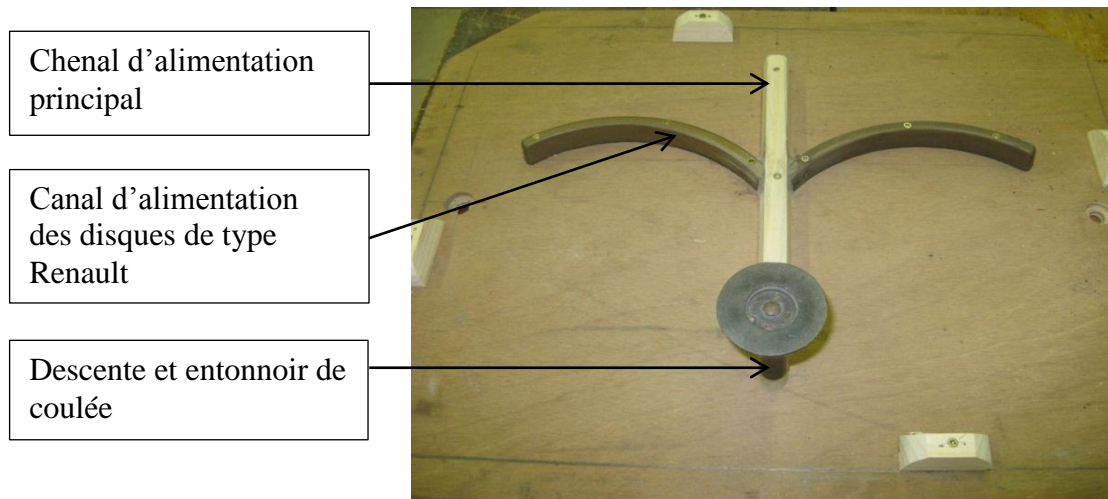


*Figure IV-2 : Schéma présentant le fonctionnement d'un système « cul d'œuf »*

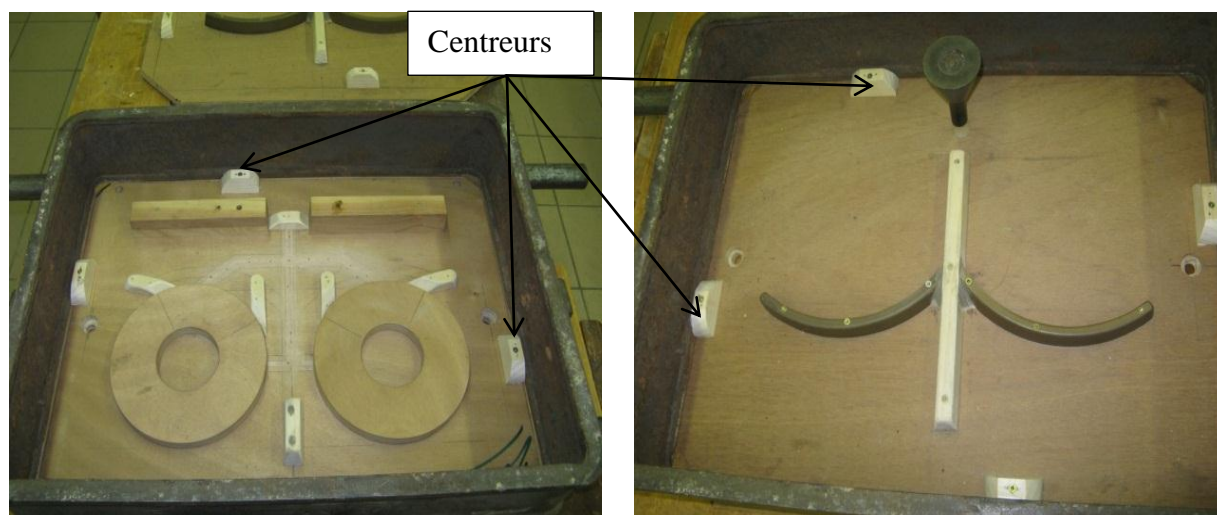
- la différenciation du chenal et des attaques de coulée. Un chenal d'alimentation central a été conçu afin d'alimenter les disques et les barreaux. Il se situe donc dans le moule supérieur car il alimente les attaques de coulées placées dans le moule inférieur, celles-ci étant directement liées aux pièces. Le canal d'alimentation des disques a quant à lui été fait avec des éléments de moulage prototype de Renault : il est en forme d'arc de cercle. Les attaques de coulée ont été placées à environ  $90^\circ$  l'une par rapport à l'autre.



*Figure IV-3 : Détail de la plaque-modèle inférieure*

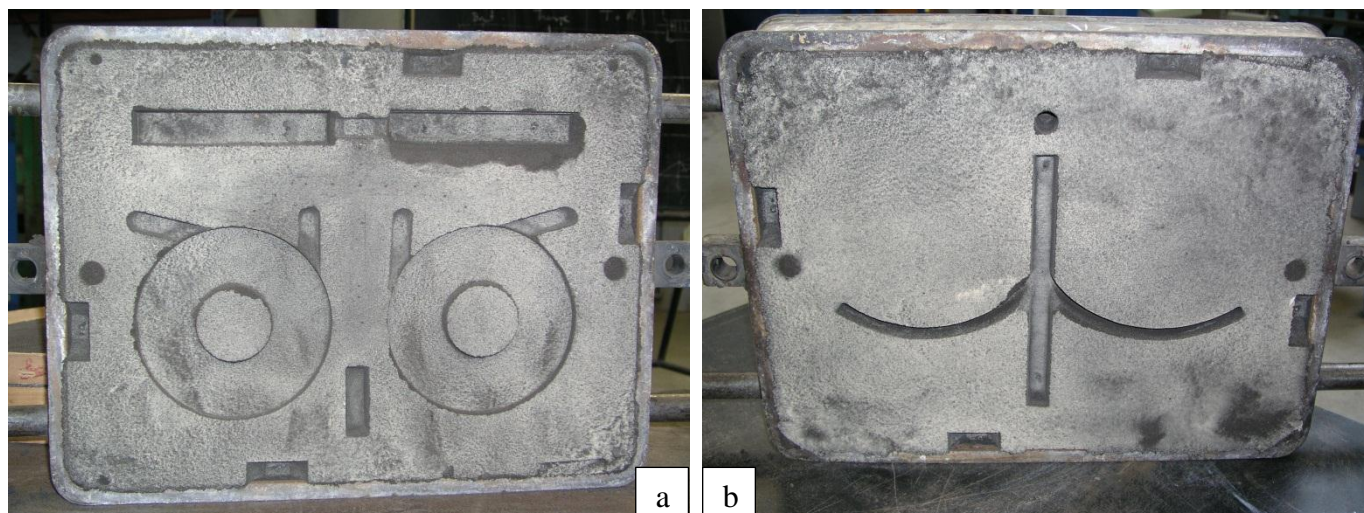


*Figure IV-4 : Détail de la plaque-modèle supérieure*



*Figure IV-5 : Centrage des châssis sur les plaques-modèles*

Après avoir achevé la conception de l'outillage, il a fallu effectuer une coulée test pour vérifier la faisabilité de nos échantillons de suivi. La figure IV-6 présente les moules obtenus ainsi que les pièces issues de la coulée:



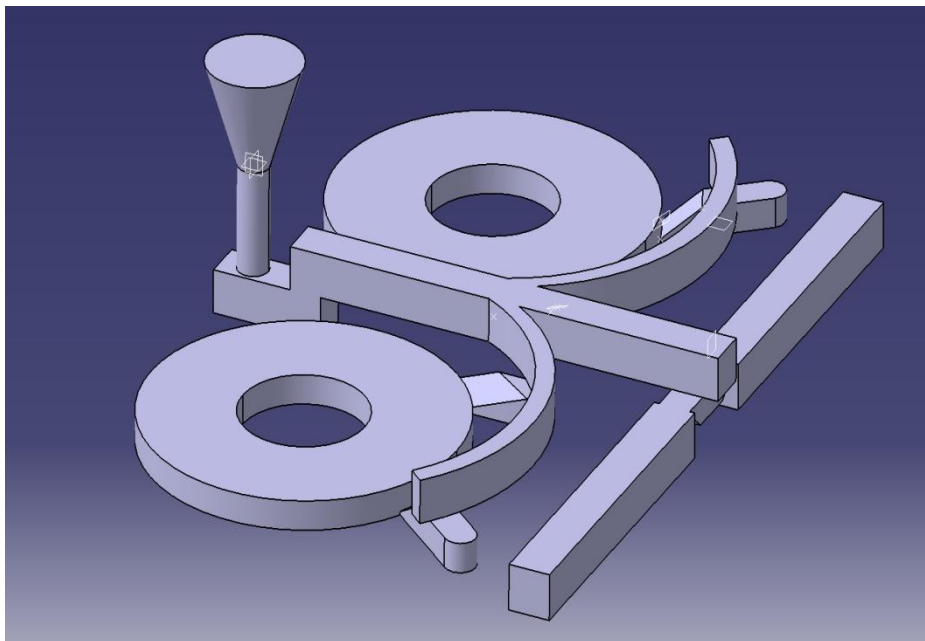


*Figure IV-6 : Moule inférieur (a), moule supérieur (b) et pièces obtenues (c)*

## ***IV.1.4 Contrôle du remplissage et du refroidissement de l’empreinte***

### ***IV.1.4.1 Par simulation numérique***

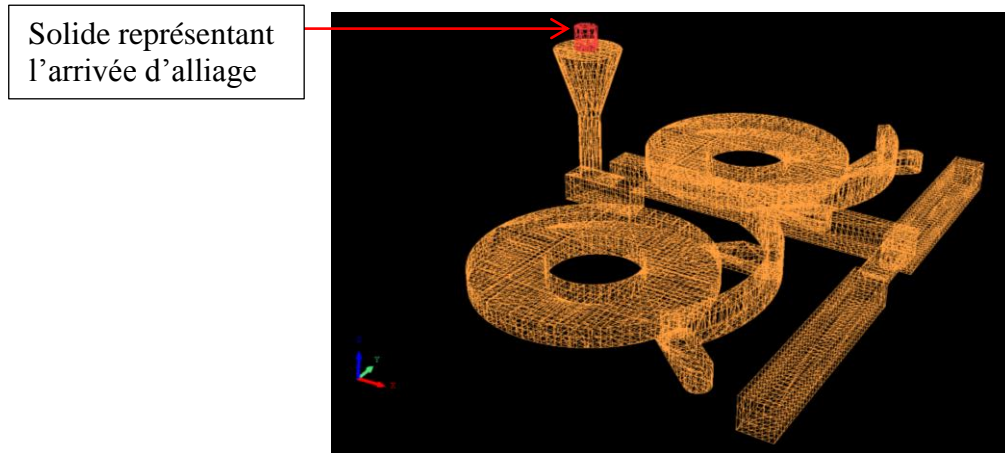
La simulation numérique a été l’étape finale de la validation de l’outillage. Elle a permis de contrôler la dimension des barreaux obtenue par le calcul des modules, le remplissage de l’empreinte et la thermique lors du refroidissement. La simulation a été faite sous Quickcast 2010. Il a tout d’abord fallu dessiner un modèle numérique de nos pièces et de leur système d’alimentation (figure IV-7). La modélisation s’est faite sous Catia V5R19. Le choix de cette version de Catia a été imposé par Renault Le Mans qui l’utilise également.



*Figure IV-7 : Modélisation numérique des pièces d’essais et du système d’alimentation*

Lors de la simulation, les paramètres suivants ont été utilisés :

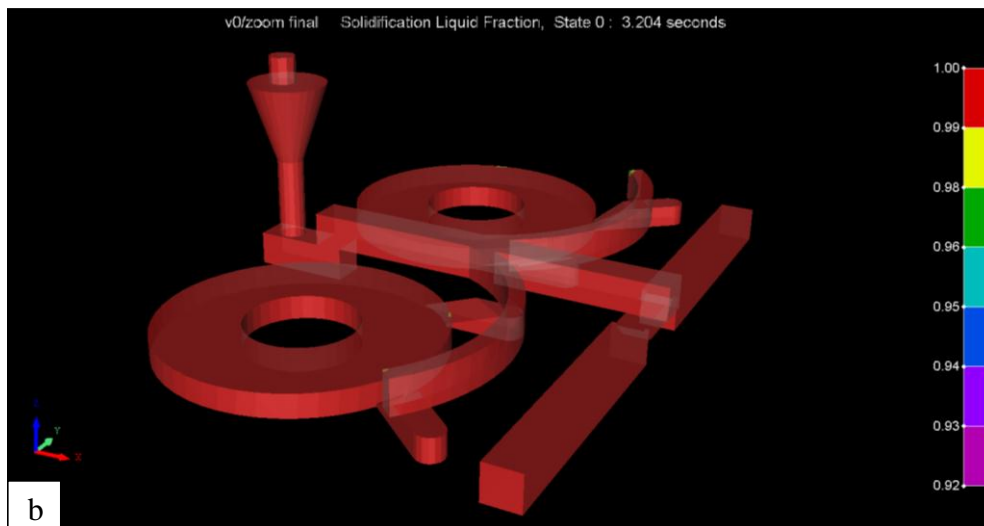
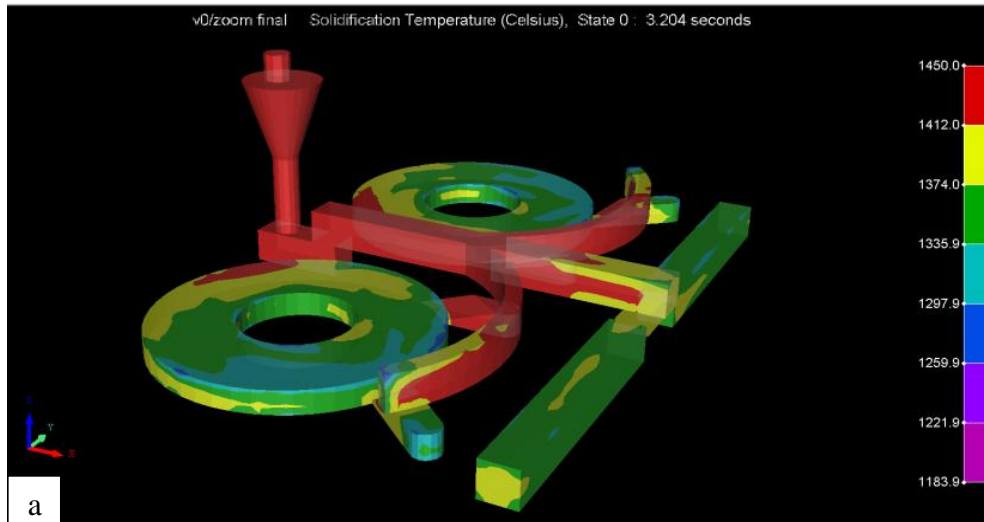
- mailles cubiques de hauteur 5 mm. La taille de la maille a été définie afin que toutes les pièces aient au moins trois mailles de calcul dans leur épaisseur. Le maillage de la pièce est visible sur la figure IV-8.



*Figure IV-8 : Maillage des pièces pour la simulation numérique*

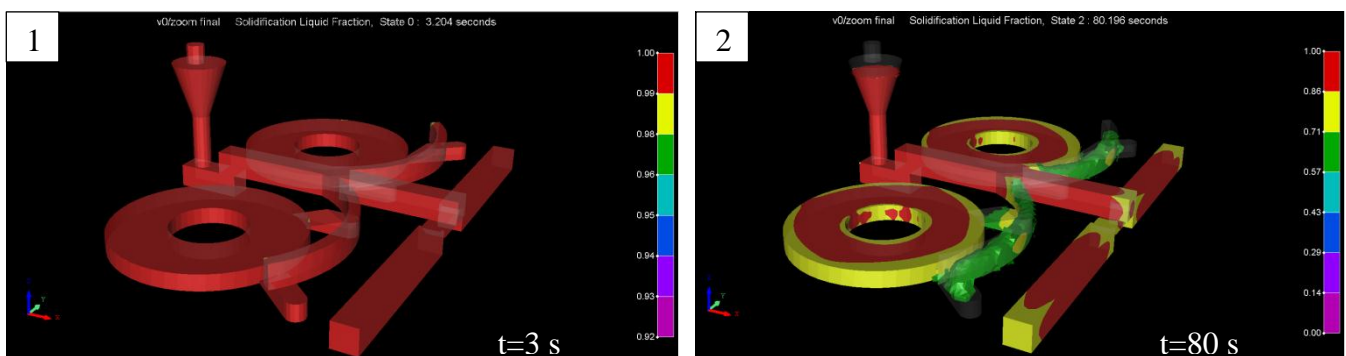
- température de coulée de 1450°C constante lors du remplissage. Un solide annexe est ajouté afin de symboliser le jet d'alliage lors du remplissage (figure IV-8). Cette température de coulée est appliquée sur ce solide.
- une pression métallo-statique de 20 000Pa. Celle-ci correspond à une hauteur de chute de l'alliage de 30 cm (hauteur du châssis supérieur + distance entre la poche de coulée et le moule). Celle-ci a été estimée en fonction de la configuration du chantier de coulée.
- la perméabilité a été laissée à la valeur théorique du sable à vert. Pour contrôler l'évolution thermique des barreaux par rapport aux disques ainsi que le bon remplissage du moule, il n'était pas nécessaire de renseigner la perméabilité exacte du sable du laboratoire.
- l'épaisseur moyenne de sable autour de l'empreinte est de 60 mm. Cette valeur a été obtenue par mesure lors du moulage.
- l'alliage utilisé pour la simulation numérique est une fonte GL 200. La fonte GL09 de Renault est une fonte très proche d'une GL 200. Pour les mêmes raisons que la perméabilité du moule, il a été décidé de ne pas modifier les valeurs de la base de données de Quickcast.

La figure IV-9 présente la fraction liquide et la température de l'alliage dans le moule à la fin du remplissage. La simulation ne fait apparaître aucun défaut de remplissage. Le temps de remplissage de l'empreinte est d'environ 3 secondes. Il est du même ordre de grandeur que le temps réel de remplissage du moule.

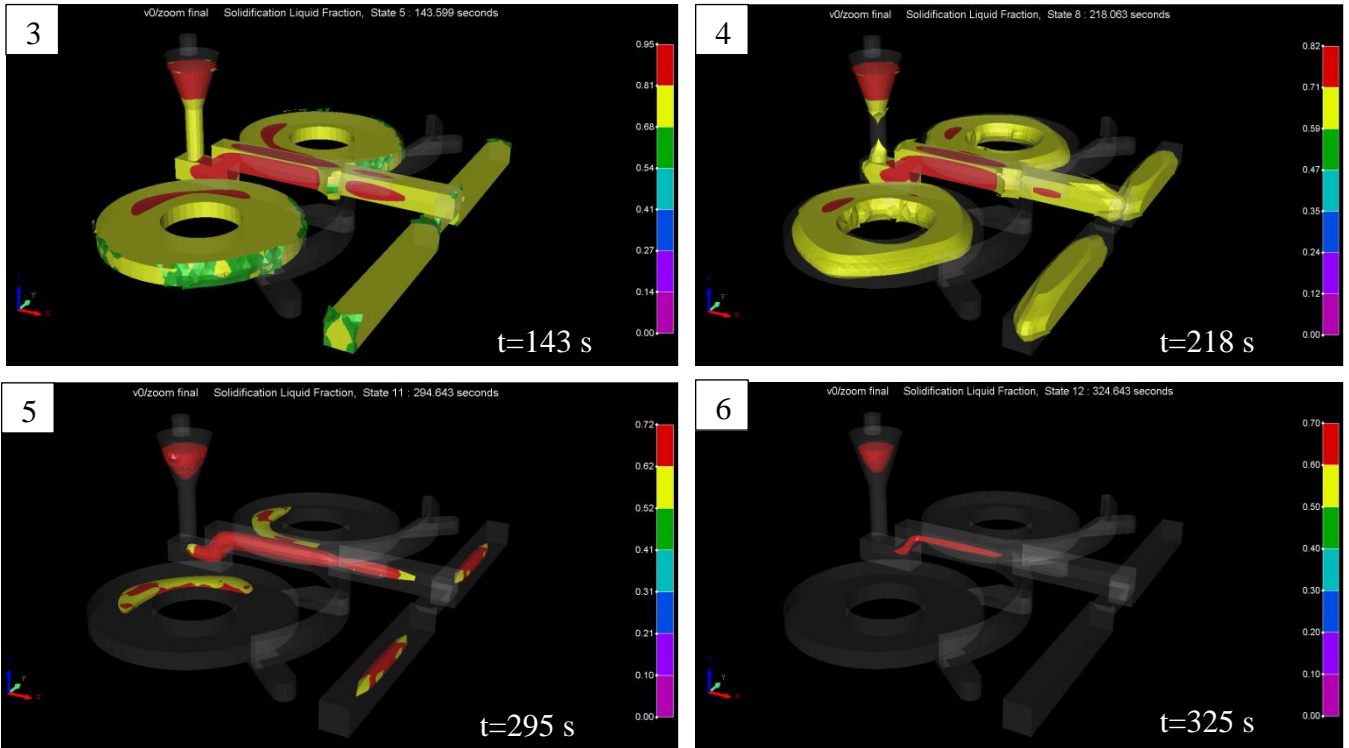


*Figure IV-9 : a) Température des pièces et b) fraction liquide en fin de remplissage*

L'évolution de la fraction liquide dans le moule est visible sur la figure IV-10. Les barreaux et les disques se solidifient de la même manière : ils ont le même temps de solidification. Ceci vérifie le calcul de modules effectué au préalable. Le temps de solidification complète de l'empreinte est d'environ 325 secondes. Une coulée avec instrumentation des pièces par des thermocouples de type K sera faite afin de vérifier en pratique les résultats de la simulation.



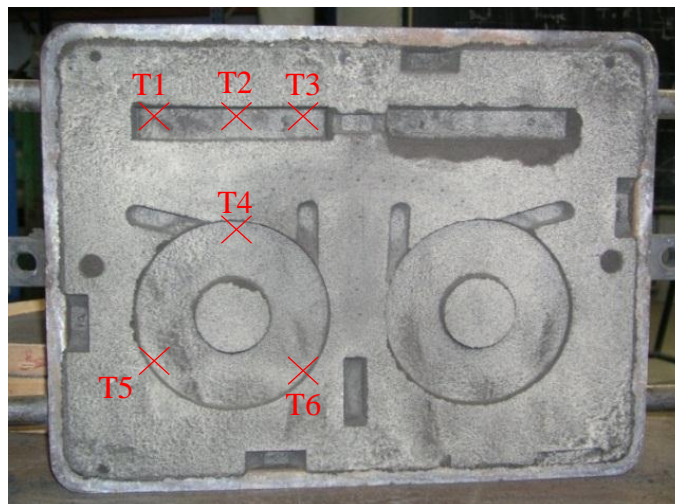




*Figure IV-10 : Evolution de la fraction liquide lors du refroidissement*

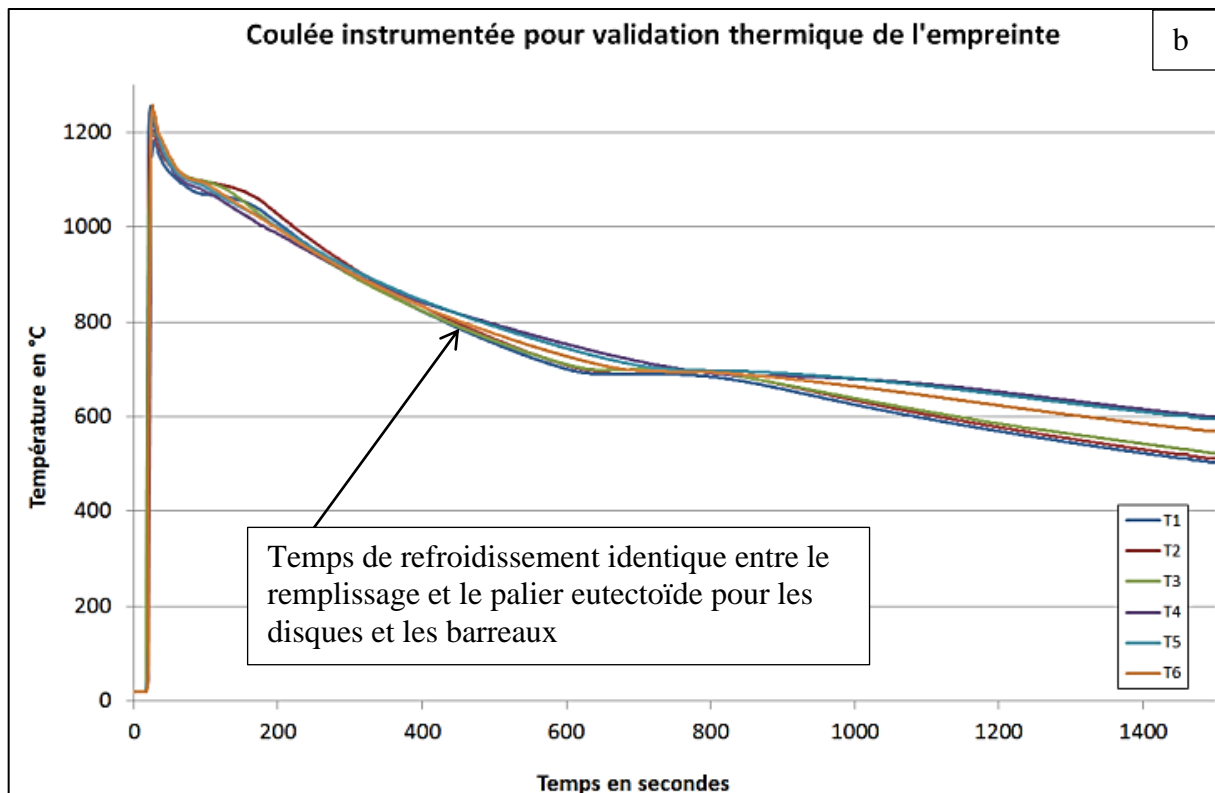
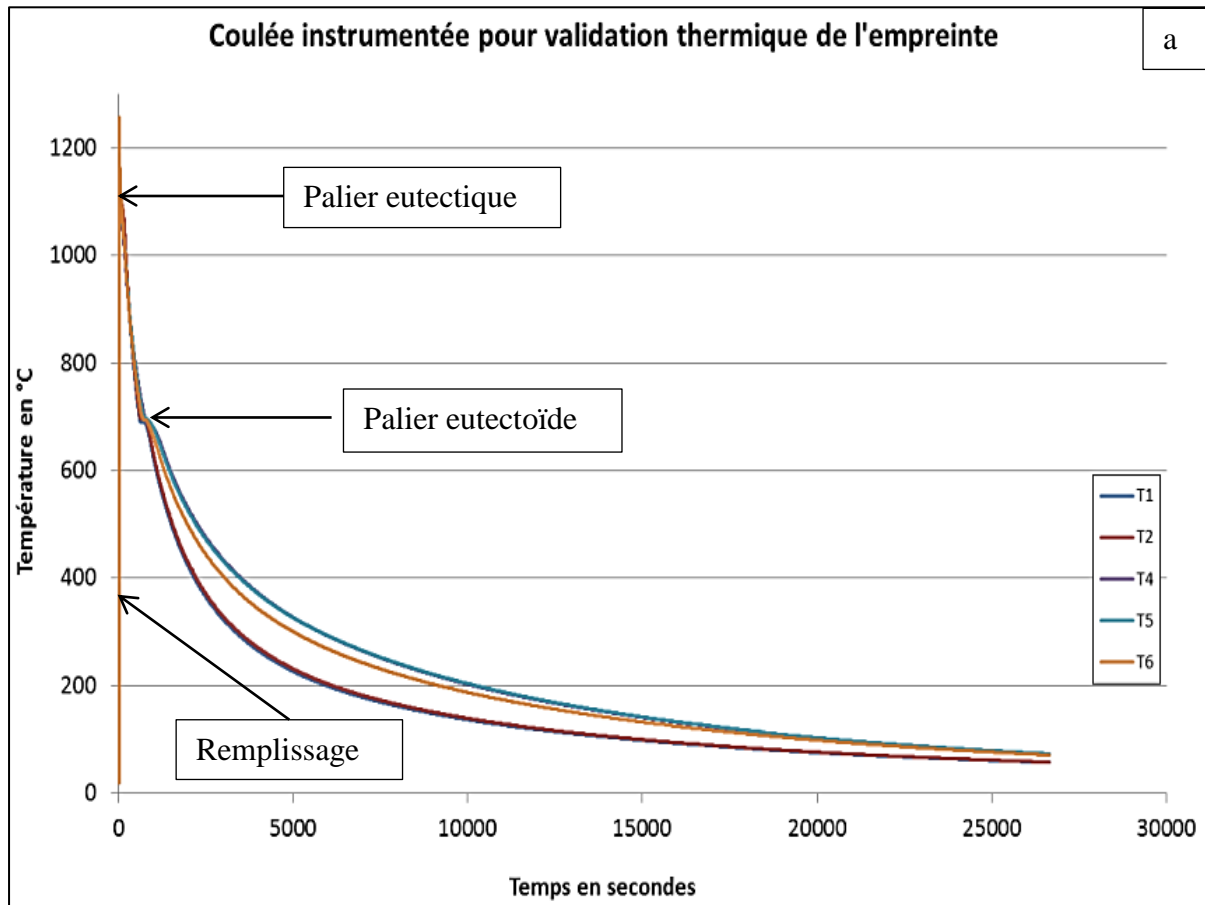
#### ***IV.1.4.2 Par coulée instrumentée***

Afin de valider définitivement les résultats obtenus en simulation numérique et donc la conception des outillages, il était nécessaire de réaliser une coulée instrumentée. Ceci consiste à insérer des thermocouples dans le moule pour enregistrer la température des pièces au cours du refroidissement. L'instrumentation des moules sera détaillée dans une partie ultérieure. La figure IV-11 détaille la position des thermocouples dans le moule lors de la coulée.



*Figure IV-11 : Position des thermocouples dans le moule lors de la coulée instrumentée de validation thermique*

La coulée a été élaborée à partir de moyeux-disques Renault recyclés afin d'avoir le matériau le plus représentatif possible de l'alliage industriel. Les mesures de températures ont donné les résultats reportés sur la figure IV-12.



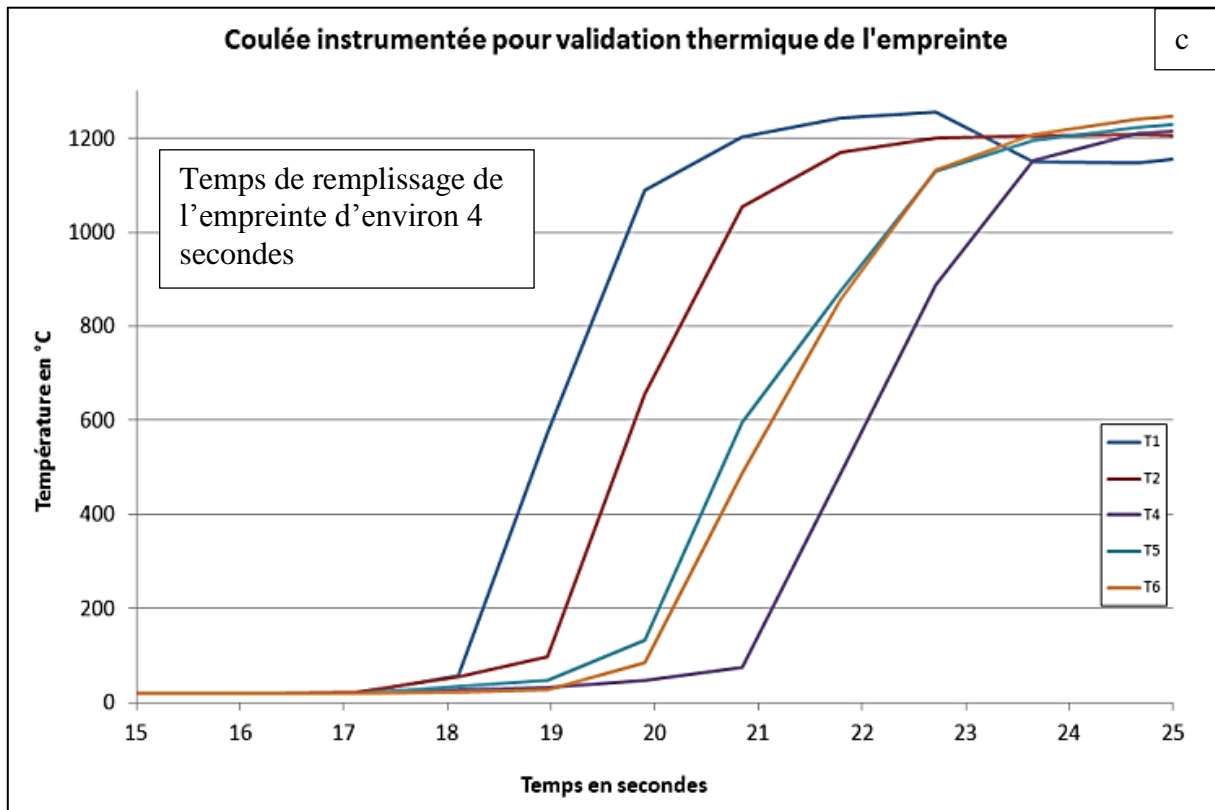


Figure IV-12 : Courbes de refroidissement des différents éléments de l'empreinte (a), zoom sur le palier eutectique (b) et zoom sur le remplissage (c)

Les courbes de cette figure confirment la cinétique thermique de l'empreinte donnée par la simulation :

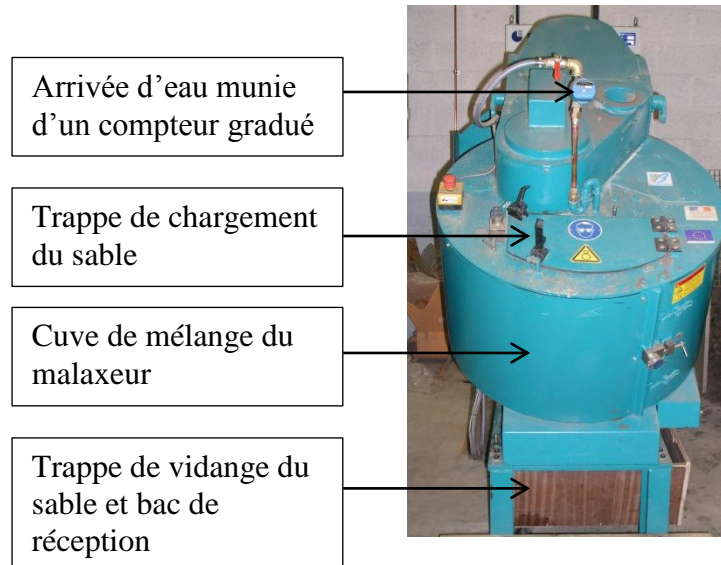
- le temps de remplissage du moule reste du même ordre de grandeur ce qui valide la partie remplissage de la simulation.
- le temps de refroidissement entre le remplissage et le palier eutectoïde appelé  $t_s$  est le même pour les disques comme pour les barreaux. Ceci nous confirme que ces deux pièces ont bien le même module thermique : selon la loi de Chvorinov [FAC 1994],  $t_s$  est l'image du carré du module thermique car  $t_s = K \mathcal{M}^2$  avec  $K$  qui est une constante. La coulée expérimentale confirme donc les résultats de la simulation et du calcul.

## IV.2 Protocole de coulée

### IV.2.1 Moulage

Pour chaque coulée réalisée, l'obtention de pièces passe par une étape préliminaire : le moulage. L'élaboration des moules est réalisée la veille de chaque coulée. Il faut entre trois et quatre heures pour obtenir les moules qui seront nécessaires pour chaque suivi de vieillissement. Dans le cas de la fonte, ceux-ci sont dit non-permanents et faits à partir de sable à vert. Ce sable est un mélange de silice, 10% d'argile environ et de 4% d'eau. L'argile

en présence d'eau sert de liant et donne donc de la cohésion au sable. Il est recyclable à condition de l'humidifier à nouveau, mais pas de manière infinie. En effet, après chaque utilisation, une partie de l'argile est brûlée ce qui diminuera la cohésion du sable lors de son prochain emploi. C'est pourquoi, l'ensemble des moules réalisés durant cette étude a été fait à partir de deux tiers de sable recyclé et un tiers de sable dit neuf préparé selon les quantités de silice et d'argile évoquées précédemment. Le mélange de sable neuf et recyclé est introduit dans un malaxeur (figure IV-13) qui va brasser l'ensemble. C'est alors que l'eau va être ajoutée, en contrôlant la quantité incorporée grâce à un compteur d'eau gradué en litres qui nous permettra de mesurer le volume adéquat. Une fois l'ensemble mélangé pendant une minute à 280 tr/min dans le malaxeur, le sable est prêt à l'emploi.



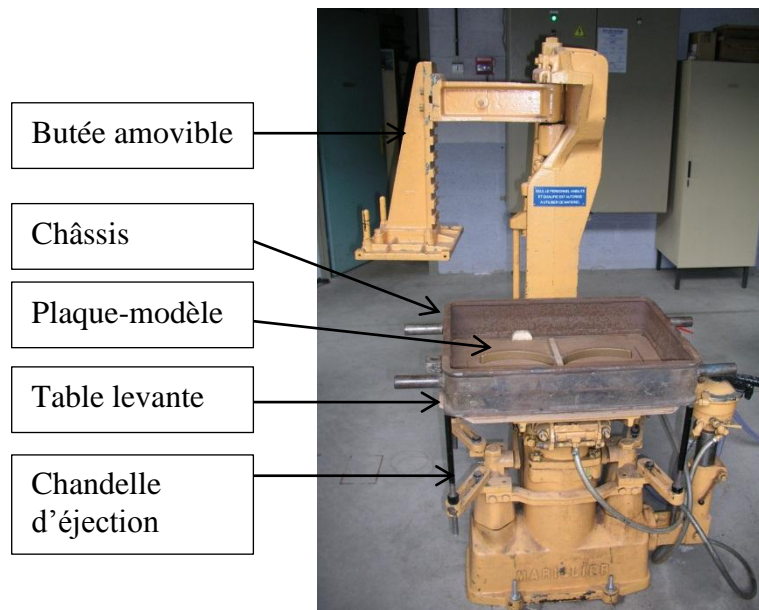
*Figure IV-13 : Malaxeur automatisé pour l'obtention de sable à vert*

Après avoir élaboré le sable à vert, le moulage est fait de façon semi-automatisée grâce à une machine dite « secousse-pression » fonctionnant à l'air comprimé. Pour obtenir un moule, il faut monter la plaque-modèle sur la table de la machine. Le châssis doit alors être mis en place sur la plaque-modèle. Le remplissage du châssis avec le sable à vert se fait en plusieurs étapes :

- enduire la plaque-modèle d'agent de démoulage afin que le sable ne colle pas à cette dernière. En cas d'oubli, une partie du sable risque de rester sur l'outillage, ce qui entraîne un arrachement de moule.
- tamiser le sable qui sera en contact avec la plaque-modèle. Ce sable sera appelé sable de contact. Il permet d'obtenir le meilleur état de surface possible pour le moule et donc pour les pièces. De plus, le fait de tamiser le sable empêche la présence de crasse dans le moule en contact direct avec l'alliage.
- serrer manuellement le sable de contact et remplir alors la totalité du châssis avec du sable. Un trop-plein de sable est ajouté au-dessus du châssis. Cette réserve permettra de compacter le sable et de s'assurer d'en avoir en quantité suffisante pour que la totalité du châssis soit plein, une fois le sable tassé.
- serrer le sable avec la machine (figure IV-14). Le serrage du sable se fait par secousse-pression. Une fois le distributeur d'air comprimé ouvert, ce dernier va faire monter la table

avec le châssis et l'outillage en contact avec la butée amovible supérieure. Une fois en contact, un piston va faire vibrer la table en donnant des chocs à l'intérieur de celle-ci. Le sable va alors se compacter sous l'effet des vibrations et de la pression. Quand le sable est serré, il suffit de fermer le distributeur pour faire redescendre la table. L'excédent de sable restant en haut du châssis est alors ôté en l'arasant.

- enlever le moule de l'outillage. Cette opération se fait aussi de façon automatique. Par action sur le distributeur, des chandelles montent verticalement et éjectent le châssis rempli de sable de l'outillage. Le moule est alors prêt à l'emploi.



*Figure IV-14 : Machine de moulage « secousse-pression »*

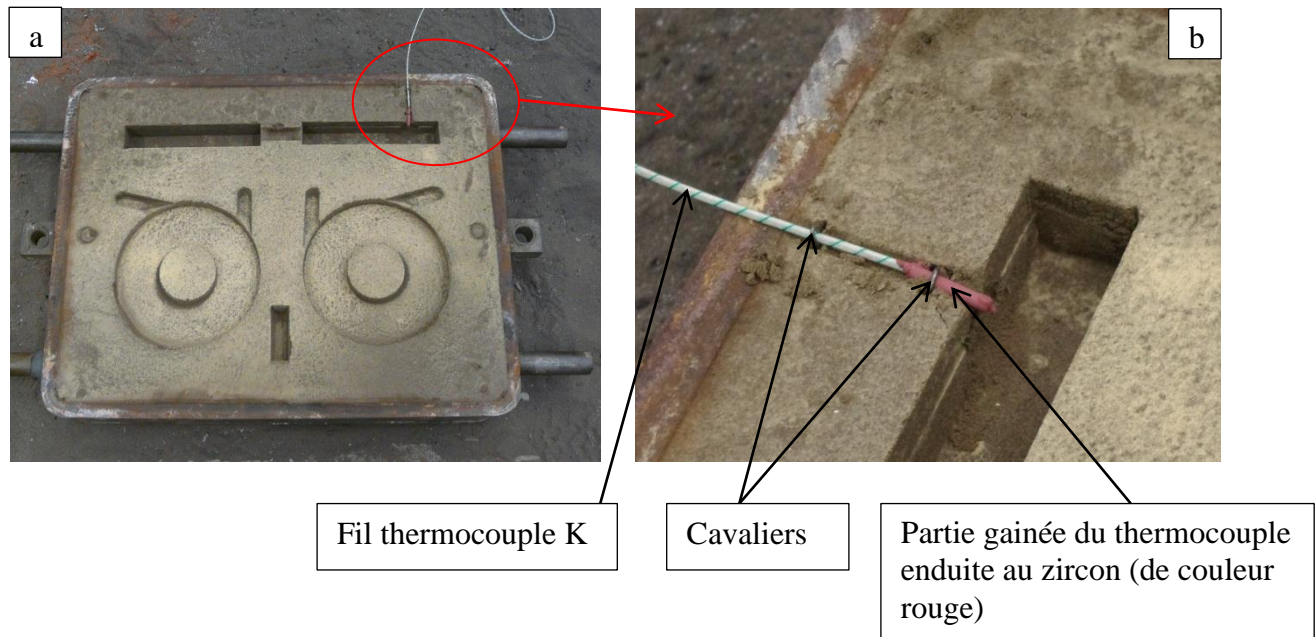
## ***IV.2.2 Instrumentation des moules***

Comme évoqué précédemment, le contrôle de la vitesse de refroidissement de chaque moule se fera en modifiant la température de décochage des pièces. Il est donc nécessaire d'enregistrer la température dans celles-ci en instrumentant chaque moule à l'aide de thermocouples. Cependant, compte tenu des résultats de la simulation du refroidissement des disques et des barreaux, un seul thermocouple suffira dans chaque moule. Il a été décidé de le placer en bout d'un des barreaux du moule pour deux raisons :

- les barreaux n'étant finalement pas utilisés pour cette étude, le thermocouple ne perturbera donc pas le refroidissement et l'usinage des disques.
- le positionnement en bout de barreau est le plus pratique : il est plus facile de faire sortir le reste du thermocouple pour le relier à la station d'acquisition en étant le plus proche possible du bord du châssis.

Des thermocouples de type K multibrins (7 brins de 0.02 mm par polarité) gainés avec de la soie de verre ont été utilisés. Ils ont une gamme de mesure de températures suffisante pour la fonte tout en étant peu onéreux. Tous les thermocouples ont été faits en interne. Une gaine en alumine a été ajoutée en bout des thermocouples afin de protéger au maximum les fils.

Cette gaine est elle-même enduite de zircon afin d'éviter que l'alliage liquide ne puisse entrer à l'intérieur de celle-ci. Les thermocouples sont maintenus en position dans le moule grâce à des cavaliers.



*Figure IV-15 : Moule instrumenté (a) et détail du positionnement du thermocouple dans le moule (b)*

Tous les thermocouples sont reliés à une station d'acquisition. Cette dernière communique en liaison série RS 232 avec un PC d'acquisition. Un programme développé en interne sous Labview a permis d'enregistrer les températures (une mesure de température de chaque moule par seconde) dans un fichier de type texte et de visualiser le refroidissement de chaque moule en temps réel.

### ***IV.2.3 Protocole de fusion***

Afin de pouvoir faire varier facilement les paramètres responsables du vieillissement sans les contraintes inhérentes à une élaboration industrielle, il a été décidé de réaliser l'ensemble des coulées d'essai en laboratoire. Pour ce faire, il est nécessaire de maîtriser l'élaboration de métallurgies précises et donc de mettre en place un protocole de fusion. Le paragraphe suivant détaille ce protocole ainsi que toutes les étapes ayant conduit à sa réalisation.

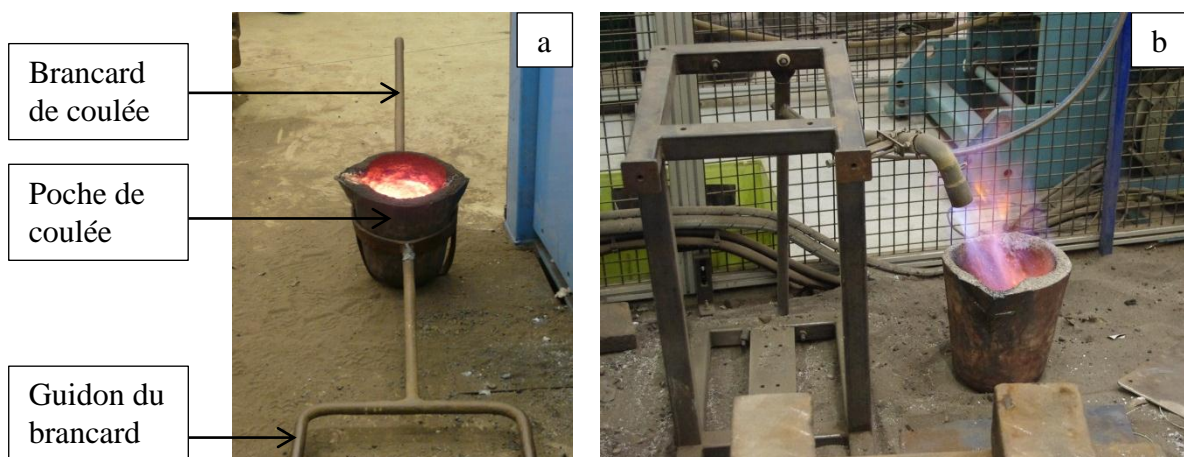
#### ***IV.2.3.1 Les moyens matériels de fusion et de coulée***

Toutes les coulées ont été réalisées dans le même four. Ce dernier est un four basculant à induction moyenne fréquence (3 kHz), de puissance maximale 100 kW et de capacité 20 litres et entièrement dédié à cette étude. La capacité d'une vingtaine de litres est très inférieure à celle des fours industriels. Ceci a posé un problème de représentativité notamment au moment de l'ajout d'éléments d'addition dans le bain liquide. La figure IV-16 présente le four plus en détail.



*Figure IV-16 : Four de coulée*

Une fois la fusion terminée, la coulée ne se fait pas directement du four dans les moules. Il faut transvaser l'alliage liquide dans une poche. Celle utilisée uniquement pour cette étude est d'une capacité de 4.5 litres. Il est possible de couler deux moules présentés précédemment car le remplissage de chacun d'eux nécessite 2 litres d'alliage. Pour pouvoir couler, la poche est mise en place dans un brancard. Le maniement de ce dernier nécessite deux personnes : une contrôlant la coulée (débit, visée...) du côté du guidon et l'autre soutenant le poids de l'ensemble. Pour information, l'ensemble brancard et poche remplie de fonte pèse environ 70 kg. Pour finir, par mesure de sécurité, il est nécessaire de préchauffer la poche de coulée avant son utilisation. Cette étape permet de s'assurer de ne pas avoir d'humidité dans le réfractaire ce qui pourrait entraîner une explosion dans la fonte liquide. La préchauffe se fait grâce à un bruleur à gaz durant la fusion. De plus, le fait de couler dans une poche chaude limite la perte thermique de l'alliage durant le passage du four à la poche. Ceci permet de ne pas devoir surchauffer l'alliage au four pour s'assurer d'avoir une température de coulée suffisante et donc de ne pas dégrader sa qualité métallurgique.



*Figure IV-17 : Poche et brancard de coulée (a) et préchauffe de la poche de coulée (b)*

### IV.2.3.2 Les charges

L'alliage de base de cette étude est la fonte GL09 de Renault [REN 2004]. Les charges utilisées pour élaborer cette fonte ont été fournies par Renault. Ce sont donc les mêmes que pour la production industrielle. Quatre types de charges sont employés industriellement :

- les retours : ce sont toutes les pièces rebutées en fonderie ou lors de l'usinage ainsi que tous les systèmes d'alimentation en fonte GL 09. Leur composition chimique respecte donc parfaitement la norme [REN 2004]. Leur utilisation facilite donc l'obtention de la métallurgie souhaitée.
- les tôles : ce sont des chutes de tôles en acier provenant directement du secteur emboutissage de Renault Le Mans. Leur utilisation peut paraître surprenante car elles ont une teneur en carbone très faible mais s'explique par un impératif économique. En effet, le coût de revient d'une fonte élaborée uniquement à partir de fonte recyclée est beaucoup plus élevé que celui d'une fonte faite à partir de charges recyclées, comme l'acier, auxquelles sont ajoutés des éléments d'addition. De plus, ces charges ne coutent rien à l'entreprise car elles proviennent d'un approvisionnement interne. Leur composition chimique est détaillée dans le tableau suivant :

<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>S</i>	<i>P</i>	<i>Sn</i>
0	0	0,5	0	0	0

- la fonte neuve : c'est une fonte ne provenant pas du recyclage et donc sortant directement des hauts-fourneaux. Elle est utilisée afin de régénérer l'alliage car la présence de tôles appauvrit la fonte en germes. Elle vient donc compenser ce déficit. Sa composition chimique est la suivante :

<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>S</i>	<i>P</i>	<i>Sn</i>
3,8	2,4	0,6	0,03	0,01	0,01

- les copeaux de fonte GL09. Ils sont directement récupérés lors de l'usinage et ont donc la composition chimique souhaitée. Cependant, ils ne seront pas utilisés lors de cette étude car il est très difficile de les faire fondre. La capacité et la puissance du four ne sont pas suffisantes pour envisager leur utilisation.

La proportion de chaque type de charges pour l'élaboration de l'alliage influera fortement sur la quantité d'éléments d'addition à ajouter. Il a donc été décidé qu'une benne de chargement servant à remplir les fours à la fonderie Renault du Mans serait la base pour déterminer ce ratio. Une benne type est composée de : 50% de tôles, 35% de retours, 8% de copeaux et 7% de fonte neuve. Afin de conserver la composition chimique globale, il a été décidé de remplacer les copeaux par des retours conduisant au chargement de four suivant : 50% de tôles, 43% de retours et 7% de fonte neuve. En tenant compte de la capacité du four d'essai (20 litres soit 150 kg) et de la marge de sécurité de remplissage à respecter en haut de four (four non rempli complètement), le chargement type est le suivant :



	<i>Masse théorique (en kg)</i>	<i>Proportion dans un chargement type</i>
<b>Retours</b>	58,1 ± 0.5	43
<b>Fonte neuve</b>	9,4 ± 0.5	7
<b>Tôles</b>	67,5 ± 0.5	50
<b>TOTAL</b>	135 (soit 18 litres)	100

*Figure IV-18 : Détail d'un chargement type*

Grâce à la définition d'un chargement type, il est alors possible de peser toutes les matières premières pour chaque fusion. De plus, connaissant la masse de chaque type de charge et sa composition chimique, il est possible de calculer celle résultant de la fusion. La composition chimique du bain liquide s'obtient simplement par calcul de pourcentages massiques. L'obtention de la teneur totale en manganèse  $Mn_t$ , par exemple, pour une charge type de masse  $m_t$  est détaillée ci-dessous :

- $Mn_t = \sum_i Mn_i$  avec  $Mn_i$  la teneur totale en manganèse apportée par chaque charge de type i.

- $Mn_t = \frac{1}{m_{totale}} (\sum_i m_i * \%Mn_i)$  avec  $m_i$  la masse de la charge de type i et  $\%Mn_i$  la teneur théorique en manganèse de la charge de type i. Par application numérique, avec les données de la figure IV-18,  $Mn_t = 0.59\%$ .

Ce calcul est alors étendu à l'ensemble des éléments chimiques nécessaires à l'obtention d'une fonte satisfaisant la norme GL09. Le pourcentage à apporter pour chaque élément chimique ainsi que son équivalent en masse peuvent alors être déduits. Cependant, lors de la correction de la composition chimique de l'alliage par des éléments d'addition, le rendement de ceux-ci ne sera pas égal à 1. Le protocole de fusion est alors déterminant pour optimiser le rendement de chaque élément d'addition.

### ***IV.2.3.3 Addition de manganèse, phosphore, soufre, étain et titane***

L'ajout de manganèse, phosphore, soufre et titane se fait par l'addition de minerai massif. Pour l'étain, du métal pur est utilisé. Pour tous ces éléments, leur addition dans le bain est assez facile car ils se fondent aisément durant l'élaboration de l'alliage. De plus, peu de perte au feu (diminution de la teneur durant la fusion) est observée pour ces derniers. Leur addition se fait donc directement lors du chargement du four avec les charges solides. Cependant il a fallu déterminer leur rendement d'addition en comparant la teneur réelle de chaque élément présent dans l'alliage et la valeur théorique attendue. La figure IV-19 présente la composition chimique de chaque élément d'addition ainsi que son rendement mesuré:

<i>Elément chimique</i>	<i>Nature de l'élément d'addition</i>	<i>Composition chimique</i>		<i>Rendement en %</i>	<i>Teneur réellement ajoutée par gramme d'éléments d'addition en %</i>
<i>Manganèse</i>	Ferromanganèse	75% Mn	25% Fe	70	46 (0.62*0.75)
<i>Phosphore</i>	Ferrophosphore	50% P	50% Fe	80	40
<i>Soufre</i>	Pyrite (Ferrosoufre)	50% S	50% Fe	80	40
<i>Etain</i>	Etain métal	100% Sn		90	90
<i>Titane</i>	Ferrotitane	40% Ti	60% Fe	75	30

*Figure IV-19 : Rendements d'addition pour l'ajout de manganèse, phosphore, soufre, étain et titane*

### **IV.2.3.4 Addition de carbone et de silicium**

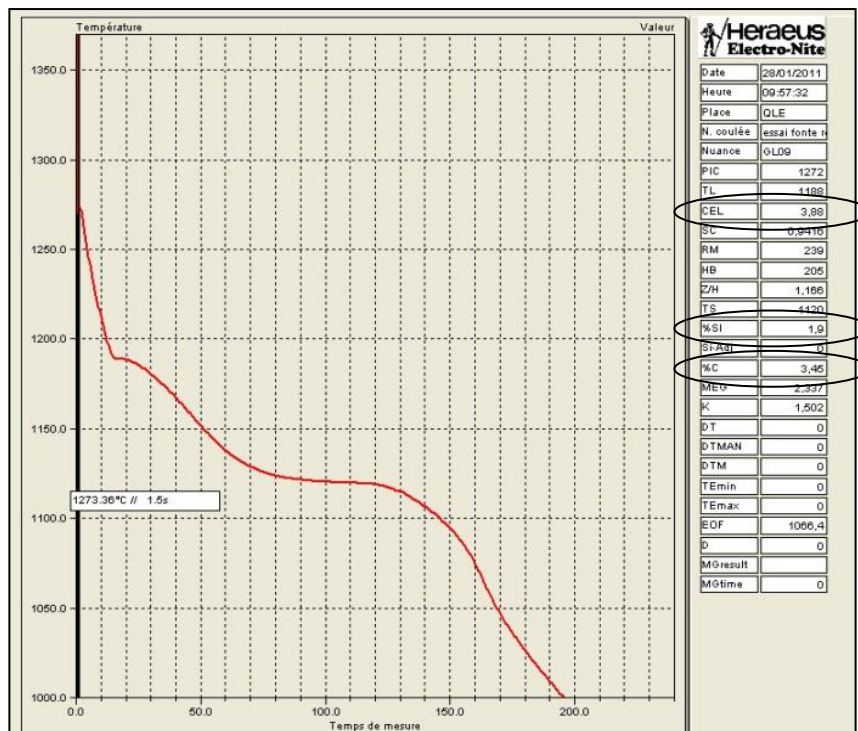
L'apport en carbone et en silicium se fait respectivement par l'intermédiaire de recarburant (coke) et de carbure de silicium. L'ajout de silicium va donc entraîner une recarburation de l'alliage. Il est donc nécessaire de définir premièrement la quantité de silicium à ajouter pour pouvoir ensuite ajuster celle de carbone à l'aide du coke. Le carbure de silicium, comme le recarburant, présentent deux inconvénients majeurs : leurs températures de fusion sont très élevées (supérieure à 2500°C) et leurs faibles densités qui les fait flotter sur le bain liquide. Ces propriétés ont donc rendu l'addition de carbone et de silicium plus compliquée. Plusieurs coulées d'essai ont été faites afin de tester différents modes d'addition :

- l'ajout de carbone et de silicium a été fait sur le bain liquide chaud (environ 1400°C) et décaissé en fin de fusion. Les éléments d'addition flottants sur le bain, il a fallu assurer un brassage manuel à l'aide de barres d'acier. Malgré le brassage, il a été très difficile de fondre ces éléments et ceux-ci ont dû être retirés à la louche avant la coulée. Après contrôle par analyse thermique, il s'est avéré que très peu de carbone et de silicium ont été ajoutés. Le rendement d'addition étant très faible, cette technique a été abandonnée.

- l'apport de carbone et de silicium a été fait ensuite avec les autres éléments d'addition. Ils ont été placés au fond du four et recouverts par les charges solides. Cette solution a été tentée afin de maximiser le temps de contact entre l'alliage liquide, le recarburant et le carbure de silicium. De plus, le brassage du four devait participer à la fusion de ces derniers. Cependant, au cours de la fusion, l'ensemble du recarburant et du carbure de silicium sont remontés par flottaison à la surface du bain. Ils se sont alors immédiatement agglomérés aux crasses présentes en surface, formant alors une croûte très dure. Cette dernière a pu être cassée et retirée du four. La formation de cette croûte aurait pu conduire au phénomène de voute: formation d'une croûte épaisse sur toute la surface du four entraînant une montée en pression dans le four pouvant aller jusqu'à l'explosion. Cette technique d'addition a aussi été abandonnée car les teneurs en carbone et silicium finales étaient non conformes à la norme Renault mais surtout car elle ne présentait pas les garanties de sécurité nécessaires.

- l'ajout de carbone et de silicium en milieu de fusion. Afin de profiter au maximum du brassage du four, il a été décidé d'essayer de fondre ces deux éléments en milieu de fusion. En effet, lorsque l'alliage arrive au milieu du four, le niveau de liquide correspond avec l'emplacement du milieu de la bobine de l'inducteur. C'est à ce niveau que le brassage du four est maximal. L'apport en carbone et en silicium s'est fait sur le bain liquide chaud et

décrassé. Un brassage manuel a été opéré afin de favoriser encore plus la fusion des éléments d'addition. Finalement, en dépit de rendements faibles, ceux-ci ont été suffisants pour satisfaire la norme des fontes GL 09. La figure IV-20 présente les résultats donnés par l'analyse thermique suite à cette coulée :



*Figure IV-20 : Résultats de l'analyse thermique pour la coulée d'essai*

Un second essai a été réalisé pour valider la méthodologie. Lors de celui-ci, il a été possible d'améliorer le rendement de ces deux éléments en privilégiant la fusion de tôles avant l'ajout de carbone et de silicium. La teneur de ces deux éléments étant alors faible, le rendement d'addition augmente sensiblement. Malgré ceci, la fusion du carbure de silicium reste néanmoins difficile : il a été décidé de se placer dans la fourchette basse de la norme. La valeur cible sera alors de  $1.8\% \pm 0.1\%$  même si les teneurs comprises dans l'intervalle [1.7% ; 1.8%] ne sont pas conformes.

La procédure étant validée, il a fallu définir les rendements à utiliser pour le calcul de la quantité d'éléments d'addition nécessaire lors de chaque coulée. La figure IV-21 les détaille :

<i>Elément chimique</i>	<i>Nature de l'élément d'addition</i>	<i>Composition chimique</i>		<i>Rendement en %</i>	<i>Teneur réellement ajoutée par gramme d'éléments d'addition en %</i>
<b>Carbone</b>	Coke	99.8% C	0.2% N	70	0.7
<b>Silicium</b>	Carbure de silicium	70% Si	30% C	65	Carbone : 0.19
					Silicium : 0.46

*Figure IV-21 : Rendements d'addition pour l'ajout de carbone et de silicium*

### IV.2.3.5 Addition d'azote

La maîtrise de l'addition d'azote est nécessaire à cette étude pour contrôler son influence sur le vieillissement. L'ajout d'azote peut se faire soit en utilisant un fil fourré soit du ferromanganèse nitruré. L'addition d'azote par fil fourré a été abandonnée devant l'impossibilité de trouver un fournisseur vendant en petite quantité (inférieure à la tonne). Là encore, plusieurs techniques d'addition ont été testées avec plus ou moins de succès :

- l'ajout de ferromanganèse nitruré solide en fin de fusion : celui-ci a entraîné un bouillonnement du bain liquide et de nombreuses projections de fonte liquide dues au dégazage d'azote dans l'alliage. Cette technique n'est pas valable du point de vue de la sécurité. De plus, après analyse, la teneur en azote finale est la même que celle avant addition : le rendement est donc nul. Ceci vient du temps écoulé trop important entre l'apport en azote et la coulée.
- l'ajout de ferromanganèse nitruré solide en début de fusion : cette technique a été testée pour éviter le dégazage rapide de l'azote. Cependant, l'azote a dégazé en continu pour aboutir à un rendement nul.
- l'ajout de ferromanganèse nitruré en poudre dans la poche de coulée en broyant le minerai afin de faciliter sa dissolution dans l'alliage au moment du remplissage de la poche. Un dégazage est observé dans la poche ainsi que la projection de nombreuses étincelles (figure IV-23). Une fois la poche remplie, il faut brasser environ une minute pour garantir la dissolution de l'élément d'addition puis couler directement [CAS 2009]. Avec cette technique, l'ajout d'azote dans l'alliage a été possible avec le rendement décrit par la figure IV-22.

Elément chimique	Nature de l'élément d'addition	Composition chimique			Rendement en %	Teneur réellement ajoutée par gramme d'éléments d'addition en %	
		20% Fe	75% Mn	5% N		Azote : 0.015	Manganèse : 0.23
<b>Azote</b>	Ferromanganèse nitruré	20% Fe	75% Mn	5% N	30 ± 2	Azote : 0.015	Manganèse : 0.23

*Figure IV-22 : Rendements d'addition pour l'ajout d'azote à la poche*



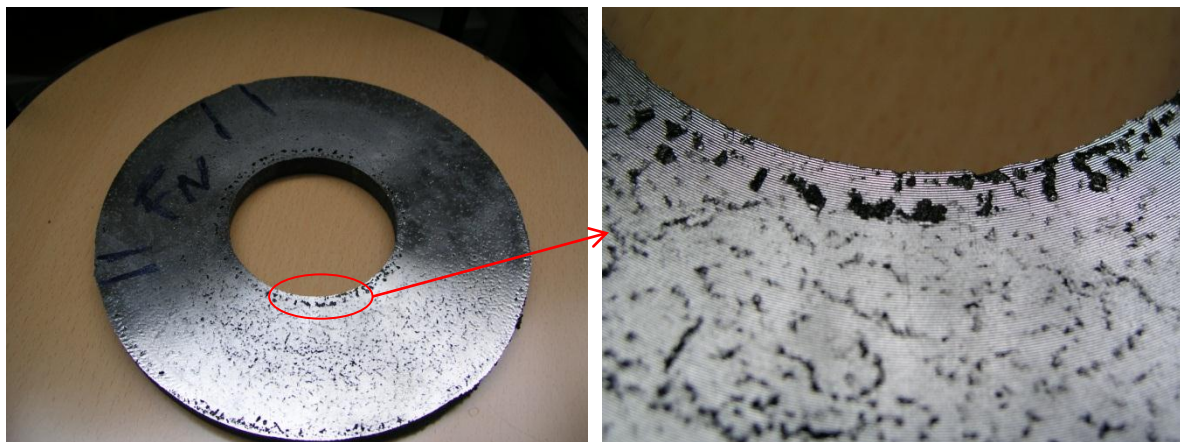
*Figure IV-23 : Addition d'azote à la poche lors d'une coulée*

Conformément à la bibliographie [CAS 2009], il a fallu déterminer la teneur maximale d'azote dans l'alliage avant d'obtenir l'apparition de porosité. Une coulée a été faite pour tester plusieurs taux d'azote : la quantité d'azote était modifiée à chaque poche. En se basant sur une fonte type GL09 ayant une teneur initiale en azote d'environ 45±5 ppm, les quantités d'azote recherchées étaient de 100, 150, 200 et 250 ppm. Une teneur en azote supérieure à 250 ppm est difficile à atteindre à cause de la limite de solubilité de l'azote dans la fonte [CAS 2009]. Les disques obtenus ont ensuite été usinés afin de contrôler la présence de porosité à cœur. Les résultats sont consignés sur la figure IV-24:

<i>Teneur en azote recherchée en ppm</i>	<i>Teneur en azote réelle en ppm</i>	<i>Présence de porosité</i>
Fonte de base (sans ajout) : 45	48	Non
100	97	Non
150	142	Non
200	209	Oui
250	212	Oui

*Figure IV-24 : Relation entre teneur en azote et santé matière*

Cet essai révèle qu'il est difficile d'atteindre une teneur en azote supérieure à 200ppm. De plus, au-delà de 150 ppm, le risque de porosité dans les pièces est très élevé. Il a donc été décidé de viser une teneur en azote de 100 ppm car elle correspond au double de celle des pièces industrielles et qu'elle garantit la santé matière des échantillons. La figure IV-25 présente un disque usiné ayant une teneur en azote supérieure à 200 ppm.



*Figure IV-25 : Disques ayant une teneur en azote de plus de 200 ppm : porosités visibles*

### **IV.2.3.6 Inoculation**

La dernière addition lors de l'élaboration de l'alliage est le traitement d'inoculation. Celui-ci consiste à ajouter une faible quantité de ferrosilicium (à 75% massique de Si) avant coulée afin de favoriser la solidification de la fonte dans le domaine stable et la création de germe de graphite. Ce traitement se fait à la poche par l'ajout d'inoculant en poudre. En production, la quantité d'inoculant est généralement de 0.15% de la masse d'alliage pour une inoculation dans le jet de coulée (pulvérisation d'inoculant en poudre dans le jet de coulée) et de 0.5% pour une inoculation en moule (insertion d'inoculant solide dans les canaux d'alimentation du moule) car son efficacité est moindre. Le rendement de l'inoculation à la

poche est similaire à celui de l'inoculation dans le jet de coulée. Afin de garantir l'efficacité du traitement, il a été décidé d'introduire une quantité d'inoculant de 0.3% de la masse d'alliage soit une centaine de grammes par poche.

### IV.2.3.7 Synthèse

La figure IV-26 représente le tableau de synthèse combinant tous les rendements des différents éléments d'addition et permettant de calculer la quantité à utiliser de chacun d'eux selon la métallurgie recherchée. Ce document est la référence de calcul pour toutes les coulées qui seront réalisées et détaillées lors de cette étude. Les rendements ont été figés pour l'ensemble de ces travaux. Cependant, suite à chaque coulée, ils ont été recalculés afin de vérifier qu'ils ne dérivait pas au cours du temps.

Composition du bain de fusion										Apport FeMnN					
	% du bain	Masse théorique	Masse réelle	% réel	C	Si	Mn	S	P	Sn	Eléments	%	Poids total	Poids réel total	poids par poche
Retour	44	58,1	58,4	43,1	1,38	0,84	0,30	0,04	0,03	0,03	N ciblée	0,01	0,89	0,89	220g
Fonte neuve	7	9,4	9,2	6,8	0,26	0,16	0,04	0,00	0,00	0,00	Mn récupéré	0,34			
Acier	49	67,5	67,9	50,1	0,00	0,00	0,25	0,00	0,00	0,00	<b>Apport en Ti</b>				
Total	100	135	135,5	100,00	1,64	1,00	0,59	0,04	0,03	0,03	%	poids	poid réel		
Ajout en %					1,81	0,95	0,11	0,05	0,04	0,03	0,01	0,0162	0,017		
Ajout en Kg					2,73	2,82	319	167	133	50					
Ajout réel					2,75	2,86	0,00	171,00	136,00	51,00					
% total réel					2,03	2,11	0,00	0,13	0,10	0,04					
Métallurgie recherchée au four de fusion							Rendement des éléments d'addition								
	C	Si	Mn	S	P	Sn	SiC	C	Si	Mn	S	P	Sn		
GL09	3,45	1,95	0,7	0,09	0,07	0,06	0,20	0,20	0,46						
							0,70								
Composition des éléments de fusion															
	C	Si	Mn	S	P	Sn	Recarburant								
Retour	3,2	1,95	0,7	0,09	0,07	0,06				0,46					
Fonte neuve	3,8	2,4	0,6	0,03	0,01	0,01					0,4				
Tôles	0	0	0,5	0	0	0						0,4			
														0,9	

Figure IV-26 : Feuille Excel permettant le calcul de la quantité des différents éléments d'addition pour chaque coulée

Douze coulées ont donc été réalisées. L'ensemble des compositions des matériaux élaborés est résumé dans la figure IV-27 ;

N° de coulée	C	Si	Mn	S	P	Sn	N	Ti
1 - 2 - 3	3.44 %	1.75 %	0.51 %	0.07 %	0.06 %	0.06 %	52 ppm	50 ppm
4 - 5 - 6	3.37%	1.79 %	0.55 %	0.065%	0.057 %	0.056 %	49 ppm	160 ppm
7 - 8 - 9	3.45%	1.76 %	0.95 %	0.072%	0.058 %	0.054 %	99 ppm	50 ppm
10 - 11 - 12	3.42%	1.81 %	0.98 %	0.069%	0.054 %	0.057 %	101 ppm	150 ppm

Figure IV-27 : Compositions des différentes fontes élaborées (les numéros de coulées font référence aux conditions définies dans la figure V-16)

La procédure de coulée utilisée lors de cette étude est résumée par la figure IV-28.

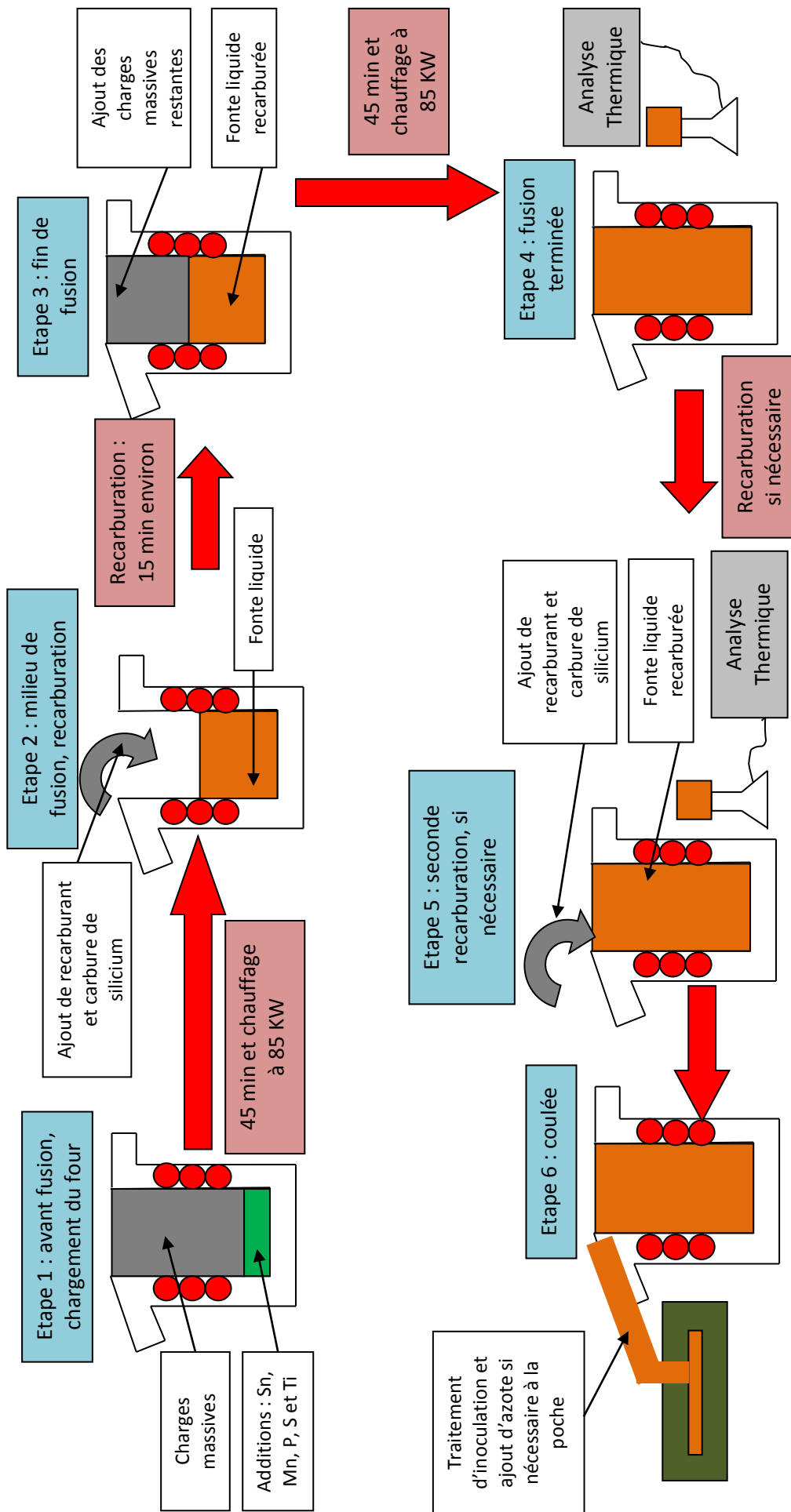


Figure IV-28 : Schéma explicatif de la procédure de coulée utilisée lors de cette étude

***V. CARACTERISATION  
MICROSTRUCTURALE ET  
MECANIQUE : RESULTATS ET  
DISCUSSION***





# *Caractérisation microstructurale et mécanique : résultats et discussions*

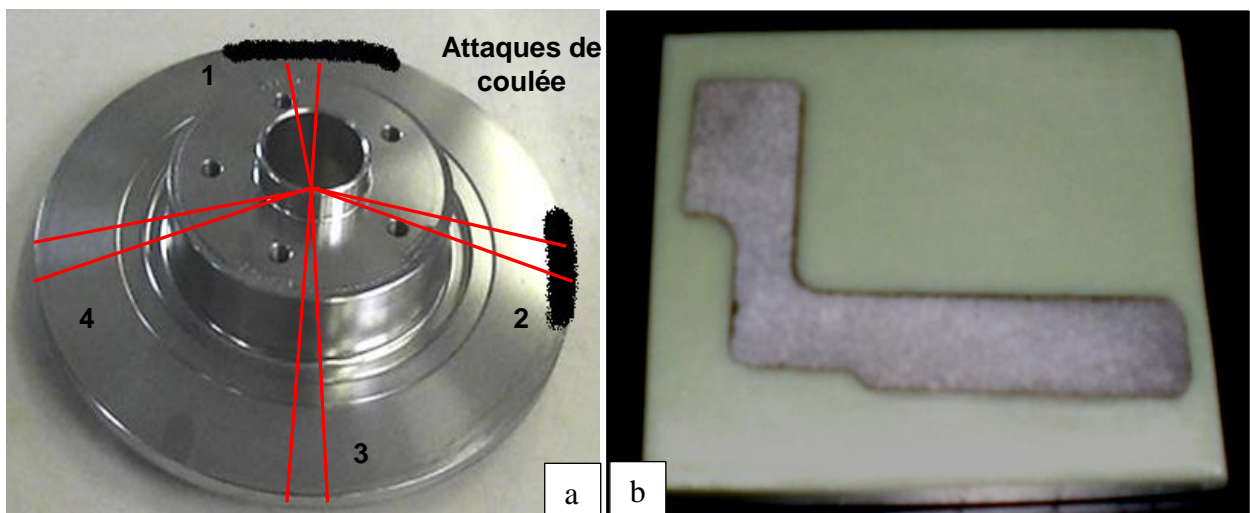
## *V.1 Analyses microscopiques*

### *V.1.1 Microscopie optique*

Une priorité de notre étude a été de mettre en évidence d'éventuelles hétérogénéités au sein de la fonte par examen métallographique de moyeux-disques. Ces observations ont été faites sur des pièces vieilles n'ayant pas été usinées. Le but de cet essai était de chercher des constituants formés au sein de la matrice lors du vieillissement afin d'en comprendre l'origine. Les micrographies ont été réalisées sur une grappe de pièces, c'est-à-dire huit moyeux-disques provenant d'un même moule. La norme ISO 945 a servi de base pour le contrôle de la répartition du graphite et de la microstructure de la fonte. Tous les éléments de cette norme sont repris dans celle utilisée par Renault [REN 2004].

Le protocole de préparation des échantillons a été le suivant :

- découpe de quatre sections à 90° repérées par rapport aux attaques de coulée (figure V-1) dans chaque moyeu-disque pour pouvoir observer l'ensemble du bol et de la piste.
- enrobage avec une résine polymérisant à froid. Le recours à ce type d'enrobage a été obligatoire à cause de la taille des échantillons.
- polissage miroir des échantillons pour observer le graphite suivi d'une attaque au nital pour révéler la microstructure des pièces.



*Figure V-1 : Présentation de la découpe des moyeux-disques (a) et des échantillons obtenus (b)*

### V.1.1.1 Répartition du graphite dans les MD d'une grappe

Ces observations ont permis de contrôler la forme, la taille et la répartition du graphite de chaque moyeu-disque. L'examen micrographique a été fait avec un grandissement X100 comme imposé dans la norme. Comme attendu, le graphite est intégralement de type I c'est-à-dire purement lamellaire. Ce type de graphite est nécessaire pour des pièces de freinage afin de diffuser la chaleur générée lors du freinage d'un véhicule. Cependant, la taille et la forme du graphite varient selon les zones observées. La figure V-2 illustre la répartition du graphite sur chaque micrographie. Il est possible de diviser la section d'un moyeu-disque en trois zones principales se retrouvant sur toutes les coupes pratiquées sur un même moyeu-disque ainsi que sur toutes les pièces de la grappe :

- une zone à cœur présentant du graphite de type A4/5. Il s'agit de lamelles réparties aléatoirement au sein de la matrice (type A) et de taille 4 ou 5. Ce graphite A 4/5 se retrouve à cœur car il se forme dans des conditions de refroidissement dites normales. Afin d'obtenir les propriétés mécaniques souhaitées, ce type de graphite est recherché [REN 2004]. Il est donc rassurant de le retrouver à cœur car c'est celui qui restera après usinage. En conclusion, le process de fonderie donne donc la structure voulue du produit fini.
- la peau de pièce présentant du graphite en rosette (type B) et de taille 5. Il se retrouve principalement sur le moyeu et sur les pistes. Ce type de graphite se forme dans des conditions de refroidissement rapide ce qui est le cas ici car il se trouve à l'interface entre la pièce et le moule en sable.
- les congés de raccordement et de bout de piste présentant du graphite dit de surfusion (type D) et de faible taille (6/7). Ce type de graphite se retrouve dans des zones présentant un refroidissement très rapide entraînant un phénomène de surfusion. Sa répartition sur la section est en accord avec les cinétiques de refroidissement en moule.

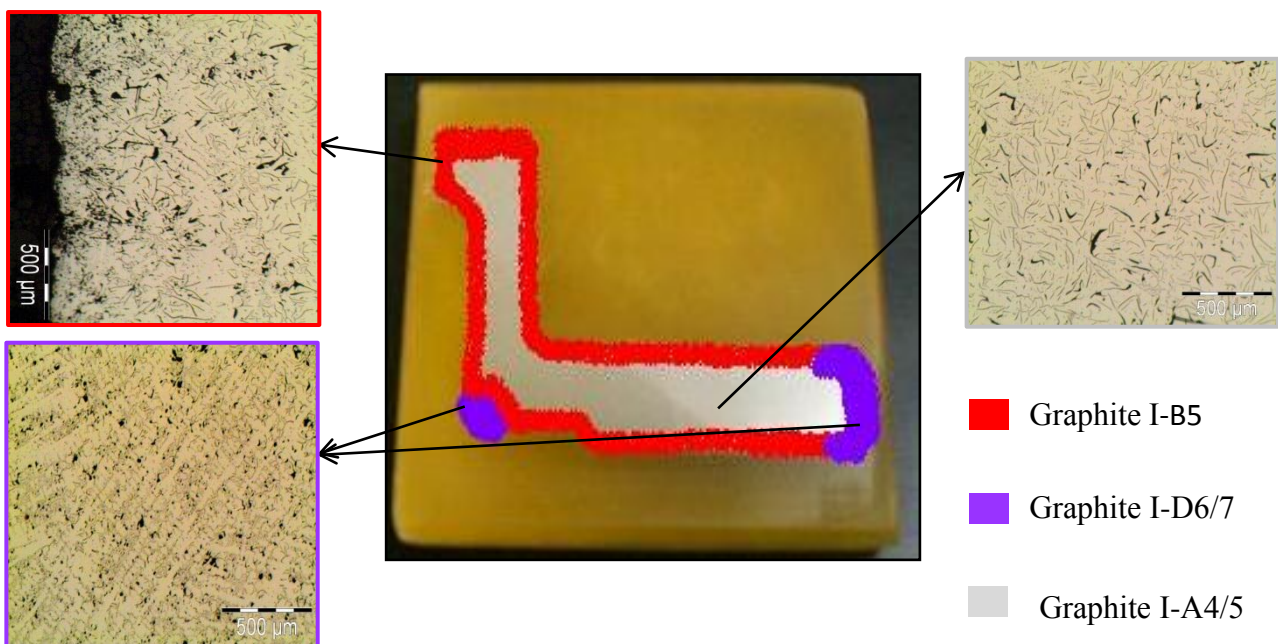
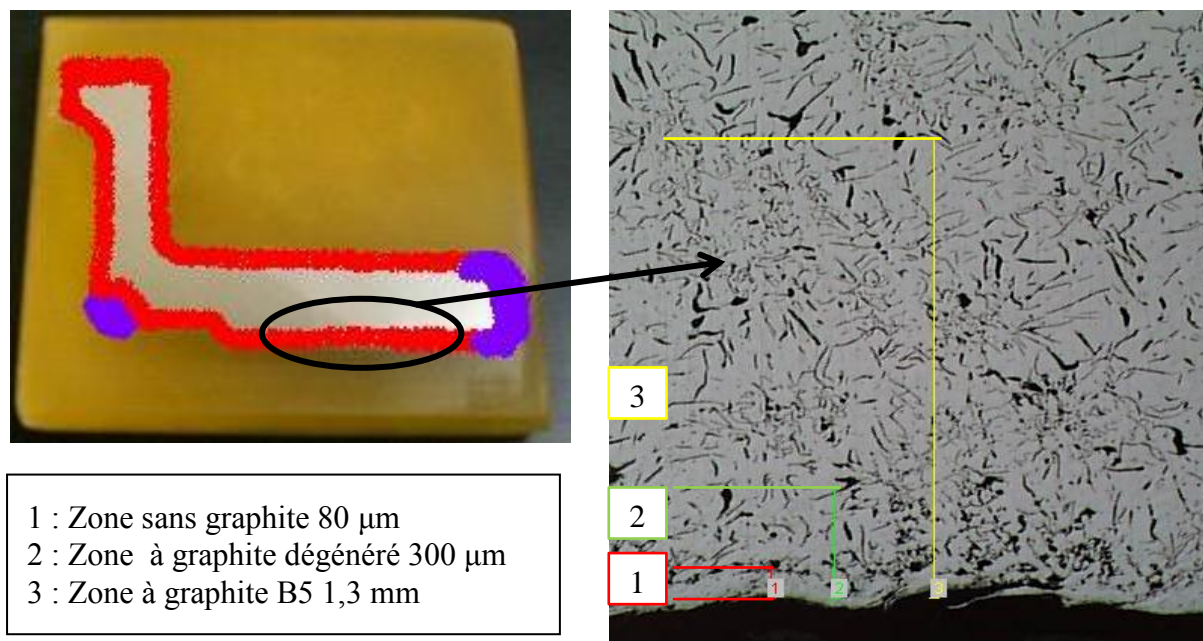


Figure V-2 : Résultats de la cartographie du graphite sur une grappe de moyeu-disque

La problématique industrielle ayant conduit à cette étude étant la finition des pistes, une observation plus précise a été faite sur cette zone. En se déplaçant de la peau de pièce jusqu'au cœur, trois régions distinctes ont été identifiées (en plus des trois zones principales) visibles sur la figure V-3 :

- une région sans graphite de profondeur  $80\mu\text{m}$ . L'absence de graphite en peau de pièce est dommageable pour l'usinabilité car, l'usinage se faisant à sec, il est le seul constituant ayant un rôle lubrifiant.
- une région contenant du graphite dégénéré, non identifiable à l'aide de la norme. Son épaisseur est d'environ  $300\mu\text{m}$ . Ici, il y a présence de graphite donc on aura lubrification lors de la coupe, cependant, le fait qu'il soit dégénéré pourrait peut-être engendrer des problèmes à l'usinage.
- une région contenant du graphite de type B5, sur une profondeur de  $1,3\text{mm}$ , avant d'atteindre la structure à cœur de type A4/5.

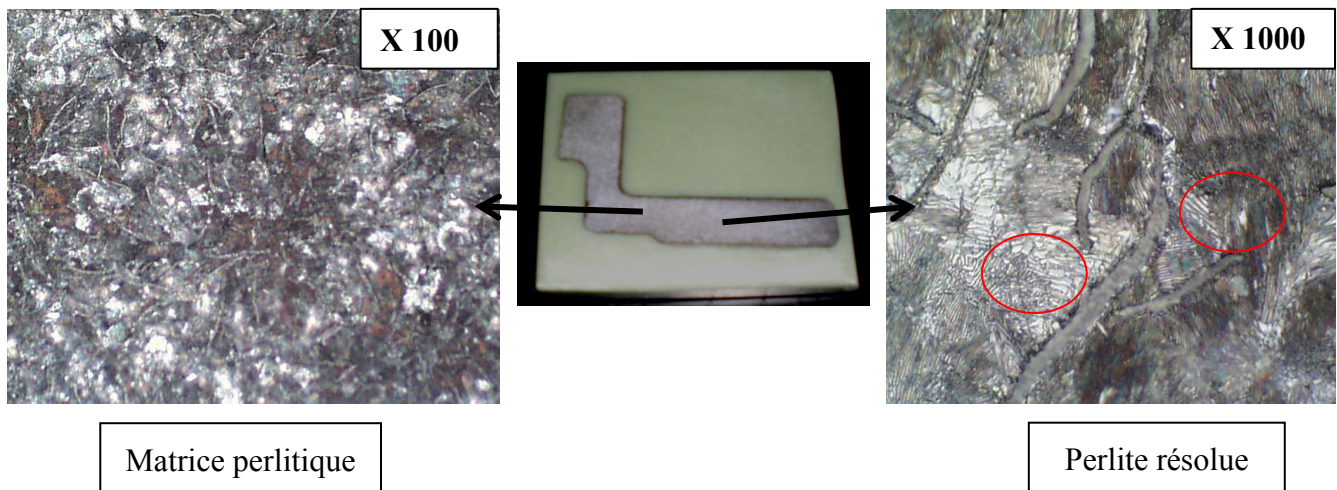
La structure à cœur se situe donc à une profondeur d'environ  $1,3\text{mm}$ . L'épaisseur de cette couche est importante car elle correspond approximativement à l'épaisseur de matière enlevée lors de la phase d'ébauche ( $1,5$  à  $2\text{mm}$  selon la référence de pièce). La phase de finition se fait dans la structure graphitique de cœur de type A4/5. Les problèmes d'usinabilité lors de la finition des pistes ne peuvent donc pas être reliés à la taille et à la forme du graphite car celles-ci sont conformes à la norme.



*Figure V-3 : Profondeur des différentes zones graphitiques*

### V.1.1.2 Microstructure de la fonte dans les MD d'une grappe

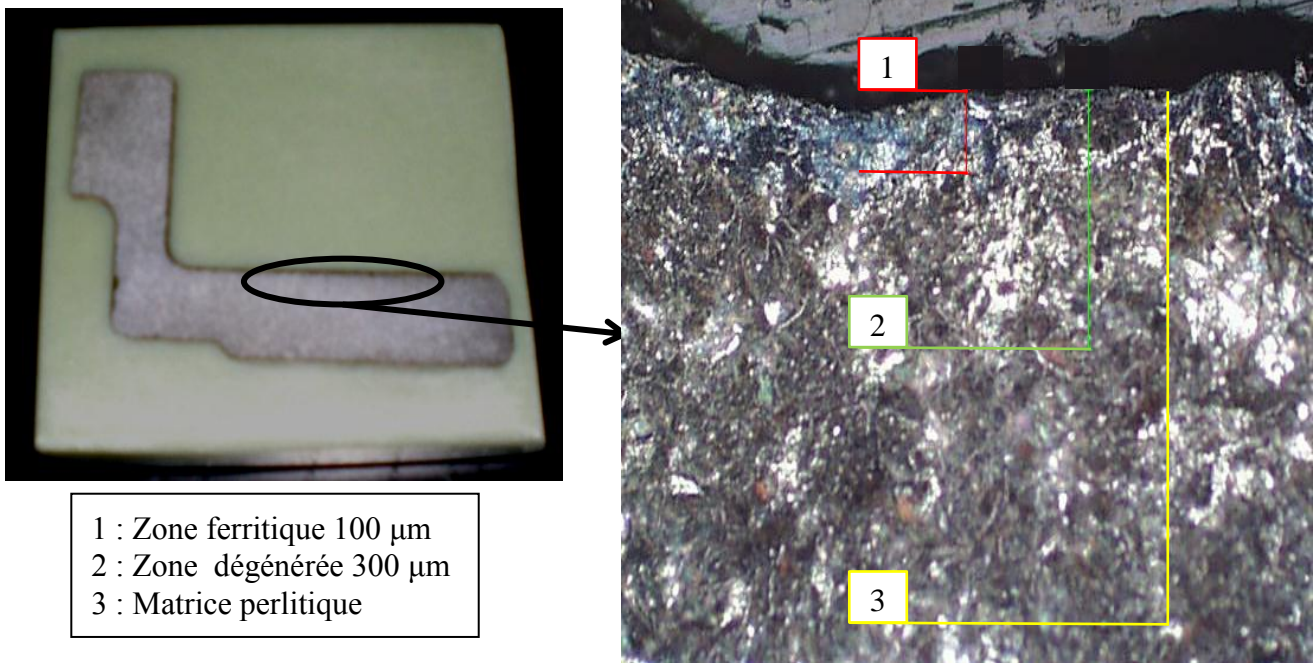
Après avoir cartographié la forme et la taille du graphite sur les pièces d'un même moule, il est impératif de contrôler la microstructure. Le but est de mettre en évidence les hétérogénéités éventuelles, de les localiser et de vérifier que la matrice est à dominante perlitique. Pour ce faire, les échantillons polis ont été attaqués chimiquement au nital 4% (solution composée de 96% d'éthanol et de 4% d'acide nitrique). Les constituants de la matrice (ferrite, perlite...) vont se teinter de différentes couleurs sous l'action du réactif à cause de la dissolution de la ferrite par le nital. La matrice de la fonte est de type perlitique sur l'ensemble du moyeu-disque avec moins de 5% de ferrite conformément à la norme Renault. Les micrographies indiquent également que la perlite de la matrice est globalement résolue c'est-à-dire que les lamelles de ferrite et de cémentite qui la constituent se distinguent aisément. La distance inter-lamellaire de la perlite dépend de la vitesse de refroidissement des pièces. Ceci est indicateur du bon refroidissement des pièces en moule car l'obtention de perlite fine et résolue entraîne généralement de bonnes propriétés mécaniques des pièces.



*Figure V-4 : Observation de la matrice perlitique*

Comme précédemment, il convient de s'intéresser plus précisément aux pistes et surtout au profil de la microstructure entre la peau de pièce et le cœur. Trois zones sont identifiables, de tailles similaires à celles vues lors de l'étude de la répartition du graphite :

- un liseré de ferrite en surface de la pièce d'une profondeur de 100  $\mu\text{m}$ . Cette zone ferritique, certes de très faible épaisseur, est très dommageable pour l'usinabilité car la ferrite est très peu usinable du fait de sa très grande ductilité.
- une structure intermédiaire entre le liseré de ferrite et la matrice perlitique de 200  $\mu\text{m}$ . Cette zone est composée d'un mélange de ferrite et de perlite dans des proportions similaires.
- la matrice perlitique recherchée. Après les 300 premiers microns de la peau de pièce, la structure est complètement homogène.

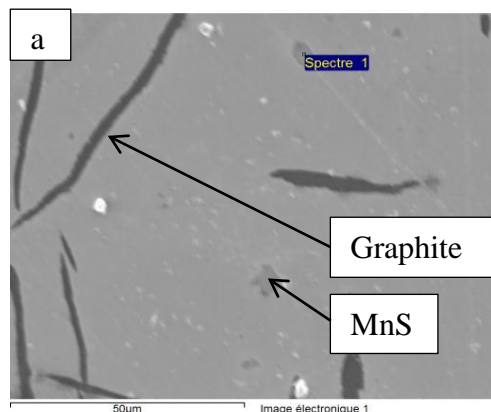


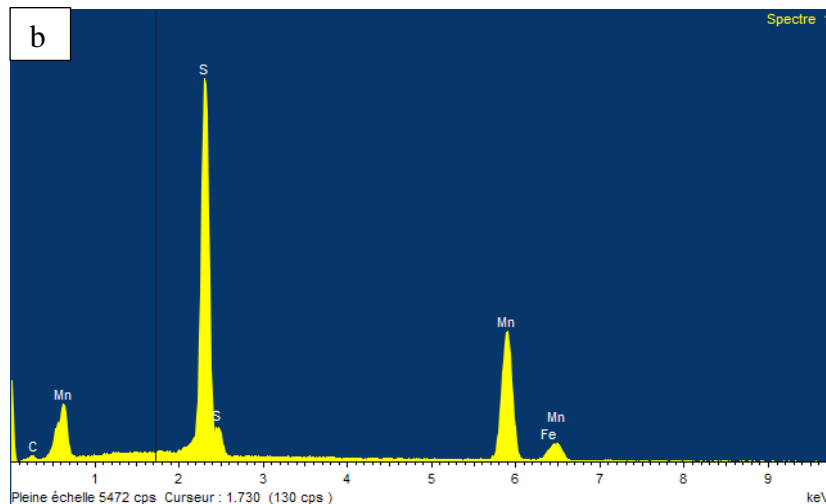
*Figure V-5 : Profondeur des différentes zones microstructurales (grandissement X100)*

En conclusion, aucune hétérogénéité qui pourrait être dommageable n'a été détectée lors de cet examen micrographique au niveau de la microstructure comme du graphite. Les résultats du vieillissement ne paraissent pas être visibles en microscopie optique : cela confirme les résultats obtenus par Richards [RIC 2003]. Les examens micrographiques ne seront donc pas systématiquement effectués lors des suivis de vieillissement mais seulement au cas par cas.

### ***V.1.2 Microscopie électronique à balayage***

En complément de la microscopie optique, il a été décidé de réaliser des observations au microscope électronique à balayage (électrons secondaires) afin d'augmenter la résolution de mesure. Une des sections utilisée précédemment a servi lors de cet examen. La préparation de l'échantillon est donc la même que précédemment, seule la résine d'enrobage est différente. Aucune hétérogénéité n'a été remarquée hormis la présence de sulfure de manganèse comme le montre la figure V-6. La présence de nitrures et plus particulièrement de nitrure de fer était recherchée lors de cette analyse. Aucun n'a pu être mis en évidence en raison, probablement, de leur très faible taille.





*Figure V-6 : Sulfure de manganèse dans la matrice (a) et son analyse EDS (b)*

Pour conclure, le recours à la microscopie lors des suivis n'est pas pertinent. Elle a permis de confirmer la microstructure attendue et le respect de la norme GL 09. Cependant, aucune hétérogénéité permettant d'expliquer ou de mettre en évidence le vieillissement n'a été repérée. Ces observations tendent à confirmer celles de Richards sur la présence d'hétérogénéité (probablement des nitrures de fer) de très petite taille (quelques nanomètres) observables seulement à l'aide d'un microscope électronique à transmission (MET) [RIC 2003].

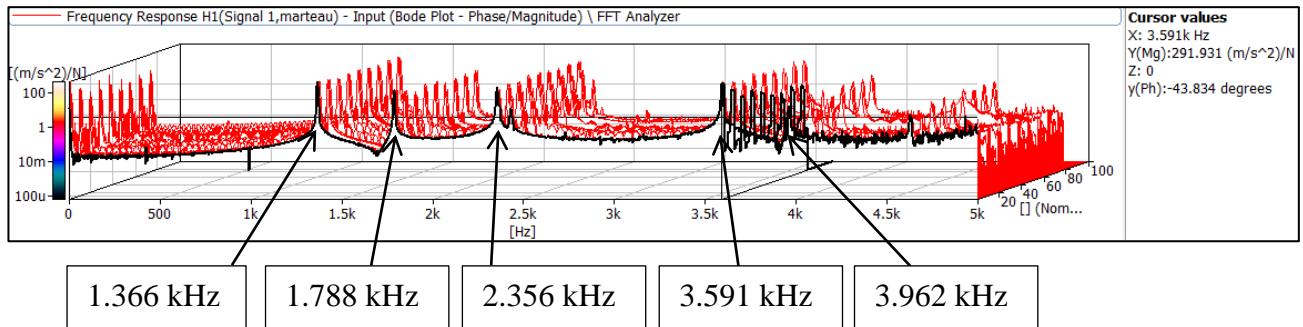
## ***V.2 Corrélation des techniques de caractérisation lors d'un suivi de vieillissement***

Comme indiqué dans le chapitre 3, le suivi du vieillissement se fera par mesure de dureté et par détermination des fréquences propres de vibrations des disques. Pour commencer, il faut s'assurer que ces deux techniques de caractérisation sont corrélées. En effet, chacune d'elles permet de suivre le vieillissement de la fonte via une caractéristique mécanique distincte. Il convient donc de vérifier que les résultats obtenus pour deux pièces similaires (même composition chimique et même refroidissement) montrent un vieillissement similaire au cours du temps. Cet essai a été fait sur deux moyeux-disques Renault provenant du même moule : un sera préparé comme indiqué précédemment et utilisé pour le suivi de dureté et l'autre resté brut pour le suivi par détermination de fréquences propres.

### ***V.2.1 Simulation vibratoire du moyeu-disque***

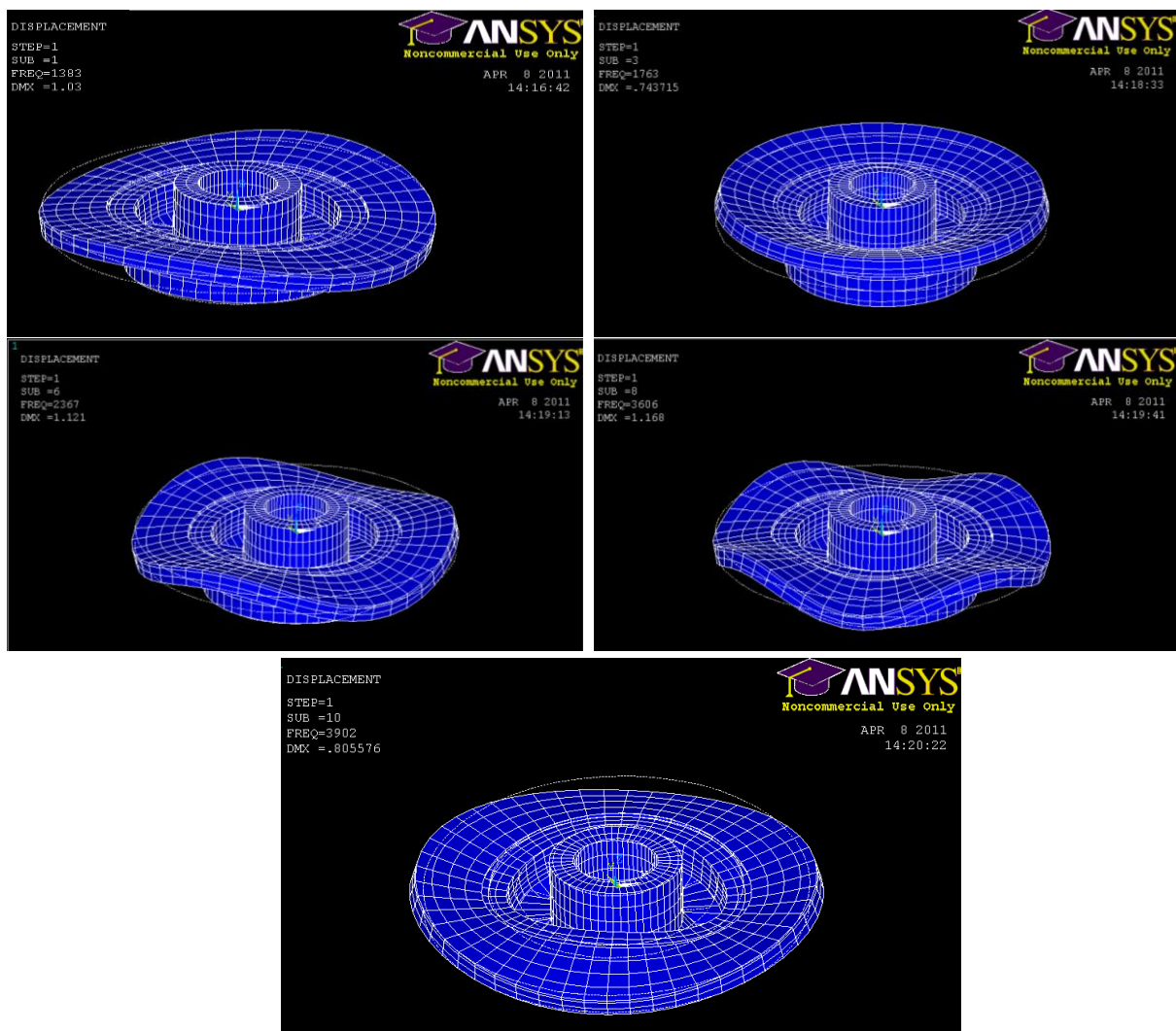
Avant de réaliser cet essai, une simulation vibratoire a été faite en employant le logiciel ANSYS. Celle-ci avait pour but de comparer les valeurs des fréquences propres obtenues expérimentalement avec celles données théoriquement, fonction des caractéristiques mécaniques de la fonte GL09. Cette comparaison était nécessaire afin de tester le programme utilisé pour déterminer les fréquences propres. La figure V-7 présente la courbe dite « waterfall » de ce suivi de fréquences propres. Pour rappel, ce type de graphique est l'empilement de toutes les mesures effectuées successivement. La première courbe rend

compte de l'état initial du moyeu-disque avant vieillissement. Ce sont ces fréquences qui sont à comparer avec celle obtenues en simulation.



*Figure V-7 : Fréquences propres d'un moyeu-disque obtenues par sonnage*

Les résultats obtenus par modélisation éléments finis sont visibles sur la figure V-8 ci-dessous. Pour cette modélisation, le module de Young des pièces a été fixé à 120 GPa : valeur obtenue expérimentalement par Renault lors d'essais de flexion sur des éprouvettes en fonte GL09. Cette dernière indique la valeur des fréquences propres ainsi que la déformée relative à chaque mode propre :



*Figure V-8 : Fréquences propres d'un moyeu-disque obtenues par simulation numérique*



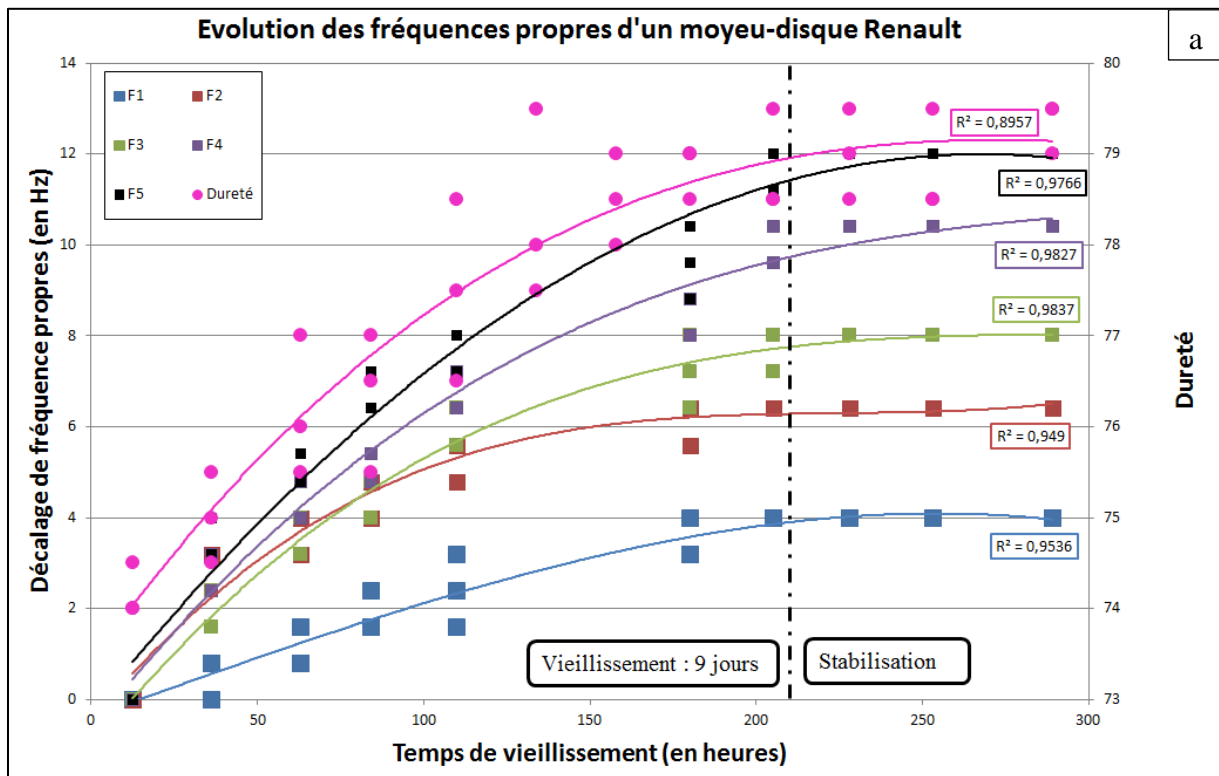
Le tableau de la figure V-9 compile les résultats précédents et montre que l'écart relatif entre la simulation et l'expérimentation est faible. Cela confirme la fiabilité du système de mesure et le programme utilisé.

	<i>Fréquence propre 1</i>	<i>Fréquence propre 2</i>	<i>Fréquence propre 3</i>	<i>Fréquence propre 4</i>	<i>Fréquence propre 5</i>
<i>Sonnage</i>	1366 Hz	1788 Hz	2356 Hz	3591 Hz	3962 Hz
<i>Simulation</i>	1383 Hz	1763 Hz	2367 Hz	3606 Hz	3902 Hz
<i>Ecart en %</i>	1.25	1.4	0.47	0.42	1.51

*Figure V-9 : Comparaison des fréquences propres théoriques et expérimentales*

## V.2.2 Corrélation entre suivi par mesure de dureté et par détermination de fréquences propres

Pour cet essai, trois mesures de dureté et trois sonnages ont été effectués quotidiennement afin de mettre en évidence le vieillissement. La figure V-10 rend compte des résultats obtenus. Sur cette dernière, chaque point de chaque courbe correspond à une mesure et non pas à une moyenne. Les mesures de dureté ont été effectuées sur les rayons R1, R2 et R3 de la pièce au niveau des attaques de coulées et à l'opposé de celles-ci. Seules les valeurs de dureté obtenues sur le rayon R1 à l'opposé des attaques de coulée sont présentées par souci de clarté, les autres mesures évoluant de la même manière. Chaque fréquence propre est notée  $f_i$  avec  $i$  représentant son ordre associé. Par exemple,  $f_1$  est la fréquence propre d'ordre 1 (première à apparaître sur le spectre) c'est-à-dire celle dont la fréquence en Hertz est la plus faible.



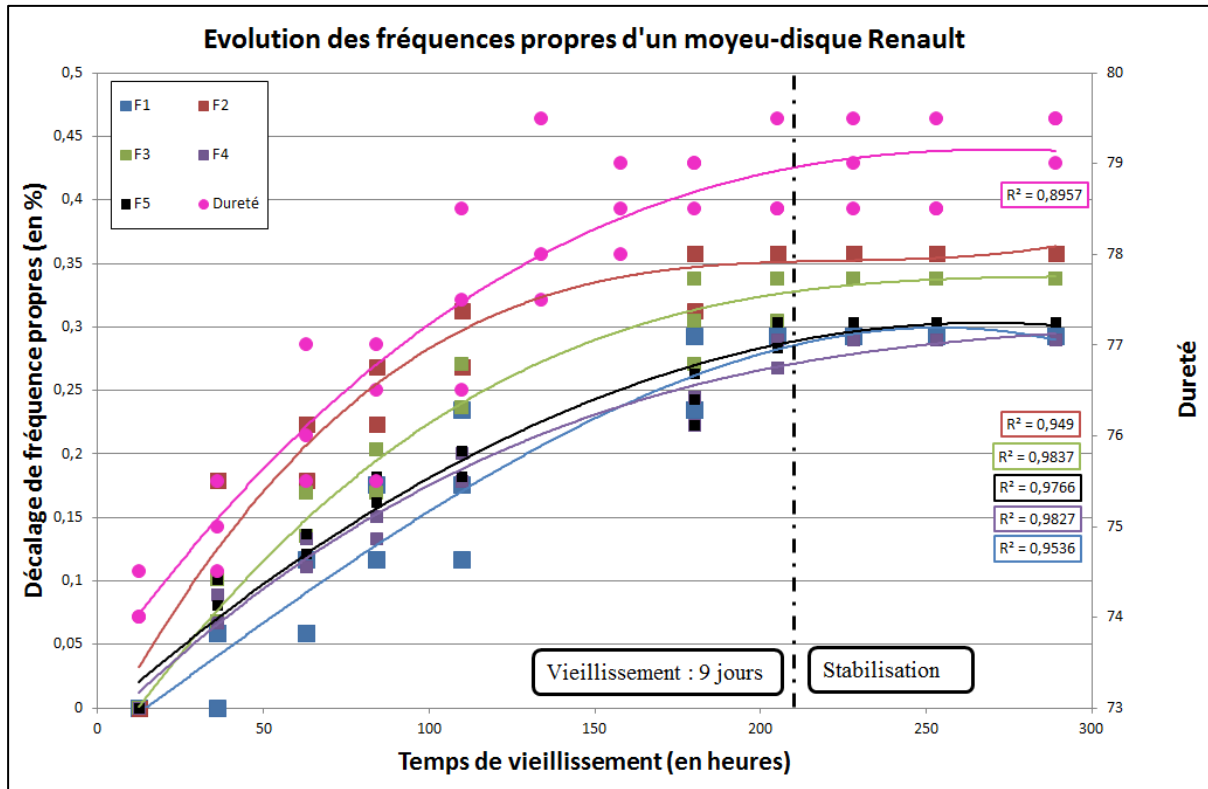


Figure V-10 : Essai de corrélation entre techniques de suivis de vieillissement

Pour commencer, chacune des fréquences propres évolue de manière similaire. Cependant, l'amplitude du décalage diffère selon l'ordre de la fréquence propre. Cette différence de décalage en hertz est à relativiser car le gain relatif en pourcent entre la valeur initiale et finale pour chaque fréquence propre est de l'ordre de 0.30% (figure V-10 (b)). De plus, l'évolution de dureté est corrélée avec le décalage des fréquences propres au cours du temps. Ici, l'évolution montre une période de vieillissement d'environ 9 jours avant stabilisation des caractéristiques mécaniques. La dureté et la rigidité du matériau évolue donc de la même manière.

### V.3 Essais de vieillissement

#### V.3.1 Suivi de vieillissement sur pièces Renault

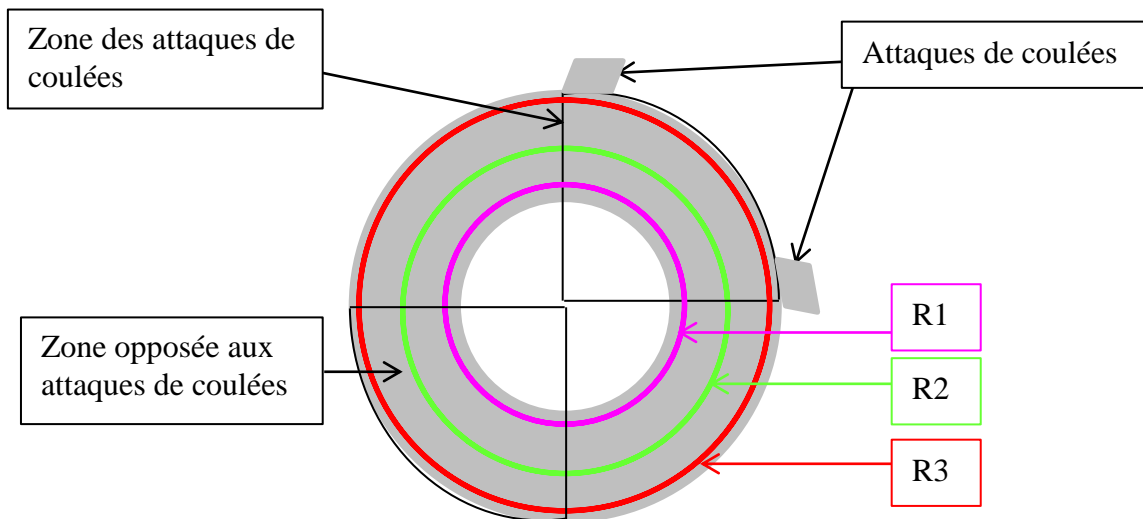
Avant de commencer les essais en laboratoire, plusieurs suivis de vieillissement ont été réalisés à partir de pièces de série Renault. Cela a permis de contrôler la répétabilité des suivis par mesures de dureté mais aussi de tester quelques paramètres supposés influents pendant la mise au point des fréquences propres, du protocole de fusion...

### V.3.1.1 Répétabilité des suivis de dureté

Deux suivis de vieillissement par mesure de dureté ont été faits sur des moyeux-disques Renault. Ces pièces ont été prélevées directement à la sortie de la ligne de production à la fonderie du Mans. Elles ont donc subi le process dit normal de fabrication :

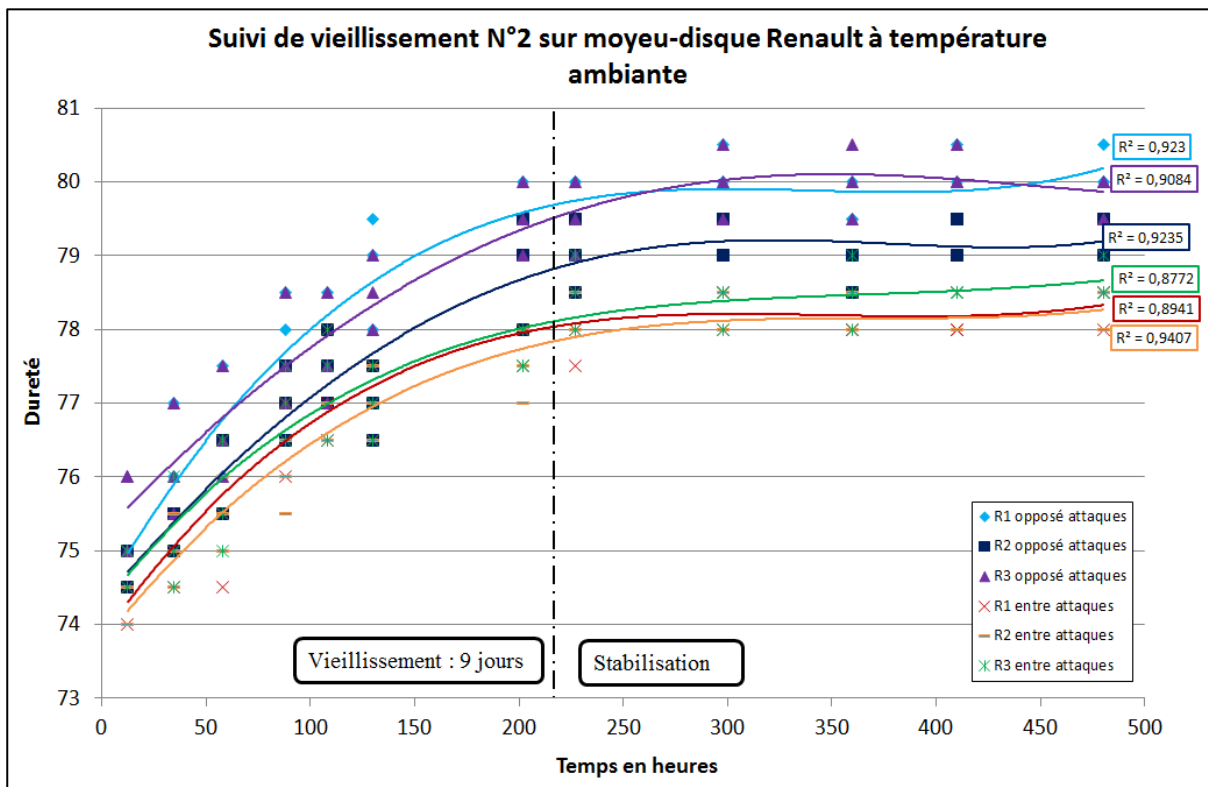
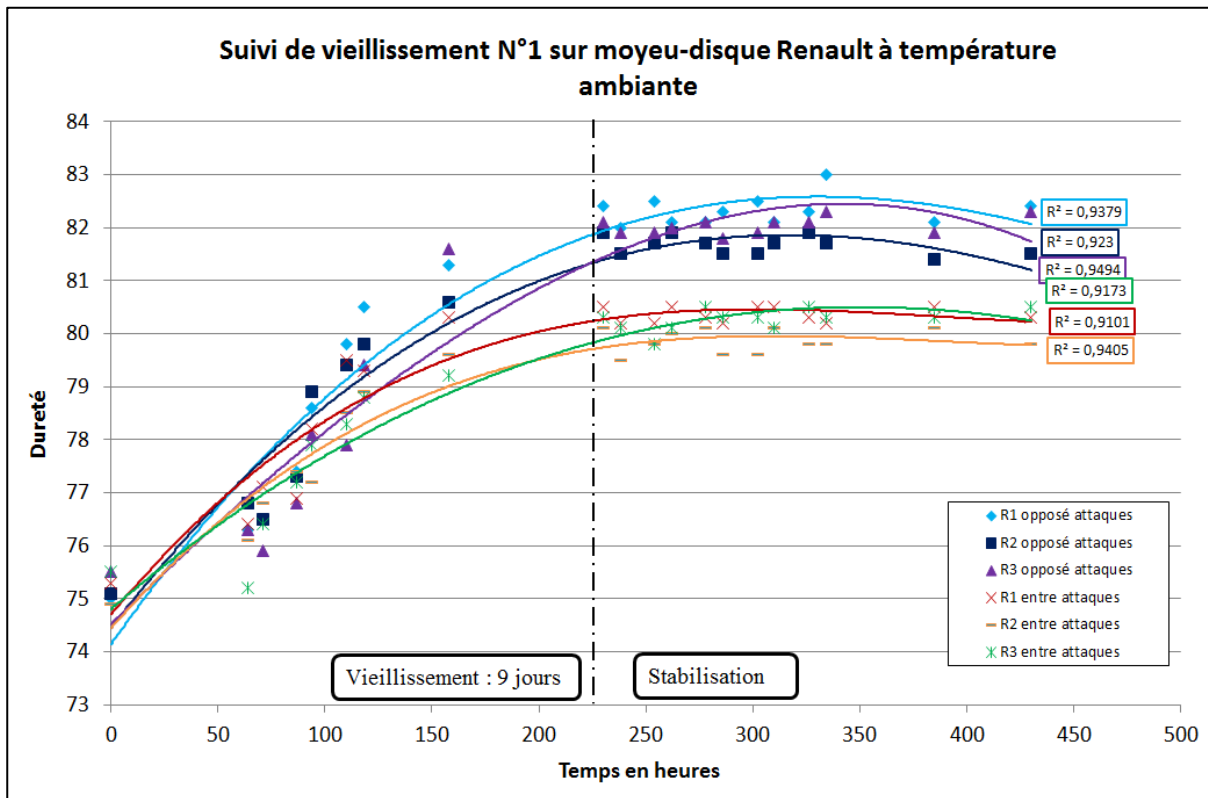
- coulée à 1450°C de fonte GL09.
- refroidissement en moule compris entre une heure et demie et deux heures.
- décochage à une température comprise entre 450 et 500°C.
- dessablage et grenailage.

Les pièces ont ensuite été acheminées directement à Cluny et préparées dans la foulée. La durée entre les premières indentations et la sortie de fonderie est d'environ 12 heures. Comme indiqué précédemment, les mesures de dureté ont été faites sur trois rayons et dans deux zones distinctes du disque. La figure V-11 rappelle la localisation des zones d'indentation.



*Figure V-11 : Procédure du test de suivi de vieillissement par mesure de dureté*

Les résultats des suivis sont consignés sur la figure V-12 suivante. Chaque point représente la valeur obtenue lors de chacune des trois indentations successives effectuées. Ce protocole sera répété pour tous les essais suivants. L'ensemble des six courbes obtenues pour chaque suivi est visible sur cette figure.



*Figure V-12 : Suivis de vieillissement par mesure de dureté sur moyeux-disques Renault*

Deux enseignements principaux peuvent être tirés de la figure V-12 :

- le premier est la répétabilité des suivis de dureté. L'évolution entrevue lors du premier suivi de vieillissement est confirmée par le second. La mesure de dureté est donc une technique de caractérisation répétable pour mettre en évidence et quantifier le phénomène recherché. La figure indique un gain de dureté d'environ 5 points soit 8% pour chaque courbe lors des 9 premiers jours suivi d'une stabilisation.
- le second est l'évolution similaire des différentes courbes de dureté quels que soit le rayon et la zone d'indentation. C'est pourquoi, dans la suite de l'étude, seules les mesures prises sur le rayon R1 à l'opposé des attaques de coulée seront représentées sur les figures.

Pour conclure, cet essai a permis de confirmer la pertinence des suivis de vieillissement par mesure de dureté mais aussi de montrer que le vieillissement était homogène sur l'ensemble du disque. De plus, il ressort aussi que les duretés mesurées entre les attaques de coulée sont plus faibles que celles faites à l'opposé de celles-ci. Cette différence s'explique par les différences de cinétique de refroidissement au sein d'une pièce.

### V.3.1.2 Influence de la température de suivi

La formation de nitrures de fer dans la matrice pouvant être à l'origine du vieillissement, il a été décidé de tester l'influence de la température de maturation afin d'essayer d'accélérer la vitesse du phénomène. La littérature évoque d'ailleurs le fait qu'il soit thermoactivé. Des essais ont montré que le temps de vieillissement pouvait être divisé par 30 à une température de 180°C [ANI 2007]. Dans cette étude, le traitement de maturation en four étant une hypothèse écartée par Renault car trop onéreuse, la température maximale a été fixée à 80°C. Une température intermédiaire de 50°C a aussi été testée. Les pièces d'essais sont des moyeux-disques Renault issus d'un même moule ayant subi le process habituel de fabrication. Les résultats de cet essai sont reportés sur la figure V-13

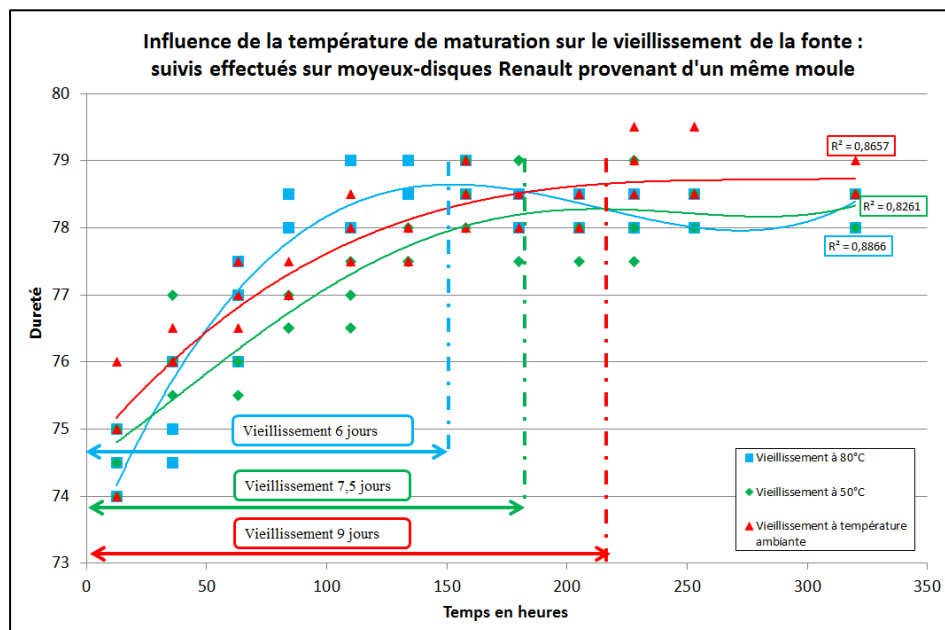


Figure V-13 : Influence de la température de maturation sur le vieillissement de la fonte

Cette figure montre bien une différence de temps de vieillissement en fonction de la température de maturation. En effet, plus la température augmente, plus le temps de vieillissement diminue, comme il était possible de s'y attendre. En passant de la température ambiante à 80°C, le gain de temps est tout de même de trois jours. La température influe sur le temps de vieillissement mais pas sur l'intensité du phénomène. Les trois échantillons issus du même moule ont les mêmes valeurs de dureté minimales et maximales. En considérant ces résultats, les essais de laboratoire seront effectués à température ambiante et à 80°C afin de mettre en évidence l'importance de ce facteur sur le vieillissement par rapport aux autres paramètres.

Cependant, ces résultats seront contredits plus tard lors des essais réalisés sur des échantillons élaborés en laboratoire. Les résultats suivants ne seront plus en accord avec la littérature [ANI 2007] [RIC 2003]. Cette forte différence de vieillissement pour des pièces ayant subi un maintien à des températures relativement peu différentes nous a interpellé. Il convient donc de s'interroger sur la pertinence du prélèvement des pièces lors de cet essai et donc valider la pertinence de réaliser les échantillons en laboratoire.

### V.3.1.3 Influence de la vitesse de refroidissement

Il a été possible de tester l'influence de la vitesse de refroidissement sur le vieillissement en dehors des expériences de laboratoire. En effet, suite à une panne survenue à la fonderie du Mans, seules des pièces ayant un temps de refroidissement en moule de cinq heures au lieu de deux habituellement ont pu être récupérées. Sans pouvoir connaître la température exacte de décochage de celles-ci, il est raisonnable d'estimer qu'elle devrait se situer entre 150 et 250°C au lieu de 450°C habituellement. La vitesse de refroidissement des pièces est donc beaucoup plus faible que la normale. Le suivi de vieillissement a été réalisé comme précédemment par mesure de dureté et comparé à celui de pièces élaborées normalement. La figure V-14 présente les résultats de cette comparaison.

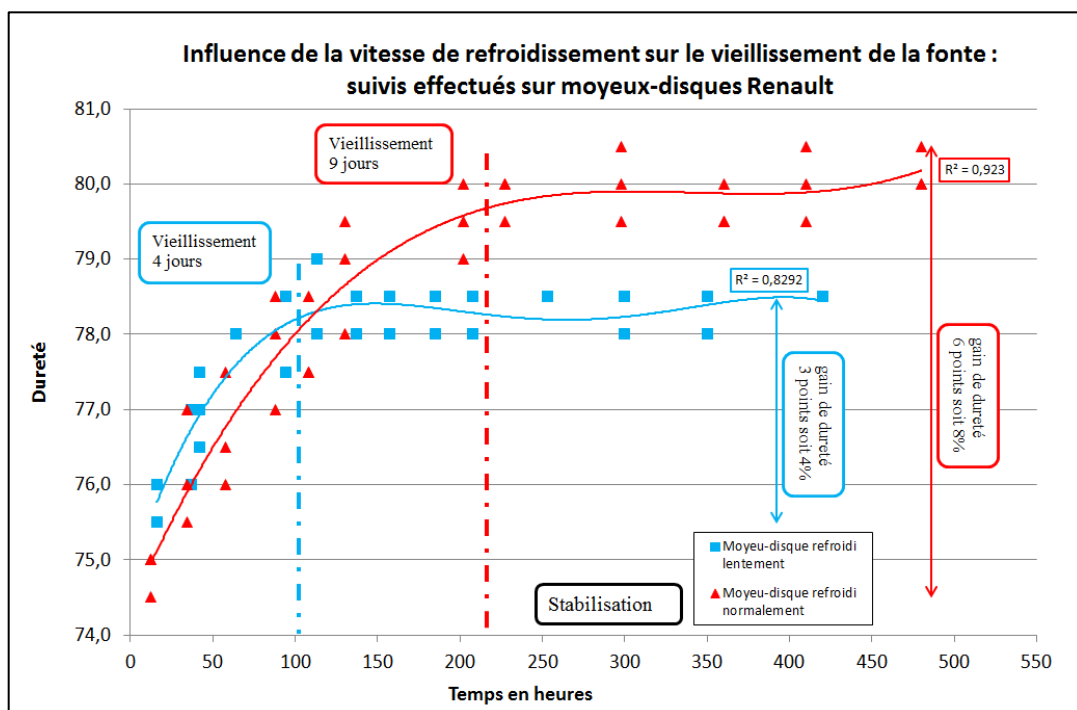


Figure V-14 : Influence de la vitesse de refroidissement sur le vieillissement de la fonte

Il est aisé de voir que la vitesse de refroidissement a une influence notable sur le vieillissement. L'intensité ou amplitude (gain de dureté) et la durée du vieillissement diminuent avec la vitesse de refroidissement. En effet, celui-ci est deux fois moins long et intense que sur une pièce dite normale. Cependant, les résultats nécessitent confirmation sur des échantillons de laboratoire élaborés avec la même fonte et ayant subi des refroidissements différents. En effet, la figure 14 compare le vieillissement de deux moyeux-disques Renault dont la fonte respecte la norme GL09 mais qui ne sont pas issus d'un même moule.

### ***V.3.2 Suivis de vieillissement sur échantillons élaborés en laboratoire : recherche des paramètres matière influençant le vieillissement***

#### ***V.3.2.1 Plan d'essais réalisé***

L'élaboration d'échantillons en laboratoire permet de faire varier différents paramètres dont il est raisonnable de supposer qu'ils ont une influence sur le vieillissement de la fonte. Pour cela, il a toutefois fallu commencer par définir les paramètres à prendre en considération.

En accord avec la littérature [ANI 2007], la composition chimique est apparue comme le paramètre le plus évident. Cependant, il a fallu élaborer des métallurgies potentiellement réalisables industriellement sur le site de Renault Le Mans. C'est pourquoi, la fonte GL09 a servi de base pour ce travail. Seules les teneurs en azote et en titane, éléments potentiellement actifs lors du vieillissement, évolueront. Deux teneurs distinctes ont été utilisées pour chaque paramètre :

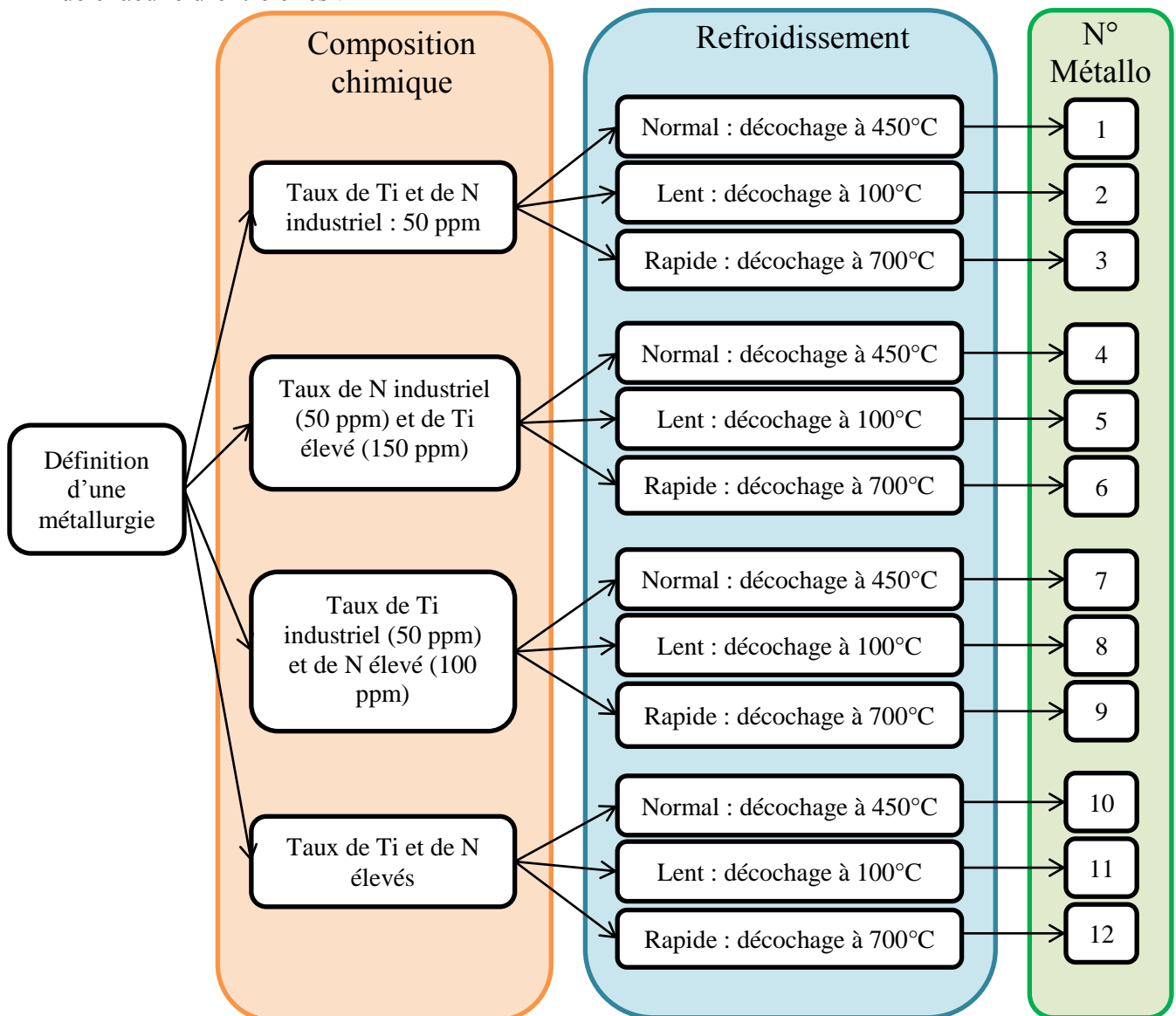
	<b><i>Titane</i></b>	<b><i>Azote</i></b>
<b><i>Teneur élevée</i></b>	Selon la littérature [ANI 2007], il faut au moins trois fois plus de titane que d'azote pour supprimer le vieillissement. La teneur d'azote résiduelle étant de 50 ppm environ, il a été décidé que la valeur haute pour le titane serait de 150 ppm $\pm$ 10	Afin de garantir la santé matière des pièces, il a été décidé d'imposer une teneur haute égale à 100 ppm $\pm$ 10 soit le double de la teneur industrielle
<b><i>Teneur industrielle</i></b>	Elle correspond à la teneur résiduelle lors de l'élaboration de la fonte GL09 soit 50 ppm $\pm$ 10	Elle correspond à la teneur résiduelle lors de l'élaboration de la fonte GL09 soit 50 ppm $\pm$ 10
<b><i>Teneur basse</i></b>	Il a été impossible d'obtenir une teneur plus basse que celle résiduelle car il aurait fallu changer les matières premières. Il a donc été décidé que la teneur industrielle serait la valeur basse du plan d'expérience	

***Figure V-15 : Table des différentes teneurs en azote et en titane lors des essais de suivis de vieillissement en laboratoire et explications***

Les essais détaillés précédemment montrent que la vitesse de refroidissement est l'autre paramètre à considérer dans le plan d'expérience. Le contrôle de la vitesse de refroidissement se faisant par la température de décochage, il est cette fois possible de définir trois niveaux différents pour ce paramètre :

- un niveau élevé correspondant à une température de décochage de 700°C. C'est la température maximale à laquelle il est possible de décocher les pièces afin de garantir le passage du palier eutectoïde et donc ne pas risquer de former des constituants hors équilibre.
- un niveau industriel dit normal correspondant à une température de décochage comprise entre 450 et 500°C. Il reflète les conditions d'élaboration de la fonte GL09 à la fonderie du Mans.
- un niveau industriel correspondant à une température de décochage comprise entre 100 et 150°C. C'est la température minimale à laquelle il est possible de décocher sans avoir un temps de refroidissement trop long. Dans ce cas, le refroidissement en moule dure entre trois et quatre heures.

En prenant en compte tous les niveaux de variation de chaque paramètre, douze métallurgies différentes ont été réalisées. La figure V-16 détaille les conditions d'élaboration de chacune d'entre elles :



*Figure V-16 : Plan d'essais mis en place en laboratoire lors des essais de suivis de vieillissement*



### V.3.2.2 Influence de la vitesse de refroidissement

La première étape de ce plan d'essai consiste à confirmer l'influence de la vitesse de refroidissement sur le vieillissement, entrevue lors d'essais préliminaires sur pièces Renault. Pour rappel, il s'agit en fait du contrôle de la vitesse de refroidissement finale qui se fait via la température de décochage contrôlée par instrumentation des moules. Lors de cet essai, seule la vitesse de refroidissement variera car la capacité du four est suffisante pour réaliser tous les échantillons avec le même alliage. Il est possible de couler huit moules par fusion, six seulement étant nécessaires pour suivre le vieillissement par mesure de dureté et de fréquences propres de vibration à trois vitesses de refroidissement différentes. La figure V-17 montre l'ensemble des moules coulés lors de chaque campagne d'essai.



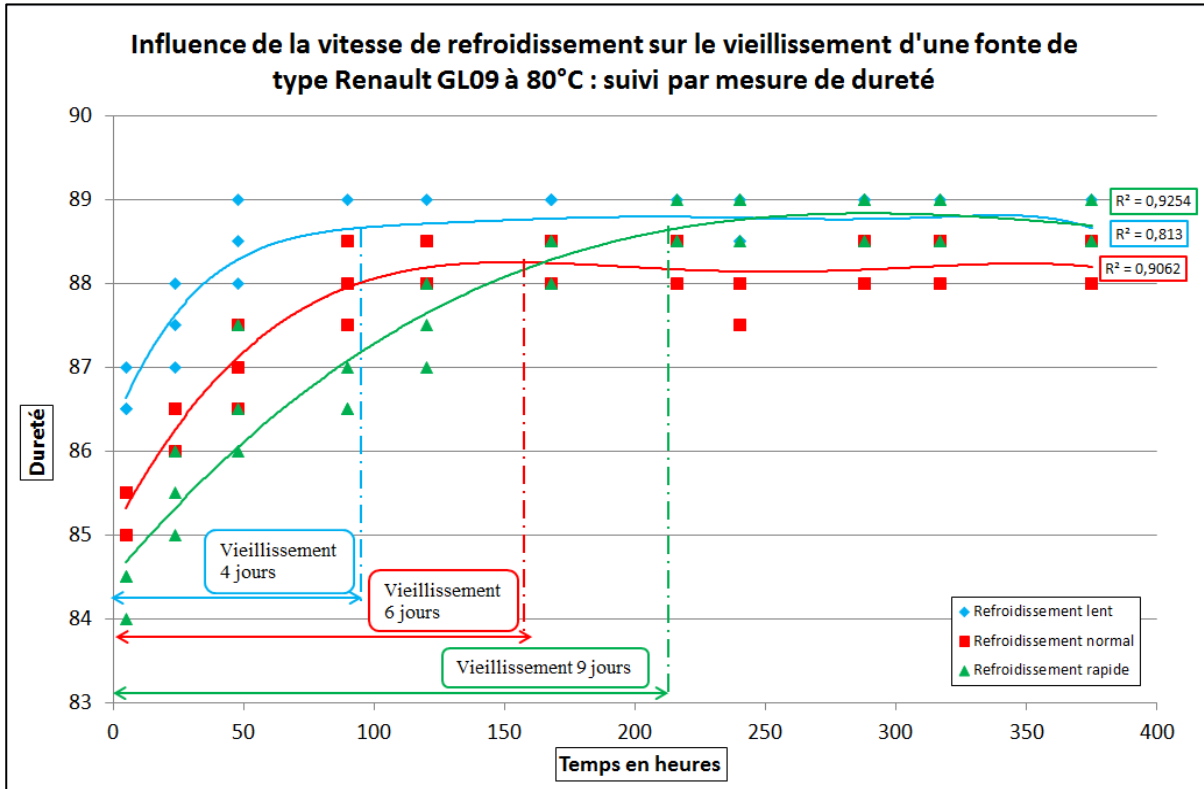
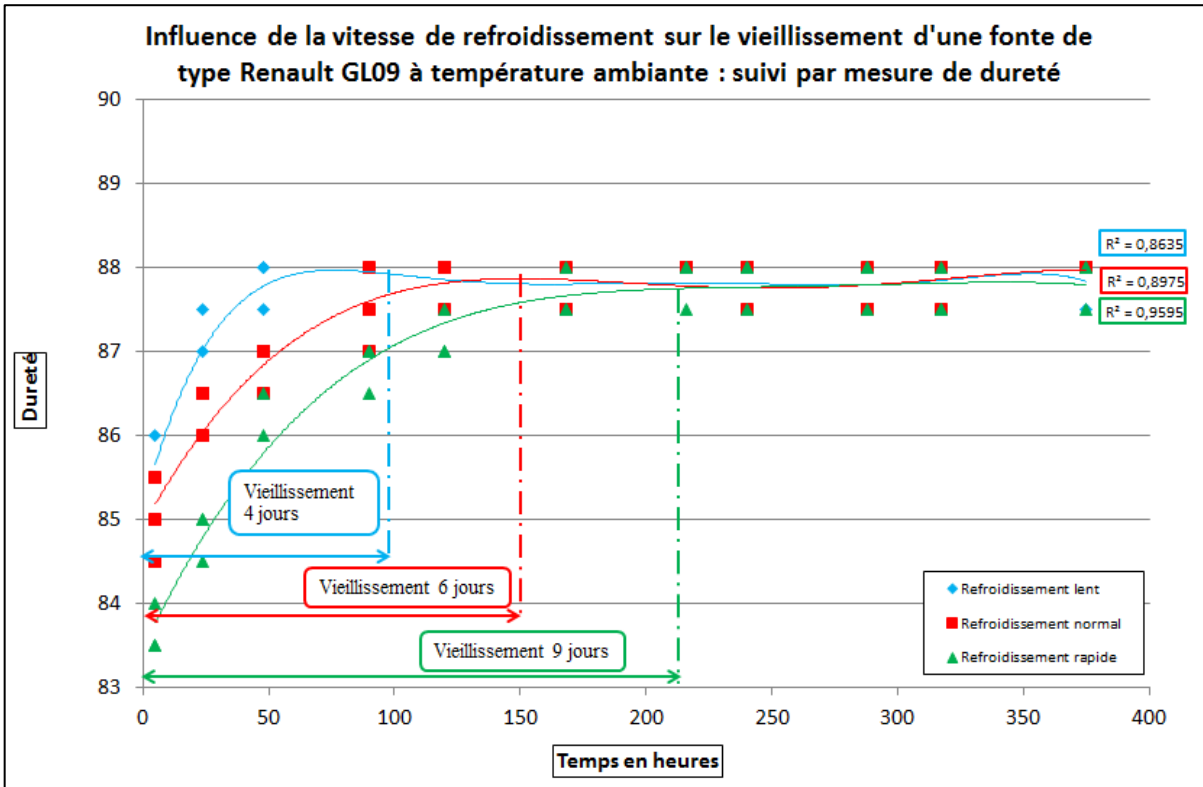
*Figure V-17 : Moules instrumentés lors d'une coulée de fonte en laboratoire*

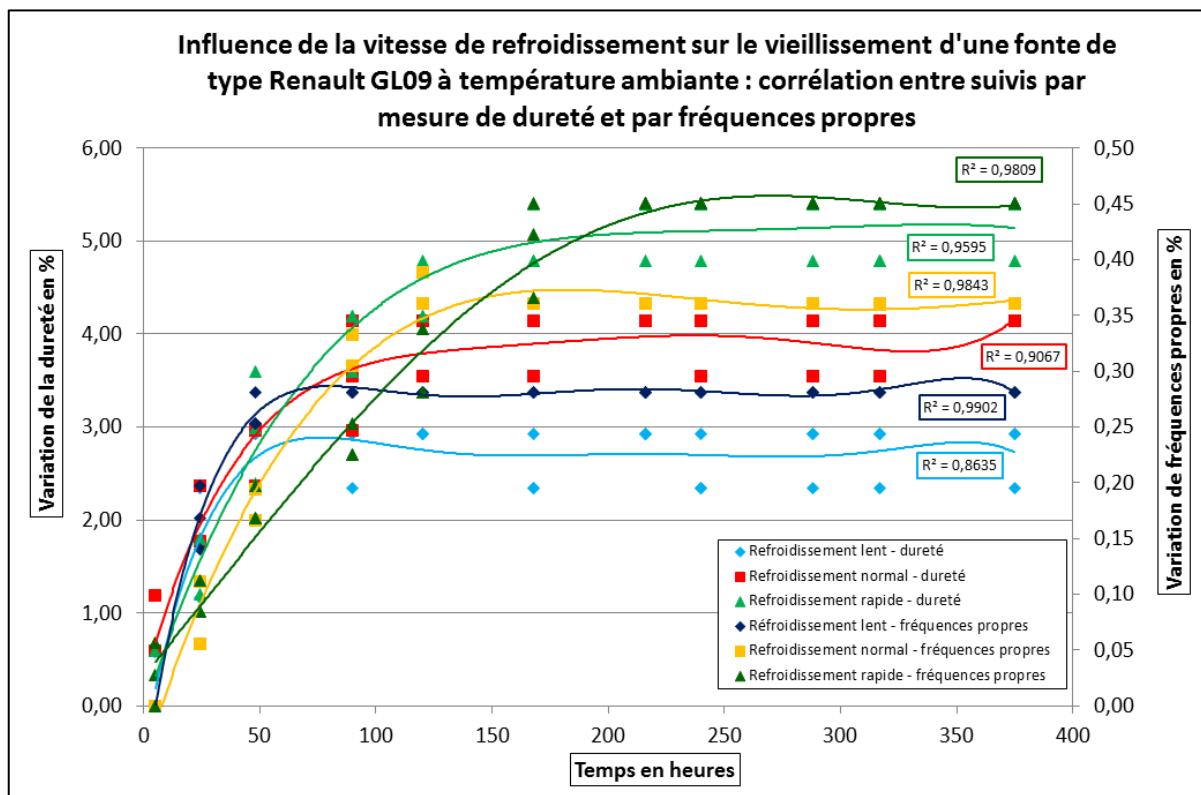
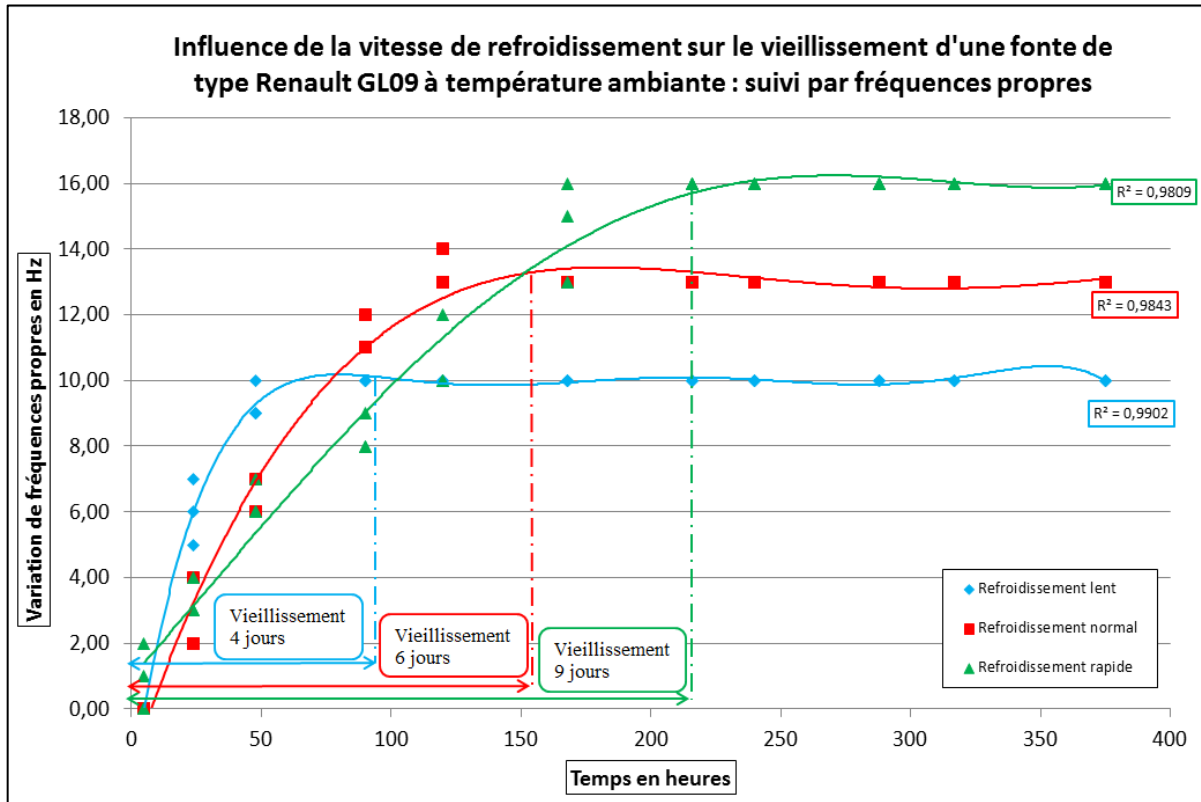
La figure V-18 ci-dessous indique la composition chimique de la fonte élaborée lors de cette coulée. Celle-ci est de type GL09 et conforme à la norme Renault [**REN 2004**].

<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>S</i>	<i>P</i>	<i>Sn</i>	<i>N</i>	<i>Ti</i>
3.44 %	1.75 %	0.51 %	0.07 %	0.06 %	0.06 %	52 ppm	50 ppm

*Figure V-18 : Composition chimique de la fonte lors de l'essai de mise en évidence de l'influence de la vitesse de refroidissement sur le vieillissement*

Les résultats des suivis de vieillissement réalisés lors de cet essai sont consignés sur l'ensemble des graphiques de la figure V-19.





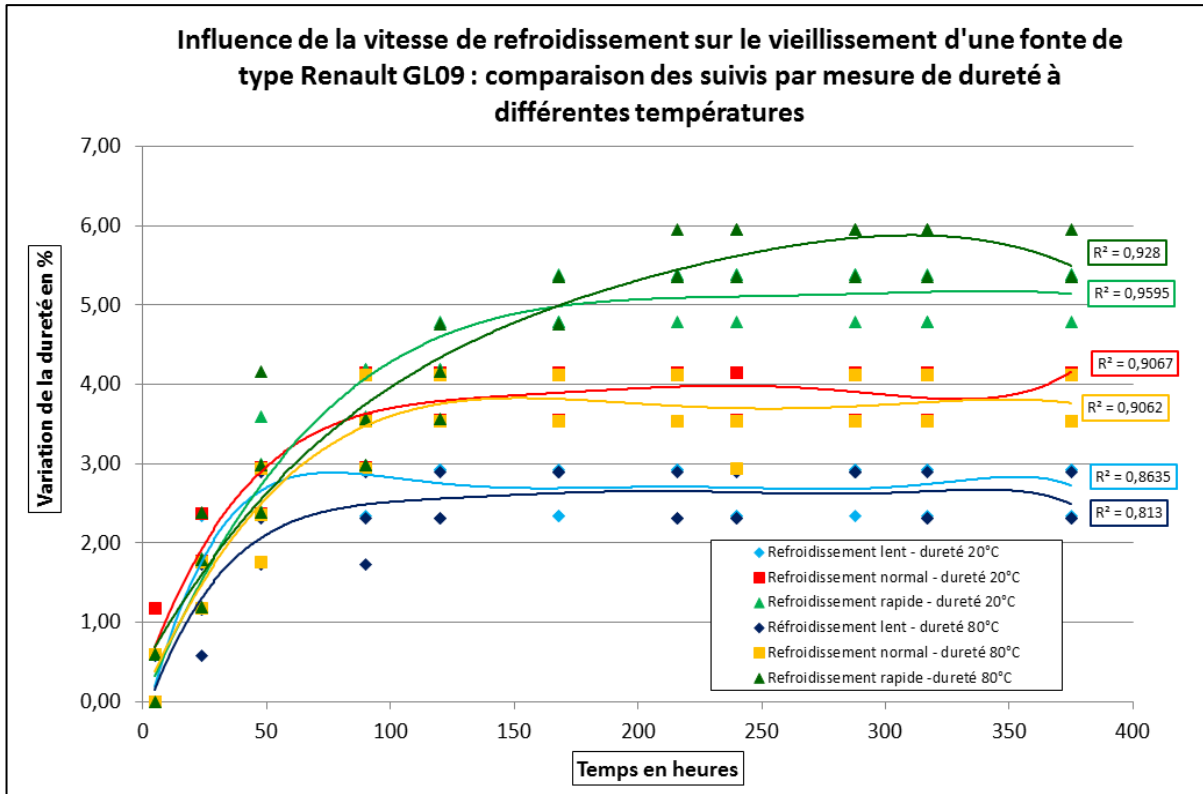


Figure V-19 : Résultats montrant l'influence de la vitesse de refroidissement sur le vieillissement de la fonte

Plusieurs enseignements peuvent être tirés de la figure V-19.

- La tendance entrevue lors de l'essai sur pièces Renault se confirme : le vieillissement diffère selon le refroidissement subi par les pièces. Plus les pièces restent en moule (donc ont un refroidissement lent), plus le vieillissement est court et peu intense, comme le montre le tableau de la figure V-20. La dureté finale après vieillissement de la fonte est la même quel que soit le refroidissement, ce qui paraît logique car toutes les pièces sont élaborées avec le même alliage. La valeur initiale de dureté évolue selon le refroidissement. Il semble donc que le vieillissement commence en moule et se poursuit après décochage. Le fait de laisser refroidir lentement en moule agit comme un traitement thermique de stabilisation sur les pièces.

	<i>Refroidissement lent</i>	<i>Refroidissement normal</i>	<i>Refroidissement rapide</i>
<i>Durée du vieillissement</i>	4 jours	6 jours	9 jours
<i>Gain de dureté</i>	2.5 points	3.5 points	4.5 points
<i>Décalage de fréquences propres</i>	10 Hz	13 Hz	16 Hz

Figure V-20 : Synthèse des résultats montrant l'influence de la vitesse de refroidissement sur le vieillissement

- La corrélation entre suivis par mesure de dureté et par détermination des fréquences propres est confirmée. Dans les essais suivants, il ne sera plus présenté de graphique montrant cette corrélation.
- Aucune différence n'a été notée entre les suivis de dureté réalisés à 80°C et à température ambiante. Il semble que la température de suivi n'a aucun effet sur le vieillissement ou que la température maximale choisie ne soit pas assez élevée pour augmenter sensiblement la cinétique de réaction. Il a cependant été décidé de conserver cette température de 80°C car elle est proche des conditions extrêmes de vieillissement industriel dans un hangar de stockage.

### ***V.3.2.3 Influence de la teneur en titane***

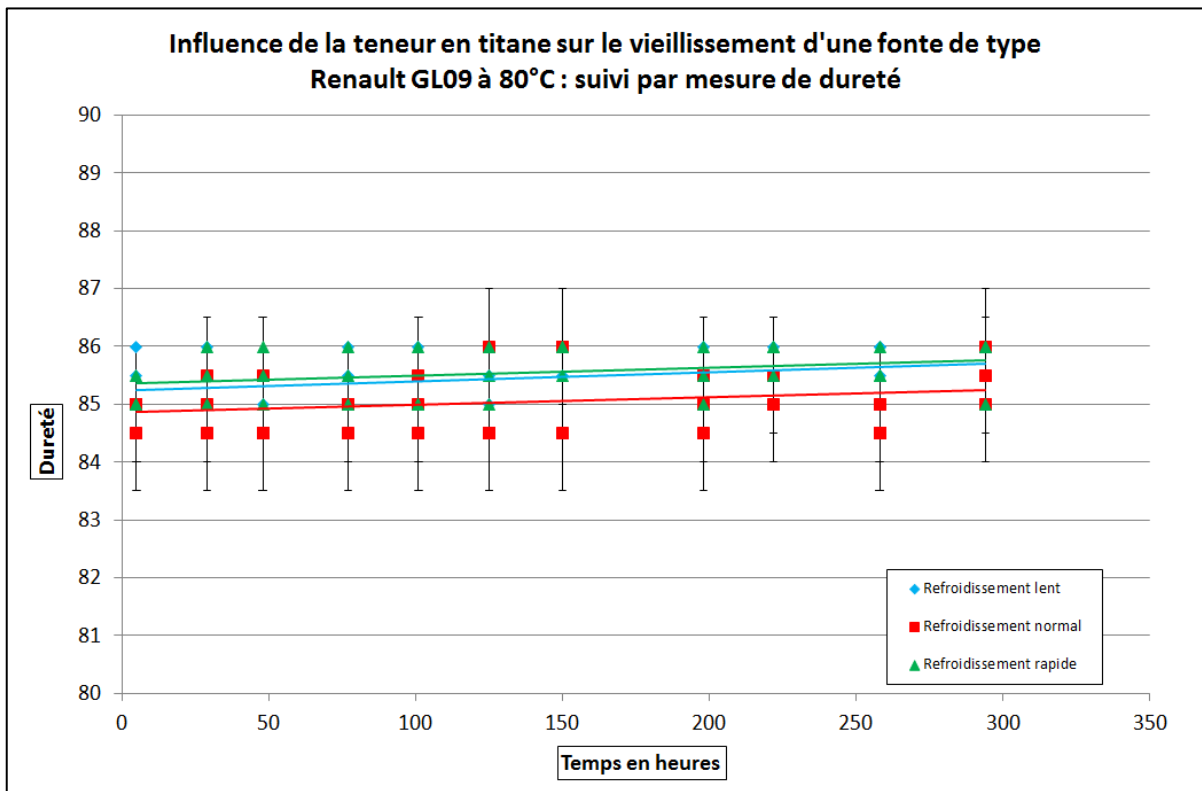
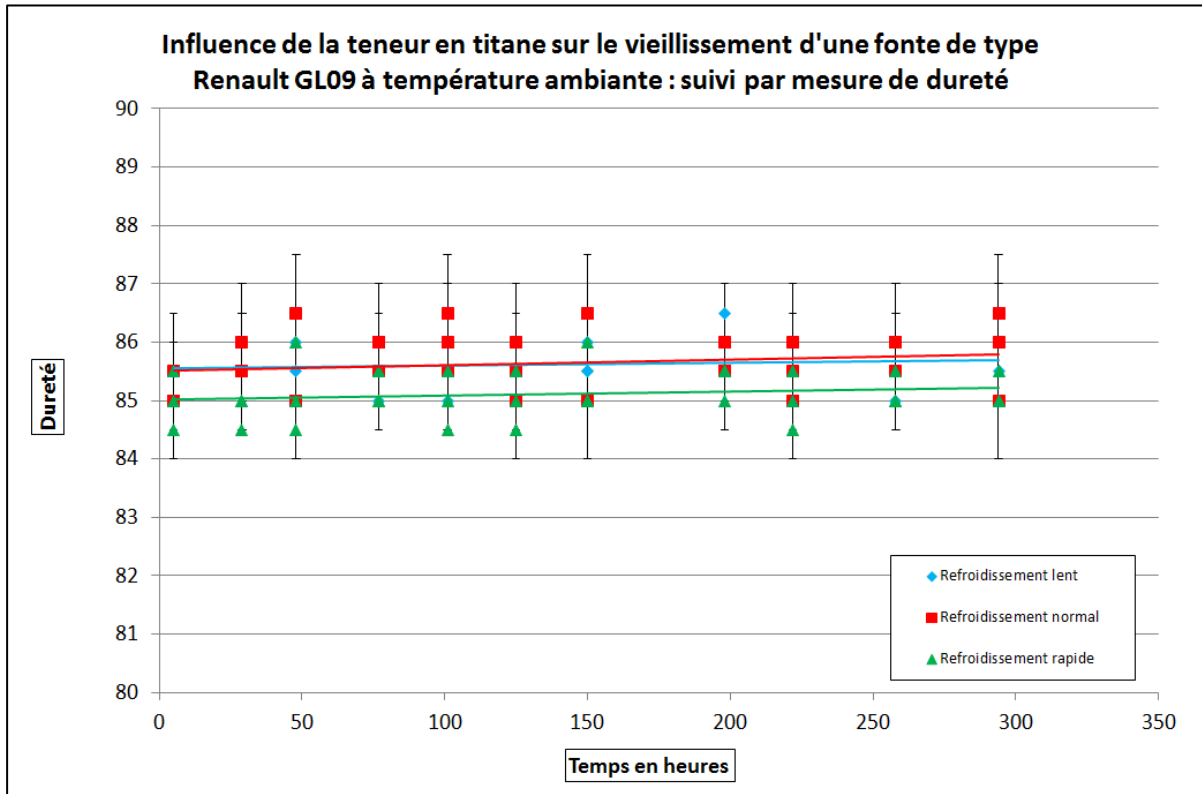
La teneur en azote libre de la fonte étant directement liée à la teneur en titane, il a fallu faire varier la quantité de ce dernier sur des échantillons. Durant cet essai, seule la teneur en titane de l'alliage a varié, celles des autres éléments (et en particulier l'azote) restant soumis à la norme GL 09. Comme lors de l'essai précédent, il a été possible de faire varier la vitesse de refroidissement. Cet essai peut donc nous confirmer l'influence de la vitesse de refroidissement ainsi que le rôle du titane sur le vieillissement. La composition chimique de la fonte coulée est reportée sur la figure V-21 :

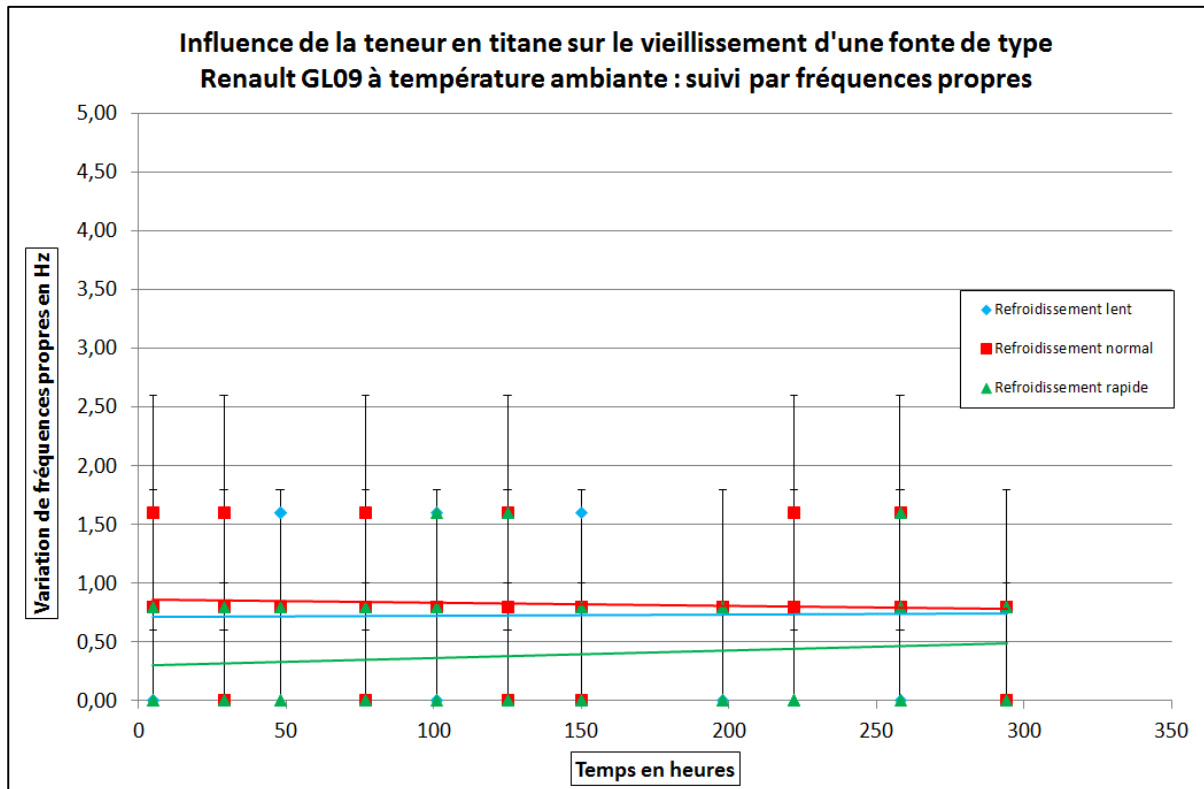
<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>S</i>	<i>P</i>	<i>Sn</i>	<i>N</i>	<i>Ti</i>
3.37%	1.79 %	0.55 %	0.065%	0.057 %	0.056 %	49 ppm	160 ppm

*Figure V-21 : Composition chimique de la fonte lors de l'essai de mise en évidence de l'influence de la teneur en titane sur le vieillissement*

La teneur en titane recherchée a été fixée afin d'obtenir un taux d'azote libre nul ou « négatif ». En considérant la littérature, un taux d'azote libre nul n'entraînerait a priori aucun vieillissement [RIC 2003] [ANI 2007]. Avec la composition chimique de l'alliage, reportée sur la figure V-21, il est possible de calculer la teneur en azote libre selon la formule avancée par Anish [CAS 2009] [ANI 2007]:  $N_L = N_T - \frac{33}{100} Ti$  d'où  $N_L = -3.8$ . Le taux d'azote libre calculé étant « négatif », l'ensemble de l'azote devrait être piégé par le titane pour former des nitrures, cela signifie que le titane sera alors en léger excès et susceptible de former des carbures.

La figure V-22 rend compte des résultats obtenus lors de cet essai. Il est possible de constater que la forme des courbes diffère complètement de celle observée lors des essais précédents.





*Figure V-22 : Résultats montrant l'influence de la teneur en titane sur le vieillissement de la fonte*

Il est possible de tirer deux conclusions de ces résultats :

- en l'absence d'azote libre, aucune variation de dureté ou de fréquences propres n'est observée. Le vieillissement n'a donc pas lieu. L'azote est effectivement à l'origine du phénomène. Il apparaît donc possible d'annuler le vieillissement en annulant la teneur en azote libre. Cette opération est effectuée grâce à l'addition de titane, d'où l'importance des teneurs respectives en azote et en titane. La composition chimique est donc un paramètre important régissant le vieillissement. De plus l'équation d'Anish [ANI 2007] donnant la teneur en azote libre pour observer le vieillissement de la fonte est vérifiée par cet essai.
- dans ce cas, la vitesse de refroidissement n'a aucune influence sur le vieillissement car celui-ci est annulé. La composition chimique est donc un paramètre d'ordre 1 contrairement à la vitesse de refroidissement. En effet, il faut impérativement observer un vieillissement, autrement dit avoir une teneur en azote libre positive, pour pouvoir observer l'influence de la vitesse de refroidissement.

### ***V.3.2.4 Influence de la teneur en azote***

Précédemment, il a été montré que le couple azote/titane jouait un rôle fondamental dans le vieillissement de la fonte. Durant cet essai, la teneur en azote libre a volontairement été augmentée afin de mettre en évidence l'influence de l'azote, le taux de titane restant à sa valeur résiduelle. Il a été décidé de doubler la quantité d'azote au sein de l'alliage, soit de 50 à 100 ppm. Comme évoqué dans le chapitre précédent, la teneur de 100 ppm a été choisie pour

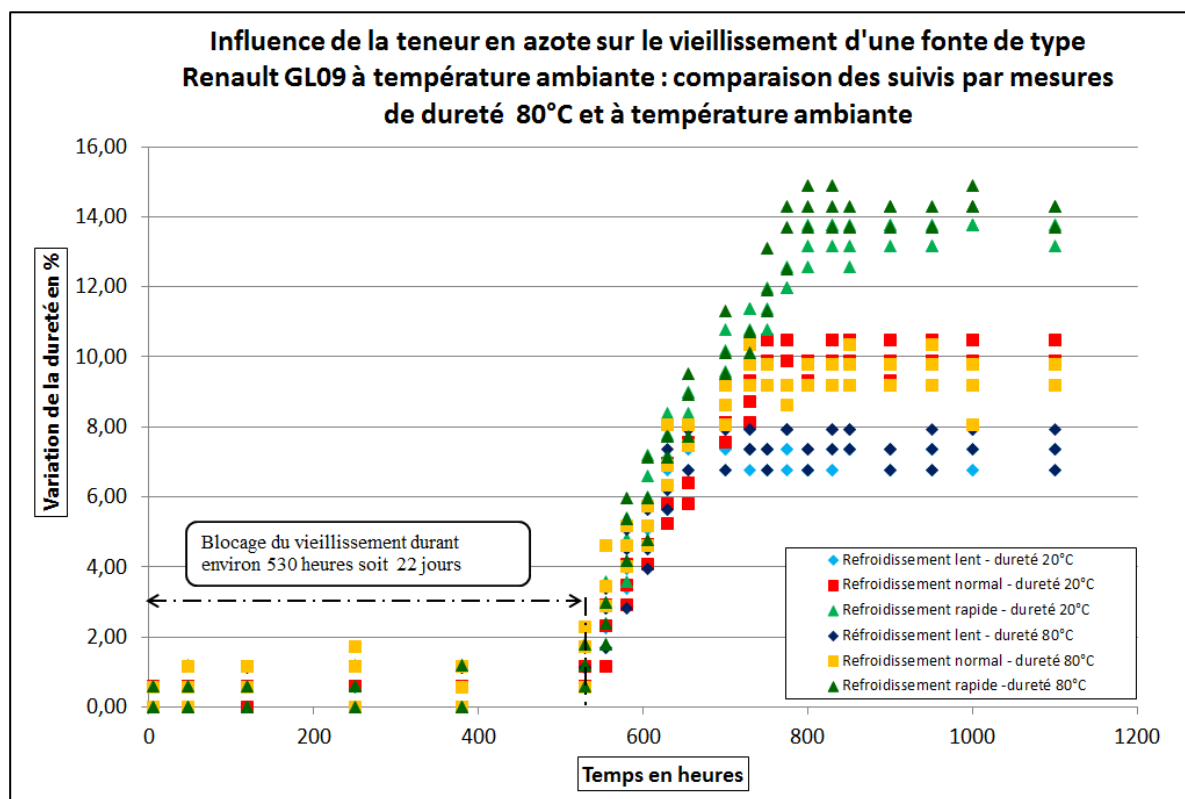
minimiser les risques de dégazage de l'azote au sein des pièces et donc la formation de nombreuses porosités. La composition finale de l'alliage élaboré est reportée dans le tableau suivant (figure V-23).

<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>S</i>	<i>P</i>	<i>Sn</i>	<i>N</i>	<i>Ti</i>
3.45%	1.76 %	0.95 %	0.072%	0.058 %	0.054 %	99 ppm	50 ppm

*Figure V-23 : Composition chimique de la fonte lors de l'essai de mise en évidence de l'influence de la teneur en azote sur le vieillissement*

Il faut noter que l'ajout d'azote dans l'alliage entraîne aussi une augmentation de la teneur en manganèse car l'addition d'azote se fait grâce à du ferromanganèse nitruré. La forte teneur en manganèse devrait avoir un effet sur le vieillissement en le ralentissant fortement selon Richards [RIC 2003]. La teneur en azote libre est de 82.5 ppm, elle vaut plus du double de celle obtenue industriellement et qui vaut environ 35 ppm.

La figure V-24 présente les résultats obtenus lors des suivis de dureté à température ambiante et à 80°C :

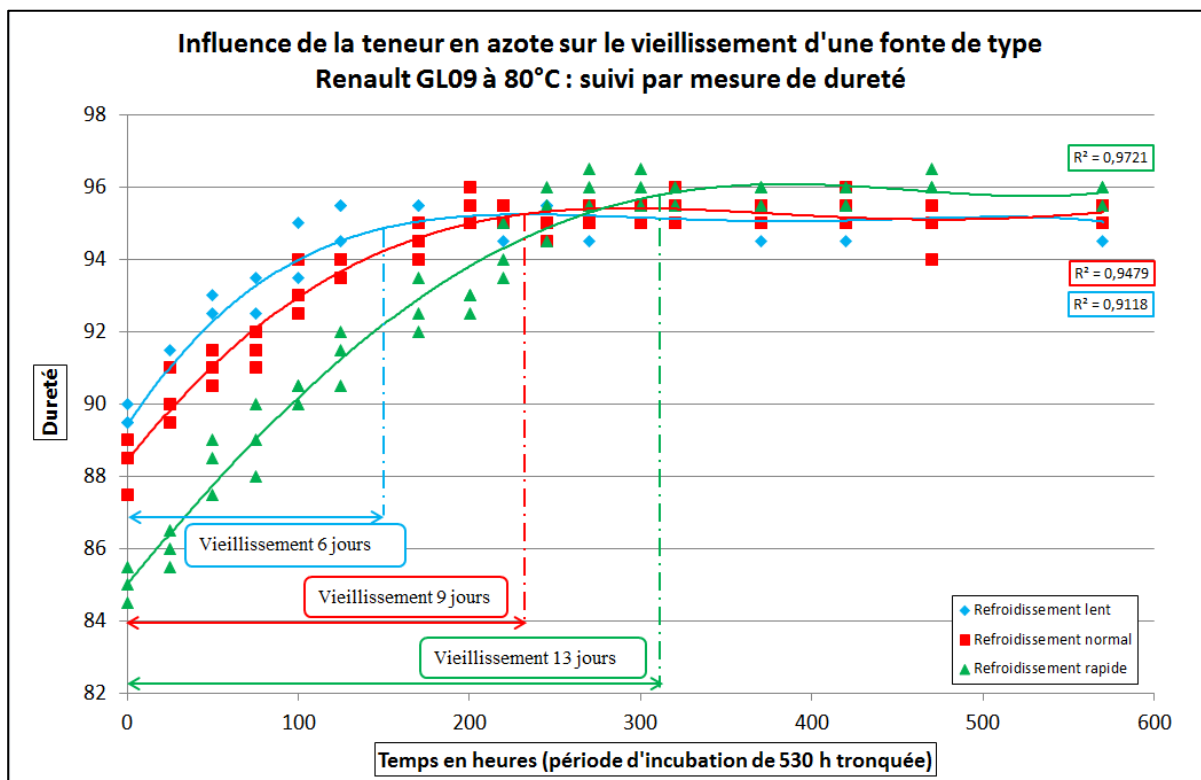
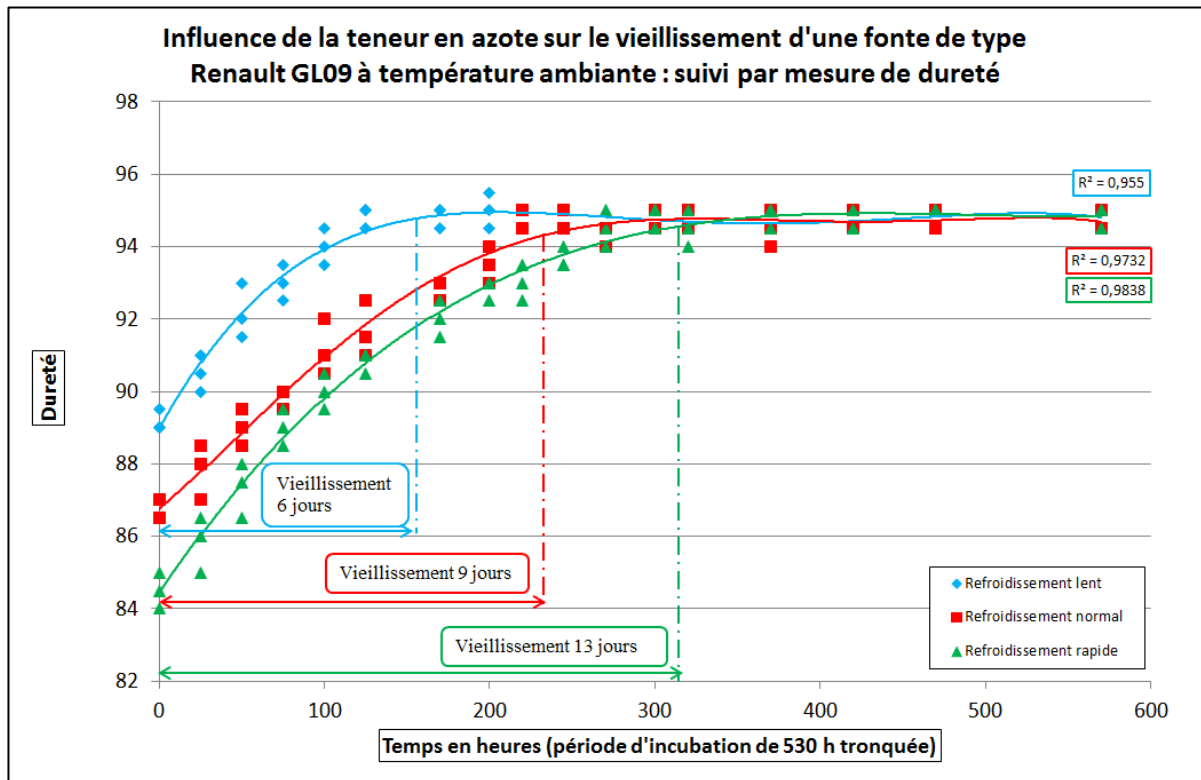


*Figure V-24 : Résultats obtenus lors des suivis de dureté à température ambiante et à 80°C*

Il faut observer que le phénomène de vieillissement apparaît seulement au bout d'environ 22 jours. Durant ce temps, les caractéristiques mécaniques de la fonte (dureté et module de Young) n'évoluent pas : il s'agit d'une période d'incubation du phénomène. D'après Richards [RIC 2003], cette différence de cinétique vient du fort taux de manganèse qui retarderait le vieillissement par distorsion de la matrice. Cependant, selon Richards, le blocage du vieillissement par le manganèse serait actif dès des taux de 0.5%, conduisant à une période



d'incubation de 500 heures. Dans cette étude, la teneur minimale de l'alliage en manganèse est d'environ 0.55% [REN 2004], comme dans le cas des essais précédents. Or, ceux-ci n'ont pas montré de retard de déclenchement du vieillissement. Le blocage de ce dernier par le manganèse doit donc intervenir pour une teneur supérieure à 0.55%. La durée de la période d'incubation est conforme à celle évoquée par Richards, seule la teneur seuil de déclenchement de celle-ci diffère. Sur la figure V-25, la période de blocage du vieillissement a été supprimée afin de mettre en évidence le déroulement du phénomène et en faciliter la comparaison avec les autres essais.



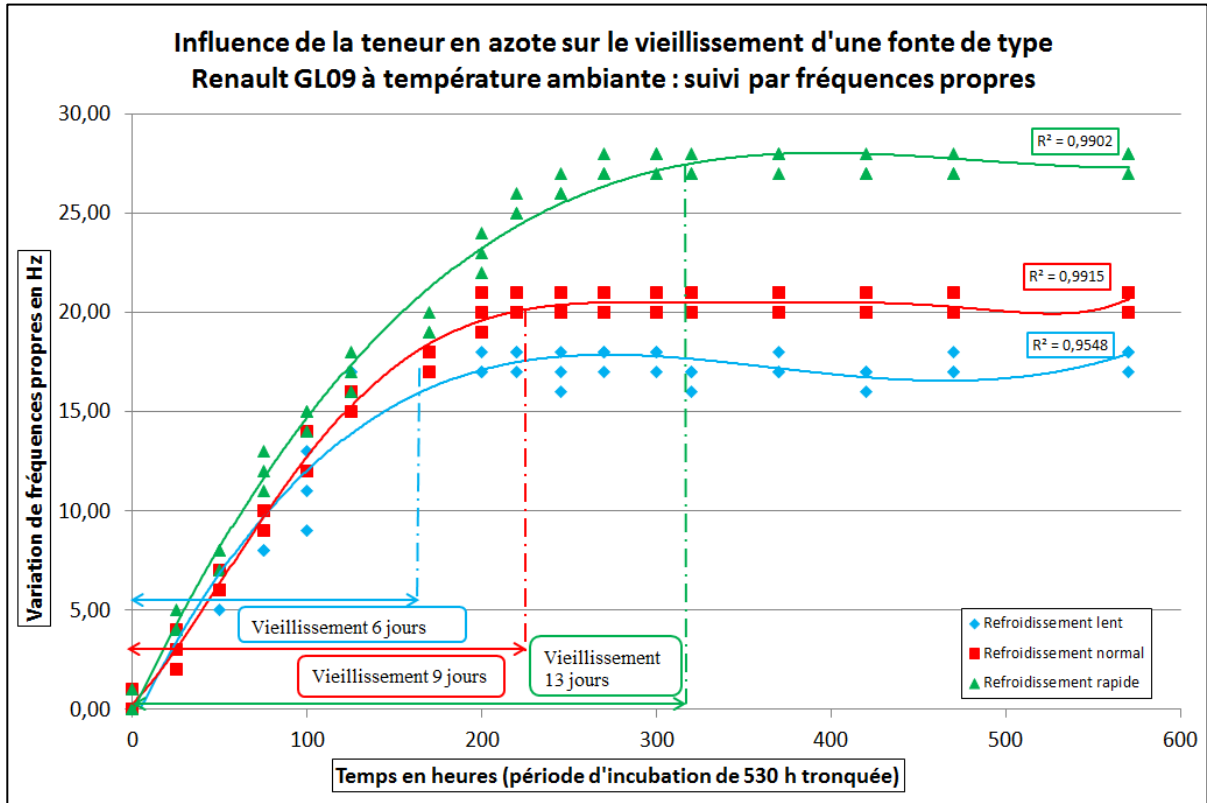


Figure V-25 : Résultats montrant l'influence de la teneur en azote sur le vieillissement de la fonte

Le tableau de la figure V-26 rassemble l'ensemble des résultats obtenus lors de ces suivis à température ambiante en fonction de la vitesse de refroidissement des pièces. L'influence de l'azote est clairement mise en évidence. En comparant les résultats avec ceux de la figure V-20, il est aisé de remarquer que la durée et l'amplitude du phénomène augmentent avec le taux d'azote. En effet, le gain de dureté, le décalage des fréquences propres et le temps de vieillissement ont plus que doublé lors de cet essai par rapport aux suivis de vieillissement réalisés sur une fonte de type Renault. L'azote est bien un des éléments influant le vieillissement.

	<i>Refroidissement lent</i>	<i>Refroidissement normal</i>	<i>Refroidissement rapide</i>
<i>Durée du vieillissement</i>	6 jours	9 jours	13 jours
<i>Gain de dureté</i>	5.5 points	7.5 points	10 points
<i>Décalage de fréquences propres</i>	17 Hz	21 Hz	27 Hz

Figure V-26 : Synthèse des résultats montrant l'influence de la teneur en azote sur le vieillissement

Cet essai a aussi permis de confirmer l'influence de la vitesse de refroidissement. Si elle n'est pas le paramètre responsable du vieillissement, elle modifie la durée et l'intensité du phénomène lorsque celui-ci existe. Il est possible de constater que plus le décochage des pièces sera tardif, moins le vieillissement de la fonte sera long et actif. Pour finir, peu ou pas

de différences de résultats sont observables entre les deux températures de maintien lors de ces suivis. La tendance observée lors des essais précédents se confirme donc.

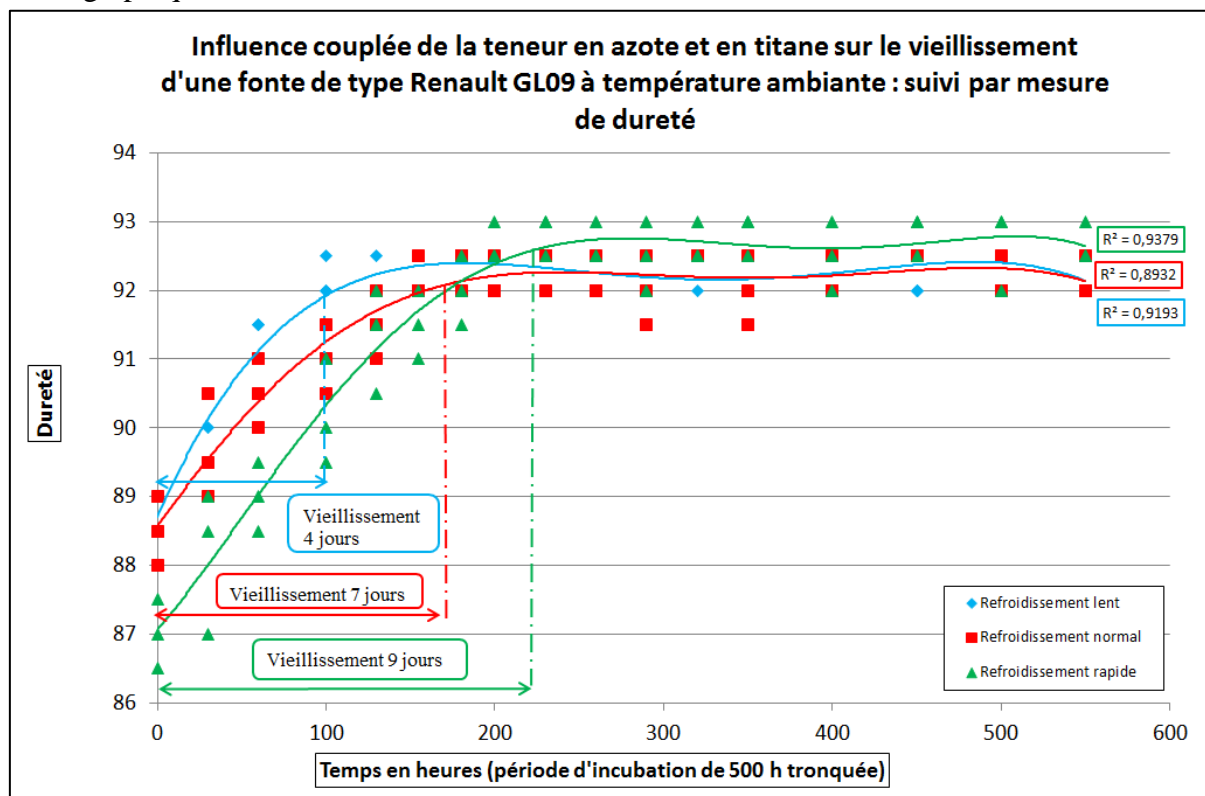
### V.3.2.5 Influence couplée de la teneur en azote et en titane

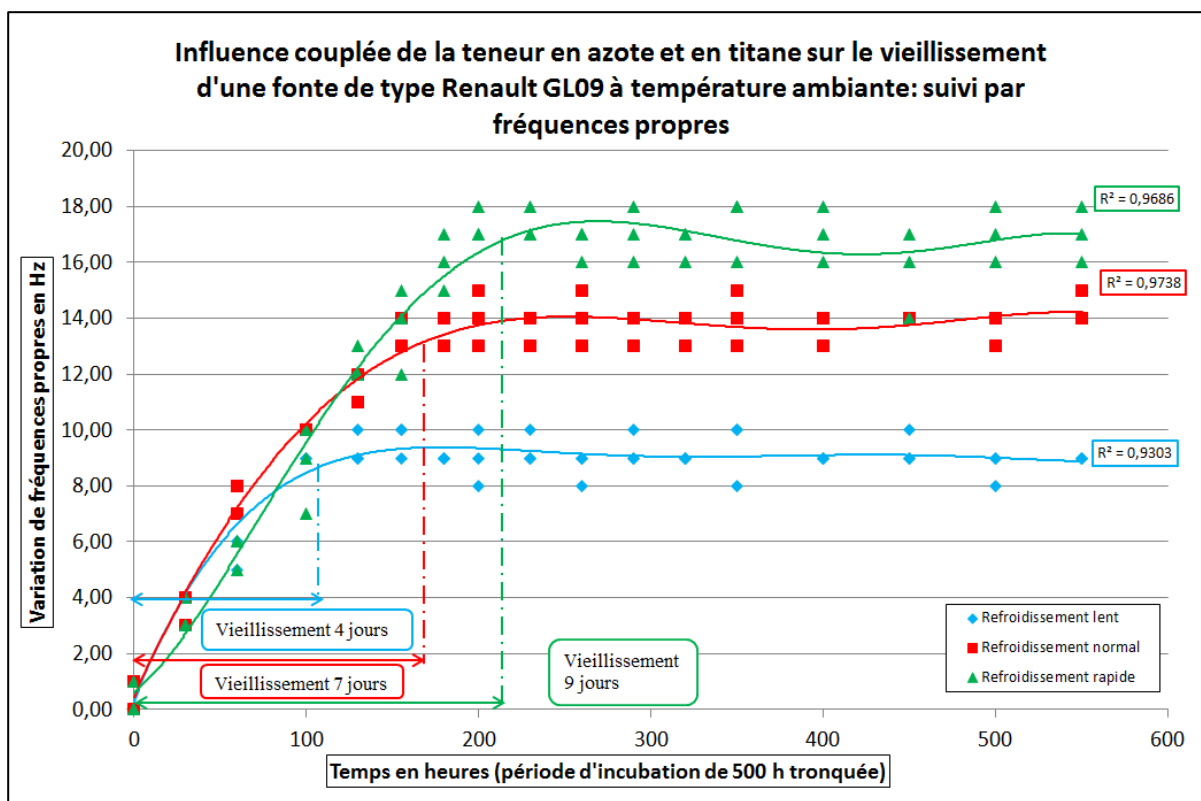
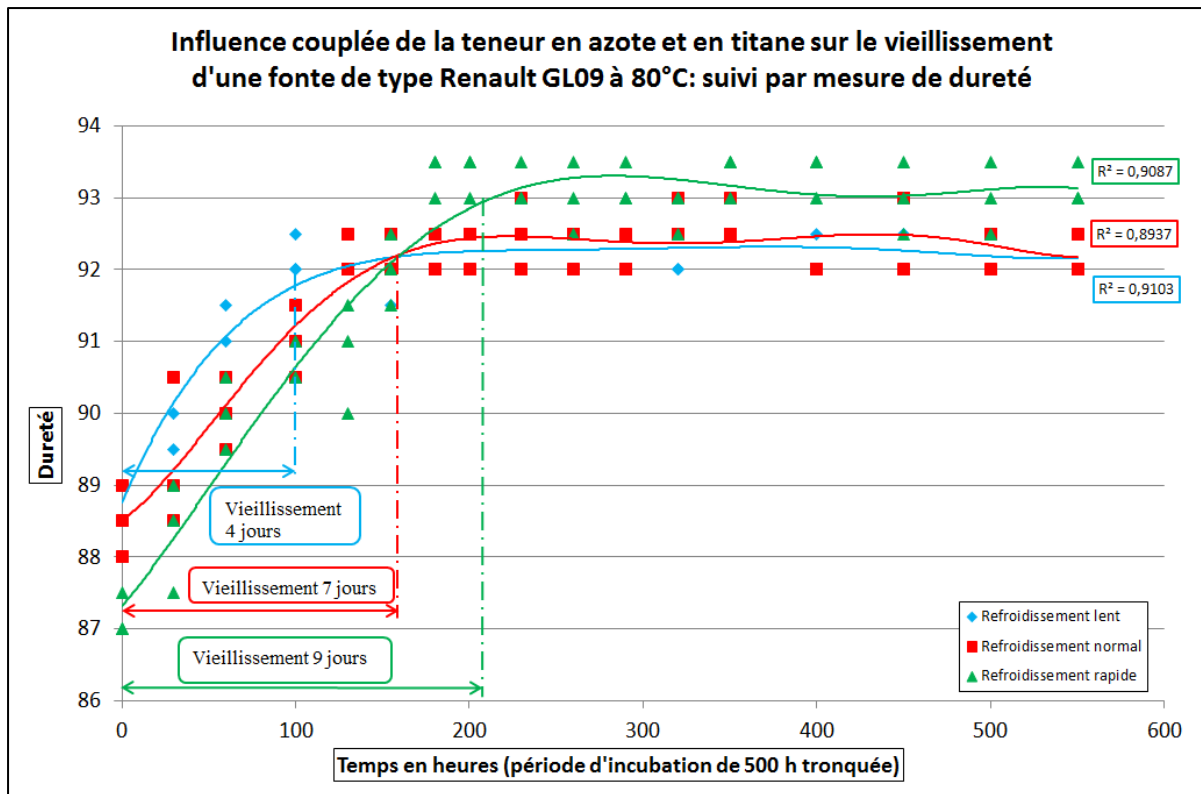
Le dernier essai du plan consiste à augmenter simultanément les teneurs en azote et en titane à leur niveau haut. Le but est de vérifier le rôle du couple azote/titane sur le vieillissement. En effet, les essais précédents ont permis de mettre en évidence l'influence de la teneur en titane puis de la teneur en azote séparément sur le vieillissement. Le vieillissement n'étant pas régi par ces deux éléments de façon distincte mais couplée, il a fallu mettre en évidence le vieillissement lors d'une variation simultanée des deux paramètres. Les teneurs en azote et titane étant respectivement de 101 et 150 ppm lors de cet essai, le taux d'azote libre de l'alliage est de 51.5 ppm. Il représente un intermédiaire entre ceux des essais précédents valant respectivement 33.5 et 82.5 ppm. La figure V-27 rend compte de la composition chimique de l'alliage coulé pour cet essai :

<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>S</i>	<i>P</i>	<i>Sn</i>	<i>N</i>	<i>Ti</i>
3.42%	1.81 %	0.98 %	0.069%	0.054 %	0.057 %	101 ppm	150 ppm

*Figure V-27 : Composition chimique de la fonte lors de l'essai de mise en évidence de l'influence couplée de la teneur en azote et en titane sur le vieillissement*

Les résultats de cet essai sont reportés sur la figure V-28. Comme dans l'essai de mise en évidence du rôle de l'azote, le taux de manganèse est élevé et atteint pratiquement 1%. Le vieillissement est aussi décalé de quasiment 500 heures. Cette période d'incubation a été tronquée sur la figure V-28 afin de la rendre plus lisible et de faciliter la comparaison avec les autres graphiques.





*Figure V-28 : Résultats montrant l'influence couplée de la teneur en azote et en titane sur le vieillissement de la fonte*

Durant cet essai, l'amplitude et la durée du vieillissement se situent à un niveau intermédiaire par rapport aux essais précédents. Une synthèse des résultats de cet essai est

reportée en figure V-29 et permet de les comparer avec les précédents visibles sur les figures V-20 et V-26.

	<i>Refroidissement lent</i>	<i>Refroidissement normal</i>	<i>Refroidissement rapide</i>
<i>Durée du vieillissement</i>	4 jours	7 jours	9 jours
<i>Gain de dureté</i>	3.5 points	5 points	6.5 points
<i>Décalage de fréquences propres</i>	10 Hz	15 Hz	19 Hz

*Figure V-29 : Synthèse des résultats montrant l'influence couplée de la teneur en azote et en titane sur le vieillissement de la fonte*

Le vieillissement de la fonte est donc régi par le couple azote/titane et non pas par ces deux éléments séparément. Le taux d'azote libre semble donc être le paramètre le plus influent sur le phénomène.

### ***V.3.3 Etude cinétique du phénomène***

Conformément aux informations trouvées dans la littérature [ANI 2007], l'hypothèse que la modification des propriétés mécaniques durant le vieillissement de la fonte résulte de la précipitation de nitrures de fer Fe<sub>4</sub>N a été faite. Dans ces conditions, selon Anish [ANI 2007], la cinétique de vieillissement pourrait être décrite à l'aide d'une loi d'Avrami [AVR 1939] [AVR 1940] [AVR 1941]. Pour rappel, ce type de loi mathématique s'écrit sous la forme  $V_f = 1 - e^{-(kt)^n}$  avec  $V_f$  la fraction volumique transformée. Le coefficient  $k$  est défini par la relation suivante :  $k = k_0 e^{-\frac{Q}{RT}}$  où  $R$  est la constante des gaz parfaits,  $T$  est la température,  $k_0$  est une fréquence attendue et  $Q$  est l'énergie d'activation. La constante  $k$ , qui a pour unité l'inverse d'un temps, correspond physiquement à un nombre qui prend en compte le taux de croissance des précipités : elle est donc un indicateur de la cinétique du vieillissement.

Dans cette étude, le calcul de la fraction volumique transformée peut se faire à partir de l'évolution de la dureté au cours du temps. Compte tenu de la faible quantité de précipités formés d'une part et du peu de variation de la dureté d'autre part, il est possible de faire l'hypothèse de l'existence d'une relation de proportionnalité. Dans ces conditions, comme le fait Anish, la fraction volumique peut être définie par :  $1 - V_f = \frac{Dureté_{max} - Dureté(t)}{Dureté_{max} - Dureté_{min}}$ . L'écriture de l'équation donnant l'évolution de  $V_f$  peut être modifiée :

$$1 - V_f = 1 - e^{-(kt)^n}$$

Il est possible de tirer :

$$-\ln(1 - V_f) = (kt)^n$$

Ou encore :

$$\ln[-\ln(1 - V_f)] = n \cdot \ln(k) + n \cdot \ln(t)$$

En reportant le premier membre de cette égalité en fonction de  $\ln(t)$ , il est possible d'obtenir une droite de pente  $n$  dont l'ordonnée à l'origine permet de calculer la constante  $k$ , si l'hypothèse faite est vérifiée. Sur la figure V-30 (a) sont reportés les résultats relatifs à une fonte de type Renault vieillie à 20 et 80°C ayant été soumise à différentes vitesses de refroidissement. Sur la figure V-30 (b), c'est l'influence de la teneur en azote libre qui est examinée.

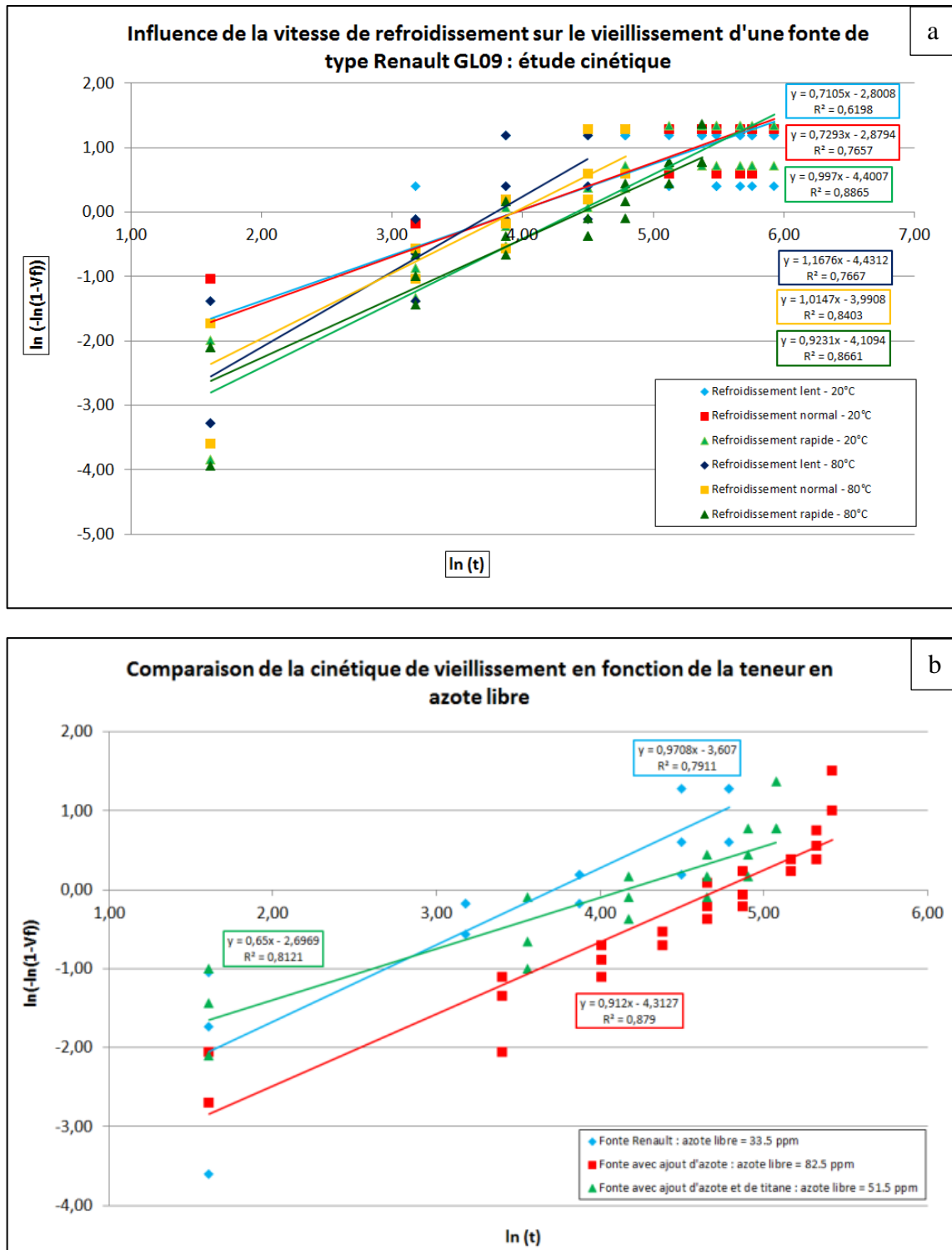


Figure V-30 : Cinétique de vieillissement en fonction de la température de maintien (a) et de la teneur en azote libre (b)

Pour l'ensemble des essais,  $n$  varie entre 0.65 et 1.32 et  $k$  entre 3.46 et 4.68 h<sup>-1</sup>. Aux vues des courbes et du faible intervalle de variation des paramètres  $n$  et  $k$ , il est possible d'affirmer que le taux d'azote libre et la variation de la température de maintien entre 80°C et l'ambiante n'entraînent aucune différence dans la cinétique du phénomène. Il en est de même pour l'énergie d'activation  $Q$  qui est l'image du paramètre  $k$ .

En conclusion, la variation de composition chimique, dans le périmètre de l'étude, n'entraîne pas de changement dans la cinétique du phénomène. De même, les températures de maintien ayant un écart assez faible, le maintien des pièces à des températures comprises entre 80°C et l'ambiante ne provoque pas d'accélération du phénomène. Cela confirme les observations faites par Anish [ANI 2007] durant ses travaux. En comparaison de ses travaux, seul l'ordre de grandeur de  $n$  reste le même pour des températures similaires. Cette différence pourrait s'expliquer par la différence entre l'alliage utilisé pour chaque étude (microstructure, conditions d'élaboration, composition chimique...).

### ***V.3.4 Conclusions concernant l'étude du vieillissement des fontes***

L'ensemble des essais menés en laboratoire a permis de mieux comprendre le vieillissement des fontes et surtout de mettre en évidence les paramètres responsables de ce phénomène. Il est possible de distinguer deux types de paramètres. Le premier est la composition chimique de l'alliage et le second est sa vitesse de refroidissement. La figure V-31 synthétise l'ensemble des résultats obtenus durant cette étude.

	<b><i>Refroidissement lent</i></b>				<b><i>Refroidissement normal</i></b>				<b><i>Refroidissement rapide</i></b>			
<b><i>Teneur en azote libre en ppm</i></b>	0	33,5	51,5	82,5	0	33,5	51,5	82,5	0	33,5	51,5	82,5
<b><i>Temps de vieillissement (en heures)</i></b>	0	90	100	150	0	150	180	230	0	220	220	320
<b><i>Gain de dureté après vieillissement (en points)</i></b>	0	2,5	3,5	5,5	0	3,5	5	7,5	0	4,5	6,5	10
<b><i>Décalage de fréquences propres après vieillissement (en Hz)</i></b>	0	10	10	17	0	13	15	21	0	16	19	27

*Figure V-31 : Synthèse des résultats obtenus lors de cette étude*

Dans un premier temps, il a été montré clairement que la vitesse de refroidissement finale, contrôlée par la température à laquelle est effectué le décochage des moules, modifie le vieillissement : plus la température de décochage est élevée, plus le vieillissement est intense et plus il dure dans le temps (figure V-20). Un tel comportement est en bon accord avec l'hypothèse selon laquelle le phénomène est provoqué par la précipitation de nitrures de fer.

Si l'azote est présent en quantité suffisante dans la fonte, il est possible d'admettre que, compte tenu de son affinité pour le titane (figure V-32), ce dernier est piégé en quasi-totalité sous forme de TiN. Les activités respectives du fer et du titane dans la matrice pour que Fe<sub>4</sub>N commence à apparaître peuvent d'ailleurs être estimées. A température ambiante, l'enthalpie

libre de formation de TiN est d'environ  $-152 \text{ KJ.mol(N}_2\text{)}^{-1}$  tandis que celle de Fe<sub>4</sub>N est d'environ  $6 \text{ KJ.mol(N}_2\text{)}^{-1}$ . A l'équilibre :

$$RT \ln K(TiN) = 152\,000$$

$$RT \ln K(Fe_4N) = -6\,000$$

D'où il est possible de tirer :

$$K(TiN) = \frac{a^2(TiN)}{a^2(Ti) \cdot a(N_2)} = \frac{152\,000}{RT}$$

$$K(Fe_4N) = \frac{a^2(Fe_4N)}{a^8(Fe) \cdot a(N_2)} = \frac{-6\,000}{RT}$$

En faisant le rapport entre ces deux constantes, en remarquant que  $a(N_2)$  est identique dans les deux expressions et que les activités de TiN et de Fe<sub>4</sub>N valent 1, il vient alors :

$$\frac{a^2(Ti)}{a^8(Fe)} = e^{-\frac{158\,000}{8.31 \cdot 300}} = 2,99 \cdot 10^{-28}$$

En admettant enfin que  $a(Fe)$  est très proche de l'unité, il est possible de déduire que  $a(Ti) = 1,73 \cdot 10^{-14}$ . Cette valeur confirme bien l'hypothèse d'une consommation totale du titane avant que le nitrure de fer puisse précipiter. L'azote en excès pourra alors réagir avec le fer. Or Fe<sub>4</sub>N est d'autant plus stable que la température est faible. Si le décochage intervient à température élevée, la quantité d'azote résiduel est importante. Les pièces étant ramenées rapidement à température ambiante, cet azote excédentaire pourra alors réagir lentement avec le fer, entraînant un durcissement. Si le décochage a lieu à plus basse température, des nitrures de fer se formeront durant le refroidissement en moule. Au moment du décochage, il restera alors moins d'azote libre. Il en résulte deux conséquences : la dureté initiale est un peu plus élevée ; le gain de dureté est moindre et la fin de vieillissement intervient plus rapidement.

La vitesse de refroidissement est toutefois un paramètre secondaire en ce qui concerne le vieillissement. Il est susceptible de faire varier l'intensité et la durée du phénomène, seulement dans le cas où les propriétés de l'alliage sont favorables à son apparition. Cependant, la volonté industrielle étant de diminuer ou de supprimer le vieillissement, il est inconcevable sur le plan pratique d'utiliser la vitesse de refroidissement à cette fin. En effet, diminuer le vieillissement signifierait diminuer fortement la production car il faudrait doubler le temps de refroidissement en moule. Cela conduirait à baisser la productivité ou augmenter fortement la taille du chantier de coulée ce qui ne consiste pas en une solution viable économiquement. La modification de ce paramètre s'avère donc impossible.



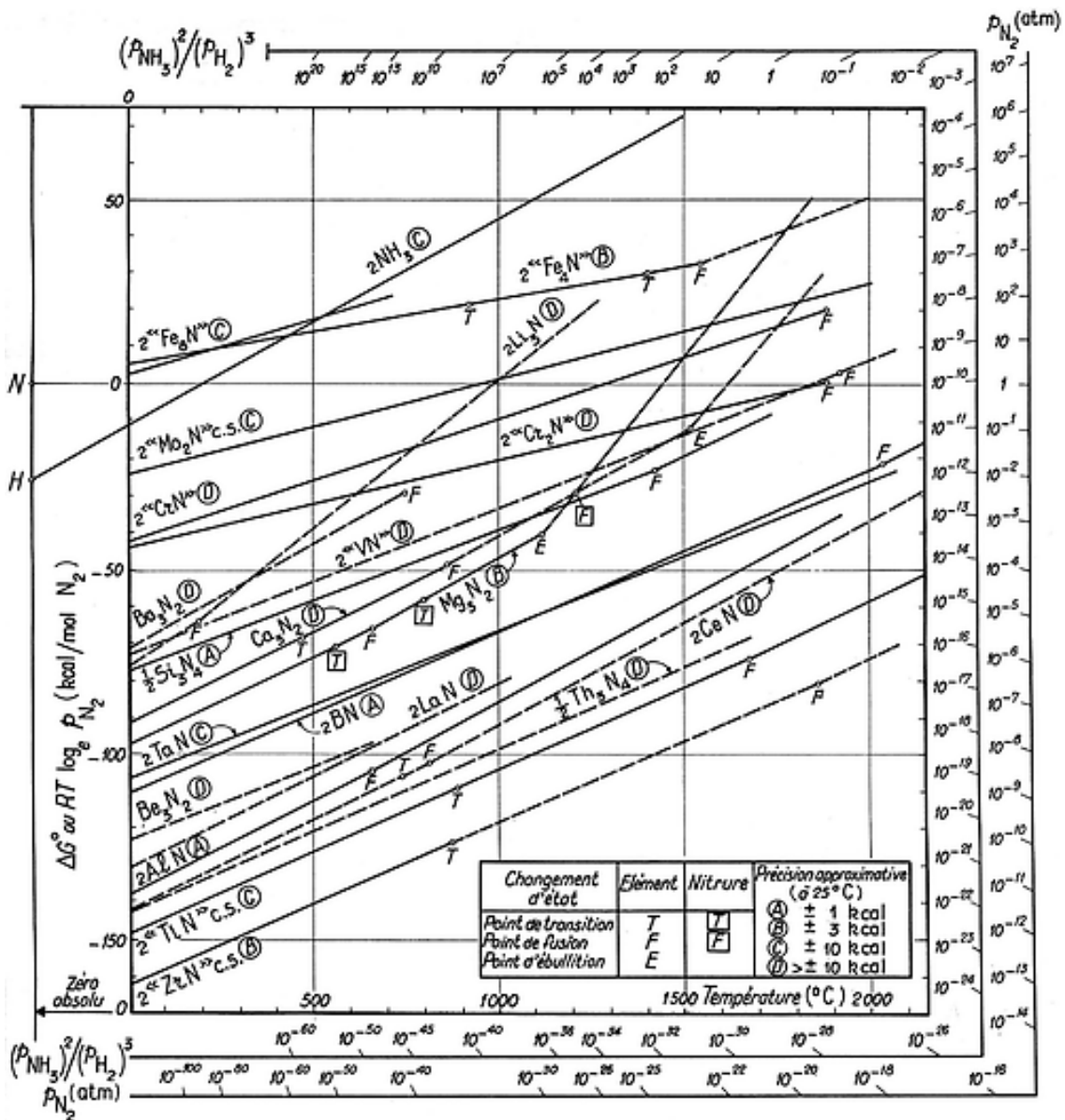


Figure V-32 : Diagramme d'Ellingham de formation des nitrures [GAT 1974]

Le second paramètre étudié dans ce travail est la composition chimique de la fonte qui apparaît être le paramètre principal influençant le vieillissement. Plusieurs éléments ont une influence directe sur le phénomène :

- l'influence du manganèse évoquée par Richards [RIC 2003] a été confirmée durant cette étude. Celui-ci bloque le vieillissement pendant une durée variable selon sa concentration. Cependant, le blocage du phénomène par le manganèse est intervenu pour une teneur supérieure à 0.9% contrairement à celle de 0.55% donnée par Richards (figure V-24).
- les paramètres les plus influents sont les teneurs en titane et en azote de l'alliage. Il est difficile de considérer l'effet de ces deux éléments de manière indépendante. Leur influence peut effectivement s'exprimer sous forme d'un paramètre unique : la teneur de la fonte en azote libre. Le taux d'azote libre peut se calculer grâce à l'équation suggérée par Anish [ANI 2007]:  $N_L = N_T - \frac{33}{100} Ti$ . Il représente la teneur en a N<sub>2</sub> résiduel après interaction entre le titane et l'azote. Le vieillissement est possible pour des valeurs positives d'azote libre. Il ne

faut donc pas vouloir quantifier le vieillissement d'une fonte en considérant indépendamment ces deux éléments. La figure V-33 rend compte de l'influence du couple azote/titane sur le vieillissement. Le rôle de la vitesse de refroidissement ayant été explicité précédemment, seules les courbes relatives aux pièces ayant subi un refroidissement normal et un suivi à température ambiante seront présentées.

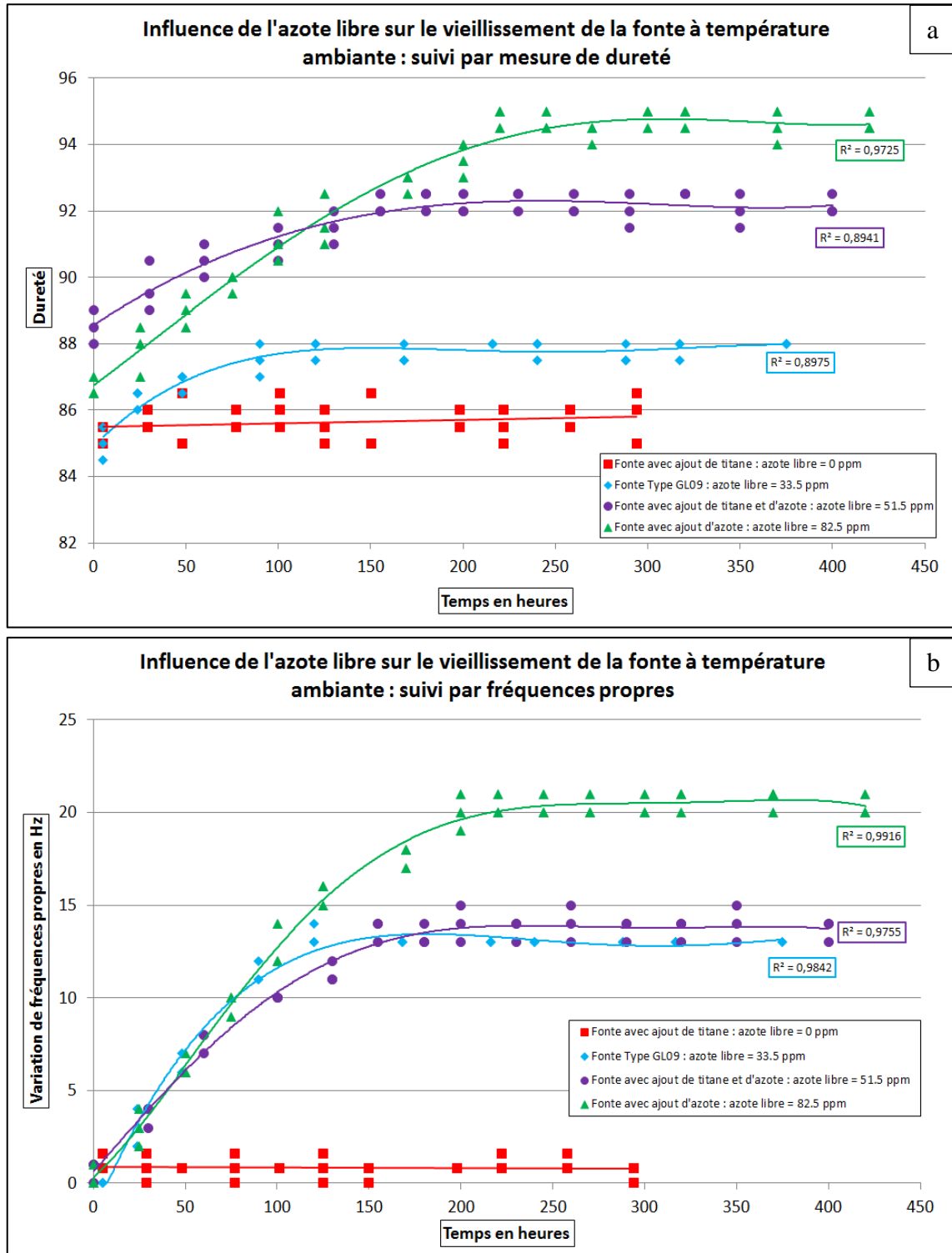


Figure V-33 : Influence de l'azote libre sur le vieillissement : suivis par mesure de dureté (a) et par fréquences propres (b)

Les courbes reportées sur la figures V-33 (a) montrent clairement que plus la quantité d'azote libre est élevée, plus l'amplitude et la durée du vieillissement sont important ; ce qui est en bon accord avec l'hypothèse de précipitation de nitrures. Par ailleurs, il est possible d'observer que plus la quantité de titane ajoutée est élevée et plus la dureté initiale est importante, ce qui apparait logique. Par contre, les courbes de la figure V-33 (b) apportent des informations différentes : il ne semble pas que la teneur en titane exerce une influence sur les fréquences propres et donc sur le module de Young. Cette information est à relativiser car pour l'ensemble des essais, les mesures de fréquences propres ont été réalisées sur pièces brutes. Les valeurs initiales des fréquences propres lors de chaque essai étaient donc différentes. Cette différence est explicable par la différence de forme (bavures...) et de masse (micro-retassures, bavures...) des pièces qui influe grandement sur la valeur initiale des fréquences propres. Pour pouvoir observer une influence de la composition chimique (et du titane en particulier) sur la valeur initiale des fréquences propres, il aurait fallu usiner chaque pièce préalablement pour qu'elles aient la même forme et la même masse avant sonnage. Il apparait donc possible de contrôler le vieillissement avec l'azote libre. Pour annihiler le phénomène, il faut augmenter la teneur en titane afin de rendre le taux d'azote libre nul. Dans le cadre de cette étude, la rentabilité industrielle d'une telle solution devra être étudiée par rapport au cout annuel du stockage des bruts. A la vue du prix des matières premières et de leur inflation ces dernières années, la suppression du vieillissement par l'ajout de titane semble toutefois peu rentable.

Pour terminer, il semble possible de prédire l'augmentation des caractéristiques mécaniques de l'alliage (dureté et module d'élasticité) ainsi que la durée du vieillissement en fonction du taux d'azote libre. Les figures V-34 et V-35 présentent les résultats obtenus pour des pièces ayant subi un refroidissement normal et des suivis de mesure à température ambiante. On constate l'existence de relations sensiblement linéaires entre la teneur en azote libre de la fonte d'une part, le gain de dureté, l'augmentation de rigidité et la durée du vieillissement d'autre part. Ces relations semblent logiques : les quantités de nitrures de fer formés et le gain de dureté ou de rigidité sont faibles d'où la possibilité d'admettre des relations de proportionnalité. Le suivi à température ambiante ou à 80°C n'entraînant pas de variation de vitesse notable comme il a été constaté, ce modèle reste valable dans l'intervalle étudié. De plus, il est possible de créer le même type de modèle pour les pièces ayant subi un refroidissement lent ou rapide. Pour un refroidissement normal, le modèle de prédiction donne les équations reportées sur la figure V-34 et visibles sur la figure V-35:

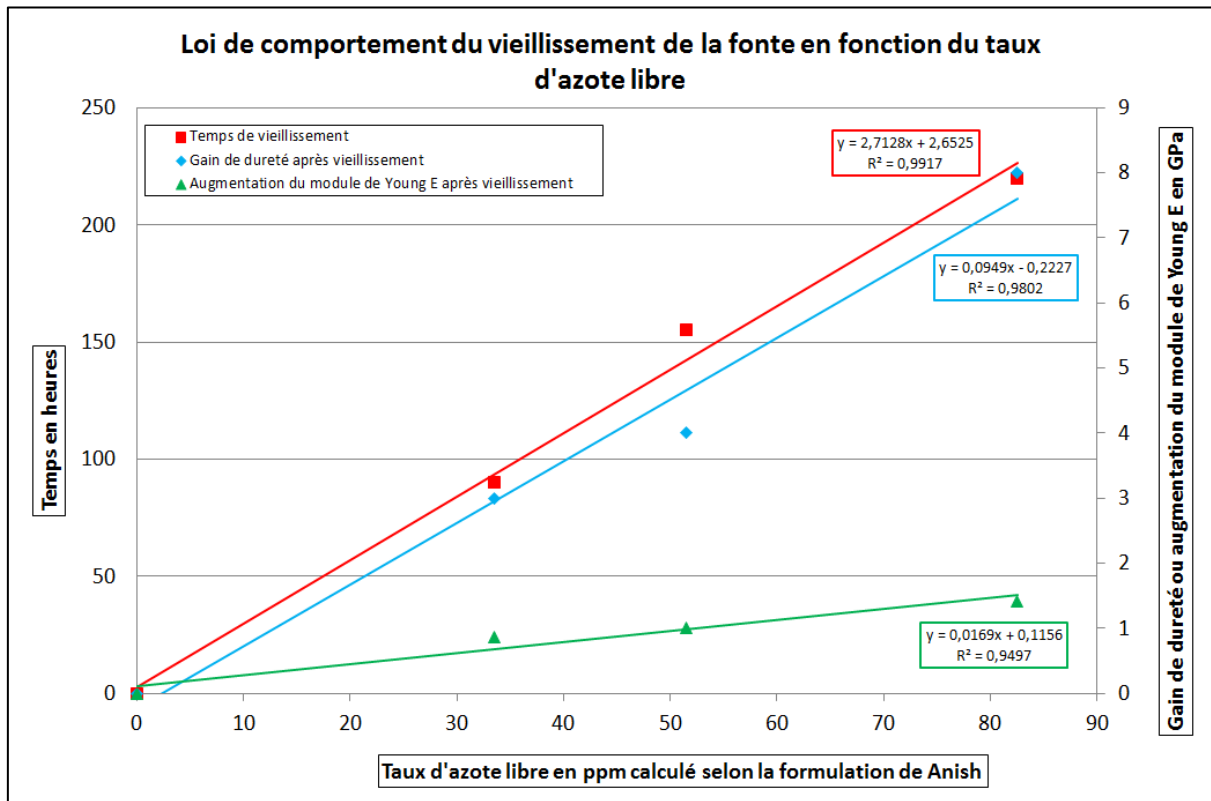
$$\Delta_{\text{Dureté}} = 0.095 * N_L - 0.22 : \text{gain de dureté prédit}$$

$$\Delta_E \text{ (module d'Young)} = 0.017 * N_L + 0.12 : \text{gain de module de Young en GPa}$$

$$t_{\text{vieillissement}} = 2.71 * N_L + 2.65 : \text{temps de vieillissement prédit en heures}$$

*Figure V-34 : Equations tirées du modèle de prédiction de l'évolution des caractéristiques mécaniques et du temps de vieillissement en fonction du taux d'azote libre*

En conclusion, la composition chimique et surtout l'azote libre est le paramètre principal influençant le vieillissement de la fonte. La vitesse de refroidissement est un paramètre secondaire permettant de moduler le vieillissement existant d'un alliage.



*Figure V-35 : Modèle de prédiction de l'évolution des caractéristiques mécaniques et du temps de vieillissement en fonction du taux d'azote libre*



# ***VI. ESSAIS D'USINAGE INSTRUMENTES***



# *Essais d'usinage instrumentés*

Dans la mesure où ce sont les difficultés rencontrées au moment de l'usinage des moyeux-disques (en particulier une usure prématurée des outils) qui ont motivé cette étude, l'un des objectifs initiaux était de déterminer les paramètres ayant une influence sur le vieillissement et, en parallèle, d'établir leur effet sur l'usinabilité des pièces. Cependant, à cause de difficultés de mise au point des essais et en particulier d'un délai de livraison des outils important (entre 3 et 4 mois), il n'a pas été possible de tester l'ensemble des métallurgies présentées précédemment. Ce chapitre rend compte succinctement du descriptif des essais d'usinages instrumentés ainsi que des premiers résultats obtenus.

## *VI.1 Conditions d'essais*

Les essais ont été réalisés en laboratoire avec des pièces élaborées spécialement au LaBoMaP. Les échantillons ressemblent à ceux utilisés pour les suivis de dureté. Cependant, afin de rendre maximal les volumes usinés par disque et donc d'optimiser les essais, il a fallu augmenter le diamètre des pièces pour passer de 200 à 320 mm. Leur épaisseur est restée de 15 mm. Augmenter l'épaisseur des pièces aurait certainement provoqué de la retassure en leur sein. Il aurait donc fallu utiliser des masselottes contre ce phénomène, ce qui aurait modifié le comportement thermique des échantillons. Le diamètre intérieur des pièces a aussi été agrandi passant à 140 mm. Le changement de diamètre extérieur ayant conduit à un changement de tour pour l'usinage des pièces, il a donc fallu adapter le diamètre intérieur aux nouveaux mors. La figure VI-1 présente les pièces utilisées lors de ces essais après écroutage de la peau.

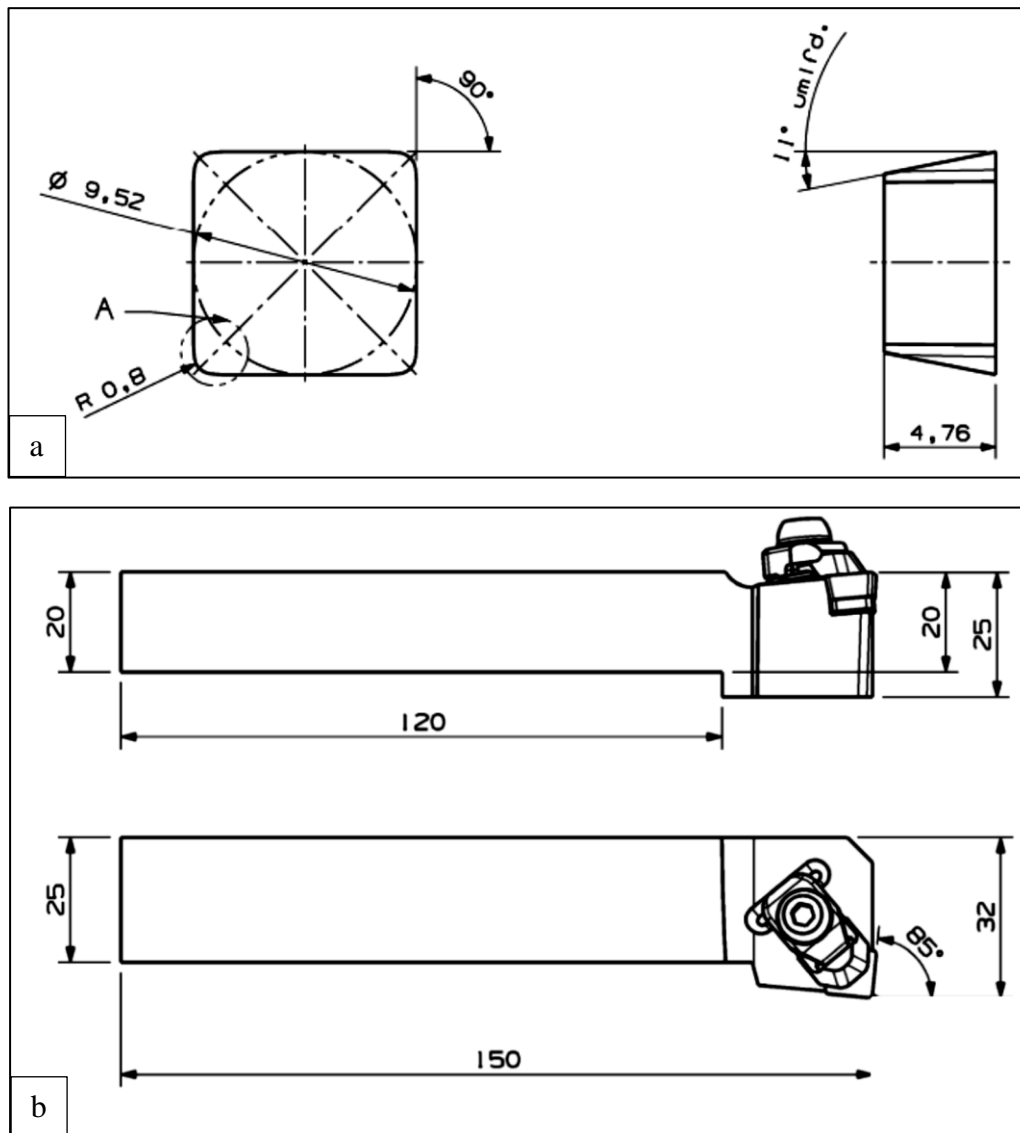


*Figure VI-1 : Pièces utilisées pour les essais d'usinabilité*

Les plaquettes utilisées pour cette étude sont différentes de celles de production. Leur forme (plaquette carrée) et leur composition (nitrure de silicium  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) ont été conservées. Cependant, il été observé que leur angle de dépouille était trop faible ce qui entrainerait des efforts de coupe importants et une forte usure sur la face de dépouille. Leur angle de dépouille a été augmenté pour passer de 7 à 11°. L'angle d'obliquité d'arête reste de 5°. Ces plaquettes sont montées sur un porte-outil spécial possédant des angles d'attaque de 85° et de coupe de 5° pour rester en coupe positive. De plus, le corps du porte-outil a été repris en usinage afin de passer d'une section standard de 25\*25 mm à une section de 20\*20 mm compatible avec la platine de mesure d'efforts. La dépouille finale de l'ensemble porte-outil/ plaquette est de 6°



au lieu de  $2^\circ$  en production. Les plans de l'outil et des plaquettes sont reportés sur la figure VI-2.

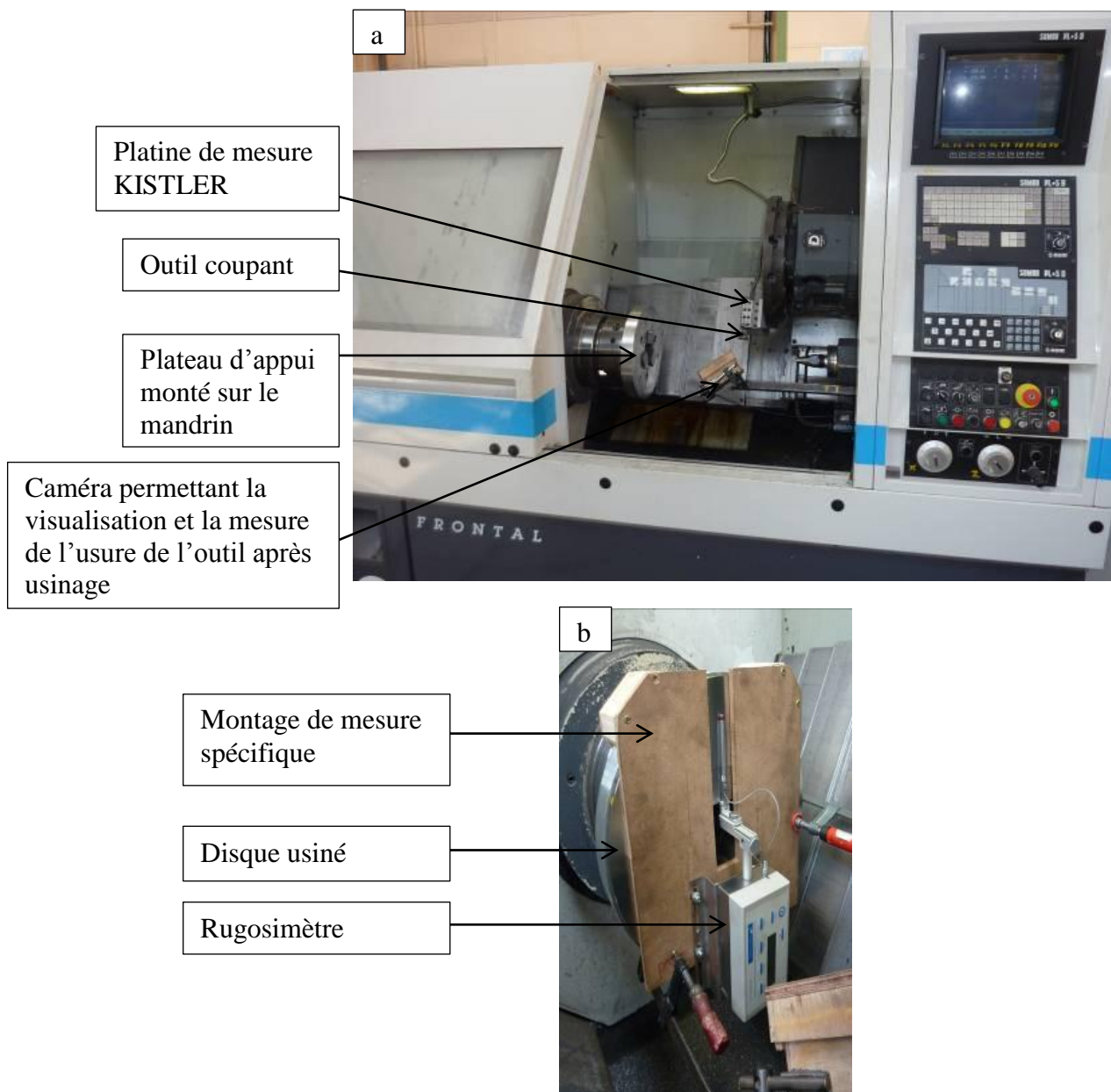


*Figure VI-2 : Plan des plaquettes (a) et du porte-outil (b) utilisés lors de cette étude*

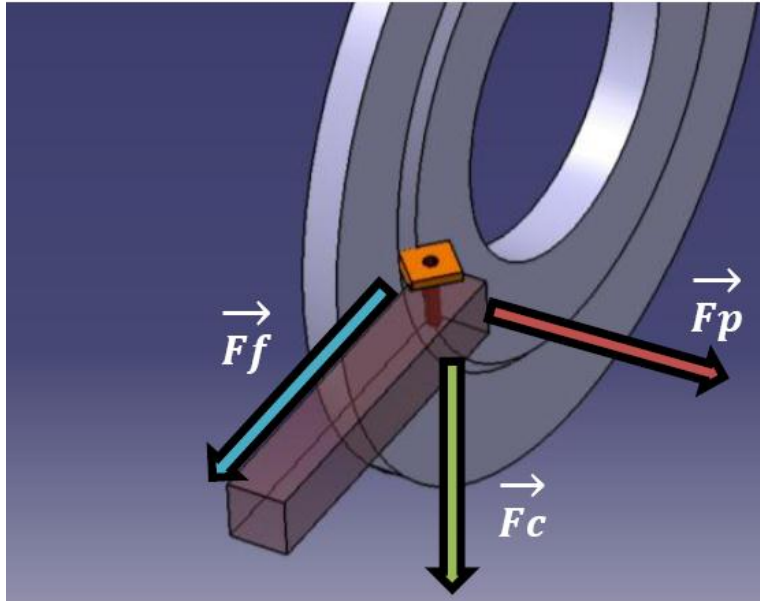
Les paramètres d'usinage imposés lors de ces essais doivent rester représentatifs de ceux utilisés en production. Les dressages successifs se font à une vitesse de coupe  $V_c = 900$  m/min et une avance par tour  $f = 0.35$  mm. Ces valeurs sont celles utilisées sur les lignes de production. La profondeur de passe  $a_p$  a été fixée à  $0.4$  mm afin de rendre maximal le nombre de passes possible par disque tout en conservant l'ordre de grandeur d'une profondeur de passe en finition. Chaque disque va subir des dressages successifs afin de réduire son épaisseur de  $15$  à  $8$  mm. Cette cote est le minimum admissible car elle correspond à la taille des mors doux. Il est donc possible de réaliser  $17$  passes par disque. Pour chaque coulée, huit disques sont élaborés. Ceux-ci sont usinés à la suite avec la même plaquette jusqu'à l'usure catastrophique de l'arête de coupe (forte dégradation de l'arête entre chaque passe). Afin d'éviter le fléchissement du disque (donc le refus de coupe) et de se prémunir de tout phénomène de vibration durant la coupe, un montage spécifique a été réalisé et installé sur le

mandrin afin de plaquer l'ensemble du disque contre une surface plane. Ce montage est visible sur la figure VI-3 (a).

Il a ensuite fallu définir l'ensemble des grandeurs à observer susceptibles de caractériser l'usinabilité des différentes métallurgies et les enregistrer. Les efforts de coupe sont apparus comme le paramètre le plus évident. Ils sont mesurés en temps réel durant chaque dressage grâce à une platine de mesure d'efforts KISTLER 9121 sur laquelle est monté l'outil. Elle permet d'enregistrer les trois efforts de coupe :  $F_p$ ,  $F_c$  et  $F_f$  représentant respectivement l'effort radial, l'effort principal de coupe et l'effort axial en tournage (figure VI-4). En plus de l'acquisition de ces signaux, des mesures d'usure de l'arête de coupe sont faites in-situ grâce à une caméra permettant d'éviter le démontage de l'outil. De même, des mesures de rugosité sont effectuées à l'intérieur du tour à l'aide d'un montage spécifique. Les figures VI-3 (a) et VI-3 (b) rendent compte de ces dispositifs.



*Figure VI-3 : Tour à commande numérique instrumenté pour les usinages (a) et montage de mesure de rugosité in-situ (b)*

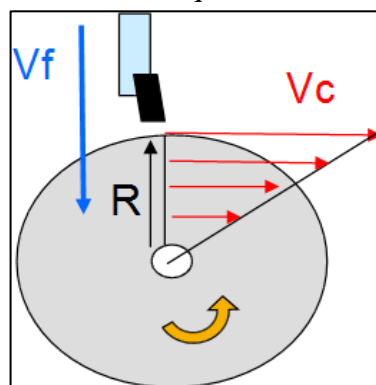


*Figure VI-4 : Représentation des efforts de coupe lors du dressage des disques [CEY 2011]*

## **VI.2 Essais et résultats**

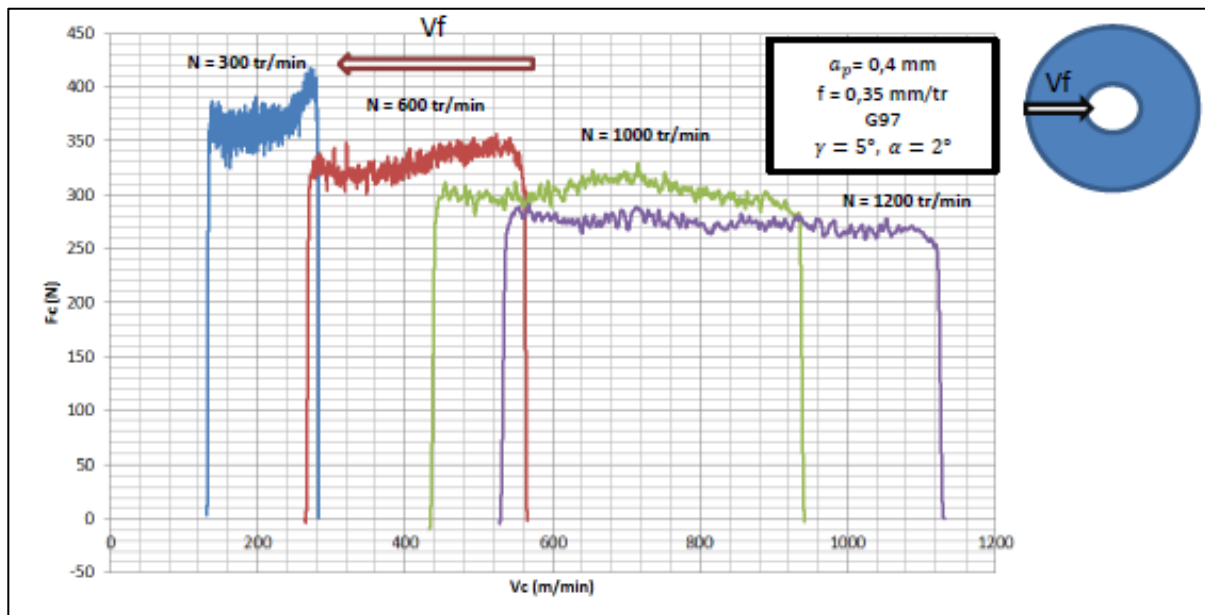
### **VI.2.1 Couple Outil-Matière**

Les plaquettes utilisées étant spécifiques à cette étude, il a fallu commencer par vérifier si la vitesse de coupe est adaptée à l'outil puis déterminer le nombre de cycles faisable avec une arête de coupe. Pour vérifier la pertinence de la vitesse de coupe, il a été nécessaire de procéder à un essai COM (Couple Outil-Matière). Il a pour but de déterminer la plage de vitesses de coupe utilisables pour l'outil. Sur cette plage, l'énergie spécifique de coupe  $K_c$  doit être constante et minimale. L'effort de coupe  $F_c$  est égal à l'énergie spécifique de coupe multipliée par la section coupée. En mesurant  $F_c$  à section de coupe constante, cela équivaut à obtenir une image  $K_c$ . L'évolution de  $F_c$  est donc identique à l'évolution de  $K_c$ . Afin de balayer le spectre le plus large de vitesses de coupe, il a été décidé réaliser les essais en fixant la vitesse de broche  $N$ . En dressant à vitesse de broche constante, la vitesse de coupe va diminuer en se rapprochant du centre du disque comme le montre la figure VI-5.



*Figure VI-5 : Evolution de la vitesse de coupe lors d'un dressage à vitesse de broche constante*

Plusieurs vitesses de broche ont été utilisées afin de faire varier au maximum la vitesse de coupe. Dans le cas de l'utilisation d'une vitesse de coupe égale à 900 m/min, la vitesse de rotation de la broche variera entre 900 et 1400 tr/min. Les résultats obtenus lors de cet essai sont reportés sur la figure VI-6.

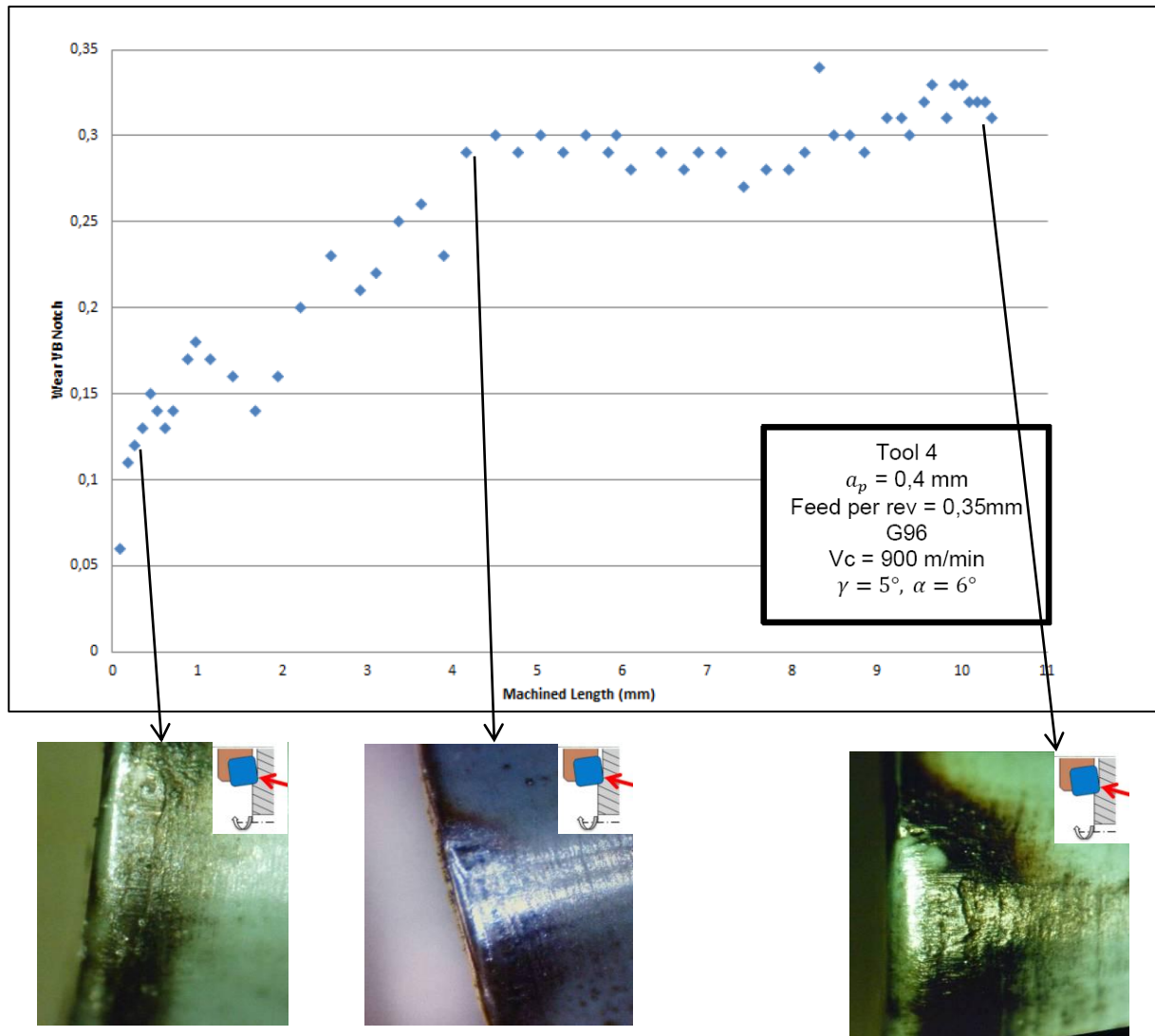


*Figure VI-6 : Résultats du couple outil-matière [CEY 2011]*

La figure VI-6 montre que l'utilisation de la plaquette à 900 m/min pour des vitesses de broches comprises entre 1000 et 1200 tr/min est parfaitement bien adaptée. Cet essai confirme donc le bienfondé des conditions d'usinage préalablement retenues.

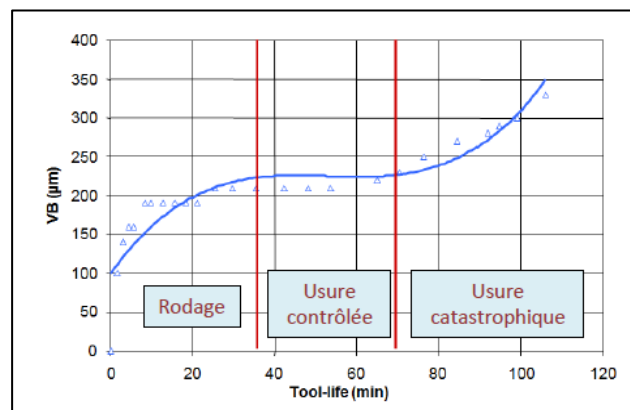
## ***VI.2.2 Essais de durée de vie de l'outil***

Le premier essai réalisé a été un essai de durée de vie. Il était nécessaire afin de connaître le nombre de dressages requis pour l'usure totale de l'arête de coupe et donc le nombre de pièces à usiner par essai. Pour ce faire, des disques en fonte Renault recyclée ont été coulés. Cette métallurgie a été décidée afin d'obtenir un alliage le plus représentatif possible de la fonte GL09. Le choix de ne pas recourir à une fonte type GL09 élaborée en laboratoire a été fait par souci de simplifier l'élaboration de l'alliage. De plus, cet essai devait servir de base de comparaison pour tous les autres. La figure VI-7 rend compte de l'évolution de l'usure en dépouille mesurée sur l'outil en fonction de la longueur usinée et du faciès de l'arête de coupe au cours de l'essai.



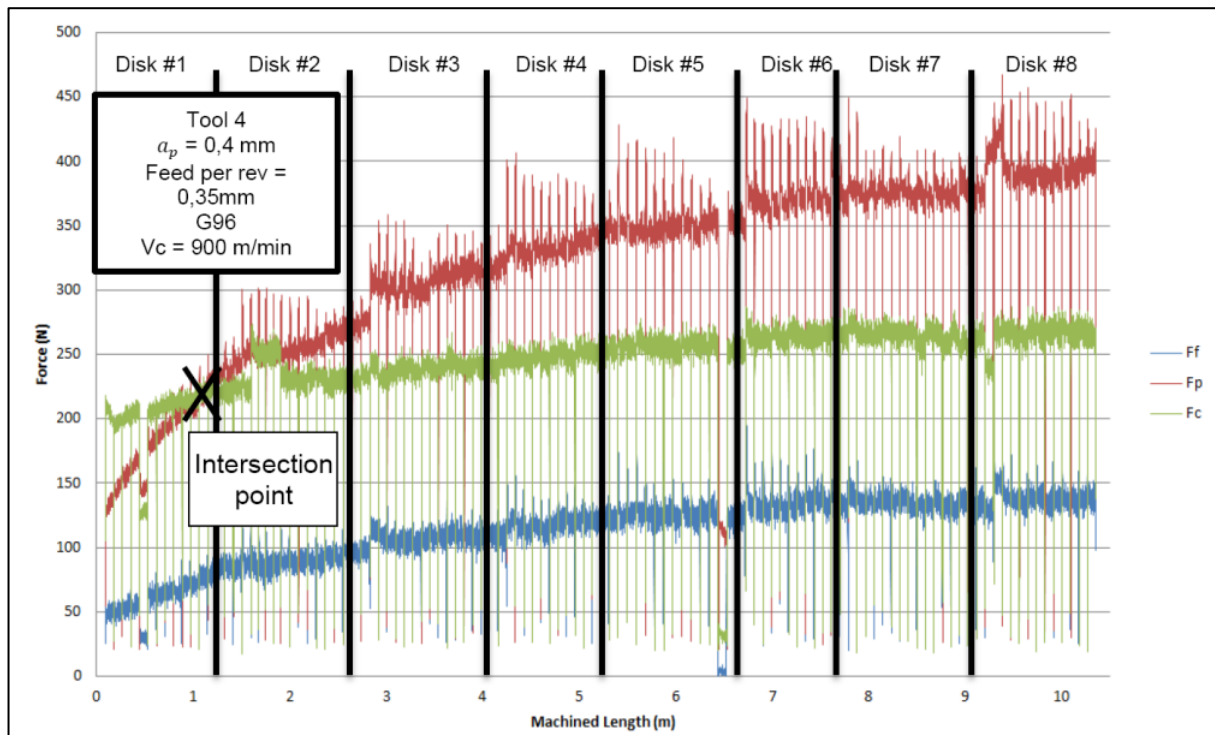
*Figure VI-7 : Evolution de l'usure en dépouille en fonction de la longueur usinée [CEY 2011]*

Il est important de remarquer que la plaquette n'a pas atteint sa durée de vie maximale au bout des 117 dressages (8 disques usinés). L'usure reste stable et n'est pas encore entrée dans sa phase catastrophique (figure VI-8). Pour cet essai, l'outil est en encore en phase d'usure contrôlée.



*Figure VI-8 : Courbe de durée de vie type d'un outil [POU 1999]*

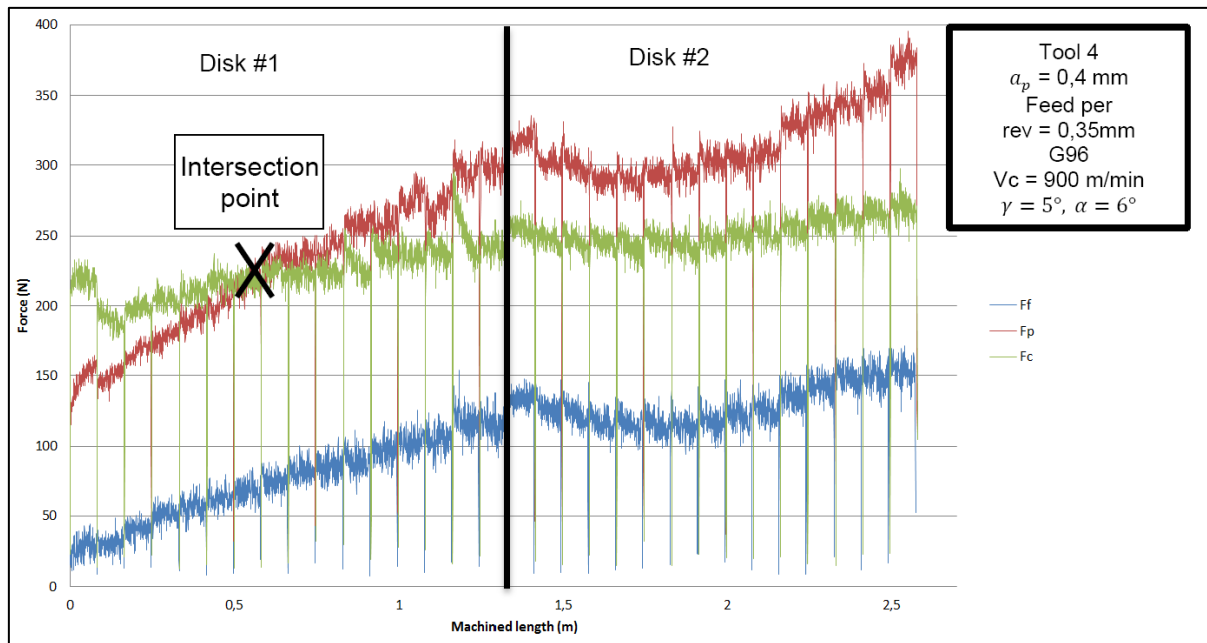
Il est donc nécessaire de trouver un critère discriminant autre que l'usure en dépouille afin de pouvoir comparer les différentes métallurgies. Pour cela, il a fallu s'intéresser aux courbes d'acquisitions des efforts. Celles-ci présentent un point particulier. En effet, au bout de 12 dressages,  $F_c$  et  $F_p$  se croisent pour une longueur usinée de 1.1m et une force de 220N (figure VI-9). Durant la phase de rodage de l'arête, l'effort de coupe est prépondérant. Cependant, lors d'une usure en dépouille, la surface de contact entre la pièce et l'outil augmente, ce qui entraîne donc l'augmentation de  $F_p$  jusqu'à ce qu'il dépasse  $F_c$ . Ce point d'intersection, entre les courbes représentatives de ces deux efforts, pourrait alors devenir le critère d'usinabilité discriminant recherché. Afin de le confirmer, d'autres essais doivent toutefois être menés.



*Figure VI-9 : Evolution des efforts de coupe en fonction de la longueur usinée durant l'essai de durée de vie de l'outil [CEY 2011]*

### ***VI.2.3 Essai d'usinage instrumenté : métallurgie N°1***

Pour rappel, la métallurgie N°1 est une fonte de type Renault GL09 sans apport d'azote et de titane ayant subi un refroidissement normal comme l'indique la figure V-16. Comme pour l'essai précédent, huit pièces ont été coulées. L'évolution des efforts de coupe durant les dressages successifs est reportée sur la figure VI-10. Une fois encore, l'usure totale de la plaquette n'a pas été atteinte. Il convient donc de s'intéresser au décalage du point d'intersection de  $F_c$  et  $F_p$  afin de confirmer la possibilité qu'il devienne le paramètre prépondérant des essais d'usinabilité.



*Figure VI-10 : Evolution des efforts de coupe en fonction de la longueur usinée durant l'usinage instrumenté de la métallurgie N°1 [CEY 2011]*

Il est possible de constater que le croisement des efforts de coupe  $F_c$  et  $F_p$  se situe durant le 7<sup>ème</sup> dressage pour une longueur usinée de 0.62 m et une force de 220 N. Le point d'intersection se décale donc selon la métallurgie usinée. Dans ce cas, il semble que l'usinabilité diminue car l'usure en dépouille est assez importante pour entraîner une prédominance de  $F_p$  plus tôt dans le temps de durée de vie de l'outil. Il semble donc que le point d'intersection pourrait bien être un critère d'usinabilité pertinent. D'autres critères pourraient aussi être utilisés comme le niveau des efforts de coupe, la pente des efforts lors de la phase de rodage... Cependant, aucun autre essai n'a pu être réalisé durant cette étude par manque de temps pour le confirmer et pour observer l'évolution de l'usinabilité en fonction des paramètres régissant le vieillissement (usinage des 12 métallurgies du plan d'expérience).

Ces essais seront réalisés à la suite de la thèse, dans le cadre d'un contrat d'un an avec la société de transfert et de valorisation ARTS de Arts et Métiers ParisTech.

# ***VII. CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES***





# *Conclusion générale et perspectives*

## *VII.1 Conclusion générale*

Cette étude est un commencement dans la compréhension du vieillissement des fontes appliquée à une problématique industrielle. Elle a permis de mettre en évidence l'ensemble des paramètres influents ainsi que leur rôle respectif sur le phénomène.

La composition chimique est finalement apparue comme le principal facteur du vieillissement. L'azote et le titane sont les deux éléments jouant un rôle prépondérant dans cette étude. Ceux-ci influent sur la durée et sur l'intensité du vieillissement. Cependant, il est impossible de les dissocier dans l'étude du vieillissement. Une teneur forte en azote n'est pas nécessairement synonyme de vieillissement comme un taux élevé de titane n'entraîne pas obligatoirement une absence de phénomène. Il faut donc introduire la notion d'azote libre qui est fondamentale. Seul ce paramètre peut permettre de prédire le vieillissement car il intègre la quantité d'azote piégée par le titane. Le vieillissement évolue de la même manière que le taux d'azote libre. Cependant, le calcul de l'azote libre effectué durant cette étude reste propre à cette application. Dans le cas d'une fonte fortement alliée, l'influence de l'aluminium, du bore, zirconium... devra alors être prise en compte. Une fois la formule d'azote libre trouvée, son influence sur le vieillissement devra rester la même.

La vitesse de refroidissement a été identifiée comme le second paramètre influent. En effet, elle ne peut impacter le vieillissement que s'il existe. Comme évoqué précédemment, l'apparition du phénomène est conditionnée par la teneur en azote libre. La durée et l'intensité du vieillissement peuvent être diminuées en utilisant la vitesse de refroidissement. En conservant les pièces le plus longtemps possible en moule, donc en diminuant la vitesse de refroidissement, il est possible de diminuer grandement le phénomène. Inversement, il peut être amplifié en augmentant la cinétique de refroidissement. Un gain de plusieurs jours de stockage (environ 5 jours) peut alors être envisagé.

En conclusion, il est finalement possible d'avancer un premier modèle prédictif du vieillissement de la fonte GL09 en fonction de sa composition chimique et de sa vitesse de refroidissement. Certes, ce modèle n'est pas complet et nécessiterait d'autres essais complémentaires mais il permet tout de même d'anticiper le vieillissement des pièces en fonction des conditions d'élaboration. Aux vues de ce modèle, il est possible industriellement d'annihiler le phénomène de vieillissement en diminuant la vitesse de refroidissement des pièces et/ou en augmentant la teneur en titane par ajout d'éléments d'addition lors de la fusion. Cependant, seule la solution par addition de titane est valable industriellement car diminuer la vitesse de refroidissement entraînerait une baisse de productivité trop importante pour le gain financier espéré. De même, le coût de l'apport de titane lors de la fusion est à comparer avec celui du stockage annuel des bruts. En considérant les cours actuels des matières premières et de leur hausse future, cette solution présente peu de chance d'offrir la rentabilité escomptée.

## ***VII.2 Perspectives***

Bien que les paramètres influents aient été identifiés, la compréhension exacte du vieillissement est encore incomplète. Les mécanismes de durcissement au cours du temps ne sont pour le moment que supposés et le recours à l'imagerie électronique à transmission (MET) est indispensable pour les mettre en évidence. L'observation d'échantillons vieillis et non vieillis afin de comparer leurs différences nano-structurales avec cette technique constitue la prochaine étape.

La seconde perspective consiste en l'étude de l'usinabilité de métallurgies différentes à plusieurs stades de vieillissement. En effet, les premiers essais d'usinage instrumenté ayant donné des résultats encourageants, l'étude de l'usinabilité des fontes a été prolongée pour une durée d'un an via la société de transfert et de valorisation de Arts et Métiers ParisTech. Le but est de comprendre l'influence du vieillissement sur l'usinage et principalement sur la finition des pistes des moyeux-disques afin de diminuer les coûts outils actuellement trop élevés. Pour cela, l'ensemble des douze métallurgies seront usinées de façon instrumentée à un état vieilli et non vieilli. La comparaison des divers paramètres enregistrés, notamment les efforts de coupe, entre les deux états de vieillissement mais aussi entre les différentes métallurgies à vieillissement égal devrait permettre l'optimisation de l'usinage des pièces. De plus, la mise en place d'une synergie fonderie/usinage couplée à l'ensemble de ces essais permettra d'adapter les conditions d'usinage en fonction de la valeur des paramètres influents analysés lors de l'élaboration en fonderie (azote libre et refroidissement).

Le dernier point d'amélioration consiste à perfectionner le modèle de prédiction du vieillissement de la fonte GL09 en réalisant de nouveaux essais complémentaires aux précédents. L'affinement de ce modèle permettrait d'anticiper le vieillissement de chaque lot de pièces élaborées en fonderie. Le temps de stockage des bruts serait alors propre à chaque lot, ce qui diminuerait probablement le coût du stockage. A l'heure actuelle, l'ensemble des bruts subit un temps de stockage de vieillissement de dix jours alors que cette étude montre que six jours sont suffisants dans le cadre des conditions d'élaboration industrielle. La mise en place d'un système de contrôle du vieillissement durant le stockage, couplé au modèle de prédiction, permettrait de connaître l'état de chaque lot de pièces. La création d'un système de sonnage des pièces dans l'entrepôt de stockage des bruts est envisageable. Le contrôle du FIFO (first in, first out) des lots de pièces se ferait alors grâce au sonnage des pièces. Le choix de la méthode de caractérisation du vieillissement doit être fait en fonction de la simplicité de mise en œuvre et d'interprétation : le suivi par mesure de fréquences propres remplissant le mieux ces deux critères. Le modèle de vieillissement prédisant l'évolution des pièces et surtout le décalage attendu des fréquences propres : celles-ci seraient sonnées lors de leur mise en stock, puis de nouveau, afin de contrôler l'avancement du vieillissement. Une fois l'évolution attendue atteinte, elles peuvent alors être usinées avec l'assurance que la maturation soit achevée.

***VIII. REFERENCES  
BIBLIOGRAPHIQUES***



## *Références bibliographiques*

- [ADR 2004] J. Adrien, Optimisation des cycles thermiques appliqués aux fontes G.S. ferritiques vis à vis des propriétés de fatigue, Thèse, INSA de Lyon, 2004
- [AFS 1896] Journal of the American Foundrymen's Association, Numéro 1, 1896
- [ALP 2005] M. Alp, M. Wazzan, M. Yilmaz, Microstructure-Property relationships in cast irons, The Arabian Journal for Science and Engineering, Volume 30, 2005
- [ANI 2007] T. V. Anish, Age strengthening of gray cast iron: alloying effects and kinetics study, University of Missouri-Rolla, 2007
- [ASM 1993] ASM Handbook, Volume 1, Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys, 1993
- [AST 1954] H.U. Aström et G. Borelius, Solubility of nitrogen in  $\alpha$ -iron, Acta Metallurgica, Volume 2, p 547-549, 1954
- [AVR 1939] M. Avrami, Kinetics of phase change I General Theory, Journal of Chemical Physics 7 (12), 1103-1112
- [AVR 1940] M. Avrami, Kinetics of phase change II Transformation-Time relations for random distribution of nuclei, Journal of Chemical Physics 8 (2), p 212-224, 1940
- [AVR 1941] M. Avrami, Kinetics of phase change III Granulation, phase and microstructure, Journal of Chemical Physics 9 (2), p 177-184, 1940
- [BAR 1991] J. Barralis et G. Maeder, Précis de métallurgie : élaboration, structure-propriétés et normalisation, AFNOR, 6ème édition, p 51, 1991
- [BON 2010] C. Bonnet, Compréhension des mécanismes de coupe lors du perçage à sec de l'empilage Ti6Al4V/Composite fibre de carbone, Thèse Paris Tech, 2010
- [BOR 1950] G. Borelius, S. Berglund et O. Avsan, Arkiv. Fysik, Volume 2, p 551-557, 1950
- [BOR 1985] R. Borelly et D. Benkirat, Sensibilité du pouvoir thermoélectrique à l'état microstructural du fer et du fer-azote, Acta Metallurgica, Volume 33, p 885-866, 1985
- [CAS 2009] Casting Plant and Technology International, Improving the mechanical properties of grey cast iron by alloying with nitrogen, N°1, 2009
- [CEY 2011] B. Ceyte, Characterization of the machinability of cast iron for the Renault's brake disks, Arts et Métiers ParisTech Cluny, 2011

- [CHE 1994]** J. Chérière, Elaboration des fontes malléables, Techniques de l'ingénieur, Dossier M 770, 1994
- [CON 2007]** F. Condet, A. Reynaud, Atlas métallographique des fontes, Editions techniques des industries de la fonderie, 2007
- [DAT 2005]** P.K. Datta, H.L. Du, J.S. Burnell-Gray and R.E. Ricker, Corrosion: Materials, Volume 13B, ASM Handbook, ASM International, p 490–512, 2005
- [DEN 2006]** LE. Denaud, Analyses vibratoires et acoustiques du déroulage, Thèse, LaBoMaP, Arts et Métiers ParisTech Cluny, 2006
- [DIJ 1949]** LJ. Dijkstra, Precipitation phenomena in the solid solution of nitrogen and carbon in alpha iron below the eutectoid temperature, Met. Trans., March, p 252-260, 1949
- [ELI 1978]** M. Eliade, The forge and the crucible, The University of Chicago press, 1978
- [ELK 1997]** ELKEM society, Effects of Minor and Trace Elements in Cast Iron, Technical information N°12, 1997
- [FAC 1994]** G. Facy et M. Pompidou, Précis de fonderie : méthodologie, production et normalization, AFNOR, 1994
- [GAT 1974]** C. Gatellier, PV. Riboud, A. Rist et MF. Ancey-Moret, Equilibres thermodynamiques en sidérurgie, Techniques de l'ingénieur, Dossier M 1730, 1974
- [HEC 1986]** M. Hecht, L'analyse thermique en fonderie de fonte, Centre technique des industries de la fonderie
- [JAC 1974]** M. Jacobs, M. Law, M. Melford, M. Stowell, Met, Techno. Part 2, 1974
- [JOU 2005]** F. Jousse, Essais usinabilité moyeux-disques X73-X91 – usiner la finition pistes sans vibrer, Mémo ACI-DIC-0972, 2005
- [LAV 2001]** N. Lavaire, Etude des phénomènes à l'origine du vieillissement des aciers pour emballage à "Ultra Bas Carbone" (ULC): apport du Pouvoir Thermo-Electrique à la caractérisation des états microstructuraux, Thèse INSA, 2001.
- [LUX 1974]** M. Lux, M. Minkoff, M. Mollord, M. Thury, Branching of graphite crystals growing from a metallic solution in the Metallurgy of cast iron. Geneva publisher, 1974
- [MAE 1983]** G. Maeder et J. Barralis, Métallurgie tome 2 « Alliages ferreux », ENSAM, 1983
- [MAR 1989]** JC. Margerie, Propriétés des fontes grises ordinaires, Techniques de l'ingénieur, Dossier M 380, 1989

- [MAR 1995]** JC. Margerie, Elaboration des fontes (hormis les fontes malléables), Techniques de l'ingénieur, Dossier M 760, 1989
- [MOU 2005]** O. Mouquet, F. Condet, D. Roucoux, E. Vega, Performances des fontes à graphite lamellaire enrichies à l'azote, Fonderie Fondateurs d'Aujourd'hui, N°246, 2005
- [NEC 1982]** M. Nechtelberger, M. Pühr, M. Von Nesselrode, M. Nakayasu, Proceedings of the 49<sup>th</sup> International Foundry Congress, Paper 1, CIATF, Chicago, 1982
- [OLD 1961]** M. Oldfield, The solidification of hypoeutectic cast iron, M.Sc Thesis, Manchester University, 1961
- [PAR 1950]** VG. Paranjpe, The iron-nitrogen system, AIME Transactions, Volume 188, p 261-267, 1950
- [PAT 1959]** M. Patterson, M. Ammann, Geisserei technisch Wissenschaftliche beihefte 23, 1959
- [PER 2006]** AA. Pereira, L. Boehs, WL. Guesser, Journal of material processing technology 179, p 165-171, 2006
- [POU 1999]** G. Poulachon, Aspects phénoménologiques, mécaniques et métallurgiques en tournage c-BN des aciers durcis : Application à l'usinabilité de l'acier 100Cr6, Thèse Paris Tech, 1999.
- [REN 2004]** Renault SA, Fontes pour pièces de véhicules, Norme 02-21-001/..F, 2004
- [RIC 2003]** Von L. Richards, Wayne Nicola, Age strengthening of gray cast iron phase III, University of Missouri-Rolla, 2003
- [RIC 2006]** V. L. Richards, T. V. Anish, S. Lekakh, D. C. Van Aken, Wayne Nicola, Composition effects on age strengthening of gray iron, University of Missouri-Rolla, 2006
- [ROS 1987]** P.L. Rossiter, The electrical resistivity of metals and alloys, Cambridge University Press, UK, 1987.
- [ROS 2006]** Frédéric Rossi, Etude et compréhension des mécanismes de vieillissement des alliages de plomb-calcium, Thèse, LaBoMaP, Arts et Métiers ParisTech Cluny, 2006
- [SKA 1993]** M. Skaland, M. Grong, Metall. Trans. 24A, 1993
- [STE 2005]** M. Stefanescu, Solidification and modeling of cast iron-a short history of the defining moments, The Ohio State University, 2005
- [THO 1955]** WR. Thomas et GM. Leak, The binding energy of nitrogen in a dislocation, Proceedings of the Physical Society Section B, Volume 68, p 1001, 1955



**[VDP]** M. Van der Perre, Analyse thermique : principes et applications, Electro-Nite