



**Titre:** Étude des propriétés mécaniques statiques et dynamiques de  
pièces d'acier élaborées par métallurgie des poudres

**Auteur:** Fabrice Bernier

**Date:** 2009

**Type:** Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

**Référence:** Bernier, F. (2009). Étude des propriétés mécaniques statiques et dynamiques de  
pièces d'acier élaborées par métallurgie des poudres [Thèse de doctorat, École  
Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/186/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**  
Open Access document in PolyPublie

**URL de PolyPublie:** <https://publications.polymtl.ca/186/>  
PolyPublie URL:

**Directeurs de  
recherche:** Gilles L'Espérance, & Jean-Paul Bailon  
Advisors:

**Programme:** Doctorat en génie métallurgique  
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES STATIQUES ET DYNAMIQUES DE PIÈCES  
D'ACIER ÉLABORÉES PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES

FABRICE BERNIER

DÉPARTEMENT DE MATHÉMATIQUES ET DE GÉNIE INDUSTRIEL  
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

THÈSE PRÉSENTÉE EN VUE DE L'OBTENTION  
DU DIPLÔME DE PHILOSOPHIAE DOCTOR  
(GÉNIE MÉTALLURGIQUE)

DÉCEMBRE 2009



UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Cette thèse intitulée:

ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES STATIQUES ET DYNAMIQUES DE PIÈCES  
D'ACIER ÉLABORÉES PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES

présentée par : BERNIER Fabrice

en vue de l'obtention du diplôme de : Philosophiae Doctor

a été dûment acceptée par le jury d'examen constitué de :

M. AJERSCH Frank, Ph.D., président

M. L'ESPERANCE Gilles, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. BAÏLON Jean-Paul, D.Sc.A., membre et codirecteur de recherche

M. TURENNE Sylvain, Ph.D., membre

M. GAUTHIER Maxime, Ph.D., examinateur externe

## DÉDICACE

« On oublie ce qu'on a besoin de se rappeler et on se souvient de ce qu'il faut oublier. »

Cormac McCarthy, *La Route*

*À mes parents, Catherine et mes enfants*

## REMERCIEMENTS

Je tiens premièrement à remercier mon directeur de recherche Gilles L’Espérance. Vous avez réussi à me transmettre le désir du travail bien fait. Vos enseignements ont fait de moi un meilleur chercheur.

Merci également, à mon co-directeur, Jean-Paul Baïlon, vos commentaires, toujours justes, m’ont permis de mener à bien ce projet. De plus, votre passion pour la métallurgie est une source d’inspiration.

Je tiens à souligner l’importance qu’a eu Sylvain Turenne, professeur au programme de génie des matériaux, dans ma formation de chercheur. Vos conseils judicieux ont toujours été appréciés.

Merci à tous les collègues du (CM)<sup>2</sup> que j’ai eu la chance de côtoyer au fil des années. Merci à Philippe B., Philippe P., Pascal, Éric, Élise, Jean-Philippe, Ian, Mathieu d’avoir partagé avec moi les bons moments et de m’avoir supporté dans les moments difficiles.

Merci à Carole Massicotte et Josée Laviolette qui ont rendu le travail technique plus agréable.

Finalement, merci à mes parents et à ma conjointe Catherine. Votre support indéfectible et la confiance que vous m’avez toujours portée m’ont permis d’atteindre mes rêves. À mes enfants, Vincent et Alice, merci pour toute la joie et le bonheur que vous m’apportez.

## RÉSUMÉ

Les pièces d'acier produites par métallurgie des poudres (M/P) ont remplacé les aciers corroyés dans plusieurs applications, principalement à cause de leur coût plus faible et à la possibilité de les produire près des côtes finales. Le procédé d'élaboration d'aciers M/P, qui consiste au pressage de poudres suivi d'un frittage, mène à de la porosité résiduelle réduisant ainsi les propriétés mécaniques. Les propriétés mécaniques des aciers M/P sont généralement inférieures à celles des aciers corroyés. Cependant, les propriétés statiques et dynamiques des aciers M/P ont récemment atteint un niveau équivalent à celui des aciers corroyés.

Les propriétés mécaniques statiques et dynamiques des pièces d'acier élaborées par métallurgie des poudres sont principalement fonction de la porosité et de la microstructure. Plusieurs paramètres du procédé affecteront la porosité et la microstructure des pièces M/P, tels que la composition initiale de la poudre de base, l'ajout d'éléments d'alliages, la densité à vert, le temps et la température de frittage ainsi que les traitements thermiques.

L'objectif principal de cette thèse de doctorat est d'apporter une meilleure compréhension des effets des paramètres du procédé sur la porosité et la microstructure ainsi que leurs impacts sur les propriétés mécaniques statiques et dynamiques de pièces élaborées par métallurgie des poudres. Les effets des paramètres du procédé sur la porosité et la microstructure ont été évalués par des techniques de caractérisation microstructurale avancée utilisant autant la microscopie optique qu'électronique. Les propriétés mécaniques statiques ont été caractérisées par des mesures de dureté et des essais de traction tandis que des essais de fatigue endurance ont été utilisés pour évaluer les propriétés mécaniques dynamiques. Des observations fractographiques ont aussi été faites sur les éprouvettes de traction et de fatigue afin de corrélérer les aspects microstructuraux aux propriétés mécaniques des aciers M/P. Les travaux expérimentaux effectués dans le cadre de cette thèse ont permis d'approfondir la compréhension des mécanismes par lesquels les paramètres du procédé d'élaboration d'aciers par métallurgie des poudres influenceront les propriétés mécaniques.

Cette thèse de doctorat est basée sur trois articles présentés dans des revues scientifiques à comité de lecture. Un des chapitres de ce document décrira la cohérence entre chaque article et avec les

objectifs de la recherche. Les trois articles sont par la suite présentés dans des chapitres différents.

Dans le premier article, l'effet d'augmenter la teneur en MnS préallié jusqu'à 1.0%, sur les caractéristiques microstructurales des inclusions non-métalliques et leur influence sur les propriétés en traction et en fatigue ont été évalués pour un acier M/P (Fe-2.0Cu-0.7C) ayant une densité de 7.0 g/cm<sup>3</sup>. Lorsque la teneur en MnS, augmente des inclusions plus larges, plus irrégulières et plus rapprochées sont obtenues. Bien que l'utilisation de poudre de base préalliée jusqu'à 0.65% MnS n'a aucune influence significative sur les propriétés mécaniques statiques et dynamiques, une diminution de plus de 15% de la résistance à la traction et de la limite d'endurance est obtenue lorsque la teneur en MnS est augmentée jusqu'à 1.0% MnS. La diminution de la résistance à la traction est attribuée à la plus faible ductilité des ponts de frittage, causée par les inclusions de plus grosses tailles qui entraînent l'initiation et la croissance de microcavités pour des niveaux de contraintes plus faibles. La plus grande taille des inclusions de MnS et la plus petite distance les séparant favorisent aussi l'initiation de microfissures et leur coalescence en fissures principales, diminuant ainsi la résistance en fatigue.

Dans le deuxième article, l'augmentation des propriétés, qui peut être obtenue par le procédé d'infiltration au cuivre, a été quantifiée. Les propriétés en traction et en fatigue-endurance d'un acier M/P de type Fe-2.0Cu-0.7C ont été comparées au même alliage après infiltration par 8% de cuivre. La caractérisation microstructurale, utilisant la microscopie optique et électronique, a été entreprise afin de comprendre l'effet de l'infiltration au cuivre sur les propriétés mécaniques. L'infiltration au cuivre a augmenté la résistance à la traction de 40% en augmentant la section effective supportant la charge et la dureté de la matrice et en diminuant l'effet de concentration de contraintes associé à la porosité ouverte. Les observations fractographiques ont montré que l'infiltration au cuivre permet la répartition de la contrainte agissant sur les ponts de frittage vers la matrice d'acier. Cependant, l'effet bénéfique de l'infiltration au cuivre est moins prononcé pour les propriétés en fatigue, une augmentation de 10% étant tout de même observée. L'initiation de microfissures à l'interface du cuivre et de la matrice d'acier explique la faible augmentation de la limite d'endurance.

Dans le troisième article, la caractérisation microstructurale de zones riches en nickel et l'étude de leur influence sur la limite d'endurance d'aciers élaborés par métallurgie des poudres ont été

effectuées. L'ajout de poudres de nickel aux aciers M/P augmente leur trempabilité en favorisant la formation de martensite directement après le frittage. Cependant, la faible vitesse de diffusion du nickel dans l'acier entraîne la formation de zones riches en nickel. L'effet de l'ajout de nickel a été étudié pour deux alliages, le premier est un Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C où la poudre de nickel ajoutée est de taille standard et le deuxième est un Fe-2.4Ni-0.7Mo où une poudre plus fine de nickel a été ajoutée. L'influence de la taille de la poudre de nickel utilisée sur la trempabilité et sur la présence des zones riches en nickel a été étudiée par microscopie optique. L'identification complète des constituants microstructuraux des zones riches en nickel et l'effet de la concentration de nickel sur leur présence ont été effectués par spectrométrie des rayons X et par diffraction des électrons. Les résultats obtenus par ces techniques montrent la présence d'austénite et de martensite. Des essais de fatigue ont été effectués sur des pièces d'aciers M/P avec et sans zones austénitiques riches en nickel afin d'étudier leur influence sur la limite d'endurance. L'analyse de ces résultats montre que la présence de ces régions n'est pas un facteur déterminant sur la limite d'endurance d'aciers élaborés par métallurgie des poudres.

Finalement, le dernier chapitre discute de la pertinence des résultats obtenus dans ces articles pour l'industrie de la métallurgie des poudres et la communauté scientifique. Des recommandations basées sur ces résultats sont faites afin d'aider les fabricants de pièces d'aciers élaborés par métallurgie des poudres.

## ABSTRACT

Powder metallurgy (P/M) steel parts are replacing wrought steels in many applications, mainly due to their lower cost and ability to be processed to near-net shape. The P/M steel production process, which consists of compacting elemental powders followed by sintering, leads to residual porosity which adversely affects mechanical properties. Whilst mechanical properties of P/M steels are usually lower than those of their wrought steel counterparts, equivalent static and dynamic properties were recently reached. In addition to porosity, the microstructure of P/M steel strongly affects static and dynamic properties. Several processing variables will affect porosity and microstructure such as initial powders composition, alloying additions, green density, sintering time and temperature and heat treatment.

Static and dynamic properties of P/M steel parts are mainly influenced by porosity and microstructure. Several processing variables will affect porosity and microstructure such as initial powder composition, alloying additions, green density, sintering time and temperature and heat treatment.

The main objectives of this Ph.D. thesis is to gain a better understanding of the effects of processing variables on the porosity and microstructure of P/M steel and their effect on mechanical properties, both static and dynamic. The effects of processing variables on porosity and microstructure were evaluated by advanced microstructural characterization using both optical and electron microscopies. Then the impacts of porosity and microstructure on both static and dynamic properties were measured. Static mechanical properties were characterized by hardness measurements and by tensile tests while fatigue testing was used for evaluating dynamic properties. Fractographic observations were made on tensile and fatigue fracture samples to correlate the microstructural features to the mechanical performance of P/M steels. The experimental work covered in this Ph.D thesis enables to further understand the mechanisms by which process variables affect the microstructure and the mechanical properties of samples.

This Ph.D. thesis is based on three scientific papers. One chapter of this thesis is therefore dedicated to describing the coherence between each paper and with the overall objectives of the research. The three papers are then presented in separate chapters.

In the first paper, the effect of prealloying MnS up to 1.0 wt pct on the microstructural features of non-metallic inclusions and their impact on tensile and fatigue properties of a  $7.0 \text{ g/cm}^3$  P/M steel (Fe-2.0Cu-0.7C) have been investigated. As the MnS content increases, larger, more irregular and more closely spaced inclusions are obtained. Whilst no significant impact on both static and dynamic properties was observed when prealloying up to 0.65 wt pct MnS, a decrease of more than 15 pct of the ultimate tensile strength and of the endurance limit was found when the MnS content reaches 1.0 wt pct. The decrease in the ultimate tensile strength is attributed to a lower ductility of the sinternecks, as void initiation and void growth were promoted at lower stress levels by larger inclusions. The larger size of the MnS particles and the lower mean free path between non-metallic inclusions also favor microcrack initiation and their coalescence into cracks, leading to premature fatigue fracture.

In the second paper, the improvement of performance that can be achieved by copper infiltration was quantified. Tensile and fatigue properties of a Fe-2.0Cu-0.7C PM steel were compared to the same alloy infiltrated with 8 wt-% copper. Microstructural characterization, using optical and electron microscopies, was carried out to understand the effect of copper infiltration on mechanical properties. Copper infiltration improves the ultimate tensile strength by 40% by increasing the load bearing section, decreasing the stress concentrations associated to open porosity and increasing the hardness of the steel matrix. Fractographic observations show the evidence of stress transmission from the sinternecks to the steel particles due to infiltrated copper. The beneficial effect of copper infiltration is less pronounced for fatigue properties as the endurance limit is increased by only 10%. This lower improvement is explained by crack initiation at the copper/ steel matrix interface.

In the last paper, the microstructural characterization of nickel rich areas and their influence on the endurance limit of a P/M steel was investigated. The addition of nickel powder to a P/M steel increases hardenability, enabling the formation of martensite directly after the sintering process. However, the slow diffusion rate of nickel into iron leads to the formation of nickel rich areas (NRA). Two steel alloys were studied, the first one is a Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C with standard size nickel powder additions and the second one is a Fe-2.4-0.7Mo-0.7C where a finer size nickel powder was added. The influence of the size of the nickel powder used on hardenability and on the presence of NRA has been investigated by optical microscopy. A complete identification of the microstructural constituents and the effect of nickel concentration on their presence were



achieved using X-ray energy dispersive spectrometry and electron diffraction in the transmission electron microscope. Results obtained by these techniques show the presence of austenite and martensite. Fatigue tests were carried out on P/M steel parts with and without austenitic areas to study their impact on the endurance limit. The analysis of the results showed that these areas are not a governing factor for the endurance limit of sintered steels.

Finally the last chapter is a discussion on the possible impact of the results obtained in the three papers on the P/M industry and the scientific community. Recommendations based on those results are also made that could be useful to P/M parts manufacturers.

## TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE.....	iii
REMERCIEMENTS .....	iv
RÉSUMÉ.....	v
ABSTRACT .....	viii
TABLE DES MATIÈRES .....	xi
LISTE DES TABLEAUX.....	xv
LISTE DES FIGURES .....	xviii
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS .....	xxv
LISTE DES ANNEXES .....	xxviii
INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 1    REVUE DE LITTÉRATURE PORTANT SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES STATIQUES D’ACIERS ÉLABORÉS PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES.....	7
1.1    Influence de la porosité .....	7
1.1.1    Types de porosités .....	8
1.1.2    Paramètres de la porosité.....	10
1.1.3    Influence de la porosité sur l’état de contrainte .....	12
1.1.4    Relations de l’influence de la porosité .....	14
1.1.5    Influence de la taille des pores .....	16
1.1.6    Modification de la porosité .....	17
1.2    Influence de la microstructure.....	19
1.2.1    Influence de la composition .....	20
1.2.2    Influence des traitements thermiques .....	31

1.2.3	Influence de la température de frittage.....	34
1.2.4	Influence des constituants microstructuraux sur la fissuration .....	36
1.2.5	Influence des inclusions .....	40
1.3	Conclusion.....	42
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE PORTANT SUR LES PROPRIÉTÉS EN FATIGUE D’ACIERS ÉLABORÉS PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES.....		43
2.1	Fatigue endurance des aciers élaborés par métallurgie de poudres.....	45
2.1.1	Influence de la porosité .....	48
2.1.2	Influence de la microstructure .....	56
2.2	Fatigue propagation des aciers de la métallurgie des poudres .....	64
2.2.1	Influence de la porosité .....	66
2.2.2	Influence de la microstructure .....	70
2.3	Conclusion.....	73
CHAPITRE 3 DÉMARCHE ET ORGANISATION DE LA RECHERCHE.....		75
CHAPITRE 4 MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION AND MECHANICAL PROPERTIES OF FREE-MACHINING SINTERED STEEL PARTS CONTAINING UP TO 1 WT PCT MnS.....		81
4.1	Abstract .....	81
4.2	Introduction .....	81
4.3	Materials and experimental procedures.....	84
4.4	Results and discussion.....	87
4.4.1	Microstructural characterization .....	87
4.4.2	Tensile Behavior .....	95
4.4.3	Fatigue behavior.....	98
4.5	Conclusions .....	102

4.6	Acknowledgment .....	103
4.7	References .....	103
CHAPITRE 5 EFFECT OF COPPER INFILTRATION ON STATIC AND DYNAMIC		
PROPERTIES OF PM STEELS ..... 107		
5.1	Abstract .....	107
5.2	Introduction .....	107
5.3	Experimental procedure .....	109
5.4	Results and discussion.....	110
5.4.1	Density and microstructural characterization.....	110
5.4.2	Hardness and microhardness .....	114
5.4.3	Tensile properties .....	116
5.4.4	Fatigue properties .....	118
5.5	Conclusions .....	120
5.6	Acknowledgments .....	120
5.7	References .....	120
CHAPITRE 6 MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF NICKEL RICH AREAS		
AND THEIR INFLUENCE ON THE ENDURANCE LIMIT OF SINTERED STEEL ..... 123		
6.1	Abstract .....	123
6.2	Introduction .....	123
6.3	Experimental .....	125
6.4	Results and discussion.....	126
6.4.1	Evaluation of sinter hardenability .....	126
6.4.2	Characterization of Ni-rich areas .....	127
6.4.3	Fatigue properties .....	132
6.5	Conclusions .....	137

6.6	Acknowledgments .....	138
6.7	References .....	138
CHAPITRE 7 DISCUSSION GÉNÉRALE .....		142
7.1	Poudres de base et éléments d'alliage .....	142
7.2	Influence du pressage .....	147
7.3	Frittage et opérations secondaires .....	148
7.4	Synthèse des résultats .....	151
CONCLUSION .....		156
RÉFÉRENCES .....		160
ANNEXES .....		172

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 Influence de la taille des particules sur la résistance mécanique (Lindqvist, 1989) ..	16
Tableau 1.2 Influence du procédé sur la porosité et sur les propriétés mécaniques d'un acier Fe-0.5C-0.85Mo-0.12Ni-0.13Mg-0.09Cu (Sager, Stephens & Prucher, 1998) .....	18
Tableau 1.3 Influence du taux de carbone sur la résistance à la traction d'un acier Fe-0.5Mo-1.5Cu-1.75Ni (Habibi, Janghorban, Khorsand, Yoozbashizade & Jahromi, 2002) ...	24
Tableau 1.4 Composition des mélanges portant sur l'influence de la concentration en molybdène sur les propriétés mécaniques (King, Patel, Shah, Falleur & Wewers, 2006).....	28
Tableau 1.5 Pourcentage de porosité à vert et après double pressage/double frittage pour les alliages (Fe – xNi) (Gething, Heaney, Koss & Mueller, 2005).....	30
Tableau 1.6 Propriétés mécaniques des alliages de la série (Fe –xNi – 0.85Mo – 0.4C) (Gething, Heaney, Koss & Mueller, 2005).....	30
Tableau 1.7 Influence du traitement thermique sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Fe-2Cu-0.8Mo-0.5C et Fe-2Ni-0.8Mo-0.5C (Saritas, Causton, James & Lawley, 2002).....	32
Tableau 1.8 Influence du traitement de trempe et de la densité sur les propriétés en traction.....	34
Tableau 1.9 Influence de la température de frittage sur les propriétés mécaniques d'un acier Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5 .....	35
Tableau 2.1 Influence de la porosité sur le coefficient et l'exposant de la résistance en fatigue (Palma & Cagnoni, 1999).....	50
Tableau 2.2 Influence de la porosité sur le diamètre moyen et l'espacement entre les pores (Holmes & Queeney, 1985).....	52
Tableau 2.3 Influence des constituants microstructuraux sur la limite d'endurance (Bergman & Bergmark, 2003).....	57
Tableau 2.4 Influence du traitement de trempe et revenu sur la limite d'endurance .....	58

Tableau 2.5 Influence des constituants microstructuraux sur le rapport de la limite d'endurance à la résistance à la traction pour les aciers corroyés (Lee, 2005) .....	59
Tableau 2.6 Influence de la température de frittage sur la limite d'endurance d'un acier Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5 (Piotrowski & Biallas, 1998) .....	59
Tableau 2.7 Influence de la fraction volumique d'inclusions (diamètre de 80 µm) sur la distance moyenne entre les inclusions (Prucher1998) .....	62
Tableau 2.8 Influence de la densité sur la variation du facteur d'intensité de contrainte seuil (Hadrboletz & Weiss, 1997) .....	67
Tableau 2.9 Influence de la densité sur les paramètres de la relation de Paris-Erdogan .....	69
Tableau 2.10 Valeurs typiques des constantes C et m pour les constituants microstructuraux des aciers (Lee, 2005) .....	72
Tableau 2.11 Vitesse de propagation en fatigue à travers différents constituants microstructuraux d'un acier Fe-0.85Mo-2Ni-0.6C (Deng, Piotrowski, Chawla & Narashiman, 2008B) .....	73
Table 4.1 Chemical composition of steel base powder (in weight percent) .....	84
Table 4.2 Sintered density and porosity .....	88
Table 4.3 Size of inclusions and mean free path between inclusions .....	94
Table 4.4 Tensile properties and apparent hardness for all alloys .....	96
Table 4.5 Endurance limit for all alloys .....	99
Table 5.1 Density and porosity measurements .....	110
Table 5.2 Quantitative X-ray EDS analysis .....	114
Table 5.3 Apparent and microhardness .....	115
Table 5.4 Endurance limit .....	118
Table 6.1 Chemical composition of steel base powder (in wt.%) .....	125
Table 6.2 Volume fraction of the microstructural constituents and corresponding microhardness .....	127

Table 6.3 Quantitative X-ray EDS analysis in the SEM for the Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C alloy. See figure 6.3 for the detailed position of the EDS analysis. ....	130
Table 6.4 Endurance limit for both alloys, obtained by the staircase method with a run-out limit of 2 millions cycles .....	134
Tableau 7.1 Fraction volumique des constituants microstructuraux après traitement d'auto trempe en fonction des éléments d'alliage ajoutés à la poudre de base Fe-0.4Ni-0.7Mo ....	146
Tableau 7.2 Influence des régions austénitiques riches en nickel sur la limite d'endurance .....	147
Tableau 7.3 Influence du double pressage/double-frittage sur la densité .....	148
Tableau 7.4 Influence de l'infiltration au cuivre et du traitement d'autotrempe sur la limite d'endurance .....	149
Tableau 7.5 Comparaison des propriétés mécaniques obtenues dans cette thèse à celle dans la littérature .....	152
Tableau 7.5 Comparaison des propriétés mécaniques obtenues dans cette thèse à celle dans la littérature (suite et fin) .....	153
Table A.1 Chemical composition of the mixes .....	174
Table A.2 Microstructural constituents .....	176
Table A.3 Endurance limit and apparent hardness.....	179
Table A.4 Criteria to the evaluate machinability of the different mixes .....	185



## LISTE DES FIGURES

Figure 1 Schéma du procédé d'élaboration de pièces d'acier par métallurgie des poudres.....	1
Figure 2 Influence de la densité et de la microstructure sur les propriétés mécaniques. ....	2
Figure 3 Exemples de pièces et leurs caractéristiques (a, d) (Bouvard, 2002), (b) (Jonhson, 2007) et (c) (Jonhson, 2008).....	3
Figure 1.1 Schématisation de la contrainte et du parcours de fissuration dans un spécimen élaboré par métallurgie des poudres sous un chargement uniaxial (German, 1994). ....	8
Figure 1.2 Type de porosité d'un acier élaboré par métallurgie des poudres en fonction de la densité (Danninger, Spoljaric & Weiss, 1997). ....	9
Figure 1.3 Description de la porosité (a) en 2D par métallographie (b) en 3D par infiltration de résine (Danninger, Spoljaric & Weiss, 1997). ....	9
Figure 1.4 Morphologie des pores en fonction de leur taille (Chawla & Deng, 2005). ....	11
Figure 1.5 Faciès de rupture en traction de spécimens d'acier élaboré par métallurgie des poudres et forgés à différentes contraintes (Hendrickson, Machmeier & Smith, 2000). ....	13
Figure 1.6 Facteur d'intensité de contrainte en fonction de l'épaisseur d'un spécimen de flexion 3-points (Fleck & Smith, 1981B) ....	14
Figure 1.7 Comparaison des relations empiriques décrivant l'influence de la porosité sur la résistance à la traction (Danninger, Spoljaric & Weiss, 1997). ....	15
Figure 1.8 Distribution de la taille des pores pour des tailles maximales de particules de (a) 425 $\mu\text{m}$ , (b) 150 $\mu\text{m}$ et (c) 53 $\mu\text{m}$ (Lindqvist1989). ....	17
Figure 1.9 Faciès de rupture ductile d'un acier Fe-0.5C-0.85Mo-0.12Ni-0.13Mg-0.09Cu pour des échantillons de traction de (a) densité de $7.0\text{g/cm}^3$ , (b) densité de $7.4\text{g/cm}^3$ et (c) densité de $7.4\text{g/cm}^3$ frittés à haute température (Sager, Stephens & Prucher, 1998). ..	19
Figure 1.10 Effet de divers éléments d'alliage pré-alliés sur la compressibilité (King, Patel, Shah, Falleur & Wewers, 2006). ....	22
Figure 1.11 Influence du taux de carbone sur les propriétés en traction d'aciers corroyés (D'après ASM International, 1998).....	23

Figure 1.12 Quantité et morphologie des pores pour un acier (a) Fe-2Cu-0.8C et (b) Fe-2Ni-0.8C (D'après ASM International, 1998).....	25
Figure 1.13 Résistance en flexion en fonction de la concentration en cuivre et en carbone (German, 1994). ....	26
Figure 1.14 Influence de différents éléments d'alliage sur la trempabilité (D'après King, Patel, Shah, Falleur & Wewers, 2006). ....	27
Figure 1.15 Influence de la concentration en molybdène sur a) la limite d'élasticité et b) la résistance à la traction (King, Patel, Shah, Falleur & Wewers, 2006). ....	29
Figure 1.16 Microstructure de l'alliage Fe – xNi – 0.85 Mo – 4C contenant a) 2% Ni b) 4% Ni et c) 6% Ni. Les légendes désignent les constituants suivants : (F) ferrite, (UB) bainite supérieure, (LB) bainite inférieure, (M) martensite et (NR) Austénite riche en nickel.( Gething, Heaney, Koss & Mueller, 2005). ....	31
Figure 1.17 Microstructure de l'alliage Fe-2Cu-0.8Mo-0.5C (a) tel que fritté et (b) trempé et de l'alliage Fe-2Ni-0.8Mo-0.5C (c) tel que fritté, (d) autotrempé et (e) trempé (Saritas, Causton, James & Lawley, 2002). ....	33
Figure 1.18 Microstructure de l'alliage Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5C fritté à (a) 1120°C et (b) 1280°C (Wu, Hwang, Huang & Narashiman, 2006A). ....	36
Figure 1.19 Microstructure (a) de l'alliage Fe-0.5Mo-4Ni-0.5C frittés à 1250°C (Wu & Hwang, 2006B) et (b) de Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5C fritté à 1120°C (Wu, Hwang & Huang, 2007). ....	38
Figure 1.20 Fissuration de l'alliage Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5C fritté à 1120°C sous une contrainte en traction de (a) et (b) 269 MPa, (c) 384 MPa (d) 402 MPa et (e) 420 MPa (Wu, Hwang & Huang, 2007). ....	39
Figure 1.21 Fissuration de l'alliage Fe-0.5Mo-4Ni-0.5C a été fritté à 1250°C ((Wu, Hwang, Huang & Narashiman, 2006A). ....	40
Figure 2.1 Schématisation de la courbe de Wöhler.....	45
Figure 2.2 Exemple de résultats et de leur analyse par la méthode de l'escalier .....	47

Figure 2.3 Influence de la fraction et la taille de la porosité sur la courbe de Wöhler (Haynes, 1970).....	49
Figure 2.4 Influence de la porosité sur la courbe de Wöhler d'un acier Fe-1.8Cu-0.5C (Palma & Cagnoni, 1999).....	50
Figure 2.5 Influence de la porosité et de l'amplitude de contrainte sur l'initiation de fissure de fatigue (Holmes & Queeney, 1985).....	51
Figure 2.6 Courbes du nombre de cycles à l'initiation en fonction de l'amplitude de contrainte réelle pour une amplitude de contrainte nominale (a) de 425 MPa et (b) de 628 MPa (Holmes & Queeney, 1985).....	53
Figure 2.7 Courbes du nombre de cycles à l'initiation en fonction du ratio du volume sollicité pour une amplitude de contrainte nominale (a) de 425 MPa et (b) de 628 MPa (Holmes & Queeney, 1985).....	54
Figure 2.8 Schéma de Kitagawa sur l'influence de la taille des pores sur la limite d'endurance (Danninger, Spoljaric & Weiss, 1997).....	55
Figure 2.9 Influence de la température de frittage sur la distribution de la surface de la porosité (Piotrowski & Biallas, 1998). ....	60
Figure 2.10 Durée de vie en fatigue en fonction de la distance moyenne entre les inclusions (Prucher1998).....	62
Figure 2.11 Courbe de vitesse de fissuration en fonction de la variation du facteur d'intensité de contrainte (Baïlon & Dorlot, 2000). ....	65
Figure 2.12 Comparaison schématique des courbes da/dN des aciers élaborés par métallurgie des poudres aux aciers corroyés et aux fontes nodulaires (Esper, Sonsino & Leuze, 1985).....	66
Figure 2.13 Représentation schématique de la propagation de fissures de fatigue en métallurgie des poudres (Fleck & Smith, 1981).....	68
Figure 2.14 Influence de la limite d'élasticité sur le $\Delta K_{seuil}$ pour (a) la bainite et la martensite et (b) pour la ferrite (Taylor, 1989). Aciers corroyés.....	70

Figure 2.15 Influence des constituants microstructuraux sur la région de Paris-Erdogan (Landgraf, 1979). Aciers corroyés.....	71
Figure 3.1 Résumé de la démarche et de l'organisation de la thèse.....	76
Figure 4.1 Original backscattered electron image of 1.0 wt pct alloy (a), modified with Photoshop editing (b). MnS inclusions in white.....	86
Figure 4.2 Typical microstructure of a Fe-2.0Cu-0.7C sample observed in the SEM. Etched in Nital 4%.....	87
Figure 4.3 Pores count and pores size distribution for the 0.65 wt pct MnS alloy at a density of $7.03 \text{ g/cm}^3$ .....	88
Figure 4.4 Microstructure showing MnS particles and other inclusions for (a) 0.35 wt pct MnS, (b) 0.65 wt pct MnS and (c) 1.0 wt pct MnS, obtained by backscattered electron imaging in the SEM. ....	89
Figure 4.5 Different inclusions observed in backscattered electron images in the SEM of (a) 0.65 wt pct MnS alloy and EDX spectrum of (b) MnS inclusions and (c) $\text{MnSi}(\text{O}_x\text{S}_y)$ inclusions. ....	90
Figure 4.6 Volume fraction of MnS and of oxide inclusions as a function of the amount of prealloyed MnS.....	91
Figure 4.7 Size distributions of the MnS particles for the prealloyed MnS alloys in (a) frequencies and (b) cumulative frequencies.....	92
Figure 4.8 Size distributions of the oxide inclusions in all alloys in (a) frequencies and (b) cumulative frequencies. ....	93
Figure 4.9 Cumulative frequencies of the shape of the MnS inclusions for the prealloyed MnS alloys.....	95
Figure 4.10 Tensile fracture surface in (a,c) 0.35 wt.pct MnS and (b,d) 1.0 wt.pct MnS. Arrows B and D point to brittle transparticle fracture and ductile fracture respectively. ....	98
Figure 4.11 S-N curves for all alloys. ....	99

Figure 4.12 Fatigue crack originating from a pore/MnS inclusion and propagating by decohesion of the metal/MnS inclusion interface. ....	101
Figure 4.13 SEM fractograph from an area of main crack propagation obtained from a 0.65 wt pct MnS specimen. ....	102
Figure 5.1 Microstructure of base materials and infiltrated with 8 wt-%Cu.....	111
a) base Fe-2.0Cu-0.7C; b) with 8 wt-% Cu. ....	111
Figure 5.2 Size distribution of the pores in the base material and of the infiltrated copper areas in the base material with 8 wt-% Cu. ....	112
Figure 5.3 Morphology of the pores in the base material and of the infiltrated copper areas in the base material with 8 wt-% Cu. ....	112
Figure 5.4 Morphology of the infiltrated copper areas. ....	113
Figure 5.5 X-ray EDS area in Cu infiltrated alloy. ....	114
Figure 5.6 Microhardness indentations (HV0.01) and quantitative X-ray EDS. ....	115
Figure 5.7 Effect of copper infiltration on tensile properties. ....	117
Figure 5.8 Tensile fracture surface of base materials and infiltrated with 8 wt-% Cu, B and D indicate brittle transparticle fracture and ductile fracture respectively. a base Fe-2.0Cu-0.7C; b with 8 wt-% Cu. ....	117
Figure 5.9 Effect of copper infiltration on S-N curves. ....	118
Figure 5.10 Interfacial cracking observed after 200 000 cycles at a stress amplitude of 189 MPa, IC and PD indicate interfacial cracking and plastic deformation respectively. ....	119
Figure 6.1 Optical micrograph of Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C etched (a) with nital (b) with nital-picral. ....	127
Figure 6.2 Nickel rich area in Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C alloy: (a) as-polished. Backscattered electron imaging and (b) etched with nital-picral. Secondary electron imaging. ....	128
Figure 6.3 Secondary electron SEM of the nickel rich area in Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C alloy and position of the EDS analysis (as polished). ....	129
Figure 6.4 SEM-EDS line profile of the nickel rich area in the Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C alloy.....	131

Figure 6.5 TEM micrograph of the interface between austenite and martensite in the Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C alloy with the corresponding diffraction pattern and EDS spectra. ....	132
Figure 6.6 Pores characteristics: (a) size distribution and (b) morphology distribution. ....	133
Figure 6.7 S-N curves for both alloys, tested at R = 0.1 in the sinter hardened and tempered conditions. ....	134
Figure 6.8 Interfacial cracking (IC), observed on a run-out sample of Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C alloy, at a stress amplitude of 220 MPa. ....	135
Figure 6.9 Microcrack at the autenite/martensite interface observed on micrographs of Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C alloy fatigue sample interrupted after: (a) 50 000 cycles and (b) 250 000 cycles. ....	136
Figure 6.10 Distribution of the major axis of the austenite areas in the Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C alloy. ....	137
Figure 7.1 Influence de la teneur en MnS pré-allié dans la poudre de base sur les propriétés mécaniques d'un alliage Fe-2.0Cu-0.7C d'une dureté de 90 HRB et d'une densité de 7.0 g/cm <sup>3</sup> . ....	143
Figure 7.2 Influence de 0.65% MnS pré-allié dans la poudre de base sur les propriétés mécaniques d'alliages Fe-Mo-Ni-Cu-C de dureté de 40 HRC et d'une densité de 7.0 g/cm <sup>3</sup> . ....	143
Figure 7.3 Microstructure obtenue après un traitement d'autotrempe pour des alliages (a) (Fe-0.7Mo-0.45Ni)-1.5Cu-0.65C et (b) (Fe-0.7Mo)-1.5Cu-0.65C. ....	144
Figure 7.4 Microstructure après traitement d'autotrempe des alliages (a) (Fe-0.45Ni-0.7Mo)-0.5Ni(std)-1.5Cu-0.65C (b) (Fe-0.45Ni-0.7Mo)-0.5Ni(fin)-1.5Cu-0.65C (c) (Fe-0.45Ni-0.7Mo)-6Ni(std)-0.7C et (d) (Fe-0.45Ni-0.7Mo)-2Ni(fin)-0.7C. ....	145
Figure 7.5 Constituants microstructuraux et leur dureté pour (a) un acier infiltré au cuivre et (b) un acier au nickel autotrempé. ....	150
Figure 7.6 Microfissures observées après essais de fatigue à l'interface (a) de la perlite et du cuivre (b) de la martensite et de l'austénite. ....	151

Figure 7.7 Diagramme de Goodman construit à partir des données de $R_m$ et de $\sigma_d$ de la norme MPIF35 pour (a) l'alliage Fe-2.0Cu-0.7C, (b) l'alliage Fe-10Cu-0.7C infiltré au cuivre et (c) l'alliage autotrempant Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C.....	154
Figure A.1 Microstructure of MTL1, MP52+1.5Cu. Nital 4%.....	177
Figure A.2 Microstructure of MTL2, MP52+1.5Cu+0.5Ni(std.). Nital 4%. ....	177
Figure A.3 Microstructure of MTL3, MP52FM+1.5Cu. As-polished. ....	177
Figure A.4 Microstructure of MTL5, MP36FM+1.5Cu. Nital 4%. ....	177
Figure A.5 Microstructure of MTL6, MP52+1.5Cu+0.5Ni(XF). Nital 4%.....	178
Figure A.6 Endurance limit.....	179
Figure A.7 S-N curves: Influence of admixed Ni. ....	180
Figure A.8 S-N Curves: Influence of pre-alloyed MnS. ....	181
Figure A.9 S-N Curves of free-machining grades.....	182
Figure A.10 MTL1 : MP52+1.5Cu. ....	183
Figure A.11 MTL2 : MP52+1.5Cu+0.5Ni(std).....	183
Figure A.12 MTL3 : MP52FM+1.5Cu. ....	183
Figure A.13 MTL5 : MP36FM+1.5Cu. ....	183
Figure A.14 MTL6 : MP52+1.5Cu+0.5Ni(XF). ....	184

## LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

$\alpha$	Facteur de forme
$\lambda$	Distance moyenne entre les voisins [m]
$\Delta K$	Variation du facteur d'intensité de contrainte [ $\text{MPa m}^{1/2}$ ]
$\Delta K_{\text{seuil}}$	Valeur seuil de la variation de facteur d'intensité de contrainte [ $\text{MPa m}^{1/2}$ ]
$\rho$	Densité [ $\text{g/cm}^3$ ]
$\rho_0$	Densité théorique [ $\text{g/cm}^3$ ]
$\sigma$	Contrainte [MPa]
$\sigma'_f$	Coefficient de la résistance en fatigue [MPa]
$\sigma_{10}$	Contrainte en bas duquel 10% des échantillons seront non rompus [MPa]
$\sigma_{90}$	Contrainte en bas duquel 90% des échantillons seront non rompus [MPa]
$\sigma_\lambda$	Variance de la distance moyenne entre les premiers voisins [m]
$\sigma_a$	Amplitude de contrainte [MPa]
$\sigma_{anom}$	Amplitude de contrainte nominale [MPa]
$\sigma_{aR}$	Amplitude de contrainte réelle [MPa]
$\sigma_d$	Limite d'endurance [MPa]
$\sigma_{\min}$	Contrainte minimale [MPa]
$\sigma_{\max}$	Contrainte maximale [MPa]
$\sigma_{\text{nom}}$	Contrainte nominale [MPa]
a	Diamètre moyen des pores [m]; Longueur de fissure [m]
b	Épaisseur [m]; Exposant de la résistance en fatigue
c	Constante empirique



d	Intervalle entre deux niveaux de contraintes [MPa]
k	Constante empirique
m	Pente de la région linéaire de la relation Paris-Erdogan
$r_{crit}$	Rayon critique [m]
$r_p$	Taille de la zone plastifié en tête de fissures [m]
A	Aire [m <sup>2</sup> ]
$A_1$	Variable fonction de la microstructure
$A_2$	Variable fonction de la microstructure
$A_{eff}$	Section effective supportant la charge [m <sup>2</sup> ]
$COV_\lambda$	Coefficient de la variance de la distance moyenne entre les premiers voisins
E	Module d'Young [GPa]
F	facteur de forme
$H_v$	Dureté Vickers [HV]
$H_B$	Dureté Brinell [HB]
$K_c$	Facteur critique d'intensité de contrainte [MPam <sup>1/2</sup> ]
$K_I$	Facteur d'intensité de contrainte [MPam <sup>1/2</sup> ]
$K_{max}$	Facteur d'intensité de contrainte maximale [MPam <sup>1/2</sup> ]
$K_{min}$	Facteur d'intensité de contrainte minimale [MPam <sup>1/2</sup> ]
$K_t$	Facteur de concentration de contrainte
L	Distance entre les appuis [m]
N	Nombre d'objets interceptés et nombre de cycles
P	Fraction porosité

Per	Périmètre [m]
R	Ratio de contrainte
$R^2$	Coefficient de détermination
$R_e$	Limite d'élasticité [MPa]
$R_{e0,2}$	Limite conventionnelle d'élasticité [MPa]
$R_m$	Résistance à la traction [MPa]
$R_{m0}$	Résistance théorique à la traction [MPa]

## **LISTE DES ANNEXES**

ANNEXE A – MACHINABILITY AND DYNAMIC PROPERTIES OF SINTER-HARDENED STEEL PARTS .....	172
---	-----

## INTRODUCTION

La métallurgie des poudres est une méthode alternative à la production de différentes gammes de matériaux comparée à la métallurgie classique. Pour les aciers, la métallurgie des poudres est principalement utilisée car elle permet l'obtention de pièces près des côtes finales directement après le pressage de la poudre. Ceci rend le procédé très compétitif en permettant de réduire les coûts d'usinage et les coûts associés à la perte de matière. Cependant, la présence inhérente de porosité associée au pressage rend les propriétés mécaniques des aciers issus de la métallurgie des poudres inférieures aux aciers corroyés. Les améliorations apportées aux diverses étapes du procédé de métallurgie des poudres au cours des 20 dernières années permettent aujourd'hui aux pièces de rivaliser au niveau des propriétés mécaniques avec les pièces d'aciers corroyés.

Le procédé d'élaboration d'aciers par métallurgie des poudres est divisé en cinq grandes étapes (figure 1). La première étape est l'obtention d'une poudre de base de fer par atomisation du métal liquide. Des éléments d'alliage peuvent être présents à même la poudre de base en les insérant dans le bain de métal liquide (poudre pré-alliée). Les éléments d'alliage peuvent aussi être ajoutés sous forme de poudre dans le mélange. Du graphite ainsi qu'un lubrifiant sont aussi ajoutés à la poudre de base. Les éléments sont par la suite homogénéisés à l'étape du mélange. À la troisième étape, le mélange est pressé selon la forme et la densité désirées. Lors de la quatrième étape, les pièces sont frittées afin de créer un lien métallurgique et de permettre la diffusion des éléments d'alliage et du graphite dans la poudre de fer. Finalement, des étapes secondaires telles que l'usinage et des traitements thermiques sont effectuées avant d'obtenir le produit fini.

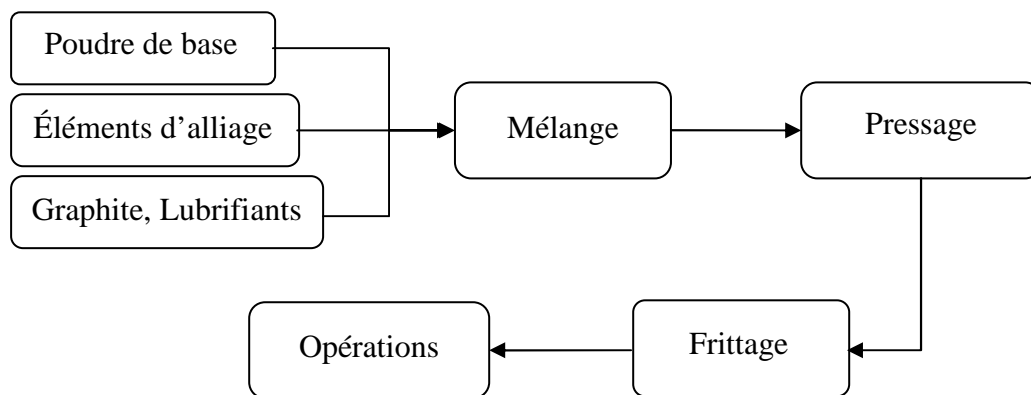


Figure 1 Schéma du procédé d'élaboration de pièces d'acier par métallurgie des poudres.

Les paramètres des étapes du procédé de métallurgie des poudres affecteront les propriétés mécaniques finales de la pièce produite. La densité est la caractéristique qui affectera le plus les propriétés mécaniques de la pièce finale. La densité dépend principalement de l'étape du pressage. Cependant, la compressibilité de la poudre de base déterminera la densité atteignable pour une contrainte donnée. Les poudres pré-alliées présentent généralement une compressibilité plus faible que les poudres de base non-alliées. Plus la densité sera élevée plus la résistance mécanique et la ductilité de la pièce finale seront grandes. La microstructure de l'acier aura aussi une importance primordiale sur les propriétés de la pièce. Le choix de la poudre de base (alliée ou non-alliée), les éléments d'alliage ajoutés et les traitements thermiques sont les paramètres qui influenceront le plus la microstructure obtenue. La présence de constituants microstructuraux durs, tel que la bainite et la martensite, augmentera la résistance mécanique, mais diminuera la ductilité comparativement aux constituants microstructuraux mous, comme la perlite et la ferrite. La figure 2 illustre schématiquement l'influence de la densité et de la microstructure sur les propriétés mécaniques.

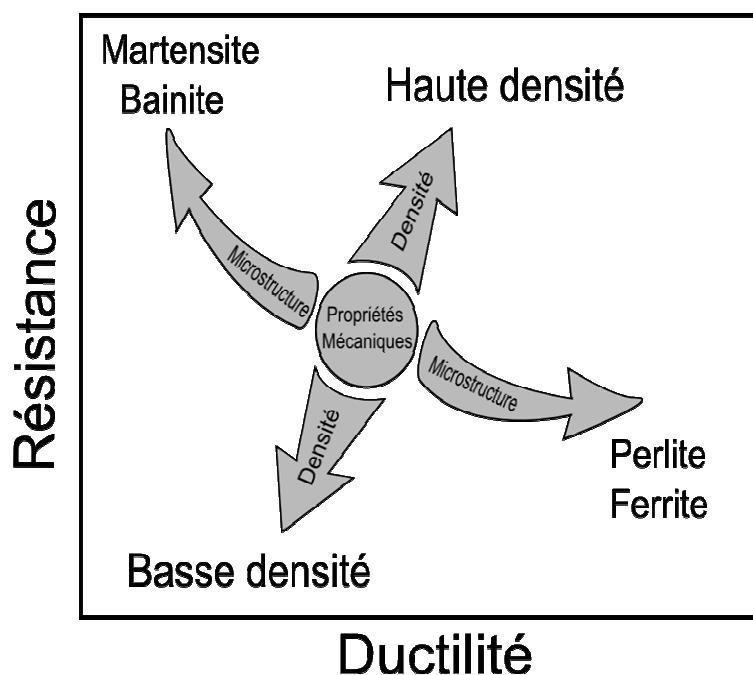


Figure 2 Influence de la densité et de la microstructure sur les propriétés mécaniques.

La gamme de propriétés mécaniques qui peut être obtenue pour des aciers élaborés par métallurgie des poudres est très large, permettant ainsi de viser des applications diverses. La

figure 3 présente des exemples de pièces d'acier élaborées par métallurgie des poudres ainsi que leurs caractéristiques. Les quatre pièces présentées sont des pièces utilisées dans la fabrication de l'automobile. En effet, 70% à 80% des pièces d'aciers produites par métallurgie des poudres sont destinées à l'industrie automobile (Danninger & Gierl, 2007). La métallurgie des poudres est donc étroitement liée au marché très compétitif de l'automobile.

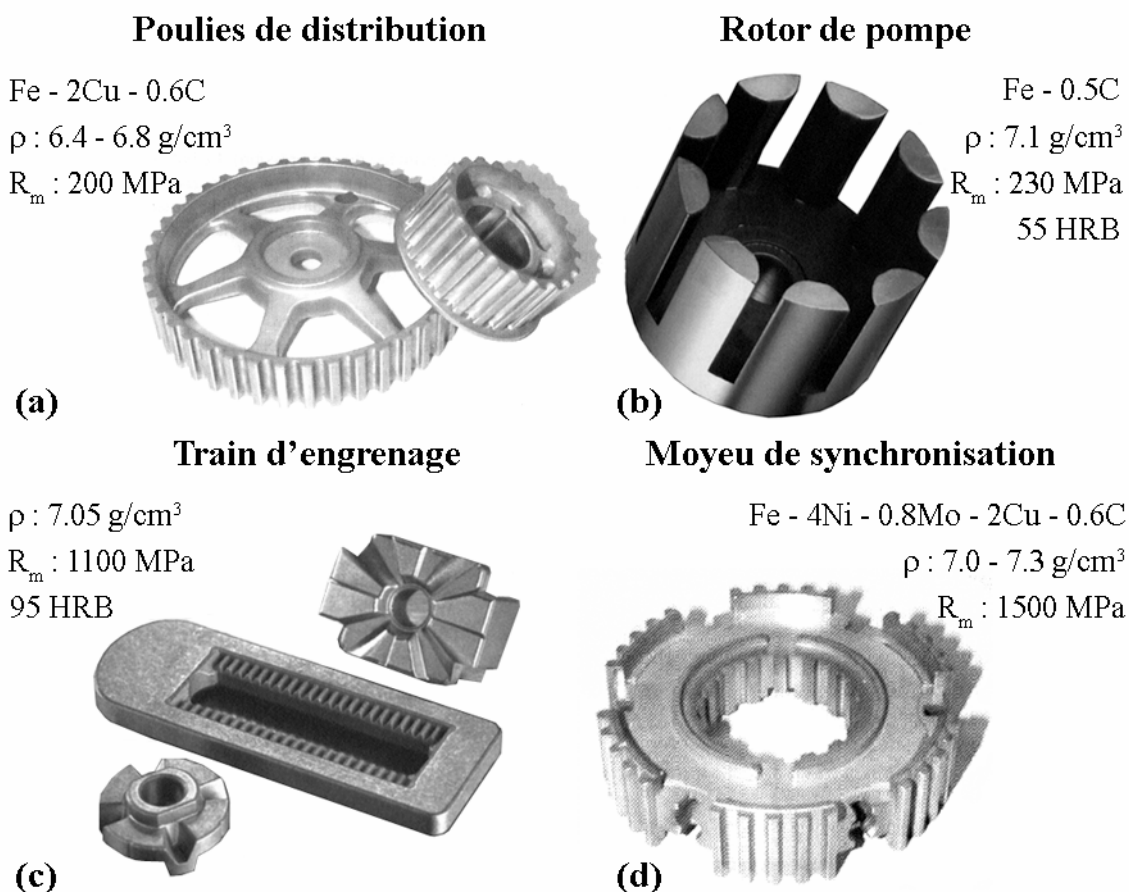


Figure 3 Exemples de pièces et leurs caractéristiques (a, d) (Bouvard, 2002), (b) (Jonhson, 2007) et (c) (Jonhson, 2008).

Initialement, les pièces d'acier élaborées par métallurgie des poudres pour le marché de l'automobile étaient utilisées dans des applications peu exigeantes (ex. poulies de distribution), ne nécessitant pas des propriétés mécaniques élevées. Cependant, afin d'accroître leur part de marché les fabricants de pièces ont visé les applications de haute performance. Pour ce faire, l'augmentation des propriétés mécaniques, principalement les propriétés en fatigue, était

nécessaire. Le tout devait se faire en maintenant des coûts de production faibles. L'augmentation des propriétés en fatigue est essentielle car les pièces utilisées dans les applications de haute performance dans l'industrie de l'automobile sont fréquemment soumises à des contraintes cycliques (Danninger, Spoljaric & Weiss, 1997).

Des innovations technologiques à toutes les étapes du procédé ont permis d'accroître les propriétés mécaniques des aciers élaborés par métallurgie des poudres et d'augmenter leur part dans le marché de l'automobile. Le but de cette thèse est de mieux comprendre l'influence des paramètres de production des aciers de la métallurgie des poudres sur les propriétés mécaniques statiques (dureté, résistance à la traction) et dynamiques (limite d'endurance en fatigue). Afin d'atteindre ce but, différents objectifs généraux et spécifiques ont été établis :

Objectifs généraux :

- Mettre en évidence la relation entre le procédé, la microstructure et les propriétés mécaniques, principalement en fatigue, d'aciers élaborés par métallurgie des poudres
- Déterminer l'influence de la composition de la poudre de base sur les propriétés mécaniques statiques et dynamiques
- Étudier des procédés permettant de mettre en oeuvre des pièces pour des applications de hautes performances

Objectifs spécifiques :

- Évaluer quantitativement (fraction volumique, taille et morphologie) la porosité et la microstructure en fonction des paramètres du procédé
- Quantifier les propriétés mécaniques statiques et dynamiques en fonction de la microstructure
- Corréler les caractéristiques microstructurales aux propriétés mécaniques à l'aide d'analyses fractographiques

Ce document qui présente la synthèse des travaux effectués dans le cadre de cette étude doctorale, est basé sur la rédaction de trois articles scientifiques. Dans les deux premiers chapitres une revue critique de la littérature sera présentée afin d'expliquer le contexte théorique de l'étude. Le premier chapitre s'attardera principalement sur les propriétés mécaniques statiques, tandis que les propriétés mécaniques dynamiques, principalement, le comportement en fatigue, seront

étudiées dans le deuxième chapitre. Une emphase particulière sera mise sur l'influence des paramètres de production sur la porosité et la microstructure et leurs impacts sur les propriétés mécaniques.

Le premier article vise à contribuer à une meilleure compréhension de l'influence de la concentration en MnS de la poudre de base sur les propriétés mécaniques statiques et dynamiques d'aciers à usinabilité améliorée. La caractérisation microstructurale complète permettra de vérifier si l'augmentation de la teneur en MnS modifie les caractères microstructuraux des inclusions non-métalliques. La fraction volumique, la distribution de la taille, la distance moyenne entre les inclusions ainsi que la morphologie des inclusions ont été déterminées en fonction de la composition en MnS préallié. Les propriétés en traction uniaxiale et en fatigue-endurance ont été obtenues afin d'évaluer les performances d'aciers contenant de 0% à 1.0% de MnS préallié. Des observations fractographiques ont été faites sur les éprouvettes de traction et de fatigue afin de corréler les aspects microstructuraux aux propriétés mécaniques d'acier à usinabilité améliorée.

Le deuxième article vise à quantifier et à expliquer l'amélioration des propriétés mécaniques statiques et dynamiques obtenues par le procédé d'infiltration au cuivre. Les propriétés en traction et en fatigue endurance d'un acier Fe-2.0Cu-0.7C élaboré par métallurgie des poudres ont été comparées à ceux du même alliage infiltré par 8% de cuivre. La taille et la morphologie du cuivre infiltré ont été comparées à celles de la porosité pour la pièce non infiltrée. La quantification par spectrométrie des rayons X a été effectuée en combinaison avec des mesures de microdureté pour évaluer le niveau de diffusion du cuivre dans la matrice d'acier et son effet sur les propriétés mécaniques. Finalement, des observations fractographiques et l'étude du chemin de fissuration par fatigue ont été effectuées afin de comprendre les mécanismes impliqués dans l'amélioration des propriétés mécaniques par infiltration au cuivre.

Le troisième article étudie l'impact de l'addition de poudres de nickel pour le procédé d'auto trempabilité. Dans une première partie, l'influence de la quantité et de la taille de la poudre de nickel ajoutée sur la trempabilité de l'acier élaboré par métallurgie des poudres a été étudiée. La quantification des constituants microstructuraux par l'utilisation de microscopie optique et des techniques d'attaques chimiques ont permis l'évaluation de la trempabilité des alliages étudiés. Dans la deuxième partie de l'article, les zones riches en nickel ont été caractérisées et leur



influence sur la limite d'endurance a été obtenue. L'utilisation de la spectrométrie des rayons X au microscope électronique à balayage a permis de déterminer la composition des zones riches en nickel. De plus, la spectrométrie des rayons X à haute résolution spatiale combinée à l'étude des clichés de diffraction électronique au microscope électronique à transmission a permis d'étudier l'effet de la concentration en nickel sur les constituants microstructuraux obtenus lors du procédé d'auto trempabilité. Finalement, les limites d'endurance d'aciers élaborés par métallurgie des poudres avec et sans régions riches en nickel ont été obtenues permettant d'évaluer l'influence de ces régions sur le comportement en fatigue.

Finalement, le dernier chapitre discute de la pertinence des résultats obtenus par rapport aux objectifs de la recherche et en lien avec la littérature. Des recommandations basées sur ces résultats sont faites afin d'aider les fabricants de pièces d'aciers élaborées par métallurgie des poudres.

## **CHAPITRE 1    REVUE DE LITTÉRATURE PORTANT SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES STATIQUES D'ACIERS ÉLABORÉS PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES**

Afin d'évaluer un matériau issu de la métallurgie des poudres, la première étape consiste généralement à obtenir ses propriétés mécaniques statiques. Les propriétés statiques les plus couramment présentées dans la littérature sont la dureté et la résistance à la traction. Les essais de traction fournissent des informations de base sur la résistance des matériaux nécessaires à la conception des pièces, tel que la limite d'élasticité ( $R_e$ ) et la résistance à la traction ( $R_m$ ) (Dieter, 1986). La limite d'élasticité est la contrainte requise pour la mise en mouvement des dislocations et donc pour le passage d'une déformation élastique à une déformation plastique. La résistance à la traction représente la contrainte maximale qu'un matériau ductile peut supporter. La dureté est la mesure de la résistance d'un matériau à la pénétration. Les mesures de dureté sont simples à mettre en œuvre et sont d'exécution rapide. Ces mesures sont suffisamment sensibles pour détecter et quantifier de faibles modifications de structure d'un matériau (Baïlon & Dorlot, 2000).

Les propriétés mécaniques statiques des pièces d'aciers élaborées par métallurgie des poudres sont principalement fonction de leur densité et de leur microstructure. L'objectif premier de ce chapitre est de bien comprendre l'influence de ces deux paramètres sur les propriétés mécaniques des aciers de la métallurgie des poudres. Dans la première section de ce chapitre l'influence de la porosité sera abordée tandis que l'influence de la microstructure sera discutée dans la deuxième section. Finalement, les principales conclusions de ce chapitre seront résumées dans la dernière section.

### **1.1 Influence de la porosité**

La porosité présente dans un acier élaboré par métallurgie des poudres diminue la section effective supportant la charge et entraîne une concentration de contraintes (Fleck & Smith 1981A). De plus, la présence d'inclusions et/ou autres défauts associés aux frontières des particules après frittage diminue aussi la résistance. La figure 1.1 présente schématiquement la fissuration d'une éprouvette sous un chargement de traction uniaxiale ainsi que la distribution de la contrainte le long du parcours de fissuration (German, 1994). Plusieurs auteurs attribuent l'influence la plus importante de la porosité sur les propriétés en traction à la diminution de la

section effective supportant la charge. (Fleck & Smith, 1981 ; Danninger, Spoljaric & Weiss, 1997 ; Lindstedt & Masine, 1997). En effet, à basse densité, la résistance dépend principalement de la taille des ponts de frittage. Cependant, à plus haute densité, elle dépend plus de la structure des pores (taille, distribution, morphologie) (Chawla & Deng, 2005; Deng, Piotrowski, Chawla & Narashiman, 2008A).

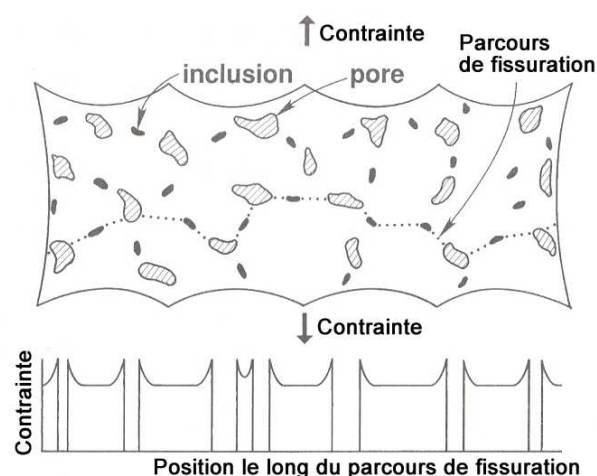


Figure 1.1 Schématisation de la contrainte et du parcours de fissuration dans un spécimen élaboré par métallurgie des poudres sous un chargement uniaxial (German, 1994).

Dans cette section, le type de porosité ainsi que les caractéristiques quantifiables des pores dans les pièces élaborées par métallurgie des poudres seront abordés. L'influence de la porosité sur l'état de contrainte sera par la suite discutée. Des relations empiriques décrivant l'influence de la porosité sur les propriétés mécaniques seront aussi décrites. Finalement, l'effet de la taille des pores et de la modification de la porosité sur les propriétés mécaniques sera présenté.

### 1.1.1 Types de porosités

Danninger *et al.* (1997) montrent l'importance de distinguer deux types de porosités présentes dans les aciers élaborés par métallurgie des poudres : la porosité ouverte et la porosité fermée. Le graphique 1.2 présente le pourcentage de chacune des porosités en fonction de la densité. À partir d'une densité de  $7.0 \text{ g/cm}^3$ , le pourcentage de porosité fermée devient plus important que le pourcentage de porosité ouverte. Mais, tant que la porosité ouverte demeure présente, c'est ce type de porosité qui aura le plus d'influence sur la résistance mécanique. En fait, la porosité dite

ouverte est un seul pore de forme complexe qui forme un réseau 3D. Les techniques métallographiques en deux dimensions ne peuvent décrire ce type de réseau. En effet, la figure 1.3 compare une métallographie 2D à une réplique 3D de la porosité obtenue par infiltration d'une résine. L'interconnexion des pores cause une augmentation de la localisation de la déformation plastique dans les ponts de frittage, rendant la porosité ouverte plus dommageable que la porosité fermée, qui elle mène à une déformation plus homogène (Chawla & Deng, 2005).

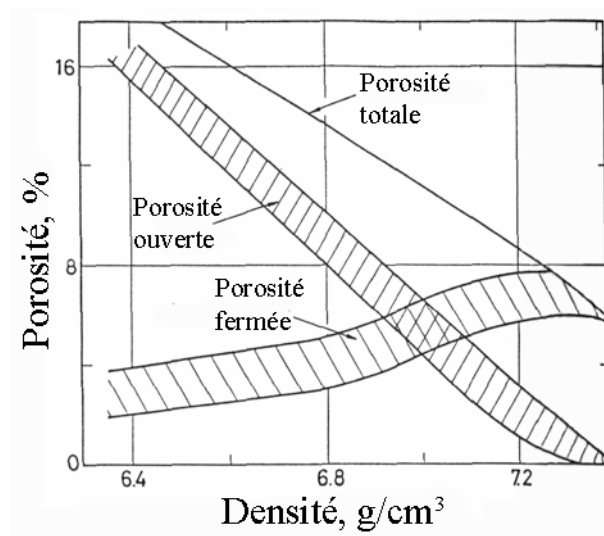


Figure 1.2 Type de porosité d'un acier élaboré par métallurgie des poudres en fonction de la densité (Danninger, Spoljaric & Weiss, 1997).

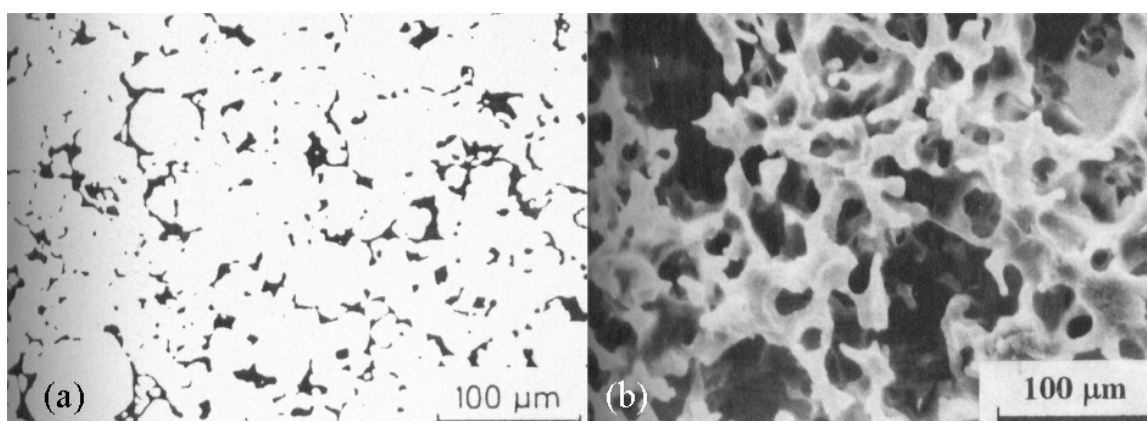


Figure 1.3 Description de la porosité (a) en 2D par métallographie (b) en 3D par infiltration de résine (Danninger, Spoljaric & Weiss, 1997).

C'est à des densités supérieures à  $7.3 \text{ g/cm}^3$  qu'une transition est remarquée sur l'influence de la porosité sur les propriétés mécaniques. Ainsi, en dessous de  $7.3 \text{ g/cm}^3$  le pourcentage de porosité et donc la taille des ponts de frittage est le facteur le plus influent, tandis qu'à haute densité, la taille et la morphologie des pores fermés deviennent déterminantes.

### 1.1.2 Paramètres de la porosité

La porosité est décrite par sa fraction volumique qui est déduite à partir de la densité de la pièce, selon l'équation suivante :

$$P = 1 - \frac{\rho}{\rho_0} \quad (1.1)$$

où  $\rho_0$  est la densité théorique de l'alliage. La fraction volumique peut aussi être obtenue par analyse d'images sur un échantillon métallographique poli. Dans ce cas, une préparation adéquate d'échantillons et une bonne résolution sont essentielles à l'obtention de résultats fiables (Piotrowski & Biallas, 1998). En effet, comme le polissage peut affecter la porosité, la fraction volumique mesurée par analyse d'images est souvent comparée à celle obtenue à partir de la densité afin de s'assurer que la porosité observée soit représentative.

La taille des pores peut être décrite par son axe principal ou par sa surface. Dans les premières études sur l'influence de la porosité sur les propriétés mécaniques, le diamètre moyen des pores était utilisé (Haynes, 1970). Cependant, avec le développement des techniques d'analyse d'images automatisés et performantes, une distribution de la taille des pores est maintenant utilisée (Chawla & Deng, 2005; Deng, Piotrowski, Chawla & Narashiman, 2008A). L'analyse de la distribution de la taille des pores permet une description beaucoup plus complète et représentative de la porosité.

La morphologie de la porosité est aussi couramment présentée lors de l'analyse quantitative de la porosité. En effet, il est rapporté qu'une porosité plus irrégulière favorise une concentration de contrainte plus élevée que les pores sphériques (Chawla & Deng, 2005; Deng, Piotrowski, Chawla & Narashiman, 2008A). La morphologie des pores est quantitativement décrite par un facteur de forme,  $F$ , présenté à l'équation suivante :

$$F = \frac{4\pi A}{(Per)^2} \quad (1.2)$$

où  $A$  est l'aire du pore et  $Per$  est son périmètre. Ainsi le facteur de forme donne une valeur de 1 pour un cercle et diminue pour une morphologie de plus en plus irrégulière. Chawla *et al.* (2005) ont montré qu'en général les pores les plus gros présentent une morphologie plus irrégulière (figure 1.4). Comme pour la taille des pores, la distribution du facteur de forme est utilisée.

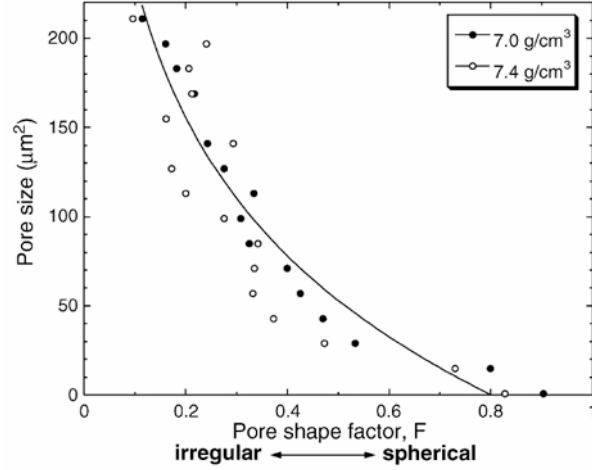


Figure 1.4 Morphologie des pores en fonction de leur taille (Chawla & Deng, 2005).

D'autres paramètres tels que la distance entre les pores et le facteur d'agglomération des pores sont moins couramment utilisés. Ces paramètres sont principalement employés lors de l'analyse des propriétés dynamiques, principalement la fatigue, qui sont plus fortement influencées par la localisation de la déformation (Deng, Piotrowski, Chawla & Narashiman, 2008A). La distance entre les pores peut être décrite par l'équation suivante :

$$\lambda = (1 - P) / N \quad (1.3)$$

où  $P$  est la fraction volumique de la porosité et  $N$  est le nombre de pores interceptés. Yang, Boselli & Sinclair (2001) montrent qu'un coefficient de la variance de la distance moyenne entre les premiers voisins est particulièrement sensible à l'agglomération des pores. Le coefficient  $COV_\lambda$  (coefficient of variance of the mean neighbor distance), est décrit comme suit:

$$COV_\lambda = \sigma_\lambda / \lambda \quad (1.4)$$

où  $\sigma_\lambda$  est la variance de la distance moyenne entre les premiers voisins. Yang *et al.* (2001) ont déterminé qu'une distribution homogène donne une valeur de 0.36 et que cette valeur augmente lorsque des agglomérats sont présents.

### **1.1.3 Influence de la porosité sur l'état de contrainte**

La fissuration en tension d'aciers élaborés par métallurgie des poudres provient principalement de la coalescence de microcavités dans les ponts de frittage. Ces microcavités sont soit déjà présentes dans le matériau (micropores) ou ont germé et grandi à partir des défauts tel que des inclusions. La figure 1.5 présente le faciès de rupture d'échantillons de différentes densités obtenues par le forgeage d'une pièce de métallurgie des poudres à différents tonnages. De plus, comme le mécanisme de rupture est causé par la défaillance des ponts, la rupture s'apparente à celle de microspécimens de traction. Il est donc raisonnable de supposer que l'état de contrainte en tête de fissure se rapproche plus de l'état de contrainte plane que de déformation plane. La composante de contrainte hydrostatique est donc diminuée à travers l'épaisseur de l'échantillon ce qui favorise une rupture de type ductile (Fleck & Smith, 1981B; Wu & Arsenault, 1991 ; Shan & Leng, 1999(A)).

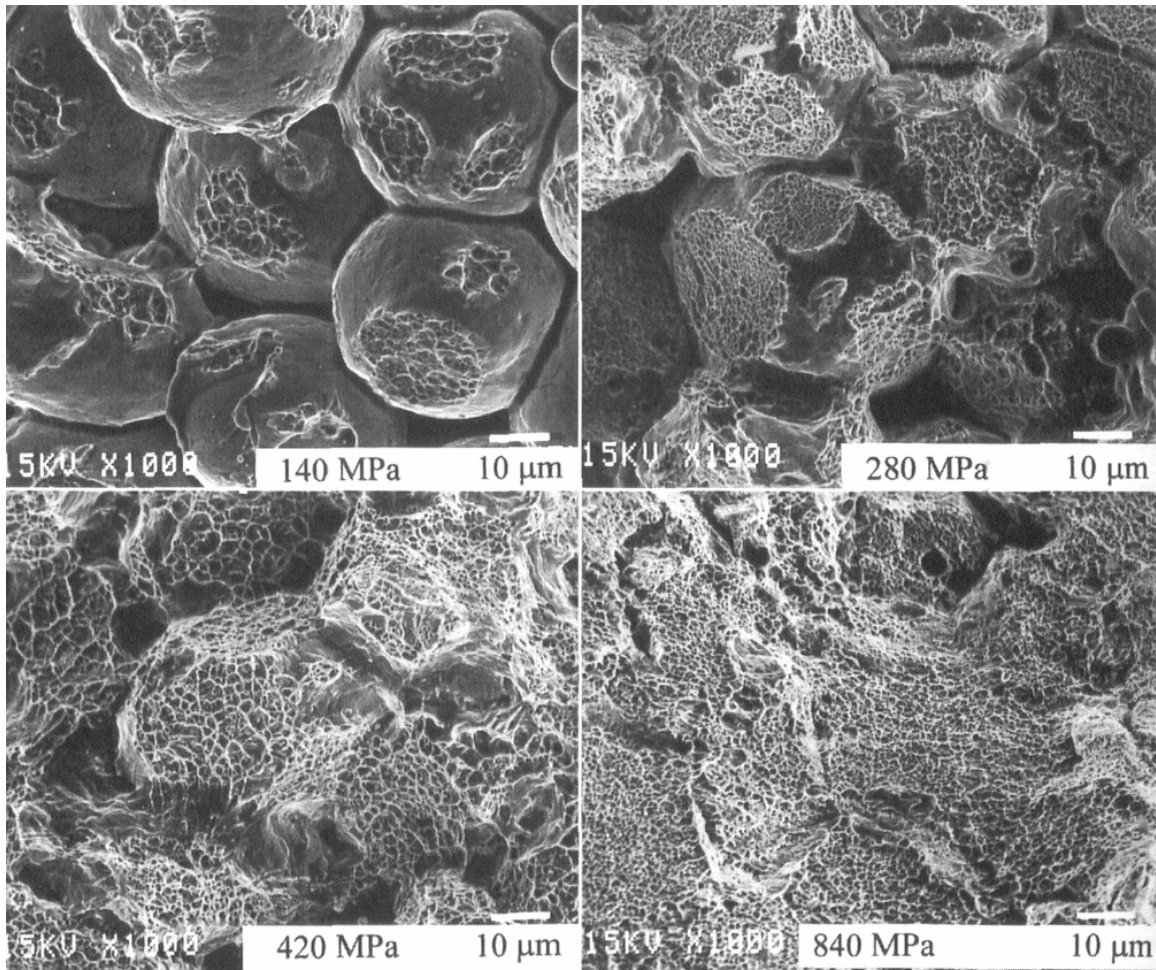


Figure 1.5 Faciès de rupture en traction de spécimens d'acier élaboré par métallurgie des poudres et forgés à différentes contraintes (Hendrickson, Machmeier & Smith, 2000).

Fleck et al. (Fleck1981B) démontrent que l'état de contrainte en tête de fissure est principalement un état de contrainte plane plutôt que de déformation plane en mesurant la ténacité à la rupture d'un acier de type Fe-1.5Cu-1.75Ni-0.5Mo-0.5C. Des essais de flexion trois points pour différentes épaisseurs d'échantillons ont été effectués pour mesurer le  $K_{IC}$  de l'alliage d'une densité de  $6.8 \text{ g/cm}^3$ . Selon la norme ASTM E399-78, l'épaisseur minimale requise pour être en état de déformation plane est fonction de l'équation suivante :

$$b \geq 2.5 \left( \frac{K_c}{R_e} \right)^2 \quad (1.5)$$



Ce critère est respecté pour une épaisseur de 16 mm pour le matériau utilisé. La figure 1.6 montre que la ténacité à la rupture ne varie pas en fonction de l'épaisseur de l'échantillon et qu'il n'y a pas de transition entre un état de contrainte plane à un état de déformation plane. Les auteurs concluent qu'indépendamment de l'épaisseur de l'échantillon, l'état de contrainte en tête de fissure est un état de contrainte plane. Il faut tout de même ajouter ici que la densité de l'échantillon est faible ( $< 7.0 \text{ g/cm}^3$ ) et donc que la taille des ponts de frittage est petite. Ce même type d'essai à des densités plus élevées pourrait donner des résultats différents.

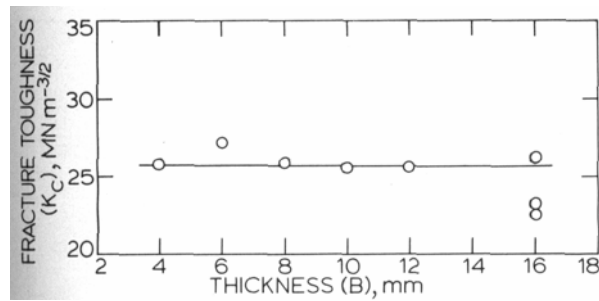


Figure 1.6 Facteur d'intensité de contrainte en fonction de l'épaisseur d'un spécimen de flexion 3-points (Fleck & Smith, 1981B)

### 1.1.4 Relations de l'influence de la porosité

Il existe des relations semi-empiriques décrivant l'influence de la porosité sur la résistance à la traction. Deux relations semi-empiriques sont présentées à la figure 1.7 et sont comparées à des données expérimentales. La relation de Eudier suppose une distribution régulière de pores isolés. Cette relation est principalement utilisée dans le domaine des céramiques et est décrite selon l'équation suivante :

$$\frac{R_m}{R_{m0}} = \left(1 - 1.21P^{2/3}\right) \quad (1.6)$$

L'hypothèse de Eudier est valide pour de faibles niveaux de porosité ( $\leq 5\%$ ), mais ne peut être utilisée pour des niveaux de porosité généralement rencontrés dans les aciers élaborés par métallurgie des poudres. La relation semi-empirique de Salak présente de meilleurs résultats et ce, pour des niveaux de porosité jusqu'à peu près 12%. Cette relation est décrite ici :

$$\frac{R_m}{R_{m0}} = e^{-kP} \quad (1.7)$$

Il existe des relations plus complexes qui permettent de tenir compte de la morphologie, de la taille et de la distribution des pores, tel que (German, 1994) :

$$\frac{R_m}{R_{m0}} = A_1 (1 - A_2 P^{2/3}) \quad (1.8)$$

où  $A_1$  et  $A_2$  sont des variables qui dépendent de la microstructure.

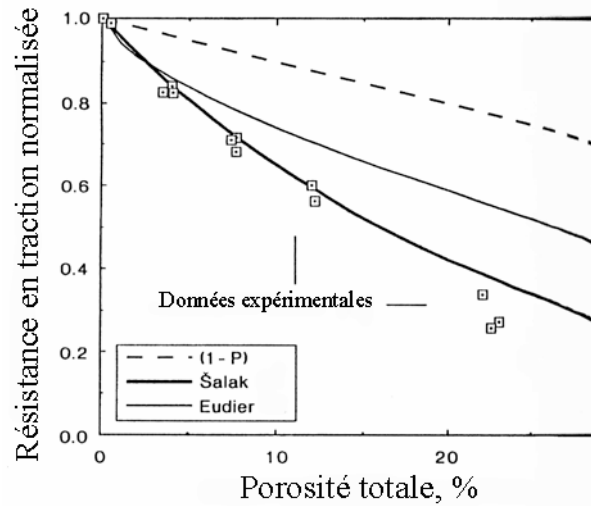


Figure 1.7 Comparaison des relations empiriques décrivant l'influence de la porosité sur la résistance à la traction (Danninger, Spoljaric & Weiss, 1997).

Un des problèmes de l'utilisation de ce type de modèle est la connaissance de  $R_{m0}$ . Bien que dans certains cas la connaissance de la composition et de la microstructure de l'acier élaboré par métallurgie des poudres permet de le relier à un acier corroyé équivalent, dont la résistance mécanique est connue, dans la plupart des cas,  $R_{m0}$  est inconnu. En effet, en général la composition et la microstructure d'un acier de la métallurgie des poudres ne peuvent être comparées à aucun acier corroyé. De plus, comme présentée dans le dernier modèle (eq.1.8), la connaissance de la morphologie, de la taille et de la distribution des pores est nécessaire. Cependant, l'obtention de ces informations est souvent plus laborieuse et imprécise qu'effectuer des essais de traction afin de déterminer la résistance mécanique.

### 1.1.5 Influence de la taille des pores

Dans l'étude de Lindqvist (1989), l'influence de la taille des pores sur la résistance mécanique a été étudiée pour un alliage de type Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5C. Afin d'isoler l'influence de la taille des pores, trois mélanges de poudres de base ayant une granulométrie différente ont été pressés à la même densité,  $7.1 \text{ g/cm}^3$ . À titre de comparaison un mélange d'une granulométrie standard (100 mesh) d'une densité de  $6.8 \text{ g/cm}^3$  a aussi été étudié. Le tableau 1.1 présente pour chacun des mélanges étudiés la taille des tamis utilisés et la taille maximale des particules correspondant à ces tamis. La limite d'élasticité et la résistance à la traction des mélanges sont aussi indiquées. De plus, la figure 1.8 présente la distribution de la taille des pores des pièces de  $7.1 \text{ g/cm}^3$  de densité.

Tableau 1.1 Influence de la taille des particules sur la résistance mécanique (Lindqvist, 1989)

# tamis	Tailles maximales des particules ( $\mu\text{m}$ )	Densité ( $\text{g/cm}^3$ )	$R_e$ (MPa)	$R_m$ (MPa)
40 mesh	425	7.1	232	411
100 mesh	150	7.1	417	723
300 mesh	53	7.1	492	776
100 mesh	150	6.8	366	587

Les résultats de ces essais sont très clairs et mettent en doute les conclusions qui identifient la diminution de la section effective comme l'effet dominant de la porosité sur la résistance mécanique. En effet, la présence de gros pores ( $>100\mu\text{m}$ ) a un effet beaucoup plus dommageable (diminution d'à peu près 45%) sur les propriétés mécaniques qu'une diminution de la densité de  $0.3 \text{ g/cm}^3$  (moins de 20%). De plus, la diminution de la taille des pores comparativement à la référence (100 mesh) a un effet plus important sur la limite d'élasticité que sur la résistance à la traction. En effet une augmentation de 18% de  $R_e$  et de 7% de  $R_m$  est respectivement observée lors de l'utilisation de particules plus fines. La limite d'élasticité étant plus sensible à la concentration de contrainte que la résistance à la traction, ceci montre un effet de la concentration

de contraintes associées aux pores sur les propriétés mécaniques et ce à relativement basse densité.

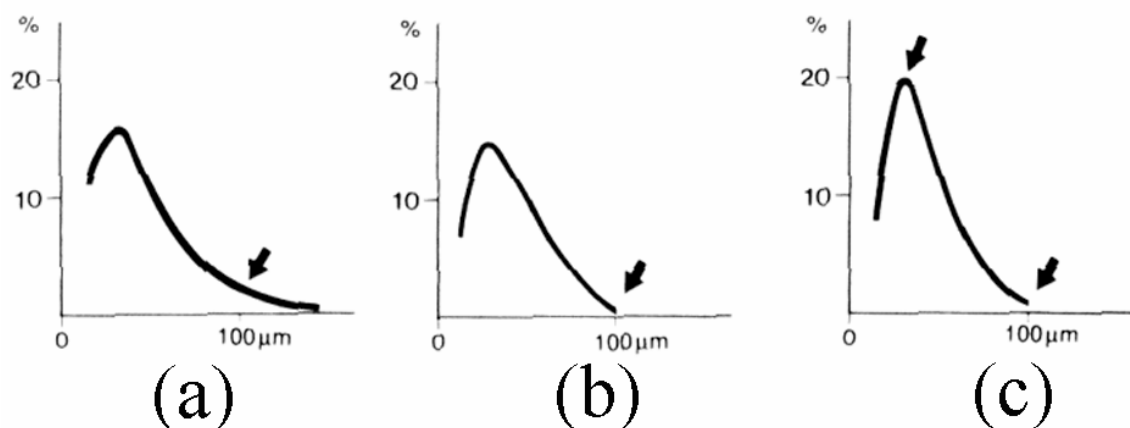


Figure 1.8 Distribution de la taille des pores pour des tailles maximales de particules de (a) 425  $\mu\text{m}$ , (b) 150  $\mu\text{m}$  et (c) 53  $\mu\text{m}$  (Lindqvist1989).

### 1.1.6 Modification de la porosité

Devant l'importance de la porosité sur les propriétés mécaniques, différents auteurs ont étudié l'influence des procédés permettant l'obtention de plus haute densité pour des applications de haute performance. Sager, Stephens & Prucher (1998) ont étudié l'effet du double pressage/double frittage (DPDF) ainsi que le frittage à plus haute température sur les propriétés mécaniques. Le tableau 2 présente les propriétés en traction en fonction du procédé pour un acier Fe-0.5C-0.85Mo-0.12Ni-0.13Mg-0.09Cu de haute performance possédant une microstructure de martensite revenue. De plus, afin de relier le procédé d'élaboration aux propriétés mécaniques une analyse quantitative de la porosité a aussi été effectuée. La taille moyenne des pores ainsi que le pourcentage de pores ayant une morphologie à peu près sphérique,  $F$  entre 0.8 et 1.0 (voir eq. 1.2) sont ajoutés au tableau 1.2.

Tableau 1.2 Influence du procédé sur la porosité et sur les propriétés mécaniques d'un acier Fe-0.5C-0.85Mo-0.12Ni-0.13Mg-0.09Cu (Sager, Stephens & Prucher, 1998)

Procédé	Température de frittage (°C)	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Re (MPa)	Rm (MPa)	Taille moyenne de pores (µm)	Fraction de pores % (sphéricité ≥ 0.8)
Standard	1120	7.0	1013	1092	10	35
DPDF	1120	7.4	1440	1810	8	52
DPDF	1315	7.4	1462	1940	8	55

Les auteurs de l'étude en tirent deux conclusions importantes. Premièrement, que l'augmentation de la densité est le facteur le plus important dans l'obtention de propriétés élevées. L'augmentation de la densité de 0.4g/cm<sup>3</sup> entraîne une augmentation de 42% et de 66% de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction, respectivement. Deuxièmement, l'utilisation d'une plus haute température de frittage n'augmente peu ou pas la limite d'élasticité mais augmente de près de 7% la limite à la rupture. Les auteurs relient cette augmentation à la modification de la morphologie de la porosité. D'un autre côté Danninger *et al.*(1997) montrent que l'augmentation de la température de frittage augmente le rapport de la taille des ponts de frittage sur la taille des particules. Ceci pourrait aussi expliquer l'augmentation des propriétés car comme présenté précédemment la rupture se produit par coalescence des microcavités dans les ponts (Sager, Stephens & Prucher, 1998).

L'analyse fractographique des échantillons de traction, figure 1.9, montre bien la rupture de type ductile des ponts et ce pour les deux niveaux de densités. De plus, bien que microscopiquement la rupture est de type ductile, Sager *et al.* (1998) observent macroscopiquement une rupture de type fragile avec très peu ou pas de signe de plasticité et ce malgré l'augmentation de la densité et de la température de frittage. Une autre observation intéressante dans l'étude de Sager *et al.* (1998) est que le nombre de cupules est plus faible pour les matériaux moins denses. Ils attribuent cette observation simplement à l'augmentation du nombre de pores. Cependant, comme le montre la figure 1.9, non seulement il y a moins de cupules mais ces cupules sont aussi plus grosses. Ceci pourrait être expliqué par la plus petite taille des ponts, ce qui favorise un état de contrainte plane. En effet, l'état de contrainte plane favorise la croissance des microcavités au détriment de la

coalescence de petites cupules. (Wilsdorf, 1983). Cette analyse pourrait être renforcée par la mesure de la taille des cupules en fonction de la densité et de la taille des ponts de frittage.

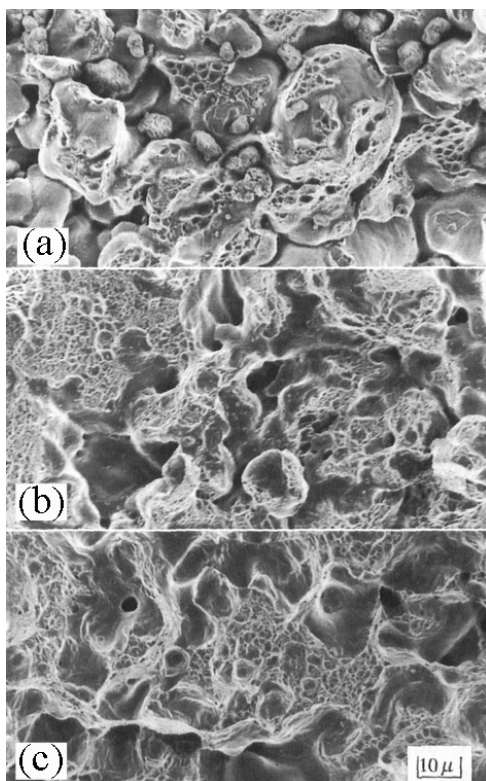


Figure 1.9 Faciès de rupture ductile d'un acier Fe-0.5C-0.85Mo-0.12Ni-0.13Mg-0.09Cu pour des échantillons de traction de (a) densité de  $7.0\text{g/cm}^3$ , (b) densité de  $7.4\text{g/cm}^3$  et (c) densité de  $7.4\text{g/cm}^3$  frittés à haute température (Sager, Stephens & Prucher, 1998).

## 1.2 Influence de la microstructure

Cette section est divisée en cinq parties et vise à couvrir l'influence des différentes caractéristiques microstructurales sur les propriétés mécaniques d'aciers élaborés par métallurgie des poudres. Tout comme pour les aciers corroyés, les propriétés mécaniques des aciers élaborés par métallurgie des poudres sont fortement influencées par la composition de l'acier et par les traitements thermiques. En effet, ces deux paramètres dicteront la microstructure de l'acier et donc ses propriétés mécaniques et seront couverts dans les deux premières sections.

Dans les conditions standard de frittage des aciers élaborés par métallurgie des poudres ( $1120^\circ\text{C}$  pendant 30 minutes), la diffusion, qui se fait généralement à l'état solide, ne permet pas une

homogénéisation complète des éléments d'alliages ajoutés dans le mélange. Ainsi, les études qui se sont penchées sur l'impact d'une température plus élevée de frittage sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques seront présentées.

Les aciers utilisés dans les applications de haute performance se distinguent par une microstructure très complexe. En effet, la composition et les traitements thermiques de ces alliages entraînent une microstructure pouvant inclure pratiquement tous les constituants microstructuraux que l'on retrouve chez les aciers et ce dans une même pièce. L'influence sur les mécanismes de fissuration des différents constituants microstructuraux ainsi que les interactions entre eux et avec la porosité doivent donc être comprises et seront discutées.

La présence d'inclusions non-métalliques dans la microstructure d'aciers élaborés par métallurgie des poudres est fréquente et dans certains cas intentionnelle. Afin d'améliorer l'usinabilité des aciers poreux, différents additifs non-métalliques peuvent être alliés à même la poudre de base (pré-allié) ou ajoutés aux mélanges de poudres. La présence d'inclusions non-métalliques dans la microstructure et leur impact sur les propriétés sera finalement décrite.

### **1.2.1 Influence de la composition**

Outre la présence de porosité, un facteur qui distingue les aciers corroyés des aciers issus de la métallurgie des poudres est la distribution hétérogène des éléments d'alliages à travers la pièce d'acier. En effet, à part certains éléments d'alliages qui sont ajoutés à même le bain liquide (éléments pré-alliés) et qui entrent donc dans la composition de la poudre de base, la plupart des éléments d'alliages sont ajoutés individuellement sous forme de poudre. Les éléments d'alliage sont généralement ajoutés au lieu d'être pré-alliés afin d'éviter une diminution de la compressibilité de la poudre de base. Lorsqu'ils sont ajoutés, la cinétique de réaction lors du frittage ne permet pas toujours une diffusion complète des éléments d'alliages, créant ainsi des régions riches en éléments d'alliages affectant localement la microstructure.

Les éléments d'alliages qui sont fréquemment utilisés dans les aciers de la métallurgie des poudres sont le carbone, le cuivre, le nickel et le molybdène. Le taux de carbone des aciers est obtenu par l'ajout de graphite à la poudre de base. La poudre de base ne contient généralement pas de carbone qui se retrouverait en solution solide interstitielle nuisant fortement à la compressibilité. L'ajout du cuivre est très répandu afin de profiter de la formation d'une phase

liquide à la température standard de frittage (1120°C). Cette phase liquide favorise la diffusion du cuivre et améliore la qualité des ponts de frittage. Le nickel améliore la résistance des aciers mais sa faible vitesse de diffusion lors du frittage et le fait qu'il est un élément gammagène entraînent la formation de régions molles d'austénite riche en nickel, et ce même s'il est ajouté en relativement faible quantité ( $\leq 2\%Ni$ ) (Polasik, Williams & Chawla, 2002; Bernier, Boilard, Bailon & L'Espérance, 2005; Saritas, Causton, James & Lawlay, 2005; Gething, Heaney, Koss & Mueller, 2005). Le molybdène est par contre préallié étant donné à sa très faible vitesse de diffusion et surtout parce qu'il n'affecte que très peu la compressibilité de la poudre de base. Finalement, tous ces éléments améliorent, à différents degrés, la trempabilité de l'acier, favorisant la formation de constituants microstructuraux durs lors d'un refroidissement accéléré (Julien & L'Espérance, 1999; Duchesne, L'Espérance & de Rege, 2000; Bernier, Boilard, Bailon & L'Espérance 2005).

L'influence individuelle de chacun de ces éléments d'alliage sur les propriétés mécaniques sera analysée plus en profondeur dans les sections suivantes.

#### **1.2.1.1 Carbone**

Le graphite est ajouté à la poudre de base afin d'atteindre la teneur en carbone désirée après frittage. La poudre de base ne contient généralement pas de carbone qui se retrouverait en solution solide interstitielle augmentant la dureté et la résistance et par le fait même nuisant fortement à la compressibilité. La figure 1.10 présente l'effet de différents éléments d'alliage sur la compressibilité lorsque ces éléments sont pré-alliés (King, Patel, Shah, Falleur & Wewers, 2006). Il est facile de comprendre que pour des concentrations au-dessus de 0.2% C, l'effet de cet élément d'alliage sur la compressibilité serait désastreux. C'est pourquoi, la teneur en carbone typique de la poudre de base est inférieure à 0.05%



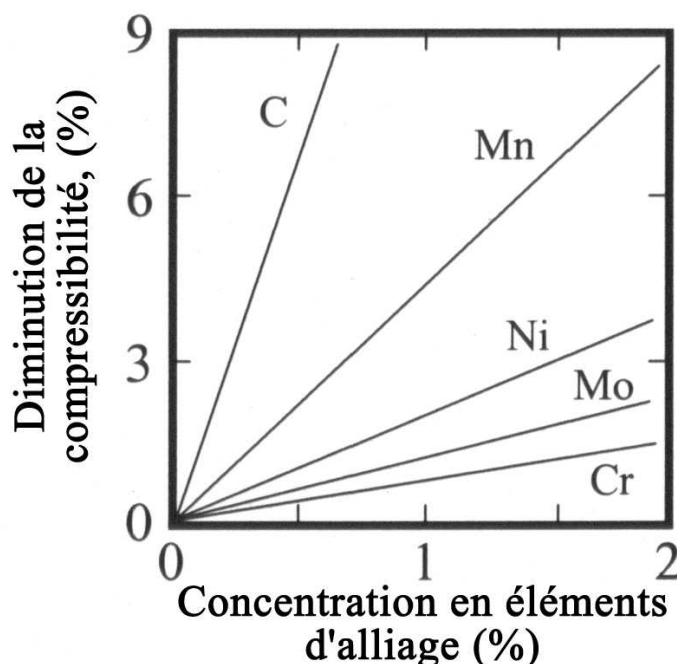


Figure 1.10 Effet de divers éléments d'alliage pré-alliés sur la compressibilité (King, Patel, Shah, Falleur & Wewers, 2006).

Durant le frittage, le carbone diffuse complètement dans la poudre de base, permettant d'atteindre une teneur en carbone homogène à travers la pièce (German, Messing & Cornwall, 1996). Ainsi, on peut considérer que l'effet du carbone sur les aciers en métallurgie des poudres sera essentiellement le même que pour les aciers corroyés. La figure 1.11 présente l'effet de la composition en carbone sur la résistance à la traction des aciers corroyés pour des teneurs que l'on retrouve généralement en métallurgie des poudres, soit entre 0.1 et 0.9 %C. Une composition en carbone plus élevée pour les aciers augmente de façon linéaire la résistance à la traction en augmentant la présence de perlite au détriment de la ferrite.

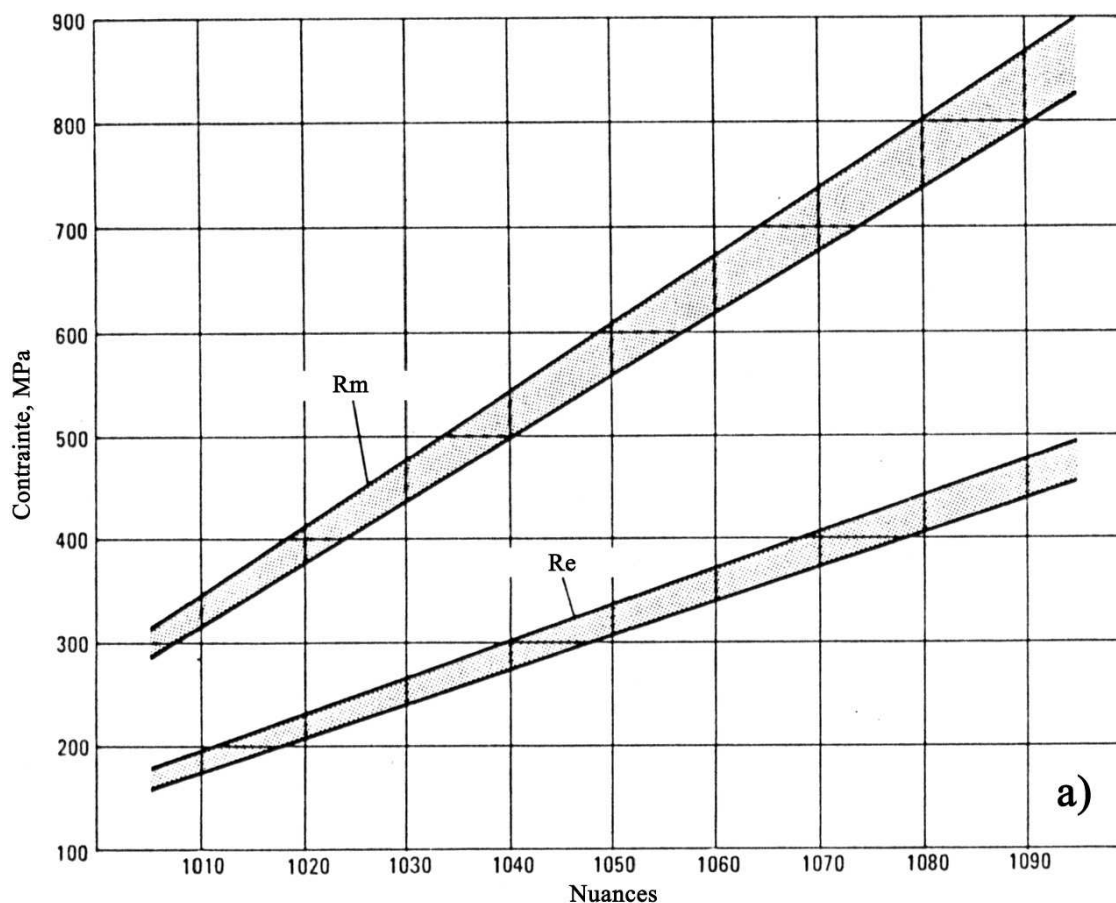


Figure 1.11 Influence du taux de carbone sur les propriétés en traction d'aciers corroyés (D'après ASM International, 1998).

Habibi, Janghorban, Khorsand, Yoozbashizade & Jahromi (2002) ont étudié l'effet du taux de carbone pour un acier Fe-0.5Mo-1.5Cu-1.75Ni à deux densités. Le tableau 1.3 présente résistance à la traction et la dureté apparente pour deux taux de carbone. La microstructure est décrite en ordre décroissant des constituants microstructuraux. L'augmentation du taux de carbone, qui occasionne le passage d'une microstructure ayant une matrice ferritique contenant de la perlite à une microstructure à matrice perlitique avec de la ferrite, entraîne une augmentation de 20% de la résistance à la traction. D'un autre côté, à partir de la figure 1.11, l'augmentation du taux de carbone de 0.2% à 0.5% entraîne une augmentation de 50% de  $R_m$  pour les aciers corroyés. Ceci indique que la présence de porosité diminue l'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques des aciers de la métallurgie des poudres.

Tableau 1.3 Influence du taux de carbone sur la résistance à la traction d'un acier Fe-0.5Mo-1.5Cu-1.75Ni (Habibi, Janghorban, Khorsand, Yoozbashizade & Jahromi, 2002)

Alliage	Microstructure	R <sub>m</sub> (MPa)		Dureté apparente (HV)	
		$\rho = 6.7$ g/cm <sup>3</sup>	$\rho = 7.0$ g/cm <sup>3</sup>	$\rho = 6.7$ g/cm <sup>3</sup>	$\rho = 7.0$ g/cm <sup>3</sup>
Fe-0.5Mo-1.5Cu-1.75Ni-0.2C	Ferrite + Perlite	400	475	110	135
Fe-0.5Mo-1.5Cu-1.75Ni-0.5C	Perlite + Ferrite	495	560	175	195

### 1.2.1.2 Cuivre

Le cuivre est ajouté à la poudre de base afin d'augmenter la résistance à la traction, la dureté apparente et la résistance à l'usure (ASM International, 1998). Le cuivre possède un point de fusion de 1082°C, formant une phase liquide durant un frittage standard (1120°C). Lors de la diffusion de la phase liquide à travers la poudre de base, le cuivre laisse derrière lui des pores à l'emplacement des particules initiales. La taille des particules de cuivre est typiquement de 50  $\mu\text{m}$  ce qui est considérablement plus grossier que les particules de nickel (8  $\mu\text{m}$ ). La différence de taille des particules ainsi que la formation d'une phase liquide mènent à des structures de pores différentes pour les aciers au cuivre comparativement aux aciers au nickel. La figure 1.12 compare le nombre de pores ainsi que leur morphologie (facteur de forme,  $F$ ) pour un alliage Fe-2Cu-0.8C et un Fe-2Ni-0.8C pour une même densité. Cette figure montre qu'il y a moins de pores pour l'acier au cuivre, ces pores sont donc plus gros. D'un autre côté, l'acier au cuivre présente une morphologie de pores plus régulière (arrondie).

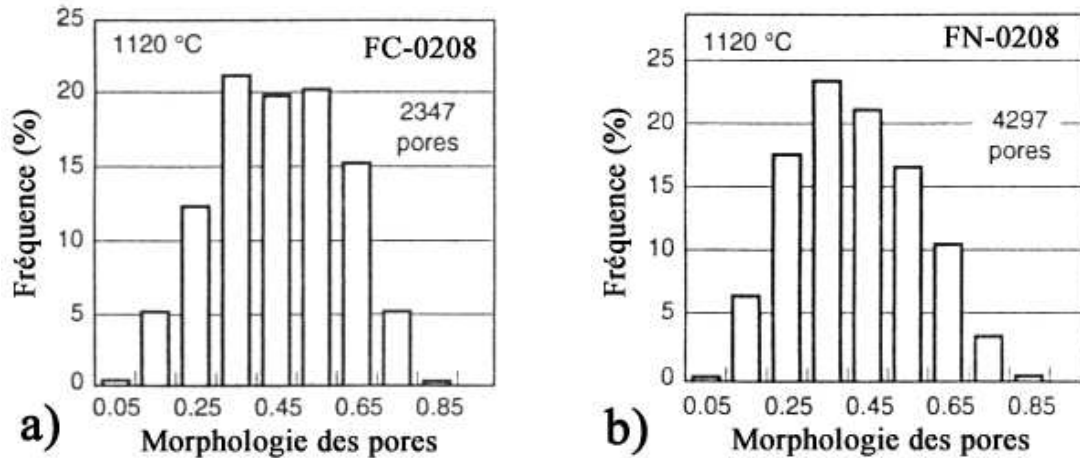


Figure 1.12 Quantité et morphologie des pores pour un acier (a) Fe-2Cu-0.8C et (b) Fe-2Ni-0.8C (D'après ASM International, 1998).

Pour les aciers au cuivre ayant une composition de 2% Cu, tout le cuivre se retrouve généralement en solution solide. Pour des teneurs supérieures, le cuivre précipitera à partir de la solution solide (German, 1994). La figure 1.13 illustre la résistance en flexion pour les aciers au cuivre en fonction de la concentration en cuivre et en carbone. La résistance maximale est atteinte pour une composition de 5%Cu et de 1%C.

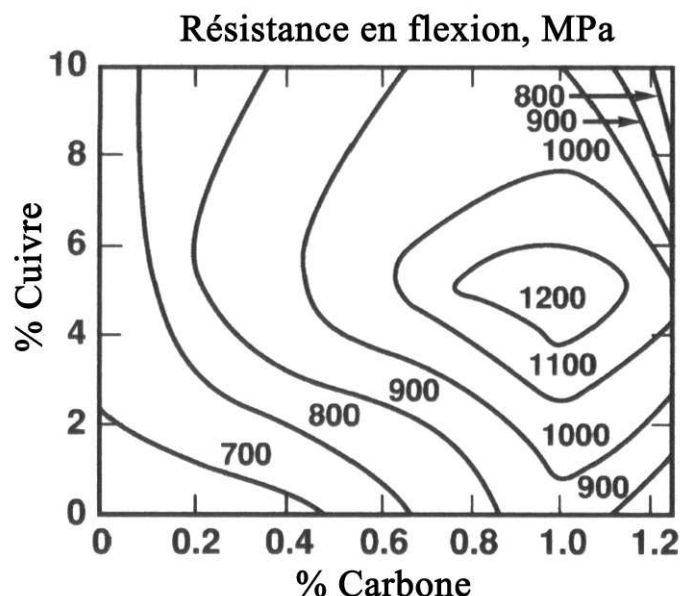


Figure 1.13 Résistance en flexion en fonction de la concentration en cuivre et en carbone  
(German, 1994).

### 1.2.1.3 Molybdène

Le molybdène est un des rares éléments d'alliages qui est pré-allié au lieu d'être ajouté. En effet, il n'a que peu d'impact sur la compressibilité lorsqu'il est pré-allié (voir fig. 1.10). De plus, la faible vitesse de diffusion du molybdène dans l'austénite n'entraînerait qu'une diffusion partielle de cet élément durant un frittage standard (King, Patel, Shah, Falleur & Wewers, 2006). Le molybdène est aussi reconnu comme un élément d'alliage utile en métallurgie des poudres parce qu'il améliore la trempabilité même à des concentrations modestes. La figure 1.14 présente l'effet de la concentration de différents éléments d'alliages sur le facteur de trempabilité. Le molybdène possède de loin une plus grande contribution sur la trempabilité que les autres éléments d'alliage utilisés en métallurgie des poudres (de Retana & Doane 1971). De plus, la synergie qui existe entre le molybdène et le nickel est intéressante. En présence de concentration de nickel supérieure à 0.75% (Mo\*) le molybdène présente un facteur de trempabilité supérieur d'à peu près 25% comparativement à son utilisation sans nickel. Cette synergie unique entre ces deux éléments est abondamment exploitée en métallurgie des poudres pour les nuances d'aciers alliés et surtout les aciers autotrempants. Bien qu'il y ait déjà existé des alliages contenant des concentrations en molybdène supérieures à 1.5%, la tendance récente de l'industrie est plutôt de maintenir les

concentrations en molybdène inférieures à 1.0%, principalement à cause de la grande volatilité du prix du molybdène ces dernières années (King, Patel, Shah, Falleur & Wewers, 2006; Infomine.com, 2009).

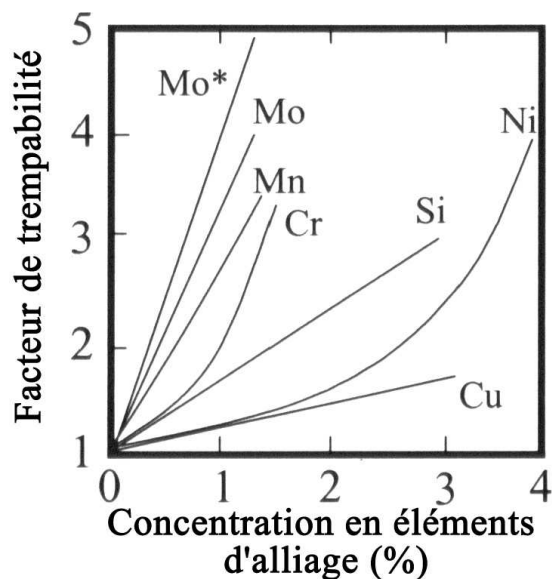


Figure 1.14 Influence de différents éléments d'alliage sur la trempabilité (D'après King, Patel, Shah, Falleur & Wewers, 2006).

Une étude de King *et al.* (2006) a été effectuée sur l'influence de la teneur en molybdène pré-allié sur les propriétés mécaniques. Le tableau 1.4 présente la liste des mélanges utilisés dans cette étude. Le mélange 4 contient uniquement du nickel et permet de comparer l'effet sur la trempabilité de ces deux éléments fréquemment utilisés. Les mélanges ont été pressés à trois densités différentes soit : 6.8, 7.0 et 7.2 g/cm<sup>3</sup>, et ont subi un frittage standard.

Tableau 1.4 Composition des mélanges portant sur l'influence de la concentration en molybdène sur les propriétés mécaniques (King, Patel, Shah, Falleur & Wewers, 2006)

Mélanges	Éléments d'alliages (%)		
	Mo (préallié)	Ni (ajouté)	C (après frittage)
1	0.8	2	0.6
2	0.3	2	0.6
3	0.3	0	0.6
4	0	2	0.6

La figure 1.15 présente la limite d'élasticité et la résistance à la traction pour les 4 mélanges étudiés. Lorsque les mélanges 1 et 2 sont comparés, l'amélioration des propriétés mécaniques due à l'augmentation de la concentration en molybdène de 0.3% à 0.8% est très marquée. Par contre, lorsque les mélanges 2 et 4 sont comparés, l'effet d'une addition de 0.3%Mo est beaucoup moins important. Finalement, l'ajout de 2%Ni (mélange 2 vs mélange 3) améliore les propriétés de façon moins spectaculaire que l'ajout de 0.5%Mo (mélange 1 vs mélange 2), particulièrement pour la limite d'élasticité.

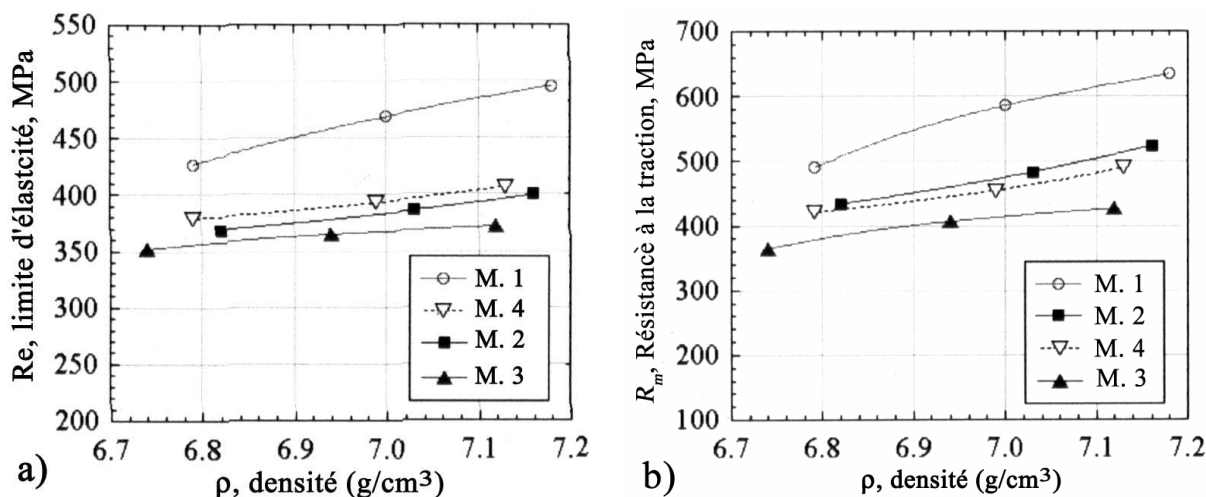


Figure 1.15 Influence de la concentration en molybdène sur a) la limite d'élasticité et b) la résistance à la traction (King, Patel, Shah, Falleur & Wewers, 2006).

#### 1.2.1.4 Nickel

L'influence du taux de nickel ajouté a été étudiée par Gething *et al.* (2005) dans des conditions que l'on retrouve pour des pièces de hautes performances (haute densité, haute dureté et frittage à haute température). Les alliages étudiés sont de la série Fe – x Ni – 0.85 Mo – 0.4 C où x vaut 2, 4 et 6% pds. Les éprouvettes ont subi le procédé de double pressage/double frittage (DPDF) afin d'augmenter la densité. Les éprouvettes ont été pressées initialement à 550 MPa et pré-frittées à 750°C pendant 30 minutes. Elles ont été pressées une seconde fois à 825 MPa puis frittées à haute température (1288°C) pendant une heure afin d'obtenir une densité finale de 7.5 g/cm<sup>3</sup>.

La fraction de la porosité est présentée au tableau 1.5 pour les trois alliages frittés. L'ajout de nickel engendre des effets multiples et contradictoires sur la présence de la porosité : d'une part il nuit à la compressibilité (même s'il est ajouté et non pré-allié) diminuant ainsi la densité à vert. D'autre part, il augmente la densification lors du frittage. Finalement, c'est l'alliage ayant une concentration intermédiaire en nickel (4%) qui représente le meilleur compromis, ayant le pourcentage de porosité finale le plus faible (3.24%).



Tableau 1.5 Pourcentage de porosité à vert et après double pressage/double frittage pour les alliages (Fe – xNi) (Gething, Heaney, Koss & Mueller, 2005)

Alliages	Porosité à vert (%)	Porosité après DPDF (%)
Fe + 2 Ni + 0.85 Mo +0.4 C	10.62 ± 0.05	3.57 ± 0.01
Fe + 4 Ni + 0.85 Mo +0.4 C	10.93 ± 0.06	3.24 ± 0.02
Fe + 6 Ni + 0.85 Mo +0.4 C	11.62 ± 0.05	3.79 ± 0.02

L'effet du taux de nickel sur la dureté apparente et la résistance en traction, pour les éprouvettes frittées est présenté au tableau 1.6. La résistance à la traction augmente de 642 à 943 MPa et la dureté apparente de 81 à 108 HRB lorsque la concentration en nickel passe de 2% à 6%. L'augmentation des propriétés avec l'augmentation de la teneur en nickel est expliquée par la modification des constituants microstructuraux des alliages.

Tableau 1.6 Propriétés mécaniques des alliages de la série (Fe –xNi – 0.85Mo – 0.4C) (Gething, Heaney, Koss & Mueller, 2005)

Alliages	Dureté apparente (HRB)	$R_m$ (MPa)
Fe + 2 Ni + 0.85 Mo +0.4 C	81	642
Fe + 4 Ni + 0.85 Mo +0.4 C	99	760
Fe + 6 Ni + 0.85 Mo +0.4 C	108	943

Les microstructures pour les trois compositions sont présentées à la figure 1.16. La microstructure 1.16a) contenant 2% Ni est principalement composée de bainite supérieure (209HV). Les microstructures pour les compositions de 4% et 6% nickel (fig. 1.15b) et 1.15c)) sont similaires et sont composées de bainite supérieure (248HV) et inférieure (370HV) et de martensite (575HV). Ces trois constituants sont distribués aléatoirement. De plus, ces deux dernières compositions contiennent des zones molles (180HV) d'austénite riche en nickel qui se retrouvent principalement autour des particules initiales de poudres de fer. Ces régions contiennent une plus grande proportion de pores issus de la dissolution des particules de nickel dans la matrice de fer. Les constituants durs, martensite et bainite inférieure, sont plus présents dans l'alliage à 6% Ni que dans l'alliage à 4%Ni. Ainsi, l'augmentation de la teneur en nickel de

2% à 6% augmente la présence de constituants microstructuraux durs et entraîne une augmentation de  $R_m$  de 50%.

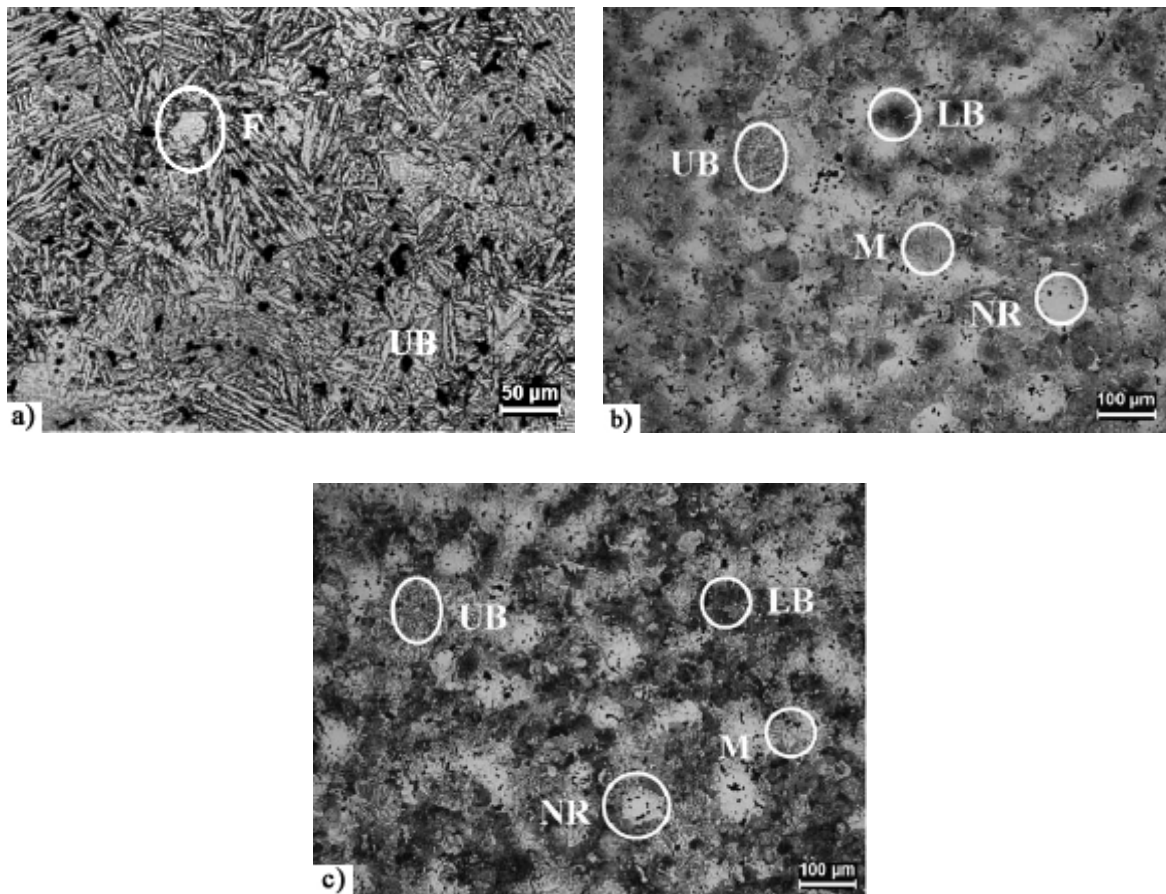


Figure 1.16 Microstructure de l'alliage Fe – xNi – 0.85 Mo – 4C contenant a) 2% Ni b) 4% Ni et c) 6% Ni. Les légendes désignent les constituants suivants : (F) ferrite, (UB) bainite supérieure, (LB) bainite inférieure, (M) martensite et (NR) Austénite riche en nickel. (Gething, Heaney, Koss & Mueller, 2005).

### 1.2.2 Influence des traitements thermiques

Saritas et al. (2002) ont étudié l'effet de deux types de traitements thermiques sur les propriétés mécaniques de deux alliages différents. Le premier traitement thermique, appelé autotrempe, consiste en un refroidissement rapide par jet de gaz directement après le frittage. En général, un taux de refroidissement supérieur à 1°C/s dans la gamme de température de 550-350°C, est obtenu pour ce type de traitement thermique. Le deuxième traitement thermique étudié consiste en une austénitisation à 900°C suivi d'une trempe à l'huile. Dans les deux cas, un revenu d'une

heure à 190°C a été effectué. Le tableau 1.7 décrit les deux alliages étudiés et présente leurs propriétés mécaniques selon le type de traitement effectué et les compare à l'état tel que fritté. Dans cette étude, le molybdène est pré-allié tandis que le cuivre et le nickel sont ajoutés. Les constituants microstructuraux des alliages sont résumés dans la dernière colonne du tableau et sont aussi présentés à la figure 1.17. Les constituants sont présentés en ordre décroissant selon leur fraction volumique.

Tableau 1.7 Influence du traitement thermique sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Fe-2Cu-0.8Mo-0.5C et Fe-2Ni-0.8Mo-0.5C (Saritas, Causton, James & Lawley, 2002)

Alliages	Traitements thermiques	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	$R_m$ (MPa)	Microstructure
Fe-2Cu- 0.8Mo-0.5C	Fritté	7.28	788	Perlite
	Autotrempé + Revenu	7.33	822	Perlite+Bainite
	Trempe + Revenu	7.33	1432	Martensite
Fe-2Ni- 0.8Mo-0.5C	Fritté	7.44	826	Perlite + Austénite
	Autotrempé + Revenu	7.39	982	Perlite + Bainite + Austénite
	Trempe + Revenu	7.39	1644	Martensite + Austénite

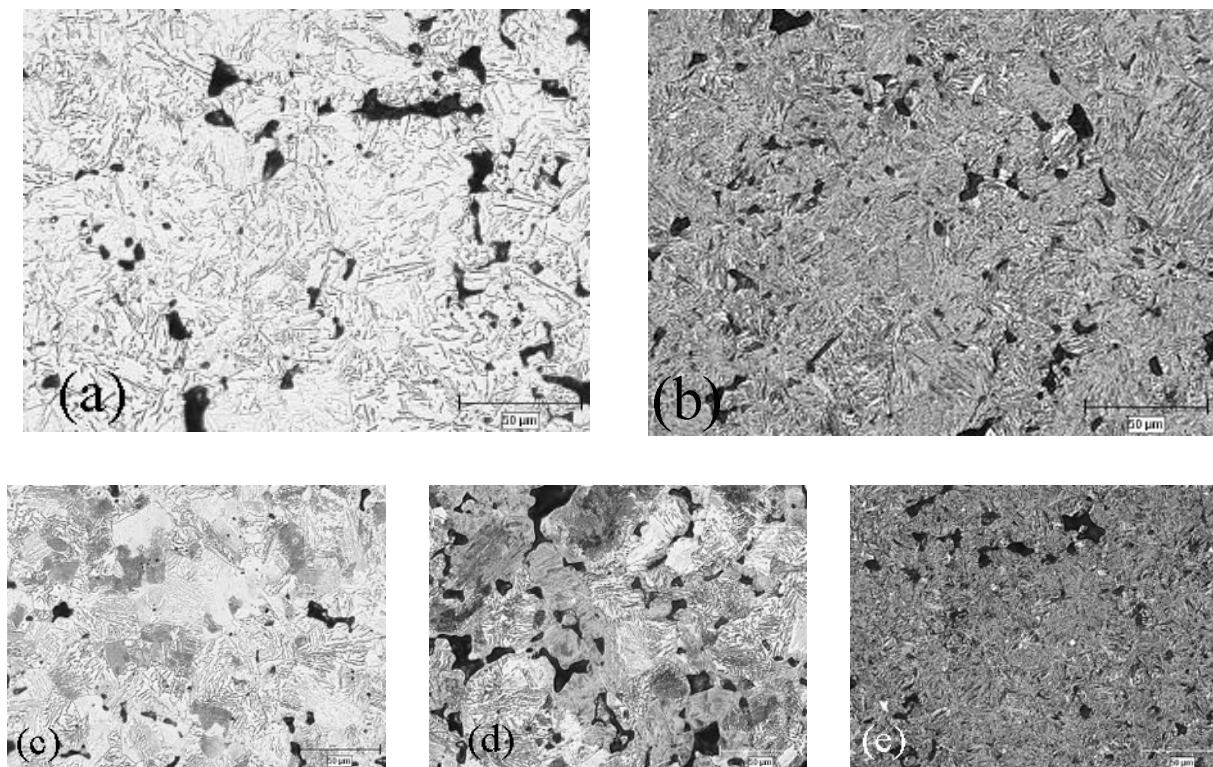


Figure 1.17 Microstructure de l'alliage Fe-2Cu-0.8Mo-0.5C (a) tel que fritté et (b) trempé et de l'alliage Fe-2Ni-0.8Mo-0.5C (c) tel que fritté, (d) autotrempé et (e) trempé (Saritas, Causton, James & Lawley, 2002).

Les résultats montrent que le traitement thermique d'autotrempe augmente les propriétés mécaniques mais ne permet pas d'atteindre le même niveau de résistance que le traitement de trempe à l'huile. En effet, la microstructure et donc les propriétés mécaniques après le traitement d'autotrempe se rapprochent beaucoup plus de celle de l'état tel que fritté que de l'état trempé. Le traitement d'autotrempe est plus efficace pour l'alliage au nickel que pour l'alliage au cuivre avec une augmentation de  $R_m$  de 19% et de 4% respectivement. Ceci est expliqué par une plus grande amélioration de la trempabilité par le nickel que par le cuivre. Ces résultats montrent clairement l'importance d'obtenir une microstructure majoritairement martensitique afin d'atteindre de hautes propriétés mécaniques. La résistance à la traction a pratiquement doublé (82% pour l'alliage au cuivre et 99% pour l'alliage au nickel) lors du passage d'une microstructure perlitique à martensitique.

Différents auteurs ont également étudié l'effet d'une trempe à l'huile sur les propriétés en traction (Habibi, Janghorban, Khorsand, Yoozbashizade & Jahromi, 2002; Saritas, Causton, James & Lawley, 2002; Gething, Heaney, Koss & Mueller, 2005 ; King, Patel, Shah, Falleur & Wewers, 2006). Le tableau 1.8 présente l'effet de la trempe pour les alliages étudiés par les différents auteurs et met aussi l'emphasis sur l'importance de la densité sur l'effet du traitement thermique.

Tableau 1.8 Influence du traitement de trempe et de la densité sur les propriétés en traction

Alliage	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	État	$R_m$ (MPa)	Référence
Fe-1.75Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5C	6.7	Fritté	495	Habibi <i>et al.</i> 2002
		Trempé	785	
Fe-2Ni-0.85Mo-0.6C	7.0	Fritté	590	King <i>et al.</i> 2002
		Trempé	1083	
Fe-2Ni-0.8Mo-0.5C	7.4	Fritté	826	Saritas <i>et al.</i> 2002
		Trempé	1644	
Fe-2Ni-0.85Mo-0.4C	7.5	Fritté	642	Gething et al. 2005
		Trempé	1530	

Ces résultats montrent l'efficacité du traitement de trempe en fonction de la densité sur l'amélioration des propriétés mécaniques. En effet, l'augmentation de  $R_m$  est de 59% à une densité de 6.7 g/cm<sup>3</sup> et de 138% pour une densité 7.5 g/cm<sup>3</sup> en passant par 83% à 7.0 g/cm<sup>3</sup> et 99% à 7.4 g/cm<sup>3</sup>. Ceci montre une plus grande sensibilité des propriétés mécaniques à la microstructure pour des densités plus élevées.

### 1.2.3 Influence de la température de frittage

L'effet de l'augmentation de la température de frittage sur les propriétés mécaniques a aussi été étudié par Piotrowski *et al.* (1998), et par Wu, Hwang, Huang & Narashiman (2006A). Cependant contrairement à l'étude de Sager et al. (1998) qui utilisait le frittage à haute température pour modifier la structure (taille et morphologie) des pores, Piotrowski *et al.* (1998)

ainsi que Wu *et al.* (2006A) utilisent le frittage à haute température afin d'homogénéiser la composition chimique de l'acier Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5. Le tableau 1.9 présente les résultats des deux études sur l'influence de la température de frittage sur les propriétés mécaniques.

Tableau 1.9 Influence de la température de frittage sur les propriétés mécaniques d'un acier Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5

Référence	Température de frittage (°C)	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	$R_m$ (MPa)
Piotrowski <i>et al.</i> 1998	1120	7.0	380
	1280	7.0	435
Wu <i>et al.</i> 2006A	1120	6.85	530
	1250	6.9	626

Premièrement, dans les deux études, l'augmentation des propriétés mécaniques associée à une température de frittage plus élevée est expliquée par une diffusion plus complète du nickel. Deuxièmement, la différence de niveaux de propriétés des deux études provient du taux de refroidissement plus rapide (1°C/s) pour l'étude de Wu *et al.* (2006A) Cette différence est importante et explique pourquoi les deux études arrivent à des conclusions différentes sur l'influence de la diffusion plus complète du nickel.

Dans l'étude de Piotrowski *et al.* (1998), la matrice est perlitique avec des régions austénitiques riches en nickel. L'augmentation de 14% de  $R_m$  est expliquée par une augmentation du durcissement par solution solide associé au nickel et d'une diminution de la présence des régions molles austénitiques. D'un autre côté, dans l'étude de Wu *et al.* (2006A), la diffusion plus complète du nickel augmente la trempabilité de l'alliage et favorise la formation des phases dures (bainite et même martensite) au détriment de la perlite (voir fig.1.18). Le frittage à haute température augmente donc la dureté apparente de 83 HRB à 91 HRB et  $R_m$  de 18%.

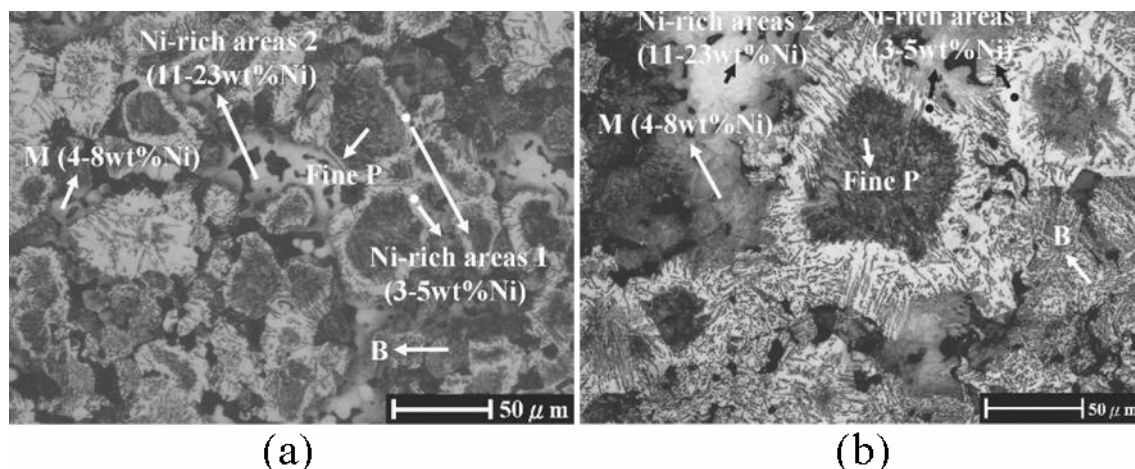


Figure 1.18 Microstructure de l'alliage Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5 fritté à (a) 1120°C et (b) 1280°C (Wu, Hwang, Huang & Narashiman, 2006A).

### 1.2.4 Influence des constituants microstructuraux sur la fissuration

Les alliages de type Fe-4Ni-0.5Mo-2Cu-0.6C et ses variantes sont particulièrement intéressants. Premièrement parce que c'est le type d'alliage qui a permis aux aciers élaborés par métallurgie des poudres de concurrencer les aciers forgés dans les applications de haute performance (Bouvard, 2002). Deuxièmement parce que la microstructure obtenue par ces alliages contient, à des proportions variables, pratiquement tous les constituants microstructuraux que l'on retrouve typiquement dans les aciers : ferrite, perlite, bainite, martensite et austénite.

L'influence des différents constituants microstructuraux que l'on retrouve dans l'alliage Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.8C sur le mécanisme de fissuration en traction a été étudiée par Carabajar, Verdu & Fougères (1997). La microstructure de l'alliage est un mélange de perlite, bainite, austénite et martensite. Cependant, compte tenu de la faible vitesse de diffusion du nickel, les différents constituants ne sont pas distribués aléatoirement à travers la pièce. L'austénite, qui est riche en nickel, se retrouve préférentiellement à la périphérie des particules de fer, tandis que la perlite et la bainite se retrouvent à l'intérieur des particules. La martensite, observée en faible quantité, se retrouve à l'intérieur de l'austénite. Les auteurs observent que les ponts de frittage sont donc majoritairement austénitiques. Il est important de noter ici que les auteurs ont utilisé une attaque au Nital pour étudier la microstructure de l'alliage. Ce type d'attaque n'est pas la plus appropriée pour ce type de microstructure car elle ne permet pas de bien distinguer l'austénite de la

martensite. En effet, les auteurs quantifient la fraction volumique de l'austénite à 14% et n'observent que très peu de martensite. Selon l'auteur de cette thèse, l'utilisation du Nital comme attaque mène à une surestimation importante de la quantité d'austénite. En effet, pour la composition de l'alliage et les conditions de frittage étudiées par Carabajar *et al.* (1997) nous estimons que la fraction volumique de l'austénite devrait plutôt être inférieure à 8% et le 6% d'écart correspondrait à la martensite. Ceci est validé par l'utilisation d'un réactif d'attaque de type Nital-picral afin de distinguer l'austénite et la martensite dans les études plus récentes (Chawla, Murphy, Narashiman, Koopman & Chawla, 2001 ; Polasik, Williams & Chawla, 2002 ; Saritas, Causton, James & Lawley, 2005 ; Wu, Hwang & Huang, 2007).

Les mécanismes de rupture en traction de l'alliage ont été observés par un essai in-situ dans un microscope électronique à balayage sur une surface attaquée de l'alliage. Carabajar *et al.* (2007) ont observé que l'initiation de microfissures se produit à une porosité qui possède son axe principal perpendiculaire à l'axe de traction. De plus, ils distinguent trois types de pores dépendant de leur environnement microstructural immédiat et de la présence d'initiation de fissures. Premièrement, il n'y a pas d'initiation de microfissures dans les régions perlitique et bainitique entourant les pores. Deuxièmement, des microfissures sont observées dans les régions austénitiques autour des pores. À la tête de ces microfissures, des bandes de glissement ont été observées mais la propagation de ce type de microfissures n'a pas été détectée. Troisièmement, les microfissures qui se sont initiées à une porosité contenant une interface entre deux phases se propagent le long de cette interface. L'analyse fractographique révèle principalement une rupture de type ductile caractérisée par des cupules et quelques régions de rupture fragile caractérisée par du clivage. La présence de cupules est associée à la rupture transgranulaire de l'austénite, de la perlite fine et de la bainite, tandis que le clivage est observé pour la perlite grossière. Finalement, les auteurs tirent deux conclusions importantes sur l'influence de la microstructure sur les mécanismes d'endommagement lors d'un essai de traction d'un alliage Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.8C. Premièrement, la présence de pores à l'interface de deux phases est critique pour la résistance d'un matériau sous chargement statique. Ils initient des microfissures et celles-ci se propagent le long de l'interface. Deuxièmement, l'initiation de microfissures se produit aux pores dans les régions austénitiques. Toutefois à cause de la ductilité de l'austénite la propagation des fissures est réduite et/ou retardée.



Wu *et al.* (2006B ; 2007) ont également étudié les mécanismes de fissuration en fonction des constituants microstructuraux pour l'alliage Fe-0.5Mo-4Ni-0.5C et pour l'alliage Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5C. Premièrement l'alliage Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5C a été fritté à 1120°C tandis que l'alliage Fe-0.5Mo-4Ni-0.5C a été fritté à 1250°C. La figure 1.19 présente la microstructure des deux alliages. Les deux alliages sont constitués de ferrite riche en nickel, de perlite (fine et grossière), de bainite et de martensite riches en nickel. Seul l'alliage fritté à 1120°C contient de l'austénite riche en nickel.

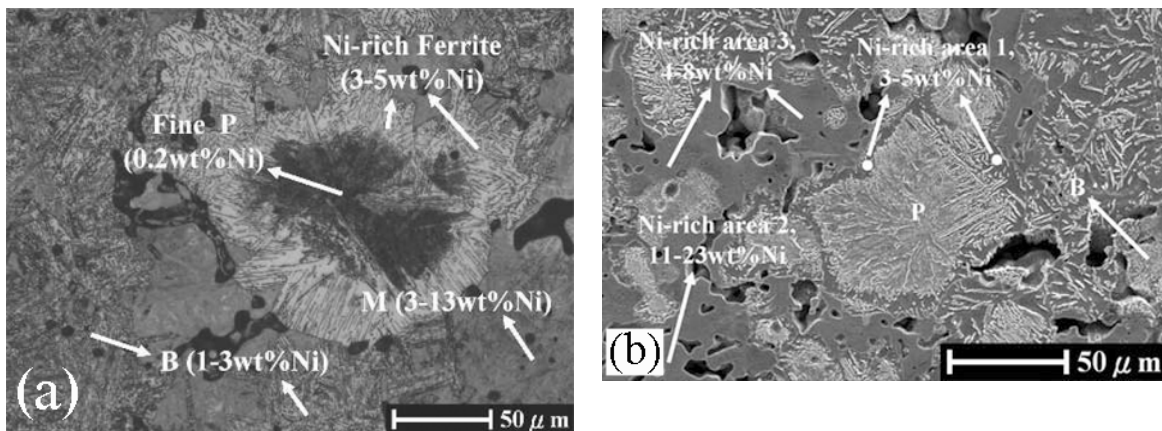


Figure 1.19 Microstructure (a) de l'alliage Fe-0.5Mo-4Ni-0.5C frittés à 1250°C (Wu & Hwang, 2006B) et (b) de Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5C fritté à 1120°C (Wu, Hwang & Huang, 2007).

Trois types de fissuration ont été observés dans le cadre de leurs études et seront présentés selon leur prévalence. Le cas de fissuration le plus observé est présenté à la figure 1.20. À une contrainte correspondant à la moitié de  $R_m$ , des microfissures s'initient à la frontière de deux grains de ferrite riches en nickel (fig. 1.20 (a) et (b)). Ces régions étant molles (140HV), de la déformation plastique est observée en tête de fissures lorsque la contrainte augmente (fig.1.20 (c) et (d)). La fissure se propage par la suite en suivant un parcours riche en pores (fig. 1.20 (e)).

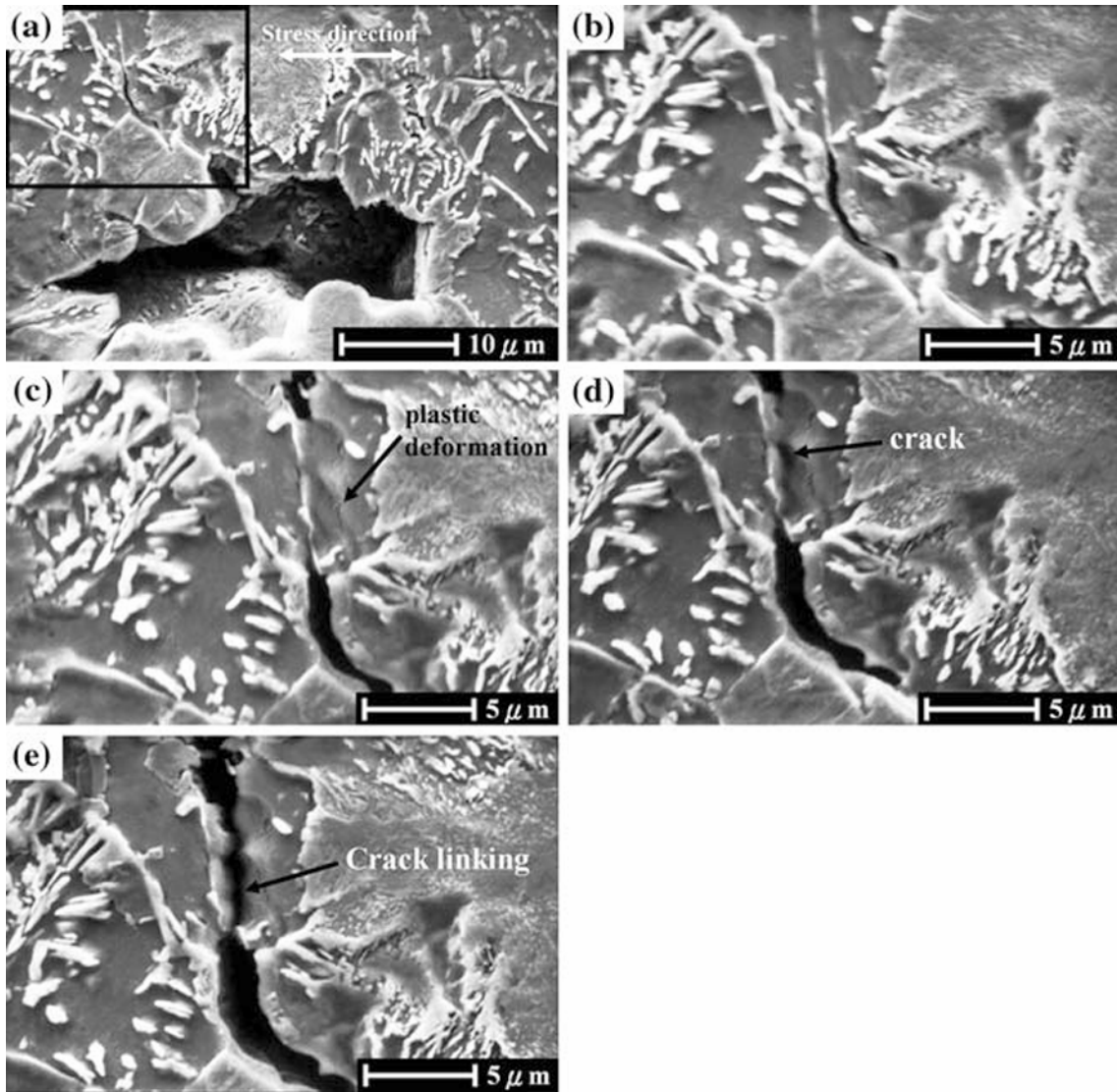


Figure 1.20 Fissuration de l'alliage Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5C fritté à 1120°C sous une contrainte en traction de (a) et (b) 269 MPa, (c) 384 MPa (d) 402 MPa et (e) 420 MPa (Wu, Hwang & Huang, 2007).

Dans le deuxième cas, la fissuration se fait le long de l'interface entre la ferrite riche en nickel et la perlite (fig.1.21). La différence de dureté entre les deux constituants microstructuraux peut mener à l'empilement de dislocations à l'interface, expliquant ainsi la décohésion (He, Lin & Chen, 2001). Finalement, le troisième type de fissuration se fait à travers un grain de perlite grossière.

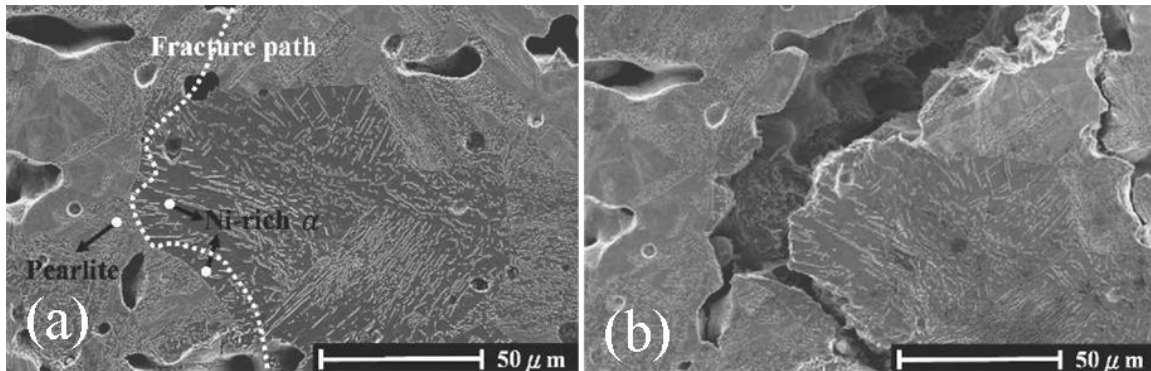


Figure 1.21 Fissuration de l'alliage Fe-0.5Mo-4Ni-0.5C a été fritté à 1250°C ((Wu, Hwang, Huang & Narashiman, 2006A).

Les auteurs n'ont pas observé de fissuration dans les régions martensitiques ni austénitiques. En conclusion, Wu *et al.* (2006A; 2006B; 2007) montrent que les régions de plus basse dureté (perlite grossière et ferrite) sont les maillons faibles de la microstructure et limitent ainsi la résistance mécanique des alliages de type Fe-Mo-Ni-Cu-C.

### 1.2.5 Influence des inclusions

Tel qu'il a été présenté précédemment, la rupture de pièces élaborées par métallurgie des poudres se produit généralement par la rupture ductile des ponts de frittage. Ce type de rupture est caractérisé par des cupules qui se forment par l'initiation, la croissance et la coalescence de microcavités à partir d'inclusions non-métalliques. Les inclusions non-métalliques les plus régulièrement rencontrées en métallurgie des poudres sont des inclusions de sulfure de manganèse (MnS). En effet, les inclusions de MnS permettent d'améliorer l'usinabilité des aciers poreux en facilitant la formation de copeaux.

L'influence des inclusions de MnS sur la ductilité d'aciers corroyés dépend de leur fraction volumique, de leur taille, de leur morphologie et de la distance interparticulaire. (He, Lin & Chen, 2001 ; Benzerga, Besson & Pineau, 2004). La résistance de l'interface entre les inclusions de MnS et la matrice d'acier est faible, facilitant la décohésion de celle-ci lorsque la pièce est soumise à des contraintes (Le Roy, Embury, Edward & Ashby, 1981). En effet, pour qu'il y ait décohésion de l'interface, il faut que deux conditions soient remplies : l'une mécanique et l'autre énergétique (Argon, Im & Safoglu, 1975A ; Argon & Im, 1975B ; Fisher & Gurland 1981A ; Fisher & Gurland, 1981B). Pour que la condition mécanique soit satisfaite, la contrainte normale

à l'interface doit être supérieure à la résistance de l'interface. La résistance de l'interface entre le MnS et la matrice d'acier étant faible, la condition mécanique est facilement atteinte. D'un autre côté, la condition énergétique est atteinte lorsque l'énergie élastique emmagasinée à l'interface est supérieure à celle nécessaire à la création de nouvelles surfaces. Les critères énergétiques de Argon *et al.* (1975A) et Fisher *et al.* (1981B) sont fonction de la taille des inclusions, et sont plus facilement atteints pour de grosses inclusions. L'influence de la taille des inclusions sur la décohésion de l'interface est confirmée par l'étude de Garrison & Wojcieszynski (2007). De plus, Argon *et al.* (1975A) montrent que lorsque la distance entre les particules est suffisamment petite, l'interaction entre les inclusions augmente la contrainte à l'interface, facilitant ainsi la décohésion. Finalement, plusieurs auteurs ont aussi montré que le taux de croissance des microcavités augmente avec la taille des cavités initiales (Rice & Tracey, 1969; Benzerga, Besson & Pineau, 2004)

En métallurgie des poudres, l'influence des inclusions de MnS sur les propriétés mécaniques a été étudié par différents auteurs (Madan, 1991; Mashl, Smith, Machmeier & Hendrickson, 1991; Madan, 1992; Chen, Baudisch, Ceci, Kiefer & Whitman, 1992; Sanderow & Prucher, 1993; Boilard, L'Espérance & Blais, 2008). En général, l'influence des inclusions de MnS sur les propriétés mécaniques dépend de la teneur en MnS et de la densité de la pièce. Ainsi, la présence de 0.5% MnS aura peu ou pas d'effet sur la résistance mécanique pour des pièces ayant une densité inférieure à  $7.2 \text{ g/cm}^3$ . (Madan, 1991; Madan, 1992; Sanderow & Prucher, 1993). Pour les pièces forgées de haute densité, il n'y pas d'influence de la présence de MnS pour des teneurs inférieures à 0.3% (Mashl, Smith, Machmeier & Hendrickson, 1991). Sanderow *et al.* (1993) ainsi que Boilard *et al.* (2008) ont montré que pour des teneurs supérieures à 0.8% MnS les propriétés mécaniques se dégradent pour des densités aussi basses que  $6.7 \text{ g/cm}^3$ .

### 1.3 Conclusion

L'objectif de ce chapitre a été de décrire l'influence de la porosité et de la microstructure sur les propriétés mécaniques en traction uniaxiale des aciers élaborés par métallurgie des poudres. Les conclusions suivantes peuvent être tirées de ce chapitre :

- Pour une microstructure donnée :
  - Jusqu'à des densités de  $7.3 \text{ g/cm}^3$ , la porosité est ouverte et c'est la section effective supportant la charge qui est le facteur dominant sur la résistance mécanique statique.
  - À des densités supérieures à  $7.3 \text{ g/cm}^3$ , la porosité est fermée et c'est l'effet de la concentration de contraintes et donc de la taille et la morphologie des pores qui seront les facteurs dominants sur la résistance mécanique.
- La présence de porosités favorise un état de contrainte plane et donc une rupture de type ductile. La fissuration provient principalement de la coalescence de microcavités dans les ponts de frittage.
- La microstructure des aciers élaborés par métallurgie des poudres est complexe. La diffusion incomplète des éléments d'alliage ajoutés (nickel et cuivre) peut entraîner la présence de tous les constituants microstructuraux que l'on retrouve dans les aciers et ce, dans une même pièce.
  - La présence de constituants microstructuraux durs (bainite et martensite), qui est obtenue grâce aux éléments d'alliages et à un taux de refroidissement rapide, augmente la résistance mécanique statique.
  - L'analyse de la fissuration montre que l'initiation et la propagation de fissures s'effectuent dans les constituants de faible dureté (ferrite et perlite).
- La présence d'inclusions de MnS n'a pas d'influence sur la résistance mécanique statique des aciers élaborés par métallurgie des poudres pour des teneurs égales ou inférieures à 0.65% MnS pour des pièces de  $7.0 \text{ g/cm}^3$ . Cependant, pour des teneurs supérieures à 0.65% (0.8% et 1.0%), la résistance à la traction commence à diminuer pour des pièces de  $6.7 \text{ g/cm}^3$ .

## **CHAPITRE 2    REVUE DE LITTÉRATURE PORTANT SUR LES PROPRIÉTÉS EN FATIGUE D'ACIERS ÉLABORÉS PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES**

L'introduction des pièces élaborées par métallurgie des poudres dans les applications de haute performance au cours des deux dernières décennies, n'aurait pu se faire sans l'amélioration des propriétés en fatigue. En effet, les pièces utilisées dans les applications de haute performance dans l'industrie automobile sont fréquemment soumises à des contraintes cycliques (Danninger, Spoljaric & Weiss, 1997). L'amélioration du comportement en fatigue ne se serait pas fait sans une compréhension du processus de fatigue dans les aciers de la métallurgie des poudres.

La fatigue est un changement structurel progressif, localisé et permanent qui se produit dans un matériau sollicité par une déformation répétée (Lee, 2005). L'endommagement induit par la fatigue est causé par l'action simultanée de contraintes cycliques, de contraintes en tension et de déformation plastique. Si une de ces composantes est absente, il n'y aura pas initiation et propagation de fissures de fatigue. Les contraintes cycliques entraînent une déformation plastique locale, cette déformation plastique initie des fissures de fatigue et la contrainte en tension favorise la propagation des fissures.

Le processus de fatigue peut être divisé selon les quatre étapes suivantes : (1) Initiation de microfissures, (2) propagation des microfissures, (3) propagation de fissures longues et (4) rupture finale (Lee, 2005). L'initiation des fissures se produit selon le plan de cisaillement local associé ou près d'un concentrateur de contraintes, tel que des inclusions, des pores ou un changement brusque de section. La prochaine étape dans le processus de fatigue est la propagation de fissures qui se divise en deux stades : la propagation de microfissures (Stade 1) et la propagation de fissures longues (Stade 2). Dans le Stade 1, les microfissures se propagent par cisaillement, selon des plans inclinés à environ  $45^\circ$  par rapport à l'axe de traction et sur une distance de quelques grains. À ce stade, la plasticité en fond de fissures est grandement influencée par la taille des grains, leur orientation et le niveau de contrainte, car la taille des microfissures est comparable à celle des éléments microstructuraux. Le Stade 2 est caractérisé par la propagation d'une fissure longue (principale) selon le plan perpendiculaire à l'axe de contrainte principale. À ce stade, les caractéristiques de la fissure principale sont moins influencées par la microstructure

que dans le Stade 1. Effectivement, la taille de la zone plastifiée en fond de fissures et associée aux fissures longues devient plus importante que celles des éléments microstructuraux du matériau. Dans les ruptures en service, la durée d'initiation et de la propagation de fissures courtes est appelée la période d'amorçage de fissures et la durée de la propagation de fissures longues est appelée la période de propagation de fissures. Il n'existe pas de définition exacte de la période de transition entre la période d'amorçage et celle de propagation, mais en général, pour les aciers, on parle d'une longueur de fissures à la fin de la période d'initiation de l'ordre de quelques grains. En effet, cette taille se situe entre 0.1 et 1.0 mm. Pour les aciers, le rapport de la durée de la période d'amorçage à la durée de vie totale dépend de l'amplitude de contrainte exercée sur la pièce.

La fatigue peut être classifiée en trois régimes selon le niveau de contrainte qui est appliqué :

- Fatigue oligocyclique : où sous de fortes amplitudes de contrainte, la durée de vie de l'éprouvette est brève ( $5 < N < 10^4$  cycles). Il y a prédominance de déformation plastique macroscopique et la durée de la période d'amorçage ne compte que pour 10% de la durée de vie totale.
- Fatigue à durée de vie limitée : où la rupture se produit à un nombre croissant de cycles pour une amplitude de contrainte décroissante ( $10^4 < N < 2 \times 10^6$  cycles). Le niveau de contrainte dans cette zone entraîne une déformation macroscopique uniquement élastique mais localement, le métal se déforme plastiquement.
- Fatigue endurance : où sous de faibles amplitudes de contrainte, la rupture ne se produit pas malgré un nombre très élevé de cycles ( $N > 2 \times 10^6$  cycles). La déformation est essentiellement élastique sauf localement. Pour des contraintes légèrement supérieures à la limite d'endurance, la période d'amorçage peut compter jusqu'à 90% de la durée de vie totale.

Dans le cadre de cette thèse, nous allons principalement nous intéresser aux deux derniers régimes de fatigue, soit : la fatigue à durée de vie limitée et la fatigue endurance. Les essais mécaniques effectués afin de décrire le comportement d'un matériau sous ces deux régimes de fatigue se font généralement en mode de contrôle de contrainte, c'est-à-dire que la pièce est cyclée entre deux niveaux de contrainte. Le rapport de la contrainte minimale à la contrainte maximale,  $R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$ , qui sera ici pris égal à -1 ou 0.1, a une influence sur la durée de vie en

fatigue et est fourni lors de la présentation de résultats dans la littérature. Les résultats de essais de fatigue sont présentés sous la forme de courbe de Wöhler (fig.2.1). Les courbes de Wöhler ont une grande importance en ingénierie car elles fournissent aux concepteurs de pièces la contrainte que peut supporter un matériau pour une durée de vie désirée. Les concepteurs évitent donc, un surdimensionnement coûteux et le bris prématuré des pièces.

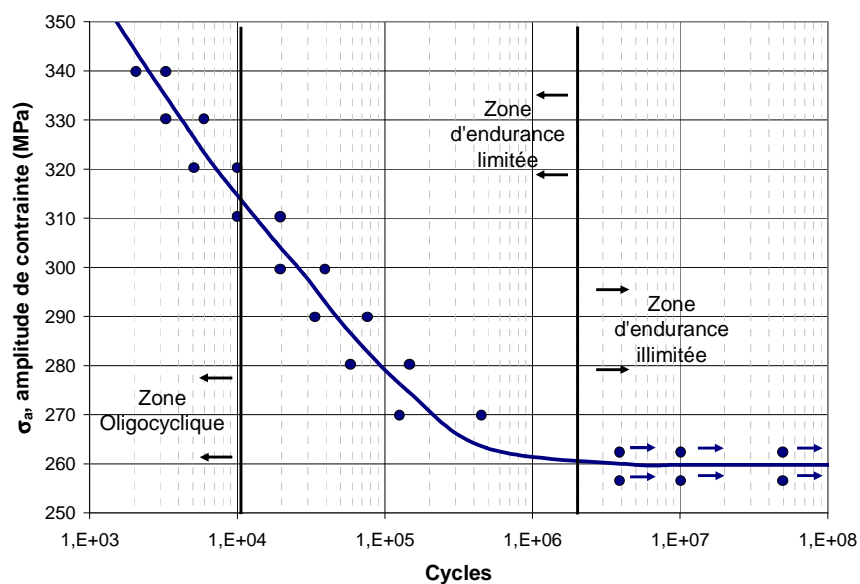


Figure 2.1 Schématisation de la courbe de Wöhler

Ce chapitre est divisé en trois sections. La première section abordera le comportement en fatigue endurance des aciers élaborés par métallurgie des poudres. Les paramètres de ces aciers qui influencent la limite d'endurance et l'initiation de fissures seront abordés. Dans la deuxième section, la propagation des fissures de fatigue dans les aciers élaborés par métallurgie des poudres sera discutée. Finalement, les principales conclusions de ce chapitre seront résumées dans la dernière section.

## 2.1 Fatigue endurance des aciers élaborés par métallurgie de poudres

Les courbes de Wöhler fournissent aux concepteurs de pièces la contrainte que peut supporter un matériau pour une durée de vie désirée. Cependant, l'obtention des courbes de Wöhler n'est pas



suffisante en elle-même pour déterminer le niveau de contrainte menant à une durée de vie illimitée. En effet, la rupture par fatigue étant un phénomène statistique, plusieurs éprouvettes sont nécessaires à l'obtention de la limite d'endurance. La méthode de l'escalier est utilisée afin de déterminer la limite d'endurance d'un matériau ainsi que son écart type. Cette méthode, décrite par Weibull (Weibull, 1961) consiste à soumettre des éprouvettes à des essais de fatigue à différents niveaux de contrainte près de la limite d'endurance. S'il y a rupture de l'éprouvette à un niveau de contrainte  $x$ , le prochain essai sera effectué à un niveau de contrainte  $x - d$ , et inversement s'il n'y a pas rupture, l'essai se fera à  $x + d$ , où  $d$  est un intervalle fixe. La limite d'endurance,  $\sigma_d$ , et l'écart type,  $s$ , sont estimés en utilisant uniquement le nombre total d'éprouvettes rompues ou le nombre total d'éprouvettes non rompues, dépendant duquel des deux est le plus petit. Les différents niveaux de contrainte qui sont également séparés par un intervalle  $d$ , possèdent une dénomination  $i$ , où  $i = 0$  pour le niveau de contrainte le plus bas. Par exemple, dans le cas où le nombre d'éprouvettes rompues est inférieur au nombre d'éprouvettes non rompues et en dénotant par  $n_i$  le nombre de rupture au niveau de contrainte  $i$  et par  $\Sigma n$  le nombre total de ruptures, deux quantités  $A$  et  $B$  peuvent être calculées comme suit :

$$A = \Sigma i n_i \quad (2.1)$$

$$B = \Sigma i^2 n_i \quad (2.2)$$

La limite d'endurance est évaluée à partir de l'expression suivante :

$$\sigma_d = \sigma_0 + d \left( \frac{A}{\Sigma n \pm 1/2} \right) \quad (2.3)$$

où  $\sigma_0$  est le niveau de contrainte le plus bas et  $+1/2$  est utilisé si les éprouvettes non rompues sont moins fréquentes et  $-1/2$  si les éprouvettes rompues sont moins fréquentes. De plus, l'écart type est obtenu comme suit :

$$s = 1.62d \left( \frac{B \Sigma n - A^2}{(\Sigma n)^2} + 0.029 \right) \quad (2.4)$$

Finalement, l'estimation de l'écart type est valide si et seulement si l'expression suivante est respectée :

$$\frac{(B\Sigma n - A^2)}{(\Sigma n)^2} \geq 0.3 \quad (2.5)$$

La figure 2.2 présente des résultats typiques ainsi que leur analyse par la méthode de l'escalier.

$\sigma_{\max}$ (MPa)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	$\sigma_{\max}$ (MPa)	x	o	i	$n_i$	$in_i$	$i^2 n_i$	$\sigma_0$	153,0
189	X														189	1		4	0	0	0	d	9,0
180		X		X											180	2		3		0	0	$\sigma_d$	163,5
171			0		X						X				171	2	1	2	1	2	4	s	8,5
162						X		X		O		X		O	162	3	2	1	2	2	2	Validation	0,56
153							O		O				O		153	0	3	0	3	0	0		
															$\Sigma$	8	6		6	4	6		
																			A	B			

Figure 2.2 Exemple de résultats et de leur analyse par la méthode de l'escalier

À partir des résultats obtenus par la méthode de l'escalier et en utilisant la loi de statistique de Student, deux autres valeurs régulièrement utilisées en ingénierie peuvent être calculées. Effectivement, les valeurs  $\sigma_{90}$  et  $\sigma_{10}$  peuvent être calculées et représentent respectivement le niveau de contrainte où 90% des échantillons seront non rompus pour  $\sigma_{90}$  et 10% des échantillons seront non rompus pour  $\sigma_{10}$  et ce 9 fois sur 10.

Haynes et al. (2007) ont résumé les premiers travaux effectués sur l'évaluation de la fatigue en métallurgie des poudres et ils montrent que les aciers élaborés par métallurgie des poudres présentent une courbe de Wöhler similaire aux aciers corroyés. En effet, la présence de porosité n'empêche pas l'obtention d'une limite d'endurance. Les propriétés en fatigue endurance des aciers élaborés par métallurgie des poudres dépendent, comme pour les propriétés mécaniques statiques, de la porosité et de la microstructure. Ce qui distingue principalement le comportement en fatigue aux comportements sous contrainte statique est la plus grande importance de tout phénomène local. En effet, bien que la diminution de la contrainte effective supportant la charge causée par la porosité aura une influence sur le comportement en fatigue, c'est principalement l'influence locale de la porosité qui déterminera le processus de fatigue. L'influence de la porosité sur la limite d'endurance et sur l'initiation de fissures sera discutée dans une première partie. Dans une seconde partie, l'influence des constituants microstructuraux et des particularités

qui distinguent la microstructure des aciers de la métallurgie des poudres aux aciers corroyés seront présentées.

### **2.1.1 Influence de la porosité**

Les premiers travaux effectués sur l'analyse de la limite d'endurance des aciers de la métallurgie des poudres montrent que le facteur principal influençant la limite d'endurance des aciers est le pourcentage de porosité dans l'échantillon. Il est généralement convenu que la limite d'endurance varie de façon exponentielle en fonction de la densité (German & Queeney, 1998). L'effet de la fraction volumique ainsi que celui de la taille de la porosité sur la courbe de Wöhler sont présentés à la figure 2.3. (Haynes, 1970). Les courbes des aciers de la métallurgie des poudres sont comparées à celle d'un acier corroyé similaire. Trois effets de l'augmentation de la porosité sont identifiés :

- Diminution de la limite d'endurance : à 6%, 10% et 30% de porosité la limite d'endurance est diminuée de respectivement 20%, 50% et 80% comparativement à l'acier corroyé.
- Le coude dans la courbe de Wöhler, indiquant la limite de fatigue, apparaît à un nombre de cycles inférieurs pour les aciers élaborés par métallurgie des poudres.
- Diminution de la pente de la courbe de Wöhler.

De plus, les résultats indiquent une influence de la taille de la porosité, la porosité plus grossière étant plus dommageable que la porosité plus fine.

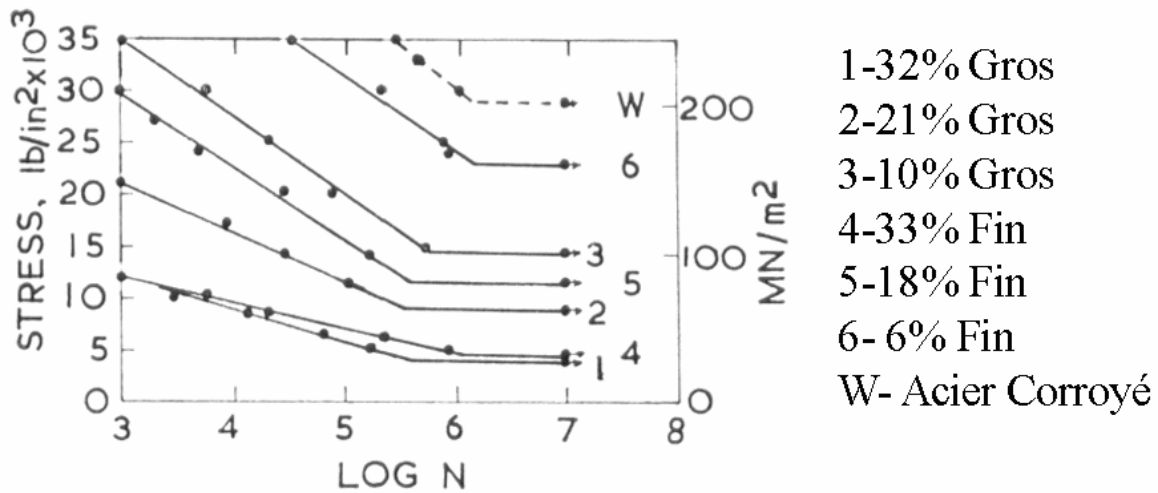


Figure 2.3 Influence de la fraction et la taille de la porosité sur la courbe de Wöhler (Haynes, 1970).

Les courbes Wöhler pour un acier Fe-1.8Cu-0.5C contenant deux niveaux de porosité ont été obtenues par Palma & Cagnoni (1999), voir figure 2.4. La conclusion principale de l'étude est que les résultats, présentés dans un format log-log, sont pratiquement linéaires et peuvent donc être représentés par une fonction de puissance. En effet, la fonction de Basquin, utilisée pour les aciers corroyés et qui permet de déterminer le niveau de contrainte pour une durée de vie donnée est aussi applicable pour les aciers de la métallurgie des poudres. La fonction de Basquin est décrite ici :

$$\sigma_a = \sigma'_f (N_F)^b \quad 2.6$$

où  $\sigma'_f$  est le coefficient de la résistance en fatigue et  $b$  est l'exposant de la résistance en fatigue. Les résultats de  $\sigma'_f$  et de  $b$  pour les deux niveaux de porosités sont présentés au tableau 2.1.

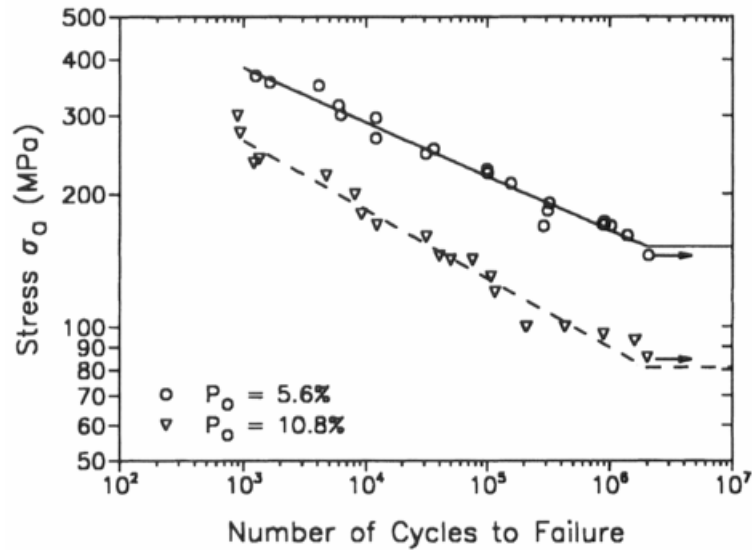


Figure 2.4 Influence de la porosité sur la courbe de Wöhler d'un acier Fe-1.8Cu-0.5C (Palma & Cagnoni, 1999).

Tableau 2.1 Influence de la porosité sur le coefficient et l'exposant de la résistance en fatigue (Palma & Cagnoni, 1999)

Porosité (%)	$\sigma'_f$ (MPa)	$b$
5.6	891	-0.122
20.8	774.5	-0.156

Palma *et al.* (1999) attribuent la diminution de la résistance à la fatigue à la dimension de la section effective supportant la charge et surtout à la concentration de contrainte associée à la porosité qui initie la fissuration en fatigue.

Plusieurs auteurs (Haynes, 1970 ; Holmes & Queeney 1985 ; Lindstet & Masini, 1997 ; Hardboletz & Weiss, 1997; Drar, 2000 ; Chawla & Deng, 2005) ont montré que l'initiation de fissures se produit à une porosité à ou près de la surface. Afin de déterminer l'effet de la porosité sur l'initiation de la fissuration en fatigue, Holmes *et al.* (1985) ont évalué le nombre de cycles nécessaires pour obtenir une fissure de 100  $\mu\text{m}$  en fonction de la densité de l'acier et ce pour deux niveaux de contraintes. Leurs résultats, obtenus pour un acier Fe-0.25C-0.25Mn-0.5Mo-1.8Ni, sont présentés à la figure 2.5. et montrent clairement l'importance de la porosité sur

l'initiation de fissures. De plus, l'effet de l'amplitude de contrainte sur le nombre de cycles nécessaires à l'initiation est d'autant plus important lorsque la fraction de la porosité diminue.

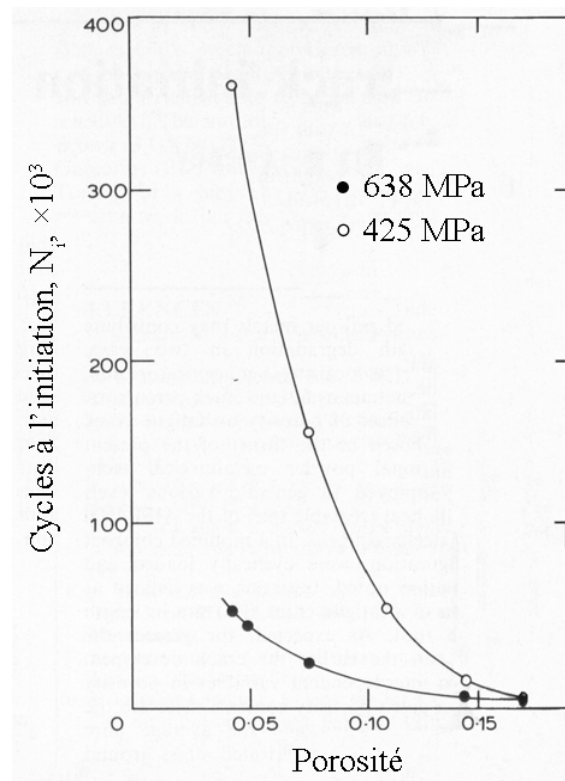


Figure 2.5 Influence de la porosité et de l'amplitude de contrainte sur l'initiation de fissure de fatigue (Holmes & Queeney, 1985).

Les auteurs de l'étude ont identifié trois effets possibles de la porosité sur l'initiation de fissure de fatigue :

- Diminution de la section effective supportant la charge
- Les pores agissent comme concentrateurs de contraintes
- Les pores agissent comme des précurseurs de fissures de fatigue

Afin de déterminer lequel des trois effets possibles de la porosité était dominant sur l'initiation de fissures, ils ont premièrement corrigé les résultats en déterminant la section effective supportant la charge. L'équation suivante a été utilisée par Holmes *et al.* afin de calculer la section effective supportant la charge :

$$A_{eff} = A_0 \left( 1 - \pi \frac{a^2}{\lambda^2} \right) \quad (2.7)$$

où  $A_0$  est la section de l'échantillon et  $a$  et  $\lambda$  sont respectivement le diamètre moyen des pores et l'espacement moyen entre les pores. Les caractéristiques de la porosité ont été obtenues par analyse d'images afin d'évaluer la section effective supportant la charge en fonction de la densité. Le tableau 2.2 présente la taille moyenne des pores ainsi que l'espacement entre les pores pour les différents niveaux de porosité étudiés.

Tableau 2.2 Influence de la porosité sur le diamètre moyen et l'espacement entre les pores (Holmes & Queeney, 1985)

Porosité (%)	Diamètre moyen des pores, $a$ ( $\mu\text{m}$ )	Espacement moyen entre les pores, $\lambda$ ( $\mu\text{m}$ )
17.4	6.40	9.24
14.4	3.54	5.44
11.0	2.34	3.93
7.5	1.61	3.06
4.7	1.09	2.59

À partir de l'équation 2.7 et des valeurs présentées au tableau 2.2, les valeurs d'amplitude de contrainte réelle qui sont appliquées sur le matériau ont été corrigées selon l'équation suivante :

$$\sigma_{aR} = \sigma_{anom} \left( \frac{A_0}{A_{eff}} \right) \quad (2.8)$$

où  $\sigma_{aR}$  est l'amplitude de contrainte réelle s'exerçant sur la section effective,  $\sigma_{anom}$  est l'amplitude de contrainte nominale et  $A_{eff}$  est la section effective. La figure 2.6 présente les courbes du nombre de cycles à l'initiation en fonction de l'amplitude de contrainte réelle. Comme il ne semble pas y avoir de corrélation entre le  $\sigma_{aR}$  et le nombre de cycles à l'initiation, Holmes *et al.* (1985) concluent que la diminution de la section effective n'est pas l'effet dominant de la porosité sur l'initiation de fissures. En effet, comparativement aux propriétés mécaniques

statiques, le caractère plus local du processus de fatigue diminue l'importance de la section effective au profit de la concentration de contrainte.

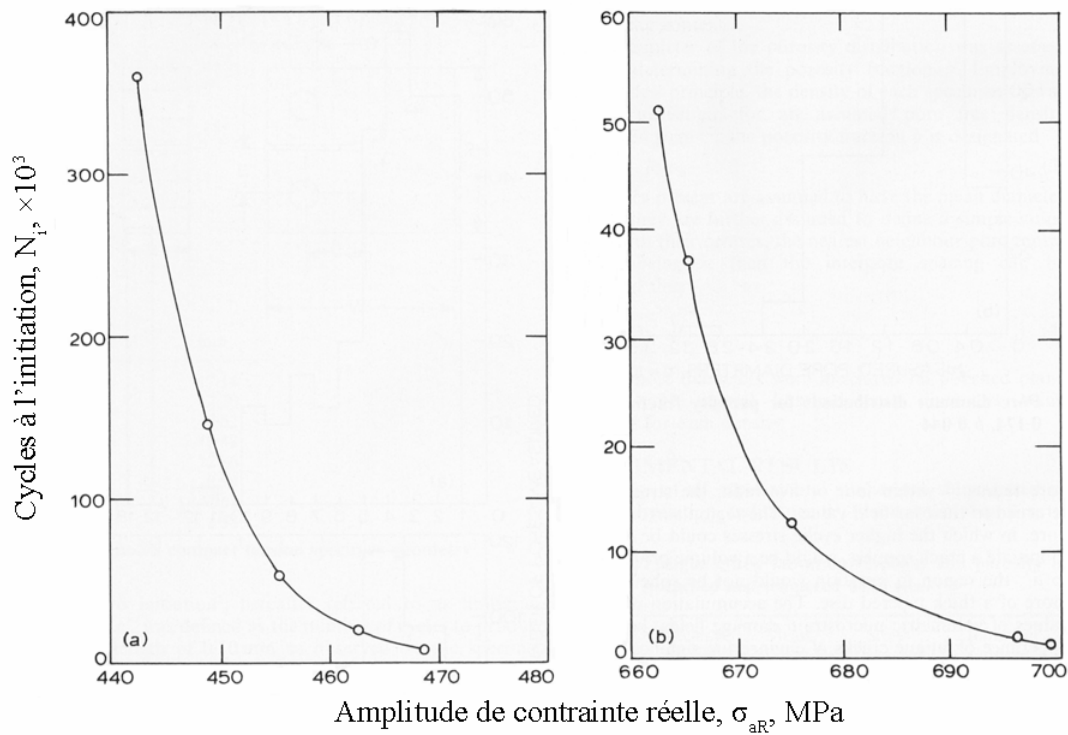


Figure 2.6 Courbes du nombre de cycles à l'initiation en fonction de l'amplitude de contrainte réelle pour une amplitude de contrainte nominale (a) de 425 MPa et (b) de 628 MPa (Holmes & Queeney, 1985).

Deuxièmement, le facteur de concentration de contrainte,  $K_t$ , associé à un pore sphérique ne peut pas expliquer à lui seul l'effet de la porosité sur la fatigue. Ainsi, Holmes *et al.* ont développé un terme qui tient compte de l'interaction des champs de concentration de contrainte dus à la présence de plusieurs pores. Le terme  $\lambda^3/a^3$ , appelé rapport du volume sollicité (damage volume ratio) dépend du volume séparant deux pores,  $\lambda^3$ , et du volume affecté par la concentration de contraintes associée aux pores,  $a^3$ . La figure 2.7 indique une certaine corrélation entre ce terme et les données expérimentales, ce qui permet aux auteurs de suggérer que l'effet de la porosité sur l'initiation de fissures est principalement un effet de concentration de contraintes et que l'effet des pores comme précurseur de fissures est secondaire. Effectivement, plusieurs auteurs ont observé que l'initiation de fissures de fatigue est souvent associée aux pores présentant le facteur



de concentration de contraintes le plus élevé (Holmes & Queeney 1985 ; Hardboletz & Weiss, 1997; Drar, 2000 ; Chawla & Deng, 2005). Finalement les résultats de l'étude de Holmes *et al.* (1985), montrent l'importance de la taille des pores sur l'initiation de fissures de fatigue. Cependant, les auteurs utilisent ici la taille moyenne des pores qui n'est pas particulièrement représentative de la microstructure des aciers de la métallurgie des poudres. Ainsi, afin de respecter le caractère plus local du processus de fatigue, l'utilisation de la distribution de la taille des pores permettrait de mieux tenir compte de l'impact des plus gros pores sur l'initiation de fissures de fatigue.

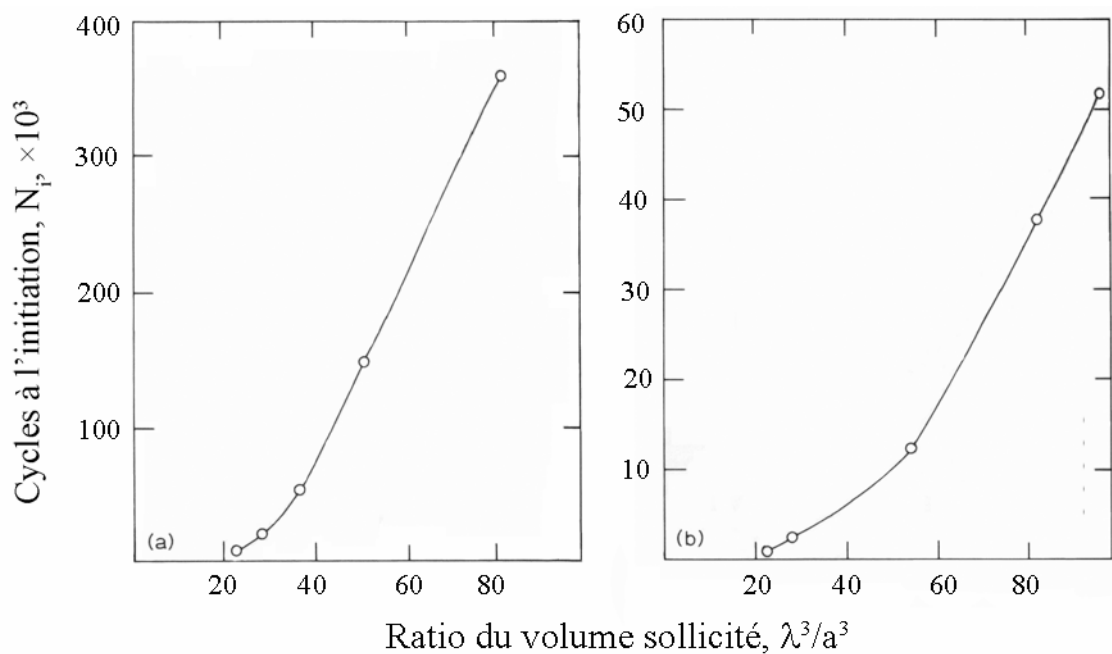


Figure 2.7 Courbes du nombre de cycles à l'initiation en fonction du ratio du volume sollicité pour une amplitude de contrainte nominale (a) de 425 MPa et (b) de 628 MPa (Holmes & Queeney, 1985).

Différents auteurs ont identifié l'importance de la taille du plus gros pore sur la limite d'endurance (Cimino, Rutz, Graham & Murphy, 1997; Danninger, Spoljaric & Weiss, 1997; Beiss & Lindlohr, 2009). Danninger *et al.* (1997) ont appliqué la règle de Kitagawa (voir figure 2.8) pour expliquer l'influence de la taille de la porosité sur la limite d'endurance des aciers en métallurgie des poudres. En effet, Kitagawa et Takahashi (1976) relient à l'aide d'un diagramme la limite d'endurance à une contrainte seuil de propagation de fissures. De plus, El-Haddad,

Topper et Smith (1979) ajoutent le concept de taille critique de fissure, selon l'expression suivante :

$$a_c > \frac{1}{\pi} \beta \left( \frac{\Delta K_{seuil}}{\sigma_e} \right)^2 \quad (2.9)$$

où  $\beta$  est un facteur géométrique et  $\Delta K_{seuil}$  est la valeur seuil de la variation du facteur d'intensité de contrainte, en dessous de laquelle aucune fissure de fatigue ne peut se propager (une explication plus détaillée de la variation du facteur d'intensité de contrainte sera donnée à la prochaine section portant sur la propagation de fissures de fatigue). Danninger *et al.* (1997) utilisent le diagramme de Kitagawa pour la métallurgie des poudres en associant la taille critique d'un pore à la taille critique d'une fissure. Ainsi, lorsqu'un pore possède une taille plus élevée que la taille critique, la limite d'endurance est déterminée par cette taille. Cependant, si la taille d'un pore est inférieure à la taille critique, il n'aura pas d'influence sur la limite d'endurance. Donc, ce n'est pas tant la taille moyenne des pores qui influence la limite d'endurance que la taille du plus gros pore présent dans le volume sollicité. Selon l'évaluation de Danninger *et al.* (1997), le rayon critique pour un acier Fe-1.5Mo-0.7C serait de 50  $\mu\text{m}$ .

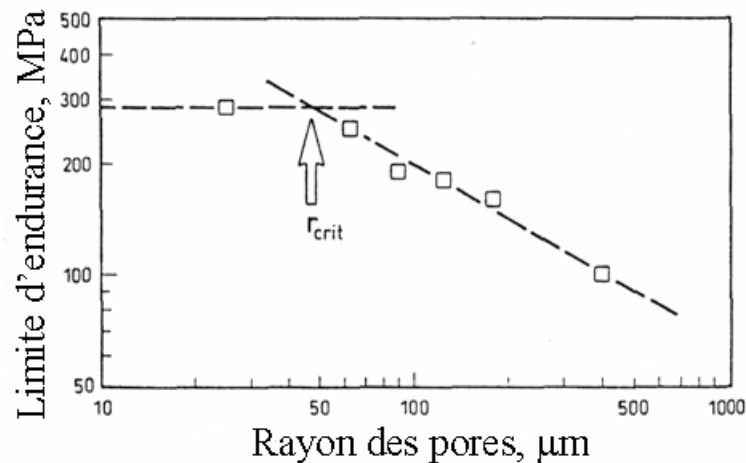


Figure 2.8 Schéma de Kitagawa sur l'influence de la taille des pores sur la limite d'endurance (Danninger, Spoljaric & Weiss, 1997).

Les travaux de Murakami (2002) mettent aussi l'emphasis sur l'influence de la taille du plus gros défaut sur la limite d'endurance. L'équation empirique suivante permet de décrire l'influence d'un défaut sur la limite d'endurance d'un acier :

$$\sigma_D = 1.43(HV + 120) / \left( \sqrt{aire} \right)^{\frac{1}{6}} \quad (2.10)$$

où *aire* est l'aire projetée du défaut et *HV* la dureté de la microstructure. Cette équation est valide pour des duretés inférieures à 400 *HV* et surestime la limite d'endurance pour des duretés supérieures à 400 *HV*.

### 2.1.2 Influence de la microstructure

Tel que présenté dans le premier chapitre, la microstructure des aciers élaborés par métallurgie des poudres se distingue de celle des aciers corroyés par la distribution hétérogène des éléments d'alliage à travers la pièce d'acier. Cette caractéristique est d'autant plus importante pour le comportement en fatigue que pour les propriétés mécaniques statiques car la fatigue, et particulièrement l'initiation de fissures en fatigue, est fortement dépendante des caractéristiques microstructurales locales (Collins & Michal, 1993). Cette section est divisée en deux parties, la première abordera l'influence des constituants microstructuraux sur la fatigue endurance tandis que la deuxième partie présentera l'influence de la présence d'inclusions.

#### 2.1.2.1 Constituants microstructuraux

L'influence des différents constituants microstructuraux que l'on retrouve dans les aciers sur la limite d'endurance a été étudiée par Bergman & Bergmark (2003). La composition, la limite d'endurance, les constituants microstructuraux ainsi que la dureté des différents aciers sont présentés au tableau 2.3. L'ajout des différents éléments d'alliage ainsi que leurs quantités ont été choisis par les auteurs dans le but d'obtenir une gamme diversifiée de constituants microstructuraux. Les essais de fatigue ont été effectués à un rapport de contrainte  $\sigma_{min}/\sigma_{max}$ , *R*, de -1 sur des pièces de 7.1 g/cm<sup>3</sup>. La limite d'endurance a été obtenue par la méthode de l'escalier avec une durée de vie d'endurance fixée à 2 millions de cycles.

Tableau 2.3 Influence des constituants microstructuraux sur la limite d'endurance (Bergman & Bergmark, 2003)

Alliage	Constituants microstructuraux	Dureté (HV)	$\sigma_d$ (MPa)
Fe-2Cu-0.8C	Perlite fine	204	221
Fe-1.5Mo-0.8C	Bainite supérieure + perlite	200	212
Fe-1.5Mo-2Ni-0.8C	Bainite supérieure	246	240
Fe-1.5Cu-0.5Mo-4Ni-0.8C	Martensite + Perlite + Austénite	252	277
Fe-2Cu-1.5Mo-4Ni-0.8C	Martensite + Bainite + Austénite	285	330

Les résultats de cette étude montrent bien l'importance des constituants microstructuraux sur la limite d'endurance des aciers de la métallurgie des poudres. Tout comme pour la résistance à la traction, plus les constituants microstructuraux sont durs, plus les propriétés seront élevées. Le passage d'une microstructure perlitique (Fe-2Cu-0.8C) à une microstructure de bainite supérieure entraîne une augmentation de 9% de la limite d'endurance. Bien que dans cette étude il n'y ait pas de microstructure complètement martensitique, la présence de ce constituant augmente de façon considérable la limite d'endurance. En effet, le passage d'une microstructure perlitique à une microstructure à prédominance martensitique (Fe-2Cu-1.5Mo-4Ni-0.8C) augmente la limite d'endurance de près de 50%.

L'utilisation de traitements thermiques permet aussi de modifier les constituants microstructuraux des aciers et surtout d'obtenir une microstructure martensitique. Le tableau 2.4 présente les résultats de deux études sur le sujet (Habibi, Janghorban, Khorsand, Yoozbashizade & Jahromi, 2002; Saritas, Causton, James & Lawley, 2004). Ce tableau présente la limite d'endurance, obtenue pour un rapport  $R = -1$ , selon les conditions frittées et traitées thermiquement. De plus, le rapport de la limite d'endurance à la résistance à la traction est présenté et permet de comparer l'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques statiques et sur les propriétés en fatigue. La microstructure des alliages avant la trempe est typiquement perlitique avec des régions de ferrite. Après le traitement de trempe et revenu, la microstructure est martensitique

avec des régions ferritiques. Des régions austénitiques sont aussi observées pour les alliages alliés au nickel.

Tableau 2.4 Influence du traitement de trempe et revenu sur la limite d'endurance

Alliage	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	État	$\sigma_d$ (MPa)	$\sigma_d/R_m$	Référence
Fe-0.5Mo-1.5Cu- 1.75Ni-0.5C	6.7	Fritté	130	0.26	Habibi <i>et al.</i> (2002)
		Trempe + Revenu	170	0.22	
Fe-0.8Mo-2Cu- 0.5C	7.3	Fritté	338	0.43	Saritas <i>et al.</i> (2004)
		Trempe + Revenu	386	0.27	
Fe-0.8Mo-2Ni- 0.5C	7.4	Fritté	345	0.42	
		Trempe + Revenu	524	0.32	

L'augmentation de la limite d'endurance associée au traitement thermique varie entre 15% pour l'alliage Fe-0.8Mo-2Cu-0.5C et 50% pour l'alliage Fe-0.8Mo-2Ni-0.5C. Saritas *et al.* (2004) expliquent la moins bonne performance en fatigue de l'alliage au cuivre comparativement à l'alliage au nickel par la présence de grosses porosités laissées par le cuivre après le frittage en phase liquide (voir figure 1.12). Les résultats démontrent aussi que l'influence du traitement de trempe et revenu sur la limite d'endurance est moins importante que sur la résistance à la traction. En effet, le rapport de la limite d'endurance à la résistance à la traction tend vers des valeurs plus faibles lorsque  $R_m$  augmente. Ce résultat a aussi été obtenu par Haynes (1970). Cependant, la diminution de ce rapport pour les constituants microstructuraux durs n'est pas observée pour les aciers corroyés. En effet, le tableau 2.5 montre le rapport de la limite d'endurance à la résistance à la traction en fonction des constituants microstructuraux pour les aciers corroyés (Lee, 2005). Ainsi, à part le cas de la martensite non-revenue, les constituants microstructuraux qui présentent des résistance à la traction plus élevée (martensite et bainite revenue) possèdent généralement un ratio  $\sigma_d/R_m$  supérieur aux constituants présentant des  $R_m$  plus faible (perlite et austénite). Cette comparaison permet de mettre en évidence l'interaction complexe entre les constituants microstructuraux, la porosité et les propriétés mécaniques statiques et dynamiques pour les aciers

élaborés par métallurgie des poudres. De plus, tel que présenté par Danninger *et al.* (1997), le rayon critique de Kitagawa diminue lorsque la dureté de l'alliage augmente. Ainsi, pour les aciers qui présentent une résistance mécanique statique élevée, la limite d'endurance serait plus sensible à la taille de la porosité.

Tableau 2.5 Influence des constituants microstructuraux sur le rapport de la limite d'endurance à la résistance à la traction pour les aciers corroyés (Lee, 2005)

Constituants microstructuraux	$\sigma_d/R_m$
Ferrite	0.58
Ferrite+Perlite	0.38
Perlite	0.38
Martensite non-revenue	0.26
Martensite revenue	0.55
Martensite + Bainite revenues	0.5
Bainite revenue	0.5
Austénite	0.37

Finalement, l'effet de la température de frittage sur la limite d'endurance a été étudié par Piotrowski *et al.* (1998) et est présenté au tableau 2.6. Le tableau présente aussi la limite d'élasticité de l'alliage selon les conditions de frittage.

Tableau 2.6 Influence de la température de frittage sur la limite d'endurance d'un acier Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5 (Piotrowski & Biallas, 1998)

Température de frittage (°C)	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	$R_e$ (MPa)	$\sigma_d$ (MPa)
1120	7.0	235	117
1280	7.0	310	126

Les résultats montrent une légère augmentation de la limite d'endurance de 7% pour une température de frittage plus élevée tandis que l'augmentation de la limite d'élasticité est de plus de 30%. Les auteurs expliquent le plus faible impact de l'augmentation de la température de frittage sur les propriétés en fatigue que sur les propriétés en traction par le caractère beaucoup plus local du processus de fatigue. En effet, les propriétés en fatigue seraient plus sensibles à des hétérogénéités locales de la microstructure que les propriétés mécaniques. Afin de le confirmer, les auteurs ont obtenu des courbes de déformation-contrainte cyclique pour les aciers aux deux températures de frittage. Ainsi, bien que la température plus élevée de frittage homogénéise la composition de la pièce, la diffusion plus complète du nickel augmente l'effet du durcissement par solution solide et cause une plus grande hétérogénéité mécanique locale. Les auteurs concluent que l'effet plus prononcé du durcissement par solution solide conduit à une déformation cyclique plus hétérogène et à une localisation plus importante de la contrainte, menant à une plus faible augmentation de la limite d'endurance. Un point non discuté dans l'étude de Piotrowski *et al.* (1998) et qui peut avoir une certaine importance sur les propriétés en fatigue, est l'observation par les auteurs de pores plus gros pour une température de frittage plus élevée (figure 2.9). En effet, Saritas *et al.* (2004) ont même obtenu une baisse de la limite d'endurance pour une température de frittage plus élevée et attribuent cette baisse à la présence de plus gros pores.

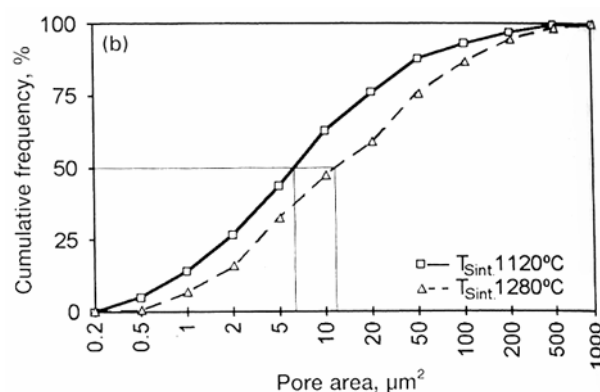


Figure 2.9 Influence de la température de frittage sur la distribution de la surface de la porosité (Piotrowski & Biallas, 1998).

### 2.1.2.2 Inclusions

Tel que décrit précédemment, l'initiation de fissures de fatigue pour les aciers de la métallurgie des poudres se produit généralement à un pore situé près de ou à la surface. Ceci les distingue des aciers corroyés où l'initiation de fissures de fatigue se produit généralement à des inclusions non-métalliques (Collins & Michal, 1993). En effet, des études fractographiques effectuées par Drar (2000), ont montré que l'initiation de fissures de fatigue se produit aux pores pour des aciers contenant 0.5% de MnS ajoutés et ce à deux niveaux de densité, 7.15 et 7.45 g/cm<sup>3</sup>. Bien que la présence d'inclusions non-métalliques ne semble pas influencer l'initiation de fissures en fatigue pour les aciers issus de la métallurgie des poudres, leur présence peut avoir un effet sur la limite d'endurance.

L'étude de Collins *et al.* (1993) sur l'effet d'inclusions non-métalliques sur la limite d'endurance d'aciers corroyés a démontré que la fraction volumique des inclusions n'est pas un facteur déterminant sur le comportement en fatigue. En effet, la taille, la morphologie ainsi que la distribution des inclusions non-métalliques déterminent le comportement en fatigue pour les aciers corroyés. Il est tout de même important de noter que dans les aciers corroyés, la fraction volumique des inclusions est généralement inférieure à 0.03% (Benzerga, Besson & Pineau, 2004 ; Garrison & Wojcieszynski, 2007), tandis que dans les aciers de la métallurgie des poudres, il est courant d'ajouter entre 0.3 et 0.65% massique d'inclusions de MnS afin d'améliorer l'usinabilité.

L'effet d'inclusions sur la durée de vie en fatigue d'un acier issu de la métallurgie des poudres a été étudié par Prucher (1988). Dans cette étude, l'acier Fe-1.8Ni-0.5Mo-0.5C a été forgé après frittage obtenant une pièce ne contenant pratiquement pas de porosités. Des billes de verre, ayant un diamètre d'à peu près 80 µm, ont été ajoutées à la poudre de base selon trois fractions volumiques différentes afin de simuler la présence d'inclusions. Le tableau 2.7 présente les fractions volumiques étudiées par l'auteur ainsi que la distance moyenne séparant les inclusions. De plus, le graphique 2.10 présente la durée de vie en fatigue en fonction de la distance moyenne entre les inclusions. Les essais de fatigue ont été effectués à un niveau de contraintes de 1.1 fois la limite d'endurance du matériau sans l'ajout d'inclusions de verre.



Tableau 2.7 Influence de la fraction volumique d'inclusions (diamètre de 80  $\mu\text{m}$ ) sur la distance moyenne entre les inclusions (Prucher1998)

Fraction volumique (%)	Distance moyenne entre les inclusions ( $\mu\text{m}$ )
4.43	2.2
0.228	17.1
0.032	111

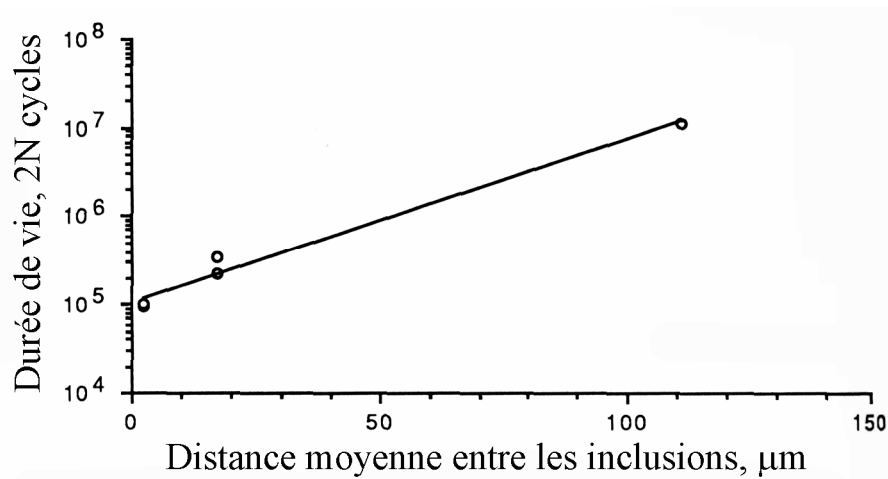


Figure 2.10 Durée de vie en fatigue en fonction de la distance moyenne entre les inclusions (Prucher1998).

L'espacement entre les inclusions a donc un effet significatif sur la durée de vie en fatigue : plus la distance moyenne entre les billes de verres est élevée plus la durée de vie de la pièce est élevée. Selon les auteurs, lorsque la distance entre les particules augmente, la combinaison de l'initiation plus tardive de microfissures et un plus faible taux de coalescence des microfissures en une fissure principale expliquent l'amélioration de la durée de vie. L'explication sur le fait que

la coalescence de microfissures en fissure est accélérée par la densité de microfissures est logique et correspond bien à l'analyse de Suh, Yuuki & Kitagawa (1985) qui affirment qu'une densité critique de microfissures doit être atteinte pour la formation de fissures. De plus, l'explication selon laquelle l'initiation se produit plus tôt lorsque la distance moyenne entre les inclusions diminue est en accord avec les travaux de Argon *et al.* (1975A, 1975B) qui montrent que lorsque la distance entre les particules est suffisamment petite, l'interaction entre les inclusions augmente la contrainte à l'interface facilitant la décohésion et donc l'initiation de fissures. Il est important de noter ici que la taille des billes de verre utilisées dans l'étude de Prucher (1988) est de beaucoup supérieure à la taille des inclusions que l'on retrouve généralement dans les aciers. En effet, dans le cas de l'ajout d'inclusions de MnS aux mélanges de poudres, les particules ont généralement un diamètre de 10  $\mu\text{m}$  (Clayes & Chopra, 1997). Ainsi, si l'on se réfère aux schémas de Kitagawa (figure 2.8), la taille des billes de verres est très près du rayon critique qui affecte la limite d'endurance contrairement à la taille moyenne des particules de MnS utilisés en métallurgie des poudres.

L'influence de la présence d'inclusions de MnS sur la limite de fatigue des aciers élaborés par métallurgie des poudres a été étudiée par différents auteurs (Clayes & Chopra, 1997 ; Ardakani, Khaki & Mashhadi, 2004 ; Bernier, Boilard, Bailon & L'Espérance, 2005 ; Campbell-Tremblay, Blais, L'Espérance & Boilard, 2005). Clayes *et al.* (1997) ainsi que Ardakani *et al.* (2004) ont étudié l'effet de l'ajout de 0.3%MnS pour des pièces de poudres forgées. Clayes *et al.* (1997) n'ont pas observé d'effet sur la limite d'endurance tandis que Ardakani *et al.* (2004) ont observé une diminution de la durée de vie en fatigue oligocyclique. Bernier *et al.* (2005) ainsi que Campbell-Tremblay *et al.* (2005) ont montré que la présence de 0.65% MnS n'a pas d'effet sur la limite d'endurance pour des pièces de 7.0  $\text{g/cm}^3$  et ce, autant pour des pièces de faible dureté (80HRB) que de haute dureté (35 HRC). Cependant, Campbell-Tremblay *et al.* (2005) obtiennent une baisse de près de 40% de la limite d'endurance lorsque la teneur en MnS est augmentée de 0.65% à 1.0%. Ce résultat semble indiquer que même si les inclusions de MnS ont une taille plus faible que les pores, elles peuvent avoir un impact significatif sur la limite d'endurance si elles sont présentes en nombre suffisant.

## 2.2 Fatigue propagation des aciers de la métallurgie des poudres

La propagation de fissures de fatigue est basée sur le facteur d'intensité de contrainte  $K_I$ . Si l'on considère un matériau contenant une fissure de longueur  $a$  soumis à des contraintes cycliques, on peut déterminer pour les contraintes maximales,  $\sigma_{max}$ , et minimales,  $\sigma_{min}$ , le facteur d'intensité de contrainte qui leur seront respectivement associés, soit  $K_{max}$  et  $K_{min}$ . Les deux équations suivantes relient le facteur d'intensité de contrainte au niveau de contrainte :

$$K_{max} = \alpha \sigma_{max} \sqrt{\pi a} \quad (2.11)$$

$$K_{min} = \alpha \sigma_{min} \sqrt{\pi a} \quad (2.12)$$

où  $\alpha$  dépend de la géométrie de la pièce et des conditions de chargement et  $a$  est la longueur de la fissure. La variation du facteur d'intensité de contrainte est donc défini comme suit :

$$\Delta K = K_{max} - K_{min} \quad (2.13)$$

$$\Delta K = \alpha \sqrt{\pi a} (\sigma_{max} - \sigma_{min}) \quad (2.14)$$

La figure 2.11 décrit schématiquement, sur une échelle logarithmique, la vitesse de fissuration,  $da/dN$ , en fonction de la variation du facteur d'intensité de contrainte,  $\Delta K$ . Ce graphique peut être divisé en trois zones distinctes. Dans la région I, lorsque  $\Delta K$  diminue, la vitesse de fissuration diminue significativement. L'asymptote  $\Delta K_{seuil}$  est la valeur seuil de la variation de facteur d'intensité de contrainte, en dessous de laquelle aucune fissure de fatigue ne peut se propager. La valeur de  $\Delta K_{seuil}$  dépend du matériau et varie, pour les aciers corroyés, entre 5 et 16  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ , selon de la valeur de  $R$ . À l'autre extrême, dans la région III, lorsque  $\Delta K$  est élevé le taux de propagation de fissure accélère rapidement et il y a rupture catastrophique du matériau. Ceci se produit lorsque  $K_{max}$  approche de  $K_{IC}$ , le facteur critique d'intensité de contrainte caractérisant la ténacité du matériau.

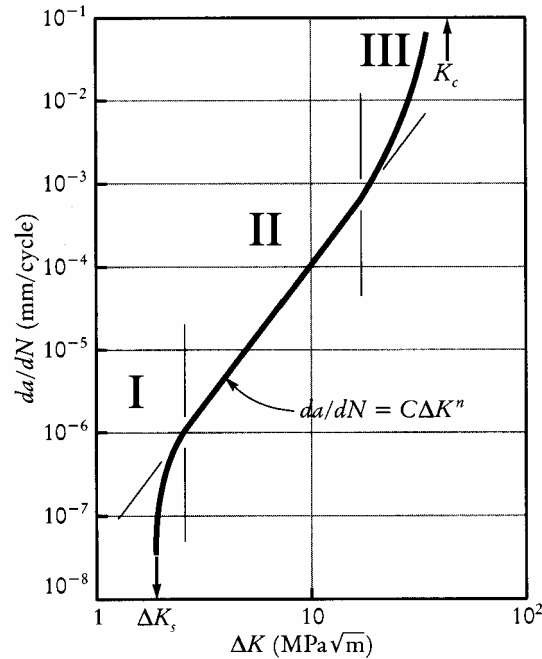


Figure 2.11 Courbe de vitesse de fissuration en fonction de la variation du facteur d'intensité de contrainte (Baïlon & Dorlot, 2000).

Dans la région II, la vitesse de fissuration peut être décrite par une relation linéaire, dans une échelle bi logarithmique, avec  $\Delta K$ . Cette relation, appelée relation de Paris-Erdogan, est décrite comme suit :

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad (2.15)$$

où  $C$  et  $m$  représentent des constantes du matériau. Les courbes donnant la vitesse de propagation d'une fissure en fonction de la variation du facteur d'intensité de contrainte pour les aciers de la métallurgie des poudres sont semblables à celles que l'on retrouve pour les aciers corroyés (DasGupta & Queeney, 1980). En général, le  $\Delta K_{seuil}$  est plus faible et la pente de la région de Paris-Erdogan,  $m$ , est plus élevée pour les aciers de la métallurgie des poudres comparativement aux aciers corroyés (Sonsino, 1990). La figure 2.12 compare schématiquement les courbes  $da/dN$  des aciers élaborés par métallurgie des poudres aux aciers corroyés et aux fontes nodulaires (Esper, Sonsino & Leuze, 1985).

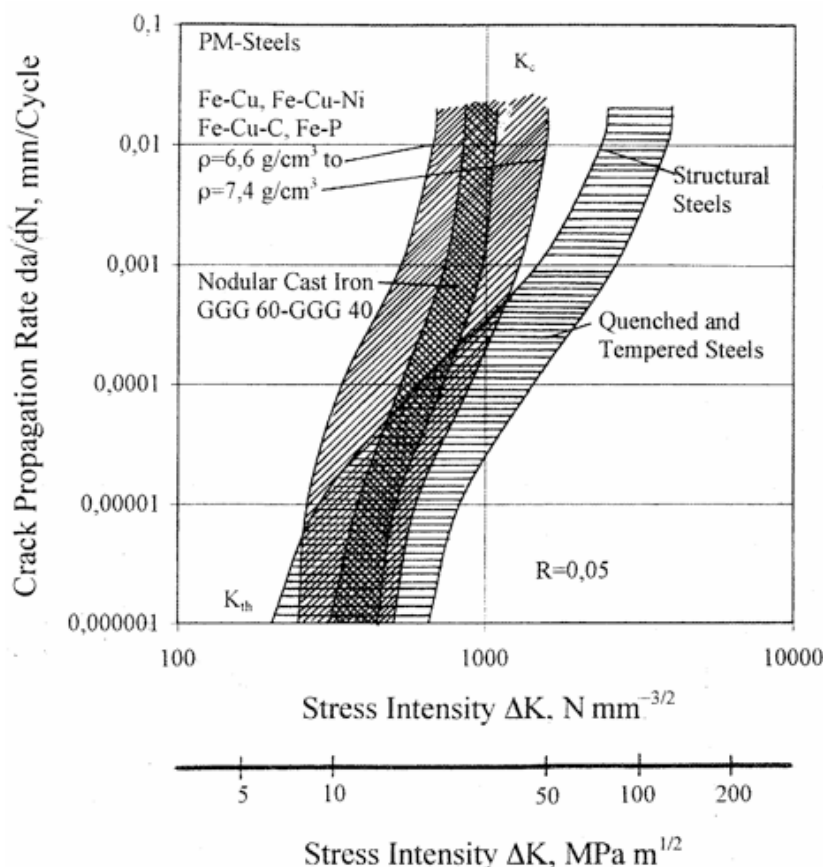


Figure 2.12 Comparaison schématique des courbes  $da/dN$  des aciers élaborés par métallurgie des poudres aux aciers corroyés et aux fontes nodulaires (Esper, Sonsino & Leuze, 1985).

Selon la majorité des auteurs, les fissures de fatigue se propagent essentiellement par la coalescence de microcavités dans les ponts de frittage (Fleck & Smith, 1981A ; Drar & Bergmark, 1995 ; Sager, Stephens & Prucher, 1998 ; Stephens, Horn, Poland & Sager, 1999) et sont influencées par la fraction volumique de porosité et par la microstructure (Saritas, Causton, James & Lawley, 2004 ; Deng, Piotrowski, Chawla & Narashiman, 2008). L'influence de la porosité sur la propagation de fissures de fatigue sera abordée dans la première partie de cette section. Dans la deuxième partie, l'influence de la microstructure sera discutée.

### 2.2.1 Influence de la porosité

Le premier effet de la porosité sur la propagation de fissures de fatigue est son influence sur le  $\Delta K_{seuil}$ . Le tableau 2.8 présente les résultats de  $\Delta K_{seuil}$ , tirés du résumé de Hadrboletz *et al.*, obtenus pour un alliage Fe-1.5Mo-0.7C fritté à 1280°C pendant deux heures. Premièrement,

$\Delta K_{seuil}$  augmente avec l'augmentation de la densité. Cependant, dans la gamme de densité plus couramment utilisée en métallurgie des poudres (6.8-7.5 g/cm<sup>3</sup>),  $\Delta K_{seuil}$  est stable. Deuxièmement, la température et le temps de frittage utilisés dans cette étude ne sont pas représentatifs des conditions standard en métallurgie des poudres des aciers, affectant ainsi la valeur de  $\Delta K_{seuil}$ . En effet, dans les conditions standard de frittage, le  $\Delta K_{seuil}$  se situe plus entre 5-7 MPa√m . (Fleck & Smith, 1981; Suh, Yuuki & Kitagawa, 1985; Mellanby & Moon, 1989; Douib, Mellanby & Moon, 1989; Shan & Leng, 1999). Une fois que la variation du facteur d'intensité de contrainte seuil est atteinte, il y a propagation de fissures de fatigue.

Tableau 2.8 Influence de la densité sur la variation du facteur d'intensité de contrainte seuil (Hadrboletz & Weiss, 1997)

Densité (g/cm <sup>3</sup> )	$\Delta K_{seuil}$ (MPa√m )
5.62	6.6
6.4	9.0
6.65	9.6
7.33	9.2
7.47	9.2
7.85	10.6

Fleck *et al.* (1981) présentent schématiquement la propagation de fissures dans un acier issu de la métallurgie des poudres, fig. 2.13. Les aciers frittés possèdent typiquement une taille de particules de 100 µm, un diamètre de ponts de 20 µm et le rayon de courbure des pores est de 10 µm. De plus, Fleck *et al.* (1981) ont estimé le rayon en tête de fissure à 0.7 µm.

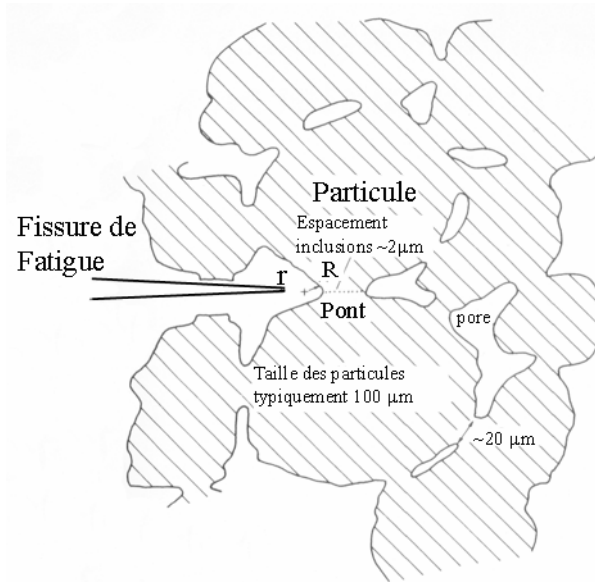


Figure 2.13 Représentation schématique de la propagation de fissures de fatigue en métallurgie des poudres (Fleck & Smith, 1981).

La taille de la zone plastifiée en tête de fissure lors d'un chargement cyclique en mode de contrainte plane est décrite par l'équation suivante (Suresh, 1991):

$$r_p = \frac{1}{\pi} \left( \frac{\Delta K}{2R_e} \right)^2 \quad (2.16)$$

où  $R_e$  est la limite d'élasticité. En général, dans la région I de la propagation, la taille de la zone plastifiée est comparable à la taille des pores. Ainsi, lorsque les pores occupent une portion importante de la zone plastifiée devant une fissure qui se propage, ils agissent comme des concentrateurs de déformation. En effet, Queeney (1981) remarque que dans la région I, le front d'avancement de fissures s'arque vers les pores, indiquant une concentration de la déformation autour de ceux-ci. DasGupta *et al.* (1980) ainsi que Fleck *et al.* (1981), notent que la transition entre la région I et la région II se produit à une valeur de variation du facteur d'intensité de contrainte plus élevée pour les densités plus élevées. Ils expliquent cette observation par l'influence de la distance entre les pores sur le mode de propagation. En effet, dans la région II, la taille de la zone plastifiée devient plus importante que la distance entre les pores. Ainsi, le champ de déformation se retrouve moins perturbé par la concentration de déformation près des pores. Queeney (1981) remarque ainsi que l'avancement du front de fissure demeure insensible à la

présence de la porosité. Cependant, les études de Fleck *et al.* (1981) ainsi que Stephens *et al.* (1999) montrent une influence de la densité sur les paramètres de la relation de Paris-Erdogan, tel que présenté au tableau 2.9.

Tableau 2.9 Influence de la densité sur les paramètres de la relation de Paris-Erdogan

Alliage	Température de frittage (°C)	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	$C$	$m$	Références
Fe-1.75-1.5Cu- 0.5Mo-0.5C	1120	6.58	$4.9 \times 10^{-12}$	5.7	Fleck <i>et al.</i> 1981
		6.81	$4.9 \times 10^{-12}$	5.0	
		6.98	$5.2 \times 10^{-12}$	4.5	
Fe-0.5C- 0.85Mo-0.12Ni- 0.13Mg-0.09Cu	1120	7.0	$1.75 \times 10^{-12}$	3.84	Stephens <i>et al.</i> 1999
		7.4	$3.66 \times 10^{-11}$	2.71	
	1315	7.4	$3.47 \times 10^{-11}$	2.74	

Ces résultats montrent aussi une diminution de la vitesse de propagation lors d'une augmentation de la densité. De plus, l'effet de l'augmentation de la densité est très marquée tandis de l'effet de l'augmentation de la température de frittage n'a que très peu d'effet. Ceci indique que les caractéristiques des pores (taille et morphologie) n'ont peu ou pas d'influence sur la propagation de fissures dans la région II.

Finalement, la région III de propagation, où la vitesse de propagation de fissure augmente rapidement, n'est généralement pas rapportée en métallurgie des poudres (Hadrboletz & Weiss, 1997). En effet, la faible valeur de  $K_{IC}$  pour les aciers de la métallurgie des poudres (20-50 MPa $\sqrt{m}$ ) comparativement aux aciers corroyés (80-130 MPa $\sqrt{m}$ ) rend la région III difficilement observable (DasGupta & Queeney, 1980 ; Fleck & Smith, 1981 ; Hadrboletz & Weiss, 1997).



## 2.2.2 Influence de la microstructure

Il existe très peu de données traitant de l'effet de la microstructure sur la propagation de fissures de fatigue en métallurgie des poudres. Dans le cas des aciers corroyés, l'effet des constituants microstructuraux est surtout remarqué dans la région I et III de la propagation (Taylor, 1989 ; Suresh, 1991 ; Landgraf, 1979). La figure 2.14 (a) présente l'effet de la limite d'élasticité de la martensite et de la bainite sur le  $\Delta K_{seuil}$  (Taylor, 1989). Tandis, que la figure 2.14 (b) présente aussi l'effet de la limite élastique sur le  $\Delta K_{seuil}$  pour la perlite. Ce résultat indique que les aciers de haute dureté sont beaucoup plus sensibles à la présence de défauts que les aciers de plus faible dureté, permettant la propagation de fissures pour des variations de contrainte plus faible (Taylor, 1989; Landgraf, 1979). Dans le cas des aciers bi-phasés (formés de martensite et de ferrite), Ramage, Jata, Shiflet & Starke (1987) montrent qu'une microstructure constituée d'îlots de ferrite entourés de martensite donne un  $\Delta K_{seuil}$  plus élevé qu'une microstructure constituée d'îlots de martensite entourés de ferrite.

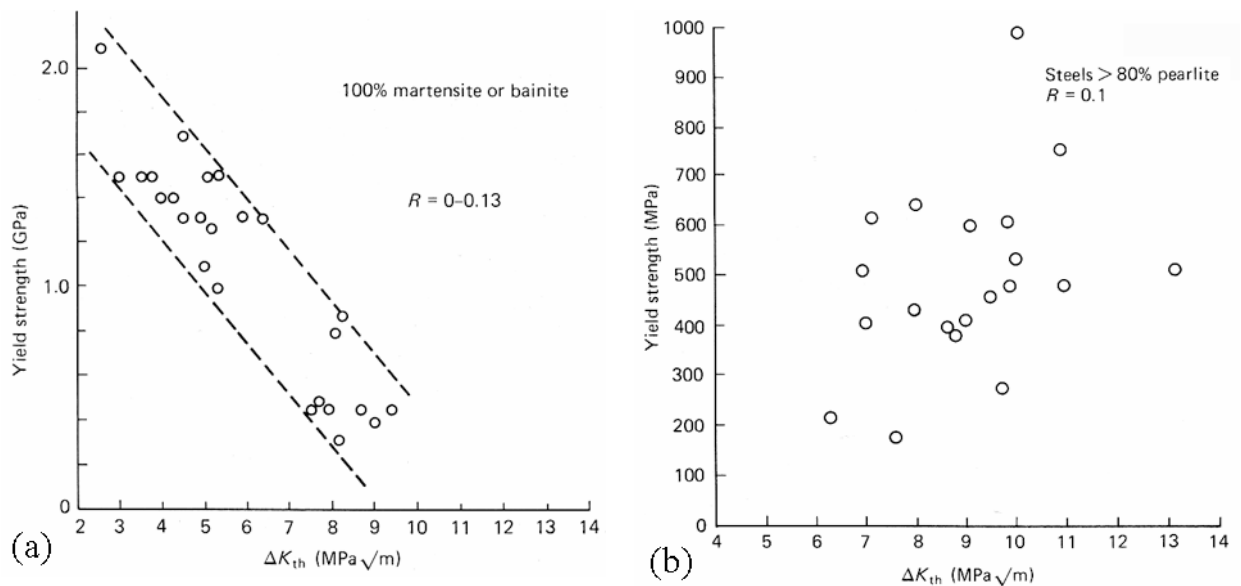


Figure 2.14 Influence de la limite d'élasticité sur le  $\Delta K_{seuil}$  pour (a) la bainite et la martensite et (b) pour la ferrite (Taylor, 1989). Aciers corroyés.

L'influence des constituants microstructuraux sur la région II est présentée à la figure 2.15 (Landgraf, 1979). De plus, le tableau 2.10 présente des valeurs typiques pour les paramètres  $C$  et  $m$  des différents constituants microstructuraux des aciers corroyés obtenues à un rapport  $R$  près

de 0. D'une part, la région linéaire de propagation (relation de Paris-Erdogan) commence à des valeurs plus faibles pour les constituants durs. D'autre part, plus la dureté du constituant microstructural est élevée, plus la pente,  $m$ , et donc la vitesse de propagation, sera faible. Ainsi, sur la majorité de la plage de la région II, la vitesse de propagation est similaire peu importe les constituants.

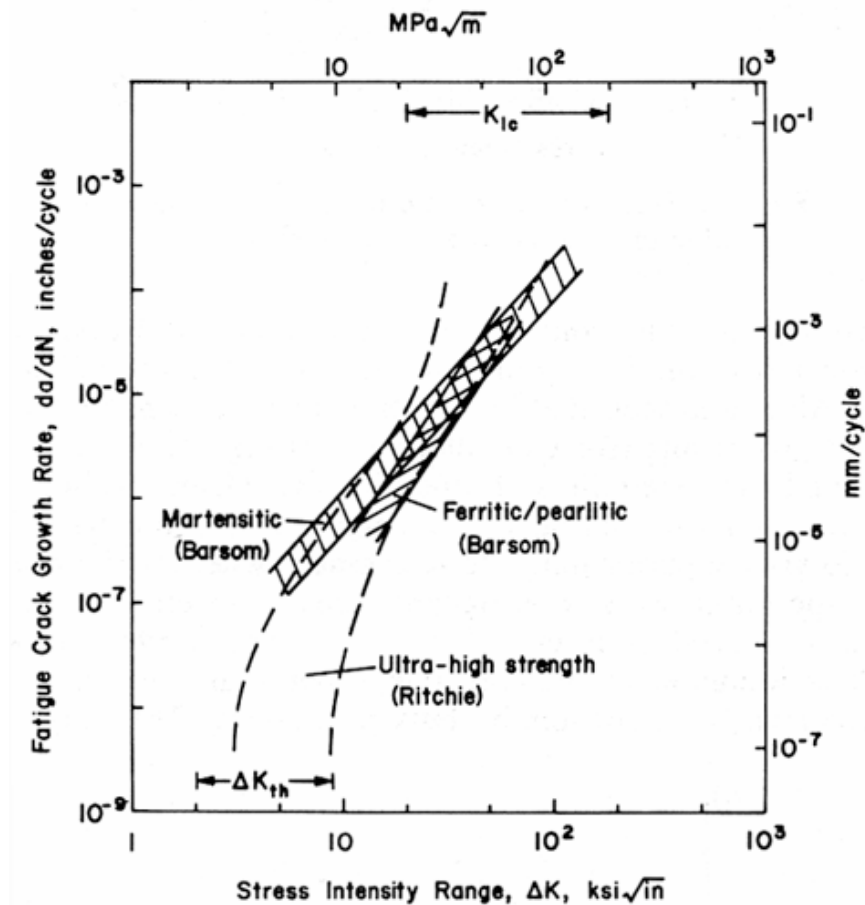


Figure 2.15 Influence des constituants microstructuraux sur la région de Paris-Erdogan (Landgraf, 1979). Aciers corroyés.

Tableau 2.10 Valeurs typiques des constantes  $C$  et  $m$  pour les constituants microstructuraux des aciers (Lee, 2005)

Constituants	$C$	$M$
Martensite	$1.36 \times 10^{-7}$	2.25
Ferrite – Perlite	$6.89 \times 10^{-9}$	3
Austénite	$5.61 \times 10^{-9}$	3.25

Deng *et al.* (2008B) ont étudié l'influence de la microstructure sur le comportement en fatigue propagation pour deux aciers élaborés par métallurgie des poudres ayant une composition Fe-0.85Mo-2Ni-0.6C. Pour le premier alliage, le nickel est pré-allié, ainsi la composition est homogène, donnant lieu à une microstructure majoritairement perlitique avec quelques régions de ferrite. Dans le deuxième alliage, le nickel est ajouté, la microstructure est donc complexe et est formée de perlite, de bainite et de zones riches en nickel. La pente de la relation de Paris-Erdogan est semblable pour les deux alliages et se situe entre 4 et 6  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  pour des rapports de contrainte entre -1 et 0.1. Ainsi, macroscopiquement, la différence de microstructure n'affecte pas le comportement en propagation. Cependant, Deng *et al.* (2008B) ont mesuré localement la vitesse de propagation en fatigue à travers les différentes phases pour une variation d'intensité de contrainte de  $7.0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , tableau 2.11. Ces résultats montrent que la vitesse de propagation augmente pour les constituants microstructuraux de faible dureté, ce qui est en accord avec le tableau 2.10. Cependant, la très grande différence de vitesse de propagation à travers la perlite fine et les régions riches en nickel est difficilement explicable et met en doute la validité de quantifier localement la vitesse de propagation. En effet, Deng *et al.* (2008B) calculent la vitesse de propagation par observation au microscope lorsqu'une fissure se propage à travers un constituant donné. Cette observation 2D ne permet pas de tenir compte de phénomènes se produisant sous la surface, tel que la présence de porosité. De plus, bien que microscopiquement l'effet de régions riches en nickel sur la propagation est déterminante, Deng *et al.* (2008B) n'observent aucun effet macroscopique. Effectivement, ils obtiennent des pentes similaires pour la région de Paris-Erdogan pour des alliages avec et sans zones riches en nickel.

Tableau 2.11 Vitesse de propagation en fatigue à travers différents constituants microstructuraux d'un acier Fe-0.85Mo-2Ni-0.6C (Deng, Piotrowski, Chawla & Narashiman, 2008B)

Constituants microstructuraux	Vitesse de propagation de fissures de fatigue ( $10^{-8}$ m/cycle)
Zones riches en nickel	$1.74 \pm 0.89$
Perlite grossière	$0.55 \pm 0.04$
Perlite fine	$0.18 \pm 0.04$
Bainite	$0.08 \pm 0.01$

## 2.3 Conclusion

L'objectif de ce chapitre a été de décrire l'influence de la porosité et de la microstructure sur le comportement en fatigue des aciers élaborés par métallurgie des poudres. Les conclusions suivantes peuvent être tirées de ce chapitre :

- La porosité influence le comportement en fatigue en réduisant la section effective supportant la charge et en agissant comme concentrateur de contrainte. L'effet de la concentration de contrainte est cependant le facteur dominant. L'initiation de fissures de fatigue est souvent associée aux pores présentant le facteur de concentration de contraintes le plus élevé.
- La limite d'endurance des aciers élaborés par métallurgie des poudres est fortement influencée par la taille des plus gros pores présents dans le volume sollicité lorsque la taille de ceux-ci dépasse une taille critique. Le rayon critique de la porosité dépendra du matériau mais est estimé à 50  $\mu\text{m}$  pour les aciers.
- La porosité influence la propagation de fissures de fatigue en diminuant la variation de facteur d'intensité de contrainte seuil et en augmentant la pente de la relation de Paris-Erdogan.
- Les aciers formés de constituants microstructuraux durs (bainite, martensite) possèdent une limite d'endurance plus élevée que ceux formés de constituants mous (perlite, ferrite).

Cependant, l'augmentation de la limite d'endurance associée au passage d'une microstructure perlitique à une microstructure martensitique est moins importante que celle observée sur les propriétés mécaniques en traction uniaxiale.

- Le processus de fatigue étant un phénomène local, il est influencé par toute hétérogénéité locale de la microstructure.
- La présence d'inclusions de MnS n'a pas d'influence sur la limite d'endurance d'aciers élaborés par métallurgie des poudres pour des teneurs égales ou inférieures à 0.65% MnS pour des pièces de 7.0 g/cm<sup>3</sup>. Cependant, la présence de 1.0% MnS diminue de près de 40% la limite d'endurance.
- L'influence de la microstructure sur la propagation de fissures de fatigue des aciers élaborés par métallurgie des poudres est peu connue. On note cependant une vitesse de propagation plus élevée pour les constituants microstructuraux mous que pour les constituants microstructuraux durs.

### **CHAPITRE 3 DÉMARCHE ET ORGANISATION DE LA RECHERCHE**

Cette thèse a été initiée afin de répondre à un besoin industriel d'obtenir les propriétés mécaniques de pièces d'acier élaborées par métallurgie des poudres. Afin de concevoir des pièces, autant pour des applications de hautes performances que pour des applications moins exigeantes, les propriétés mécaniques statiques et dynamiques de pièces élaborées par métallurgie des poudres doivent être connues. Les marchés établis et visés par l'industrie de la métallurgie des poudres étant fortement compétitifs, la réduction des coûts de production est un objectif majeur. Cette thèse vise aussi à fournir à la communauté scientifique oeuvrant en métallurgie, et plus particulièrement en métallurgie des poudres, une meilleure compréhension de la relation qui existe entre le procédé d'élaboration, la microstructure, et les propriétés mécaniques. Ainsi, l'approche utilisée pour chacun des trois articles présentés dans cette thèse est d'expliquer l'influence du procédé de fabrication sur la microstructure obtenue et de la relier aux propriétés mécaniques. La figure 3.1 résume la démarche et l'organisation de la recherche utilisée pour cette thèse. Une description de la démarche de chaque article ainsi que la cohérence des articles par rapport aux objectifs de la recherche sera discutée plus en profondeur dans ce chapitre.

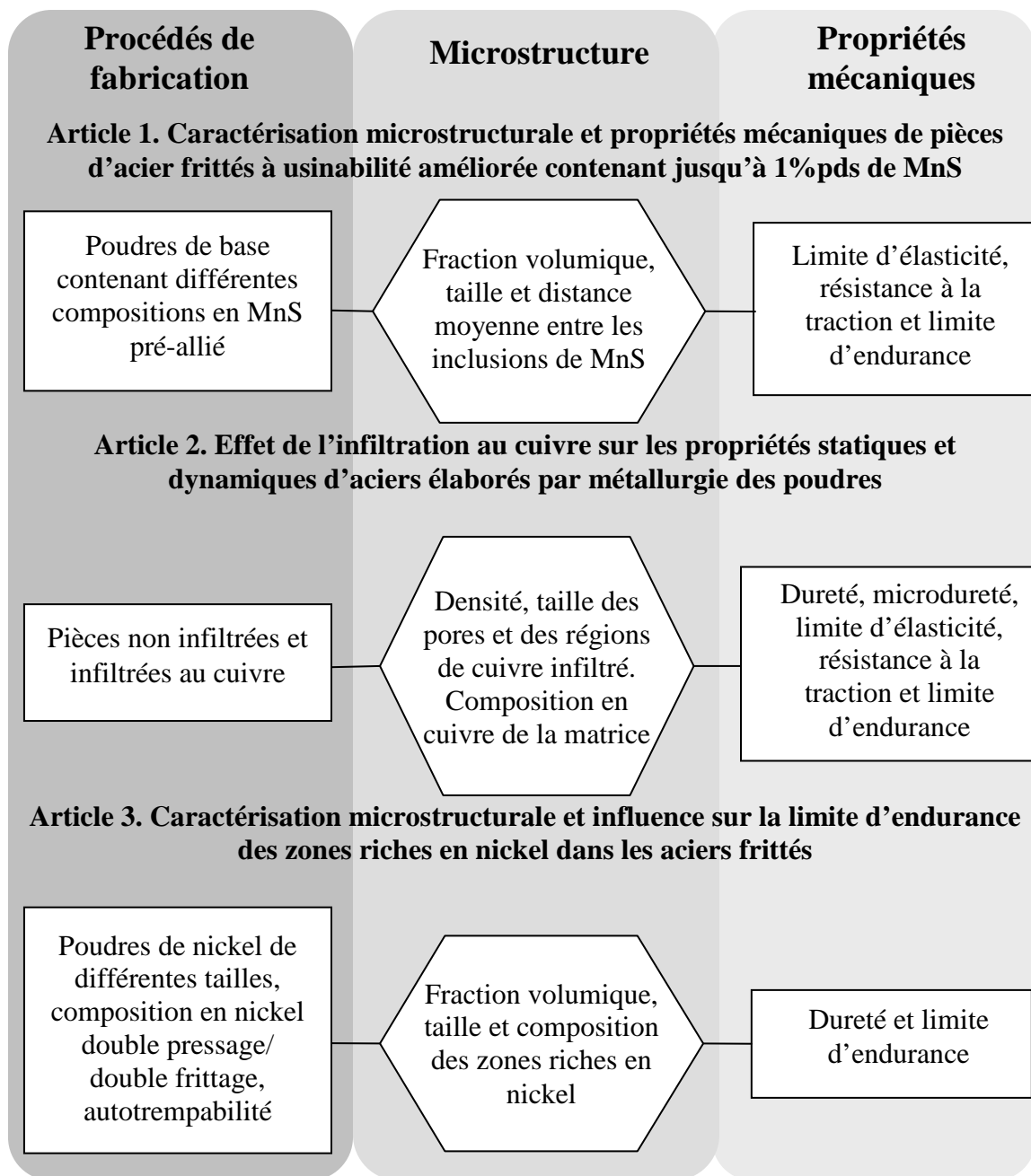


Figure 3.1 Résumé de la démarche et de l'organisation de la thèse.

L'ajout de particules de MnS est souvent utilisé dans les pièces de métallurgie des poudres afin d'améliorer l'usinabilité des produits finis. Ceci permet de réduire les coûts liés à l'usinage ou de produire des pièces de géométrie plus complexe nécessitant plus d'usinage. Une des particularités des poudres de base utilisées dans cette thèse est que les particules de MnS sont

pré-alliées au lieu d'être ajoutées. En effet, dans la vaste majorité des pièces d'acier à usinabilité améliorée produites par métallurgie des poudres, les particules de MnS sont ajoutées. Lorsque les particules de MnS sont ajoutées, elles se retrouvent préférentiellement près des pores et dans les ponts de frittage. Cependant, lorsque les particules sont pré-alliées, elles se forment directement dans le bain liquide avant l'atomisation et sont donc présentes à travers le volume de la poudre de base. De plus, il a été démontré que lorsque les particules de MnS sont pré-alliées, elles sont plus efficaces pour améliorer l'usinabilité que lorsqu'elles sont ajoutées (Blais & L'Espérance, 2002; Campbell-Tremblay, Blais, L'Espérance & Boilard, 2005). D'autres avantages pratiques et économiques sont associés à l'utilisation de poudres pré-alliées au MnS. Outre la réduction de coûts associés à l'achat, l'entreposage et la manutention de particules de MnS, les pièces produites à partir de poudres de base alliées au MnS présentent une meilleure homogénéité, une durée de vie d'entreposage plus longue et une plus faible perte de soufre durant le frittage. Ainsi, les poudres de base utilisées dans cette thèse contiennent pratiquement toutes des inclusions de MnS. Cependant, avant d'utiliser ces poudres, il a été jugé nécessaire de bien comprendre l'influence de la teneur en MnS pré-alliés sur les propriétés mécaniques. De plus, le peu d'études qui existent sur le sujet ont été principalement effectuées sur des aciers où les particules de MnS étaient ajoutées au mélange. La teneur en MnS généralement utilisée dans les aciers de la métallurgie des poudres varie entre 0.3-0.65%pds. Cependant, Boilard *et al.* (2008) ont montré que l'utilisation d'une nouvelle poudre de base contenant jusqu'à 1.0%pds de MnS améliore l'usinabilité de façon très marquée, rendant l'étude de cette poudre particulièrement intéressante.

Le premier article de cette thèse visera donc à étudier l'influence de la composition en MnS pré-allié de la poudre de base sur les propriétés mécaniques statiques et dynamiques d'aciers élaborés par métallurgie des poudres. Afin de clairement identifier l'effet de la teneur en MnS et de pouvoir comparer nos résultats à la littérature, la composition (Fe-2.0Cu-0.8C) et le procédé d'élaboration le plus fréquemment utilisé en métallurgie des poudres ont été choisis. La microstructure a été caractérisée par analyse d'images de micrographies prises au microscope électronique à balayage, afin de quantifier l'effet de la composition en MnS sur la fraction volumique, la taille et la distance moyenne entre les inclusions. Les propriétés mécaniques ont été étudiées à l'aide d'essais de traction et d'essais de fatigue de type endurance. Finalement, les mécanismes impliqués influençant les propriétés mécaniques ont été mis en évidence par analyse fractographique.



Dans le second article, l'influence du procédé d'infiltration au cuivre sur les propriétés mécaniques statiques et dynamiques a été étudiée. L'infiltration au cuivre est un procédé qui permet l'obtention de haute densité à plus faible coût que les procédés thermomécaniques (double pressage et double frittage, pressage à chaud, forgeage). Comme il a été présenté aux sections 1.1 et 2.1.1, la densité a un effet dominant sur les propriétés mécaniques. L'avantage de l'infiltration au cuivre sur les propriétés mécaniques statiques est relativement bien connu, cependant très peu d'études présentent des résultats fiables sur la limite d'endurance. Dans un premier temps, la densité et la microstructure de pièces infiltrées ont été comparées à une pièce non infiltrée. La taille et la morphologie des zones de cuivre infiltré ont été quantifiées et comparées à la taille et la morphologie des pores d'une pièce non infiltrée. De plus, la diffusion du cuivre à l'intérieur de la matrice d'acier a été quantifiée par spectrométrie des rayons X. Au niveau des propriétés mécaniques, le durcissement causé par la diffusion du cuivre a été quantifié par des mesures de microdureté, ce qui représente une nouveauté. Cette étude a permis d'étudier l'effet de l'augmentation de la section effective supportant la charge ainsi que la présence d'une phase molle et ductile (cuivre) sur les propriétés en traction uniaxiale et en fatigue endurance des aciers élaborés par métallurgie des poudres.

Les pièces élaborées par métallurgie des poudres pour les applications de haute performance doivent posséder une microstructure de martensite revenue afin d'atteindre les propriétés mécaniques requises. Un traitement de trempe martensitique doit donc être effectué. Un des avantages économiques de la métallurgie des poudres est la possibilité d'utiliser le traitement dit d'autotrempe. En effet, à la sortie du four de frittage il est possible de refroidir rapidement les pièces pour obtenir de la martensite. Ce procédé étant en continu, il permet de réduire les coûts de production. De plus, il évite les problèmes de distorsion et de rétention d'huile associés au traitement usuel de trempe. Cependant, ce milieu de trempe étant moins sévère, une bonne trempabilité de l'alliage d'acier est nécessaire (voir section 1.2.2). Le nickel est l'élément d'alliage le plus utilisé pour ce type de pièces, car il augmente la trempabilité et assure la formation de martensite. Cependant, sa faible vitesse de diffusion dans l'austénite entraîne la formation de zones riches en nickel (section 1.2.1.4). L'influence des régions riches en nickel sur les propriétés mécaniques a fait l'objet de plusieurs études au cours de la dernière décennie. Cependant, aucune de ces études ne permet de tirer une conclusion claire sur l'influence des

régions riches en nickel sur la limite d'endurance. De plus, la caractérisation microstructurale des régions riches en nickel n'est pas complète.

Dans le troisième article, la caractérisation microstructurale complète et l'étude de l'influence des zones riches en nickel sur la limite d'endurance des aciers élaborés par métallurgie des poudres ont donc été effectuées. Le défi de cette étude était de pouvoir isoler l'effet des zones riches en nickel des autres effets que peut avoir l'ajout de nickel sur les propriétés en fatigue. Un effort particulier a été fait afin d'obtenir une microstructure martensitique contenant une fraction volumique de zones riches en nickel significative qui sera comparée à une microstructure martensitique sans zone riche en nickel. Des pistes de solutions ont été présentées dans un compte rendu de conférence (annexe 1). Ce compte rendu met en évidence l'importance du choix de la poudre de base sur l'obtention d'une bonne trempabilité. Ainsi, une poudre de base pré-alliée au nickel (0.44%pds) et au molybdène (0.74%pds) a été utilisée. De plus, ce compte rendu démontre que l'utilisation d'une poudre de nickel ayant une taille plus fine ( $d_{50} = 1-2 \mu\text{m}$ ) que les poudres de nickel standard ( $d_{50} = 7.5-8.5 \mu\text{m}$ ) permet d'éviter la formation de zones riches en nickel. Les compositions des deux alliages choisis sont donc les suivantes :

- Pour une microstructure martensitique contenant une fraction volumique significative de zones riches en nickel, Fe – 6.4Ni(std) – 0.7Mo – 0.7C.
- Pour une microstructure martensitique sans zones riches en nickel, Fe – 2.4Ni(fin) – 0.7Mo – 0.7C.

Finalement, afin de se rapprocher des conditions d'élaboration des pièces pour les applications de haute performance, le procédé de double pressage/double frittage a été utilisé. Ceci a permis d'atteindre de plus hautes densités et donc d'augmenter l'importance de la microstructure sur les propriétés mécaniques comparativement à la densité.

La première partie du troisième article a eu pour objectif de quantifier la fraction volumique et la dureté des constituants microstructuraux présents. Cette étape a permis de montrer l'auto trempabilité des alliages utilisés et de déterminer la présence (ou l'absence) des zones riches en nickel. Dans la deuxième partie, la caractérisation microstructurale complète des zones riches en nickel a été effectuée. La composition et les phases en présence ont été déterminées par microscopie électronique à balayage et en transmission. Finalement, la limite d'endurance a été

obtenue pour les deux types de microstructure, permettant de déterminer l'influence des zones riches en nickel.

## **CHAPITRE 4    MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION AND MECHANICAL PROPERTIES OF FREE-MACHINING SINTERED STEEL PARTS CONTAINING UP TO 1 WT PCT MnS**

Article accepté pour publication dans Metallurgical and Materials Transactions A, le 28 mai 2009.

Auteurs : Fabrice Bernier, Jean-Paul Bâillon et Gilles L'Espérance

### **4.1 Abstract**

The effect of prealloying MnS up to 1.0 wt pct on the microstructural features of non-metallic inclusions and their impacts on tensile and fatigue properties of 7.0 g/cm<sup>3</sup> powder metal (P/M) steel (Fe-2.0Cu-0.7C) have been investigated. As the MnS content increases, larger, more irregular and more closely spaced inclusions are obtained. Whilst no significant impact on both static and dynamic properties was observed when prealloying up to 0.65 wt pct MnS, a decrease of more than 15 pct of the ultimate tensile strength and of the endurance limit was found when the MnS content reaches 1.0 wt pct. The decrease in the ultimate tensile stress is attributed to a lower ductility of the sinternecks, as void initiation and void growth were promoted at lower stress levels by larger inclusions. The larger size of the MnS particles and the lower mean free path between non-metallic inclusions also favor microcracks initiation and their coalescence into cracks, reaching fatigue fracture earlier.

### **4.2 Introduction**

As the industry drives for more complex powder metal (P/M) shapes, the need for free-machining steel parts increases. The presence of MnS particles has been shown to increase the machinability of P/M steel.<sup>[1-8]</sup> Usually free-machining parts have a MnS content between 0.3-0.65 wt pct MnS, but increasing its content up to 1.0 wt pct further improves machinability.<sup>[6,8]</sup> On the other hand, the influence of MnS particles on mechanical properties, particularly on dynamic properties is complex. Thus, depending on the material studied, some have shown that the presence of MnS can be detrimental to mechanical properties,<sup>[9-11]</sup> while others have reported no effect.<sup>[1,2,12]</sup> In

general, the influence of MnS particles will depend greatly on the amount of MnS and on the density of the parts.

Two types of processes are available to introduce MnS inclusions into P/M parts: admixing and pre-alloying. When admixed, MnS particles are added into the blend while the pre-alloyed MnS particles are formed in the liquid metal before atomization. It has been shown that prealloyed MnS inclusions are more efficient machinability aids than admixed MnS particles.<sup>[5,6]</sup> Indeed, by being present throughout the volume of the steel particles instead of preferentially around pores and sinternecks, the prealloyed MnS particles are more effective in reducing both cutting forces and tool wear compared to admixed MnS particles. In addition, the embedment of the MnS particles inside the atomized steel particles offers practical advantages: better mix homogeneity, longer shelf life and lower sulphur loss during sintering. However, the vast majority of the studies on the effect of MnS inclusions on mechanical properties were carried out on P/M steels where MnS particles were admixed.

Under monotonic tension loading, porosities present in P/M parts reduce the effective load bearing cross-sectional area. They also act as stress concentrators, localizing strain and damage, reducing both strength and ductility. The presence of inclusions, such as MnS particles but also oxides, further reduce the strength of the material.<sup>[13]</sup> There is quite a consensus on the effect of MnS additions on static mechanical properties (YS and UTS) as adding up to 0.5 wt pct MnS will have little effect on mechanical properties for materials at densities less than 7.2 g/cm<sup>3</sup>.<sup>[1,2,12,14]</sup> Little effect on mechanical properties is seen at very high density powder forged materials for content up to 0.3 wt pct MnS.<sup>[15]</sup> Sanderow *et al.* have studied the effect of admixing up to 0.8 wt pct MnS on the mechanical properties of P/M steels at different densities.<sup>[14]</sup> They showed that for materials containing 0.8 wt pct MnS, the tensile strength start to degrade at densities as low as 6.7 g/cm<sup>3</sup>. When the effect of MnS particles on mechanical properties is seen, fractographic observations show that a decohesion of the MnS/metal interface acts as void initiation sites and void growth takes place at the inclusion site prior to the subsequent ductile failure of the regions between MnS particles.<sup>[16]</sup> Hence smaller MnS inclusions will tend to be less damaging for mechanical properties, as they may be less energetically favored sites for void nucleation.<sup>[17-19]</sup> Also, at high MnS content, the volume fraction of MnS particles will decrease the size of the load bearing steel ligaments between MnS particles, thus reducing mechanical properties.

The presence of porosity, inherent in P/M steels, further complicates the study of the effects of nonmetallic inclusions on fatigue strength when compared to wrought steels. Indeed, the fatigue performance of P/M steels depends greatly on the presence of porosity as crack initiation occurs at or near the pores.<sup>[20]</sup> Fractographic observations on P/M parts indicate that crack initiation occurs at pores for steels with or without MnS particles for density levels of 7.15 and 7.45 g/cm<sup>3</sup>.<sup>[21]</sup> Even in fully dense samples containing 0.5 wt pct MnS, fatigue crack did not initiate at MnS inclusions but at subsurface hard inclusions.<sup>[21]</sup> Also, Drar showed that the crack propagation mechanism is similar for materials with and without MnS particles and it occurs largely by interparticle separation from microvoid coalescence.<sup>[22]</sup> While no evidence of an effect of MnS particles on the fatigue process was seen in the latter case, the presence of MnS particles does influence, in certain cases, the fatigue life of MnS containing P/M steels. Again, as for the static properties, the potential of MnS particles for reducing dynamic properties greatly depends on the size and content of MnS particles and on the density of the component. In powder forged materials, one study showed that adding 0.3 wt pct MnS, with average size of 10  $\mu\text{m}$ , had little or no effect on fatigue life.<sup>[3]</sup> Another study on powder forged steel showed that admixing 0.3 wt pct MnS did not affect tensile strength but decreased both ductility and low cycle fatigue life.<sup>[11]</sup> Also a content of 0.65 wt pct MnS had no noticeable effect on the endurance limit when it is admixed or prealloyed for components near 7.0 g/cm<sup>3</sup>.<sup>[6,7]</sup> In wrought steels, where the influence of inclusion on fatigue life has been more extensively studied, the endurance limit is mainly affected by the size of the largest inclusions.<sup>[23]</sup>

In this study, the influence of prealloyed MnS up to a level of 1.0 wt pct on both tensile and fatigue properties will be studied for steel components at a density of 7.0 g/cm<sup>3</sup>. This article will address if a modification of the microstructural features of the inclusions occurs when the content of prealloyed MnS is increased. The mechanism by which the MnS inclusions affect static and dynamic mechanical properties will also be addressed. The quantitative microstructural analysis of a free-machining Fe–2.0Cu–0.7C P/M steel was performed to understand how its microstructural features will impact its mechanical properties. The volume fraction, the size distribution, the mean free path between inclusions and the shape of the MnS inclusions were determined as a function of prealloyed MnS content. The tensile behavior and the endurance limit were obtained to characterize the performance for steels containing from 0 wt pct to 1 wt pct prealloyed MnS. Fractographic observations were made on tensile and fatigue fracture samples to

correlate the microstructural features to the mechanical performance of the free-machining P/M steels.

### 4.3 Materials and experimental procedures

Different P/M steel blends were prepared using four different base powders containing from 0 wt pct to 1.0 wt pct prealloyed MnS particles. The base powders were produced by the Domfer process.<sup>[24]</sup> It consists of water atomizing a high-carbon iron melt to a granular shot. The iron shot is then decarburized by being mixed with iron oxide and then sintered to obtain an iron cake, which is disintegrated to powder sizes. Table 4.1 presents the composition of the four base powders used.

Table 4.1 Chemical composition of steel base powder (in weight percent)

Base powder	O	S	Mn	Si	P	Fe
0 wt pct MnS	0.32	0.024	0.54	0.15	0.2	Bal.
0.35 wt pct MnS	0.27	0.161	0.67	0.15	0.2	Bal.
0.65 wt pct MnS	0.31	0.260	0.62	0.15	0.3	Bal.
1.0 wt pct MnS	0.36	0.382	0.62	0.14	0.3	Bal.

For all blends, copper was admixed to a level of 2.0 wt pct and graphite was admixed to obtain a carbon level after sintering of 0.7 wt pct. All powder mixes were pressed into tensile rupture strength specimens<sup>[25]</sup> and rectangular blanks and sintered at 1120°C for 30 minutes in a 90pct N<sub>2</sub> – 10pct H<sub>2</sub> reducing atmosphere. Conventional single press/ single sinter was used to obtain a sintered density of 7.0g/cm<sup>3</sup>.

The microstructural constituents of the P/M alloys were examined on metallographic samples etched with a 4 pct Nital solution. However, the quantitative determination of the amount, size distribution and shape of the porosity and of the MnS inclusions was done on as-polished unetched samples. The fraction of porosity and pore size distribution were measured using image analysis techniques on optical micrographs. The measurement was done at a 200X magnification,

covering an area of  $194 \times 10^3 \mu\text{m}^2$ . To measure the size distribution of a given sample, 15 images were used covering a total area of nearly  $3 \text{ mm}^2$ . To characterize MnS inclusions, the measurement was done at a 1000X magnification on a scanning electron microscope (SEM). Ten images were needed to measure the size distribution, covering a total area of  $110 \times 10^3 \mu\text{m}^2$  and measuring an average of 800 inclusions per alloy. Also, to discriminate the MnS inclusions from other inclusions present in the steel parts, a more complete image analysis was done. First the image taken on the SEM was made using backscattering electron imaging (fig. 4.1(a)). The use of backscattering electrons imaging offers a contrast between MnS inclusions (gray), oxide inclusions (dark gray) and the steel matrix (light gray). To facilitate image analysis the MnS particles were then manually given a color code (fig. 4.1(b)) using Photoshop™ editing. Finally conventional image analysis was done to determine the fraction, the size distribution and the shape of both MnS particles and oxide inclusions. The mean free path between inclusions,  $L$ , was calculated using the following relation:

$$L = \frac{(1 - V_f)}{N} \quad (4.1)$$

where  $V_f$  is the measured volume fraction and  $N$ , is the number of inclusions intercepted per unit distance. The size of the inclusions was measured using the major axis while their shape was characterized using the following factor,  $F$ :

$$F = \frac{4\pi A}{P^2} \quad (4.2)$$

where  $A$  and  $P$  are the area and perimeter of the object respectively. This shape factor gives a maximum value of 1 for a circle and decreases for a more irregular object.



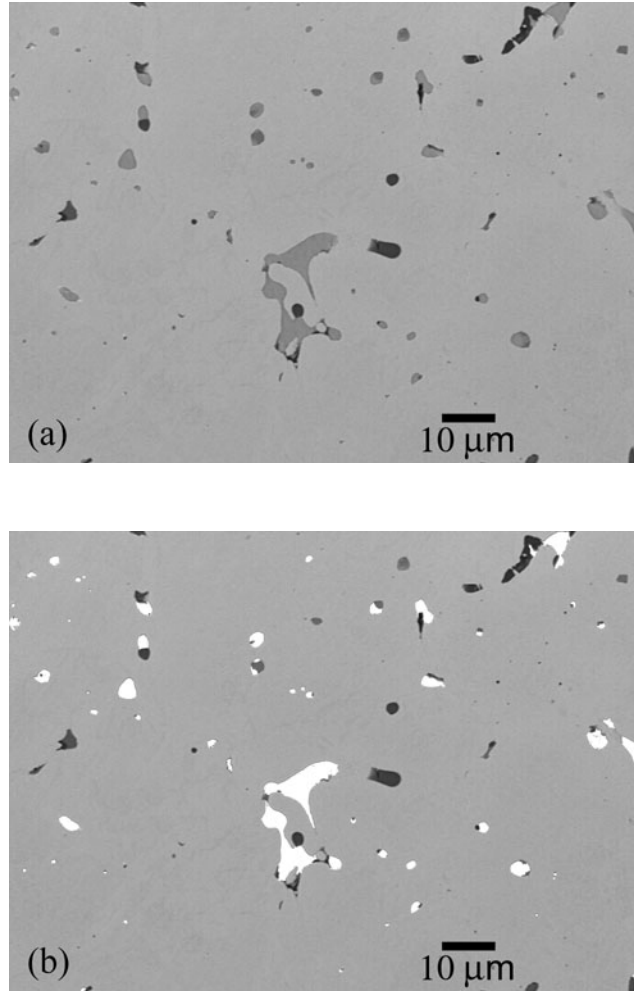


Figure 4.1 Original backscattered electron image of 1.0 wt pct alloy (a), modified with Photoshop editing (b). MnS inclusions in white.

Tensile testing was done on cylindrical specimens machined out of as-sintered rectangular blanks.<sup>[26]</sup> Fatigue tests on TRS specimens ( $31.8 \times 12.7 \times 6.4$  mm) were carried out using a load control fatigue machine with a three-point bending apparatus operated at a frequency of 20 Hz and a  $R$ -ratio ( $\sigma_{min}/\sigma_{max}$ ) of 0.1. Fatigue specimens were hand polished with a diamond paste to a  $1\mu\text{m}$  finish. The staircase method was used to determine the endurance limit, using a 2 million cycles run-out limit.<sup>[27]</sup>

## 4.4 Results and discussion

### 4.4.1 Microstructural characterization

The observation of metallographic samples etched with 4 pct Nital revealed that all materials contained mostly fine pearlite with some ferrite. A typical microstructure is shown in figure 4.2. Prealloying various amounts of MnS did not affect the type and amount of the microstructural constituents of the Fe-2.0Cu-0.7C steel parts.

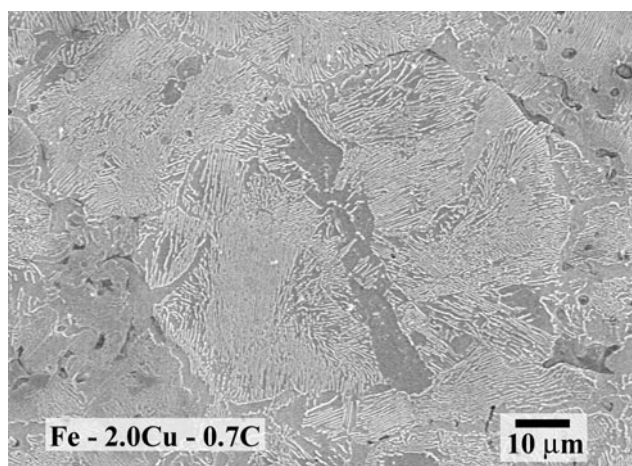


Figure 4.2 Typical microstructure of a Fe-2.0Cu-0.7C sample observed in the SEM. Etched in Nital 4%.

The volume fraction of porosity measured by image analysis is compared to theoretical values obtained with the measured density in Table 4.2. Since the two values are similar, the image analysis to obtain the pore size distribution can be done with confidence that the observed pores are representative of the real pores. The pore size distributions were nearly identical for all alloys; hence figure 4.3 shows a representative result for the 0.65 wt pct MnS alloy.

Table 4.2 Sintered density and porosity

Alloys	Sintered density ( $\text{g/cm}^3$ )	Porosity calculated from sintered density (pct)	Porosity measured by image analysis (pct)
0 wt pct MnS	7.05	9.4	$9.4 \pm 0.9$
0.35 wt pct MnS	6.99	10.2	$9.5 \pm 1.3$
0.65 wt pct MnS	7.03	9.6	$9.6 \pm 1.0$
1.0 wt pct MnS	6.99	10.2	$10.9 \pm 1.2$

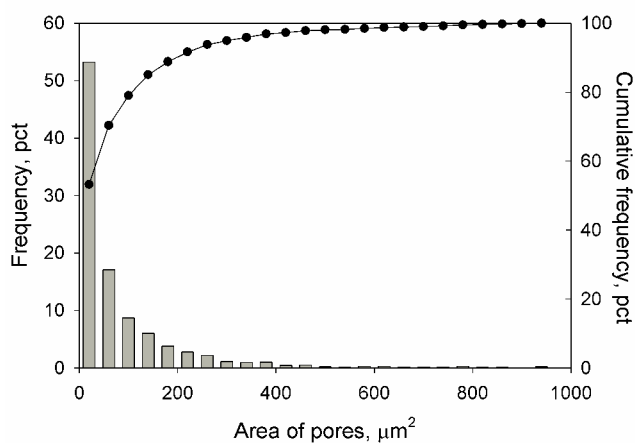


Figure 4.3 Pores count and pores size distribution for the 0.65 wt pct MnS alloy at a density of  $7.03 \text{ g/cm}^3$ .

A typical backscattered electron image obtained by SEM of all blends containing MnS in the as-polished condition is shown in figure 4.4. These images show that increasing the MnS content will tend to increase the size of the MnS inclusions. Indeed, the mean length of the MnS inclusions is 2.1 and  $3.4 \text{ }\mu\text{m}$  for 0.35 wt pct MnS and 1.0 wt pct MnS alloys respectively.

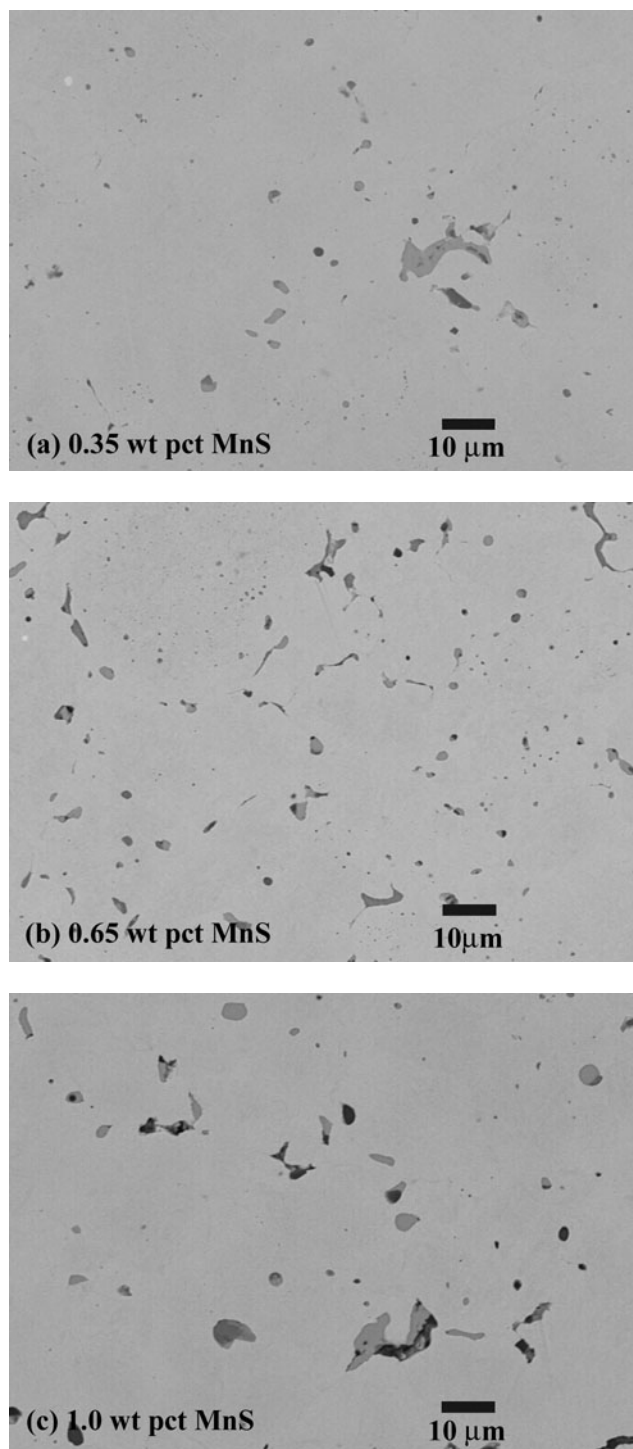


Figure 4.4 Microstructure showing MnS particles and other inclusions for (a) 0.35 wt pct MnS, (b) 0.65 wt pct MnS and (c) 1.0 wt pct MnS, obtained by backscattered electron imaging in the SEM.

Also at least two types of inclusions can be seen: relatively black inclusions and light gray inclusions. Figure 4.5(a) shows a backscattered electron image, obtained by SEM at higher magnification for the 0.65 wt pct MnS alloy. A X-Ray energy dispersive spectrometry (EDS) spectrum on each type of inclusion was taken (figures 4.5(b) and 4.5(c)). The analysis of these spectra indicates that the light gray inclusions are MnS particles and that dark inclusions are oxides of the  $\text{MnSi}(\text{O}_x\text{S}_y)$  type. Indeed, to obtain the desired amount of MnS inclusions using the prealloying process, manganese is added in excess to ensure that all the sulfur is converted into manganese sulfide and avoid iron sulphide formation. However, the excess manganese also forms oxides, given its affinity for oxygen.<sup>[28]</sup>

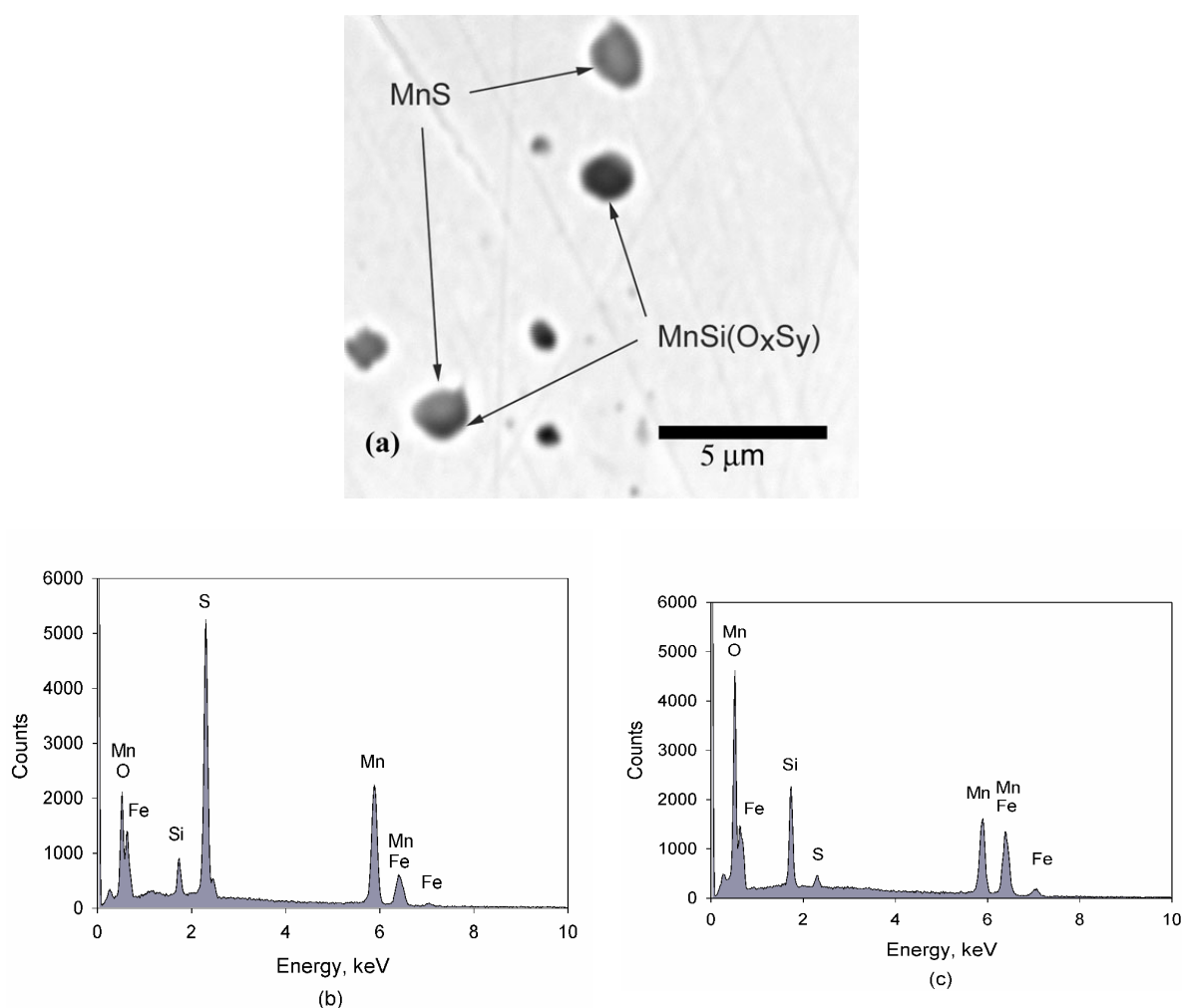


Figure 4.5 Different inclusions observed in backscattered electron images in the SEM of (a) 0.65 wt pct MnS alloy and EDX spectrum of (b) MnS inclusions and (c)  $\text{MnSi}(\text{O}_x\text{S}_y)$  inclusions.

The volume fraction of both MnS and other inclusions obtained by image analysis are plotted against the MnS content in figure 4.6. This result shows that increasing the prealloyed MnS content also increases the amount of the oxide inclusions. This is consistent with the observation that  $\text{MnSi}(\text{O}_x\text{S}_y)$  inclusions are formed from MnS inclusions during the decarburization process.<sup>[28]</sup> The MnS volume fractions obtained by image analysis are consistent with what can be expected from the weight content, hence the methods to characterize the MnS inclusions can be used with confidence.

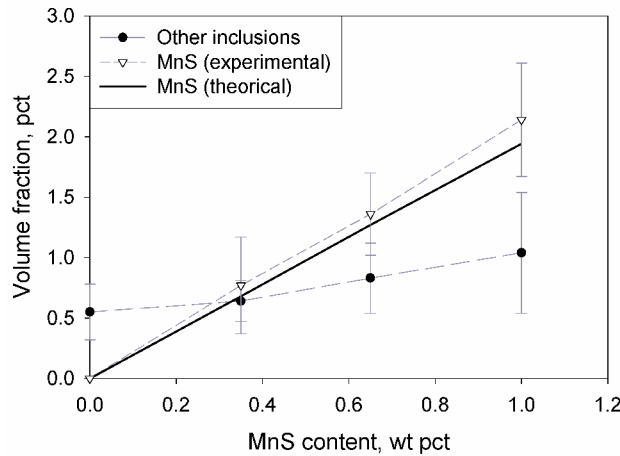
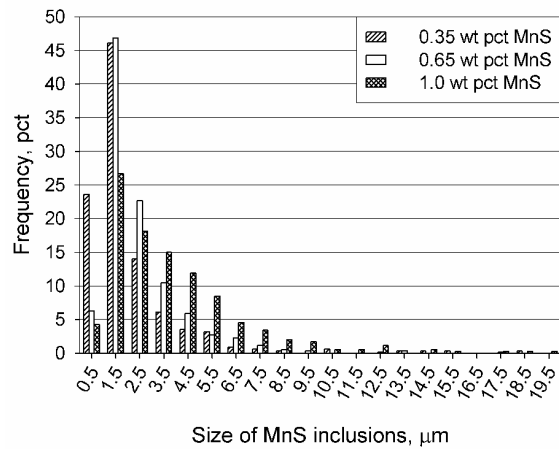


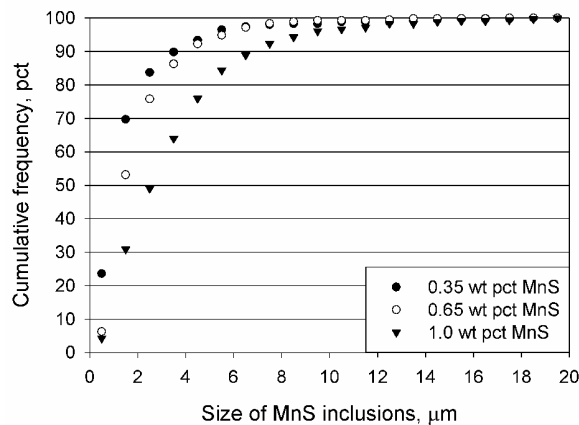
Figure 4.6 Volume fraction of MnS and of oxide inclusions as a function of the amount of prealloyed MnS.

In order to study the effect of prealloying various amounts of Mn and S during the processing of the iron base powder, the size of both MnS inclusions and oxide inclusions was determined. The size of the inclusions has been characterized using the major axis. The size distribution of only the MnS inclusions is presented in figure 4.7 while the size of only the oxide inclusions is presented in figure 4.8. It is apparent that the length of the MnS inclusions is similar for the alloys containing 0.35 wt pct and 0.65 wt pct MnS. Even if the 0.35 wt pct MnS alloy contains a larger percentage of small inclusions ( $\leq 1\mu\text{m}$ ) than the 0.65 wt pct MnS, the size distribution is similar for cumulative frequencies above 70 pct. On the other hand, the 1.0 wt pct MnS alloy shows a different size distribution, particularly at cumulative frequencies above 60 pct. Table 4.3 lists the measured size of both MnS and oxyde inclusions at a cumulative frequency of 90 pct. One can see that when increasing the MnS content from 0.65 wt pct to 1.0 wt pct the size of the

MnS inclusions nearly doubles. Also, prealloying MnS not only affects the volume fraction of oxide inclusions but also their size. The size of oxide inclusions for the 1.0 wt pct alloy more than doubles the size of oxides in the 0 and 0.35 wt pct MnS alloys. When comparing the size of the two types of inclusions, it is observed that the MnS inclusions are slightly larger, by about 0.7  $\mu\text{m}$ , than the oxide inclusions for the 0.35 and 0.65 wt pct MnS alloys. For the 1.0 wt pct MnS alloy, the difference between the size of the oxide inclusions and the MnS inclusions is further increased to 2.0  $\mu\text{m}$ . Finally, the mean free path between inclusions was calculated since it is an important parameter affecting mechanical properties and fatigue life in particular,<sup>[29]</sup> and the results are presented in Table 4.3. The results show that the distance between inclusions decreases with an increase in the volume fraction and size of the inclusions, as expected.

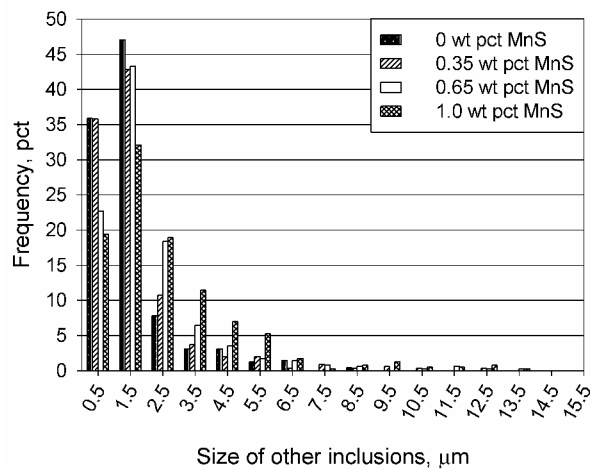


(a)

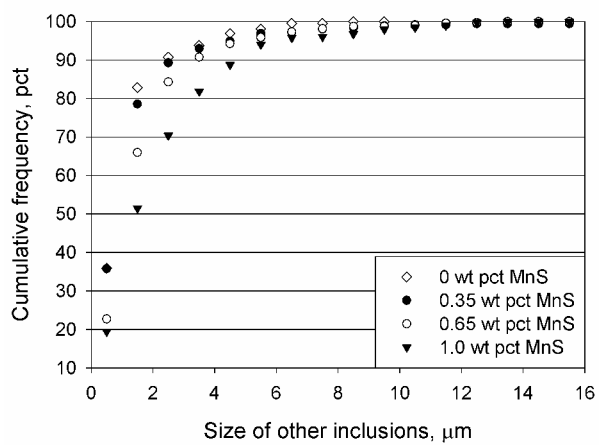


(b)

Figure 4.7 Size distributions of the MnS particles for the prealloyed MnS alloys in (a) frequencies and (b) cumulative frequencies.



(a)



(b)

Figure 4.8 Size distributions of the oxide inclusions in all alloys in (a) frequencies and (b) cumulative frequencies.



Table 4.3 Size of inclusions and mean free path between inclusions

Alloys	Size of inclusions at a 90 pct cumulative frequency ( $\mu\text{m}$ )		Mean free path between inclusions (both MnS and oxide) ( $\mu\text{m}$ )
	MnS	Oxide	
0 wt pct MnS	n/d	2.6	$62.7 \pm 12.8$
0.35 wt pct MnS	3.7	2.9	$60.0 \pm 13.0$
0.65 wt pct MnS	4.1	3.4	$54.2 \pm 12.3$
1.0 wt pct MnS	6.8	4.7	$43.5 \pm 7.9$

The study of the distribution of the shape of the MnS inclusions for the different alloys, (fig.4.9) shows that increasing the MnS content affects the sphericity of the inclusions. In general, the MnS inclusions are fairly round, but as the MnS content increases, their shape tends to be more irregular. Furthermore, it was qualitatively observed that larger MnS inclusions are more irregular than the smaller ones.

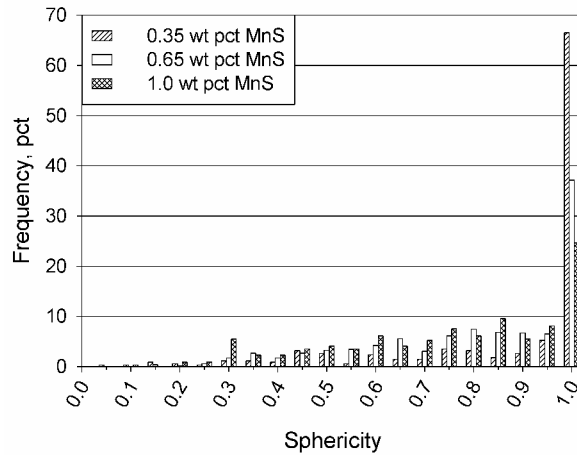


Figure 4.9 Cumulative frequencies of the shape of the MnS inclusions for the prealloyed MnS alloys.

#### 4.4.2 Tensile Behavior

The tensile behavior of P/M steel alloys is influenced by their density and hardness. Hence, to isolate the influence of MnS inclusions on the mechanical properties of P/M steels, the densities and apparent hardness should be similar for all studied materials. The results of apparent hardness measurements and of the tensile tests are presented in Table 4.4. Graphite was carefully admixed to achieve a constant carbon level after sintering of 0.7 wt pct. Thus, the similar apparent hardness for all materials indicates that the hardness of P/M steels is not affected by the prealloyed MnS content. However, the tensile properties of free-machining P/M steel alloys of a density of  $7.0 \text{ g/cm}^3$  are influenced by their MnS content.

Table 4.4 Tensile properties and apparent hardness for all alloys

<b>Alloys</b>	<b>C after sintering (wt pct)</b>	<b>Apparent hardness (HRB)</b>	<b>Yield strength (MPa)</b>	<b>Ultimate tensile strength (MPa)</b>
0 wt pct MnS	0.70	$88 \pm 1.5$	$381 \pm 17$	$490 \pm 9$
0.35 wt pct MnS	0.69	$90 \pm 0.8$	$409 \pm 16$	$509 \pm 7$
0.65 wt pct MnS	0.71	$91 \pm 1.7$	$400 \pm 19$	$462 \pm 15$
1.0 wt pct MnS	0.72	$86 \pm 1.6$	$332 \pm 28$	$410 \pm 23$

A decrease in the yield strength (YS) is observed only when the MnS content is over 0.65 wt pct. Indeed the alloys containing from 0 to 0.65 wt pct MnS inclusions have a similar YS of about 400 MPa. For the material containing 1.0 wt pct, a decrease of 17 pct is observed compared to the other alloys, as the YS is reduced to 332 MPa. This decrease can be attributed to a higher stress concentration associated with larger and more irregular MnS inclusions for the alloys containing 1.0 wt pct MnS. Indeed, a larger volume fraction and a more detrimental size and shape of MnS inclusions could decrease the onset of global plasticity.

The ultimate tensile strength (UTS), is also affected by the MnS content and a decrease of the UTS is observed at a lower MnS content than for the YS. Thus, the UTS is similar for the 0 and 0.35 wt pct MnS inclusions alloys and a decrease of 9 pct is observed when the MnS content reaches 0.65 wt pct. The decrease in UTS reaches nearly 20 pct when the MnS content is further increased to 1.0 wt pct. It should be noted here that all alloys, except the 1.0 wt pct MnS alloy, satisfy the minimum strength requirement established by the Metal Powder Industries Federation (MPIF) for the type of mix composition studied here.<sup>[30]</sup> The observed decrease of the UTS is mainly caused by an increase of the volume fraction of the inclusions which decrease the mean free path between inclusions and hence the load bearing steel ligaments. The size and morphology of the MnS inclusions can also affect the mechanical properties of the free-machining steel parts. To further understand how the MnS inclusions can decrease the tensile properties of P/M steel alloys, fractographic observations were made.

Figure 4.10 compares the tensile fracture surface of the 0.35 and 1.0 wt pct MnS alloys. For the 0.35 wt pct MnS alloy, an image obtained at low magnification (fig. 4.10(a)), shows that the fracture mechanism is a combination of ductile fracture localized at sintered neck and of transgranular brittle fracture of pearlitic grains. On the other hand, the fracture of the alloy containing 1.0 wt pct MnS (fig. 4.10(b)) is exclusively ductile. This observation suggests that the presence of a higher MnS content in the steel base powder weakens the sinternecks, from which the ductile fracture takes place by void nucleation at second phase particles and subsequent void growth. As observed at higher magnification in figures 4.10(c) and 4.10(d), voids nucleate by decohesion of the interface between the steel matrix and the second phase particles, since the interfacial strength for sulphides and oxides inclusions is weak.<sup>[31]</sup> The lower mean free path between inclusions and larger inclusions in the high MnS content alloys can promote void initiation at lower stress level. Indeed, Argon et al. developed a critical interfacial stress criterion for the separation of inclusions from a deforming matrix which takes into account interacting inclusions by adding the contribution of distant flow stress.<sup>[31]</sup> Also, bigger inclusions are favored sites for void nucleation based on classical energy criteria for void initiation.<sup>[17-19]</sup> Furthermore, void growth is also affected by the size and shape of the inclusions since void growth increases with void size.<sup>[32,33]</sup> When comparing figure 4.10(c) and figure 4.10(d), it is observed that a more extensive void growth is effectively associated with larger inclusions, as the size of the dimples surrounding large inclusions in the 1.0 wt pct alloy is more than twice the size of the dimples observed in the 0.35 wt pct alloy. In conclusion, bigger and more closely spaced inclusions initiated voids at lower stresses. The larger voids then grow more rapidly, reaching final fracture earlier since the latter occurs when the void length becomes about equal to their spacing.<sup>[33]</sup>

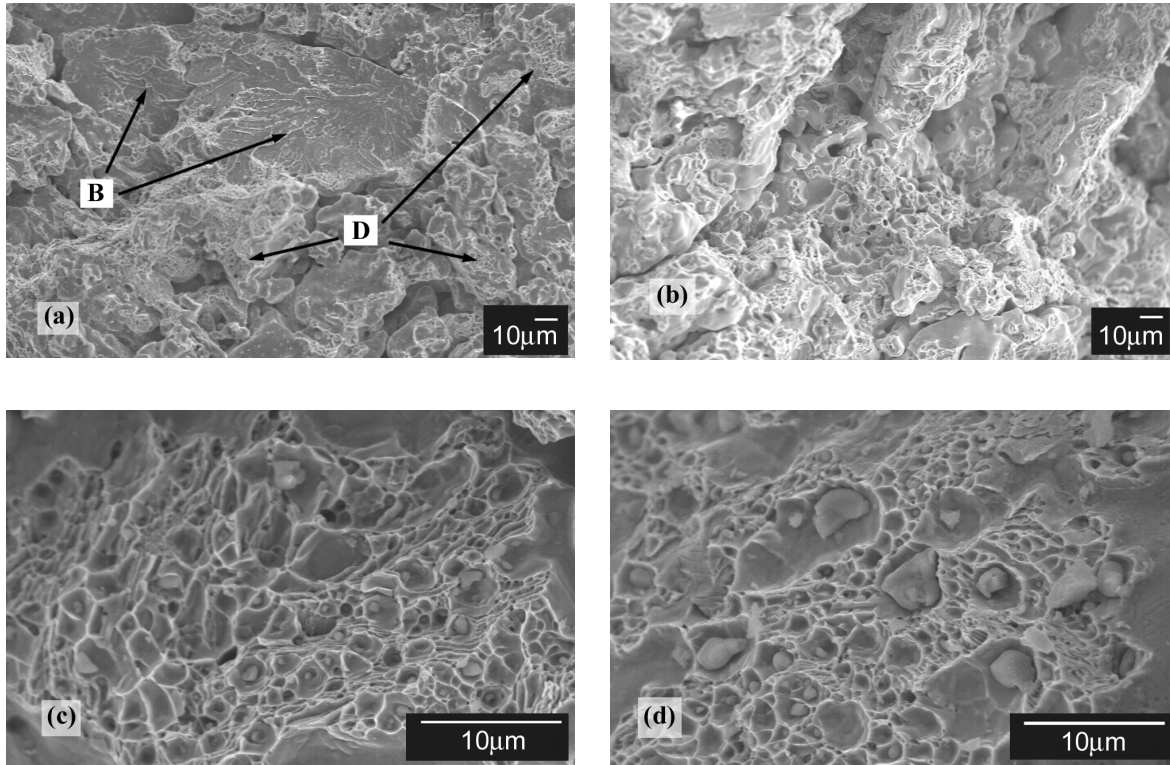


Figure 4.10 Tensile fracture surface in (a,c) 0.35 wt.pct MnS and (b,d) 1.0 wt.pct MnS. Arrows B and D point to brittle transparticle fracture and ductile fracture respectively.

#### 4.4.3 Fatigue behavior

The influence of the MnS content on the fatigue behavior of the studied P/M steels is illustrated in the curve of the stress vs number of cycles (figure 4.11). Table 4.5 summarizes the endurance limit of the four alloys in terms of 90 pct, 50 pct and 10 pct survival. The alloy containing no MnS presents a higher endurance limit at 50 pct and 10pct survival than the alloys containing 0.35 and 0.65 wt pct MnS. On the other hand, these three alloys have a similar endurance limit at 90 pct survival. Hence pre-alloying up to 0.65 wt pct MnS has no influence on the fatigue limit of P/M steel at a density of  $7.0 \text{ g/cm}^3$ , as the endurance limit results at 0, 0.35 and 0.65 wt pct MnS are all within experimental errors.

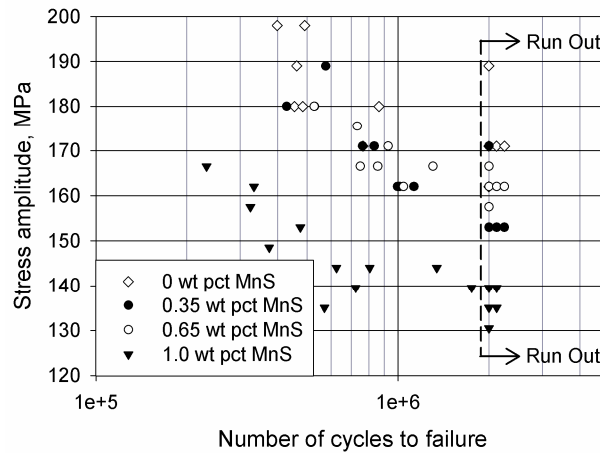


Figure 4.11 S-N curves for all alloys.

Table 4.5 Endurance limit for all alloys

Alloys	Endurance limit (MPa)			Standard deviation (MPa)
	90 pct	50 pct	10 pct	
0 wt pct MnS	157	177	197	14
0.35 wt pct MnS	152	163	174	6
0.65 wt pct MnS	152	164	176	9
1.0 wt pct MnS	128	138	148	7

When the content of MnS is increased from 0.65 to 1 wt pct, a 16 pct decrease of the endurance limit is observed. Since, as discussed earlier, the density, pore size distribution and hardness for all the materials studied are similar, the observed fatigue performance decrease is related to the increase in the volume fraction and in the size of the MnS inclusions for the 1.0 wt pct alloy. In wrought steels, the application of the statistics of extremes is used successfully to determine the influence of non-metallic inclusions on the endurance limit.<sup>[23]</sup> This method is based on the concept that non-metallic inclusions are regarded as mechanically equivalent to defects and that

the fatigue strength can be assessed from an evaluation of the square root of the projected area of the largest inclusion,  $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ . Also, work done on small cracks shows that there exists a critical defect size,  $a_{\text{crit}}$ , under which the defect does not affect fatigue limit. For defects larger than  $a_{\text{crit}}$ , the endurance limit decreases with increasing defect size.<sup>[34]</sup> While these two approaches are not directly applicable in this study, since P/M materials already contain large defects in the form of pores, they both show the importance of the size of inclusions on the endurance limit. Furthermore, the endurance limit results in this study show that the fatigue behavior of materials that contain a 10 pct volume fraction of large defects (pores) is influenced by the presence of a 2 pct volume fraction of smaller defects (inclusions). More importantly, the fatigue behavior of a 7.0 g/cm<sup>3</sup> P/M steel is affected by a change in the size of the non-metallic inclusions. Indeed, no significant effect of the presence of MnS inclusions on the fatigue behavior was observed when the size of the MnS inclusions, in the 0.35 and 0.65 wt pct alloys, is similar to the size of the oxide inclusions in the reference alloy. However, a major effect on the endurance limit is observed for the 1.0 wt pct alloy, when the size of the MnS inclusions is nearly 3 times larger, at a frequency of 90 pct, than the size of oxide inclusions present in the MnS-free alloy (see Table 4.3). A more phenomenological approach was used to explain how the increase in the size of MnS inclusions would translate into a decrease of the endurance limit.

The mechanism of fatigue fracture in steels has been extensively studied and consists of four events: nucleation of microcracks, propagation of microcracks, propagation of main crack(s) and final rupture. In P/M steels, microcracks usually originate at or near the surface of pores with the highest stress concentration factors.<sup>[20,22,35,36]</sup> In this study, the presence of inclusions near the interfaces of the pores would also act as stress raisers, which effect is superimposed on that of the porosity. The site of crack initiation would then be determined by the pore/inclusions combinations with the highest stress intensity factor. Figure 4.12 shows crack initiating in the vicinity of a pore/MnS inclusion near the surfaces. Furthermore, Polasik and al. observed in P/M steels that, at stress levels near the threshold value, about 80 pct of the fatigue life is spent initiating the crack.<sup>[37]</sup> Thus, the major difference between the fatigue behavior of the alloy containing 1.0 wt pct MnS inclusions and the other alloys should therefore be at the stage of crack initiation, where the larger and more irregular inclusions of the 1.0 wt pct alloys increase the stress intensity factor and thus initiate cracks at a lower mean stress level.

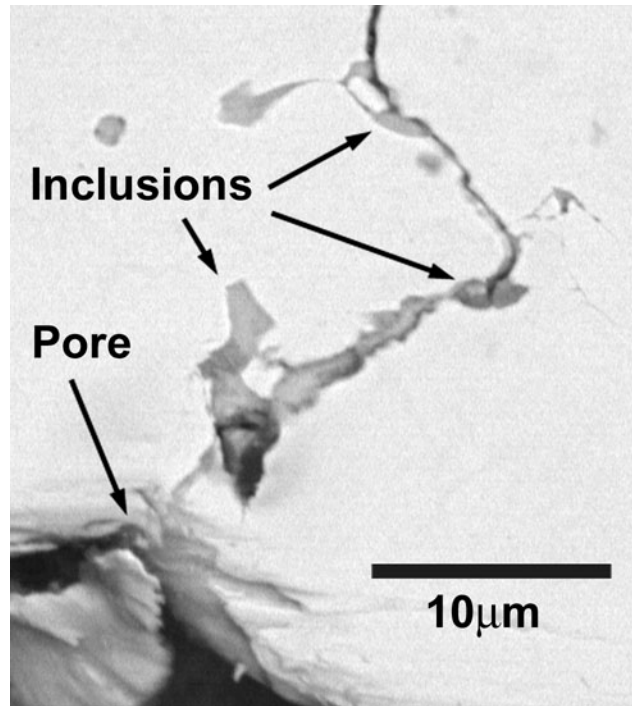


Figure 4.12 Fatigue crack originating from a pore/MnS inclusion and propagating by decohesion of the metal/MnS inclusion interface.

As observed by Drar for P/M steels, the propagation of microcracks occurs largely within the alloy particles rather than between them.<sup>[38]</sup> Hence, increasing the volume fraction of MnS inclusions in the base powder particles decreases the mean free path between inclusions, which is favorable to the propagation of microcracks. Also, as seen in figure 4.12, the microcrack propagates by decohesion of the metal/inclusion interface. Again, the increased size of the MnS inclusions promotes a rapid increase in microcrack length. Thus, the more pronounced increase of the size of the MnS inclusions and the reduced mean free path for the 1.0 wt pct MnS alloys, lead to an increase of the density and the length of the microcracks, promoting their interaction and coalescence into a large crack.<sup>[39]</sup>

Finally, the propagation of macrocracks in P/M steels, as described in the literature and presented in figure 4.13, occurs largely through the sinternecks by ductile microvoid coalescence.<sup>[20]</sup> Hence, the arguments presented earlier on the influence of the mean free path and size of the MnS inclusions on void nucleation and void growth during tensile test are applicable to fatigue crack growth in P/M steel.



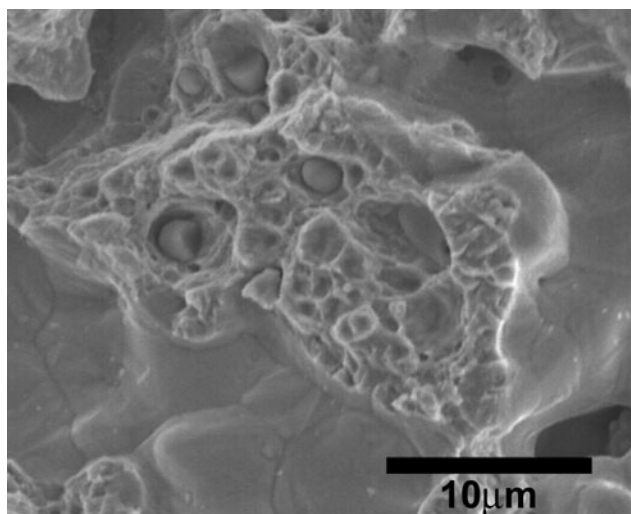


Figure 4.13 SEM fractograph from an area of main crack propagation obtained from a 0.65 wt pct MnS specimen.

## 4.5 Conclusions

From the present work, the following conclusions can be drawn on the effect of the amount of prealloyed MnS on the tensile and fatigue properties of  $7.0 \text{ g/cm}^3$  P/M steel components.

Modifying the chemistry of the base steel powder prealloyed with up to 1.0 wt pct MnS alloys increased the amount and the size of both the MnS and oxide inclusions while decreasing the sphericity of the MnS inclusions. Increasing the MnS content did not affect the pore size distribution, the microstructural constituents and apparent hardness of a Fe-2.0Cu-0.7C P/M steel.

Prealloying up to 0.65 wt pct MnS had no significant impact on both tensile and fatigue properties.

When the MnS content is increased to 1.0 wt pct, a decrease of more than 15 pct of both the yield strength and ultimate tensile strength is observed. This decrease is attributed to larger, more irregular and more closely spaced MnS inclusions which trigger void initiation at lower stress levels. Also, fractographic analysis shows more microstructural damage in the sinternecks for the 1.0 wt pct MnS alloys. Indeed, the larger voids, originating from the larger MnS inclusions, grow more rapidly and promote fracture at a lower stress level.

A difference in the amount, size and shape of the inclusions of the 1.0 wt pct MnS alloy compared to the lower MnS content alloys is responsible for a decrease of 16 pct of the endurance limit. An increased stress intensity factor of the pore/inclusion combination initiates microcracks at lower stress levels. Also, a decrease in the mean free path between inclusions and an increase the size of the inclusions lead to a higher microcrack density, hence promoting coalescence of larger cracks and final fracture.

Processing high MnS prealloyed P/M steels to improve machinability modified the size and shape of the machinability enhancement additive. This led to a 15 pct decrease of both tensile and fatigue properties. The reduced mechanical properties dictate a limit in the amount of MnS that can be used when processing free-machinability P/M steel.

## 4.6 Acknowledgment

This research was supported by the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada. One of the authors (FB) acknowledges the financial support of Auto21 (C202-PM: Powder Metallurgy for High-Performance Automotive Components), Domfer Metal Powders Ltd. and École Polytechnique de Montréal.

## 4.7 References

1. D.S. Madan: *Proceedings of the 1991 Powder Metallurgy Conference and Exhibition* Chicago, IL, 1991, Publ by Metal Powder Industries Federation Princeton NJ USA, Jun 9-12 1991, vol. 3, pp. 101-15.
2. D.S. Madan: *Proceedings of the 1992 Powder Metallurgy World Congress*, San Francisco, CA, 1992, Publ by Metal Powder Industries Federation Princeton NJ USA, Jun 21-26 1992, vol. 4, pp. 245-67.
3. S.F. Claeys, and K.S. Chopra: *Proceedings of the 1997 International Conference on Powder Metallurgy and Particulate Materials*, Chicago, IL, 1997, Metal Powder Industries Federation, Princeton NJ, vol. 2, pp. 111-23.
4. C. Blais, G. L'Esperance, and I. Bourgeois: *Powder Metall.*, 2001, vol. 44, pp. 67-76.
5. C. Blais, and G. L'Esperance: *Powder Metall.*, 2002, vol. 45, pp. 39-47.

6. J. Campbell-Tremblay, C. Blais, G. L'Espérance and P. Boilard: *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, MPIF, Princeton, NJ, 2005, part 10, pp. 150-159.
7. F. Bernier, P. Boilard, J.-P. Bailon, and G. L'Espérance: *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, MPIF, Princeton, NJ, 2005, part 10, pp. 201-210.
8. P. Boilard, G. L'Esperance, and C. Blais: *Int. J. Powder Metall.*, 2008, vol. 44, pp. 33-40.
9. Y.T. Chen: *Proceedings of the 1991 Powder Metallurgy Conference and Exhibition*, Chicago, IL, 1991, Publ by Metal Powder Industries Federation Princeton NJ USA, Jun 9-12 1991, vol. 3, pp. 117-45.
10. Y.T. Chen: *Proceedings of the 1990 Powder Metallurgy Conference and Exhibition*, Pittsburgh, PA, 1990, Publ by Metal Powder Industries Federation Princeton NJ USA, May 20-23 1990, pp. 13-28.
11. A.H. Ardakani, J.V. Khaki, and H.A. Mashhadi: *Int. J. Eng. Trans. B Applic.*, 2004, vol. 17, pp. 81-94.
12. H. Drar, and A. Bergmark: *Powder Metall.*, 1995, vol. 38, pp. 299-304.
13. R.M. German: *Powder metallurgy science*, 2nd ed., Metal Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey, 1994, p. 472.
14. H.I. Sanderow, and T. Prucher: *Proceedings of the 1993 International Conference & Exhibition on Powder Metallurgy & Particulate Materials*, Nashville, TN, 1993, Publ by Metal Powder Industries Federation Princeton NJ USA, May 16-19 1993, vol. 4, pp. 97-108.
15. S.J. Mashl, D.W. Smith, P.M. Machmeier *et al.*: *Proceedings of the 1991 Powder Metallurgy Conference and Exhibition*, Chicago, IL, 1991, Publ by Metal Powder Industries Federation Princeton NJ USA, Jun 9-12 1991, vol. 3, pp. 247-60.
16. J.L. Seefeldt, D.W. Smith, and P.M. Machmeier: *Proceedings of the 1990 Powder Metallurgy Conference and Exhibition*, Pittsburgh, PA, 1990, Publ by Metal Powder Industries Federation Princeton NJ USA, May 20-23 1990, pp. 323-40.
17. H.G.F. Wilsdorf: *Mater. Sci. Eng.*, 1983, vol. 59, pp. 1-39.
18. A.S. Argon, J. Im, and R. Safoglu: *Metall. Trans. A*, 1975, vol. 6A, pp. 825-37.

19. J.R. Fisher, and J. Gurland: *Met. Sci.*, 1981, vol. 15, pp. 193-202.
20. A. Hadrbolecz, and B. Weiss: *Int. Mater. Rev.*, 1997, vol. 42, pp. 1-44.
21. H. Drar: *Mater. Charact.*, 2000, vol. 45, pp. 211-20.
22. H. Drar: *Eng. Fract. Mech.*, 1996, vol. 55, pp. 901-17.
23. Y. Murakami: *Metal fatigue ; effects of small defects and nonmetallic inclusions*, 1st ed., Elsevier, Amsterdam, 2002.
24. A.F. De Rege: in *ASM Handbook - Powder Metal Technologies and Applications*, ASM International, Materials Park, OH, 1998, pp. 119-122.
25. Metal Powder Industries Federation: *Determination of Tranverse Rupture Strength of Powder Metallurgy Materials*, MPIF Standard 41, MPIF, Princeton, NJ, 1998.
26. American Society for Testing and Materials: *Standard test methods for tension testing of metallic materials*, ASTM E8-04, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2006.
27. W. Weibull: *Fatigue testing and analysis of results*, Pergamon Press, New York, 1961.
28. C. Blais: Ph.D. Thesis, École Polytechnique de Montréal, Montréal, 2000, pp.116-126.
29. T. Prucher: *Proceedings of the 1988 International Powder Metallurgy Conference*, Orlando, FL, 1988, Publ by American Powder Metallurgy Inst, Princeton, NJ, Jun 5-10 1988, pp. 143-54.
30. Metal Powder Industries Federation: *Materials Standards for P/M structural Parts*, MPIF Standard 35, MPIF, Princeton, NJ, 2007.
31. A.S. Argon, J. Im, and R. Safoglu: *Metall. Trans. A*, 1975, vol. 6A, pp. 839-51.
32. G. Le Roy, J.D. Embury, G. Edward *et al.*: *Acta Metall.*, 1981, vol. 29, pp. 1509-22.
33. J.R. Rice, and D.M. Tracey: *J. Mech. Phys. Solids*, 1969, vol. 17, pp. 201-17.
34. K.J. Miller: *Fatigue Fract. Eng. Mater.*, 1987, vol. 10, pp. 93-113.
35. N. Chawla, T.F. Murphy, K.S. Narasimhan *et al.*: *Mater. Sci. Eng. A*, 2001, vol. 308, pp. 180-88.
36. N. Chawla, and X. Deng *Mater. Sci. Eng. A*, 2005, vol. 390, pp. 98-112.
37. S.J. Polasik, J.J. Williams, and N. Chawla: *Metall. Mater. Trans. A*, 2002, vol. 33, pp. 73-81.

38. H. Drar: *Mater. Sci. Technol.*, 2001, vol. 17, pp. 1259-64.
39. C.M. Suh, R. Yuuki, and H. Kitagawa: *Fatigue Fract. Eng. Mater.*, 1985, vol. 8, pp. 193-203.

## **CHAPITRE 5     EFFECT OF COPPER INFILTRATION ON STATIC AND DYNAMIC PROPERTIES OF PM STEELS**

Article accepté pour publication dans Powder Metallurgy, le 15 août 2009.

Auteurs : Fabrice Bernier, Philippe Beaulieu, Jean-Paul Bailon et Gilles L'Espérance

### **5.1 Abstract**

Performance improvement that can be achieved by copper infiltration is quantified in this paper. Tensile and fatigue properties of a Fe-2.0Cu-0.7C PM steel were compared to the same alloy infiltrated with 8 wt-% copper. Microstructural characterization, using optical and electron microscopies, was carried out to understand the effect of copper infiltration on mechanical properties. Copper infiltration improves the ultimate tensile strength by 40% by increasing the load bearing structure, decreasing the stress concentrations associated to open porosity and increasing the hardness of the steel matrix. Fractographic observations show the evidence of stress transmission from the sinternecks to the steel particles due to infiltrated copper. The beneficial effect of copper infiltration is less pronounced for the fatigue properties as the endurance limit is increased by 10%. This lower improvement is explained by cracks initiating at the copper/ steel matrix interface.

Keywords: Powder metallurgy, Steel, Infiltration, Fatigue

### **5.2 Introduction**

Infiltration of porous steels parts with copper is a common process used to improve the overall properties of PM parts<sup>1-6</sup>. Infiltration is an economical process to obtain near full density parts compared to thermomechanical processes such as hot isostatic pressing and forging. Commercially, copper has been the infiltrant of choice in PM steels since capillary infiltration is thermodynamically promoted by the small contact angles between liquid copper and steel.<sup>7</sup> Also, no intermediate phase is formed by the reaction of copper and iron, which could affect the infiltration process.<sup>7-9</sup>

The mechanical properties of PM steels are strongly influenced by density. Under monotonic tension loading, porosity reduces the effective load bearing cross-sectional area and acts as stress concentrator, reducing both strength and ductility.<sup>10-12</sup> The porosity also affects fatigue performance since crack initiation occurs at/ or near pores.<sup>11,13-19</sup> In general, dynamic properties such as fatigue are more severely affected by the presence of pores than static properties.<sup>11,20</sup> It has been clearly shown, for various PM steel systems, that copper infiltration increases tensile properties by achieving a high density.<sup>1-4</sup> However, the influence of copper infiltration process on the endurance limit of PM steels is not well documented and the few results were inconclusive due to erosion problems.<sup>5</sup> On the other hand, studies made on non-infiltrated parts clearly show that increasing density has a major effect on the endurance limit. Indeed, increasing the density of a Fe-2.0Cu-0.8C from 6.85 to 7.10 g cm<sup>-3</sup> increases the endurance limit by 25%.<sup>10</sup> The same 25% increase is observed for a Fe-1.5Cu alloy when the density is increased from 7.1 to 7.4 g cm<sup>-3</sup>.<sup>21</sup> Finally, both tensile and fatigue properties are dependent on the strength of the sinternecks as failure occurs largely, in both cases, by interparticle separation due to microvoid coalescence.<sup>16,17</sup>

The structure of infiltrated PM steels is that of a composite consisting of a soft copper constituent in a harder steel matrix. The tensile properties of copper are lower than that of pearlitic steels. However, copper is more ductile. Also, unlike copper, pearlitic steels can endure an infinite number of cycles below a certain limiting stress, called the endurance limit. The difference in mechanical properties of copper and steel will impact the overall performance of infiltrated steel parts.

The purpose of this study is to understand how the microstructure obtained after copper infiltration will affect both static and dynamic properties. Tensile and fatigue properties of a Fe-2.0Cu-0.7C PM steel alloy were compared to the same alloy infiltrated with 8 wt-% copper. The size and shape of the infiltrated copper were compared to that of the porosity in the un-infiltrated parts. Quantitative X-ray energy dispersive spectrometry (EDS) analysis were carried out in combination with microhardness measurements to evaluate the extent of copper diffusion into the steel matrix and its effect on mechanical properties. Finally, fractographic and fatigue crack path observations were used to obtain a better understanding of how copper infiltration affected the PM steels properties.

### 5.3 Experimental procedure

A PM steel mix was prepared using a steel iron base powder blended with 2.0 wt-% copper, and 0.8 wt-% graphite and a lubricant (0.6 wt-% Zn stearate). Transverse rupture strength and rectangular blank specimens were pressed to a green density of  $7.0 \text{ g cm}^{-3}$ . A copper infiltrant was placed on top of half of the green samples to obtain 10 wt-% copper content. All samples were then simultaneously sintered in an industrial belt furnace at  $1120^\circ\text{C}$  for 30 minutes in a 90%  $\text{N}_2$  – 10%  $\text{H}_2$  reducing atmosphere.

The microstructural constituents of the sintered samples were examined on metallographic samples etched with a 4% Nital solution. However, the quantitative determination of the amount, size distribution and shape of the porosity and of the infiltrated copper was done on as-polished and unetched samples. The volume fraction and size distribution of the porosity and infiltrated copper were measured using usual image analysis techniques on optical micrographs at a magnification of 200X. The size of the pores and infiltrated copper was measured using the major axis. The morphology of the pores and of infiltrated copper was characterized on micrographs obtained at a magnification of 500X, to obtain a better resolution, using the following shape factor (equation (1)):

$$F = \frac{4\pi A}{P^2} \quad (5.1)$$

where  $A$  is the area and  $P$  is the perimeter of the object. This shape factor gives a maximum value of 1 for a circle and decreases for a more irregular shape object.

X-ray energy dispersive spectrometry (EDS) quantitative analysis was done using pure Fe, Cu and Mn as calibration standards at a beam energy of 15 keV. The ratio of the sample intensity and of the standard intensity, after continuum background was subtracted, was first obtained. Then a matrix correction for atomic number, absorption and fluorescence ( $ZAF$  factor) was applied to quantify each element. The  $ZAF$  factor was near 1 in the steel matrix, and around 0.75 in the copper infiltrant mainly due to the fluorescence correction.

Sintered density was measured by the Archimedes method. Apparent hardness (HRB) and microhardness (HV0.025 and HV0.01) measurements were done according to Metal Powder Industries Federation standards.<sup>22</sup> Tensile testing was done on cylindrical specimens machined



out of as-sintered rectangular blanks based on ASTM standards.<sup>23</sup> Fatigue tests on as-sintered TRS specimens ( $31.8 \times 12.7 \times 6.4$  mm) were carried out using a load control fatigue machine with a three-point bending apparatus operated at a frequency of 20 Hz and a  $R$ -ratio ( $\sigma_{min}/\sigma_{max}$ ) of 0.1. Fatigue specimens were hand polished with a diamond paste to a 1  $\mu\text{m}$  finish. The staircase method was used to determine the endurance limit, using a 2 million cycles run-out limit.

## 5.4 Results and discussion

### 5.4.1 Density and microstructural characterization

Table 5.1 presents the density obtained by the Archimedes method and the volume fraction achieved by image analysis. These results show that the infiltrant content of 8 wt-% copper was enough to obtain a relative density of ~97%.

Table 5.1 Density and porosity measurements

Alloys	Chemical composition (wt-%)	Density (measured)	Porosity (%)	Porosity (%)
			Calculated from density	Measured by image analysis
Base mat.	Fe-2.0Cu-0.7C	$7.00 \pm 0.08$	9.9	$9.8 \pm 0.7$
Base mat. + 8% Cu	Fe-10Cu-7.0C	$7.57 \pm 0.02$	3.5	$2.5 \pm 0.8$

Fig. 5.1 compares the typical microstructure of the base material, Fe-2.0Cu-0.7C, and that of the infiltrated specimens (Fe-10Cu-0.7C alloy). Both alloys, being near the eutectoid composition, are pearlitic. In the infiltrated specimens the volume fraction of copper was measured by image analysis to be  $5.1 \pm 1.9$  vol-%, which is lower than the expected value calculated from the weight fraction, 8.9 vol-%. This is the result of copper diffusion into austenite during the sintering/infiltration process. Finally, when comparing Fig. 5.1 a to Fig. 5.1 b, it is observed that the edge of the steel matrix is more rounded when in contact with the copper infiltrant.

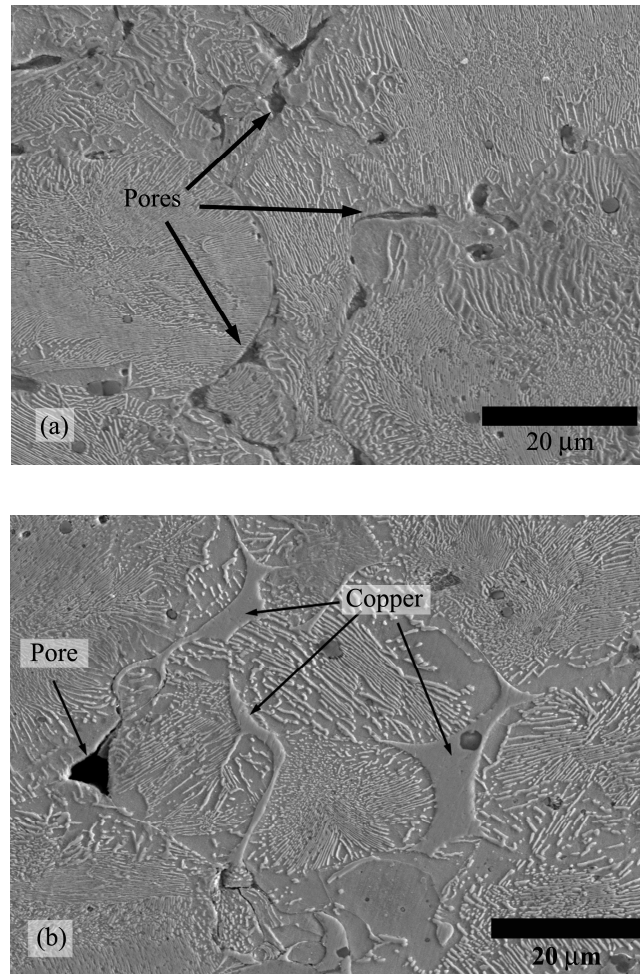


Figure 5.1 Microstructure of base materials and infiltrated with 8 wt-%Cu

a) base Fe-2.0Cu-0.7C; b) with 8 wt-% Cu.

Fig. 5.2 compares the size distribution, in terms of cumulative frequency, of the porosity in the base material to that of copper in the infiltrated specimens. The fact that the size distribution curve of copper is similar to that of the porosity shows that the liquid copper completely filled the open porosity without modifying the matrix skeleton. A small difference is, however, observed at the beginning of the curves: the small pores ( $\leq 20 \mu\text{m}$ ) are 5% more frequent than the small infiltrated copper region. This may be attributed to the small closed porosity that is not accessible to the liquid copper. In the same manner the shape of the pores was compared to that of the infiltrated copper areas (Fig. 5.3). Again the results are similar, but with a more frequent presence of very irregular ( $F \leq 0.2$ ) shaped infiltrated copper regions. This observation can also be

attributed to the small and more spherically shape closed porosity but also to the infiltration of copper into small gaps between steel particles. Indeed, since copper melts before the formation of the sinternecks between the steel particles, copper can be pumped into small gaps between them due to strong capillary forces,<sup>7</sup> resulting in very slender and irregular copper regions (Fig. 5.4).

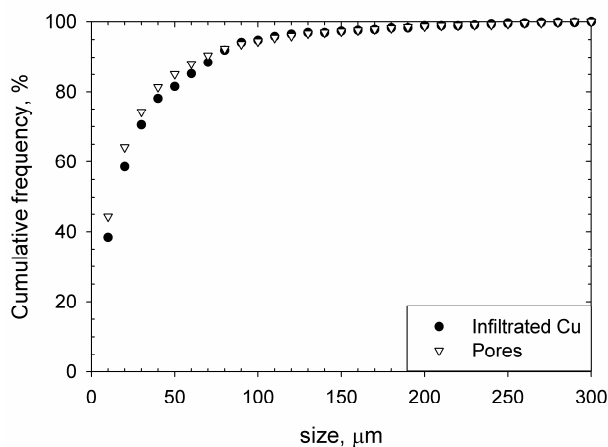


Figure 5.2 Size distribution of the pores in the base material and of the infiltrated copper areas in the base material with 8 wt-% Cu.

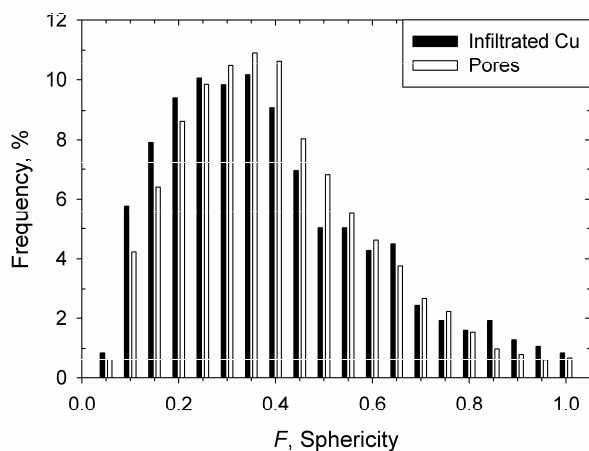


Figure 5.3 Morphology of the pores in the base material and of the infiltrated copper areas in the base material with 8 wt-% Cu.

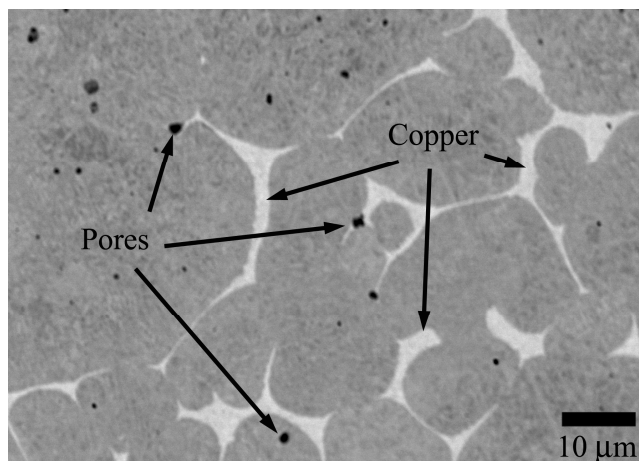


Figure 5.4 Morphology of the infiltrated copper areas.

As was suggested above to explain the lower volume fraction of infiltrated copper from the expected weight content calculations, copper diffuses to some extent into the steel matrix. When looking at sections of the Fe-C-Cu phase diagrams at temperatures near 1120°C, the maximum solubility in the austenitic phase is between 8% to 10% of copper.<sup>24</sup> On the other hand, the solubility of copper in ferrite is nearly 0% at room temperature. Hence, to determine the extent of copper diffusion into the steel matrix, an X-ray energy dispersive spectrometry (EDS) quantitative analysis was done on the pearlitic matrix. Based on Monte Carlo simulations, the radius of the volume of X-ray generation was calculated to be 0.8 μm at 15 keV and for  $k_{\alpha}$  X-ray lines of iron and copper. Therefore to avoid contribution of the infiltrated copper regions, when quantifying the copper content in the steel matrix, the analysed regions were at least 2.5 μm away from the nearest infiltrated copper regions (Fig. 5.5). Note that the analysed regions are easily identified due to the contamination spot left after the X-ray spectra were taken. The results of the quantitative analysis are presented in Table 5.2. These results indicate a heterogeneous distribution of copper into the steel particles during the sintering/ infiltration process: inside a same steel particle the copper content can vary from 2.4 to 8 wt-%. The non-equilibrium cooling after sintering leads to a supersaturated solid solution of copper in the steel particle. Other intermediate phases were not formed between copper and steel.<sup>7-9,24</sup> Also, copper precipitation was not observed. X-ray analysis was also made in the copper areas, showing an iron concentration between 5.8 to 7.4 wt-%. These results are consistent with the rounding of the edges of the steel particles as iron dissolves into the liquid copper.

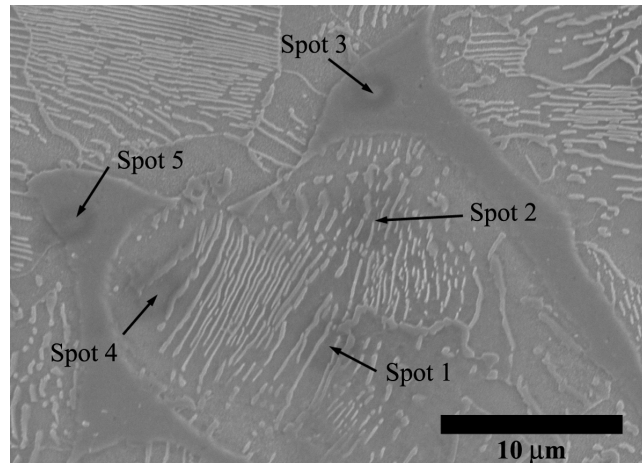


Figure 5.5 X-ray EDS area in Cu infiltrated alloy.

Table 5.2 Quantitative X-ray EDS analysis

	Cu		Fe	
	Intensity ratio (%)	wt-%	Intensity ratio (%)	wt-%
Spot 1	2.2	2.4	97.2	97.2
Spot 2	3.1	3.4	96.8	96.8
Spot 3	96.0	96.0	7.3	5.8
Spot 4	7.7	8.5	92.3	92.3
Spot 5	94.9	94.9	9.3	7.4

#### 5.4.2 Hardness and microhardness

The tensile properties of PM steels are mostly influenced by their density, but also by the hardness of its microstructural constituents. Table 5.3 presents the apparent hardness of the base materials and base materials with 8 wt-% Cu, as well as microhardness measurements in the steel matrix and in the infiltrated copper areas. An increase of more than 10% of the apparent hardness is observed for the infiltrated alloy, but more importantly, the microhardness of the steel matrix increases by 8%. Also, the standard deviation for the microhardness measurement in the steel

matrix for the infiltrated alloy is much higher than that of the base material. This is explained by the distribution of the copper content in the steel matrix. Indeed, microhardness values are affected by the copper concentration of the steel particles matrix (fig.5.6). When the microhardness measurements were taken inside of a steel particle at least 20  $\mu\text{m}$  away from any infiltrated copper, the mean hardness value are  $316 \pm 13$  HV0.01, which is the same value as the steel matrix in the base material. But when the microhardness measurements are taken within 5 to 10  $\mu\text{m}$  of a copper region, the mean hardness value increases by more than 20%, to  $385 \pm 20$  HV0.01. These results, combined with EDS analysis, show that the supersaturated copper content leads to solid solution strengthening of the steel matrix and should be taken into account when studying the effect of copper infiltration on mechanical properties. Indeed, Syarif *et al.* showed that solid solution strengthening by copper increases yield strength of wrought steel.<sup>25</sup> Furthermore since the higher copper content is observed in the outer region of the particles, hence in the sinternecks, increasing their hardness should improve properties of the infiltrated alloys.

Table 5.3 Apparent and microhardness

	Apparent Hardness (HRB)	Microhardness HV0.025	
		Steel matrix	Copper areas
Base mat.	$90 \pm 1.8$	$318 \pm 11$	-
Base mat. + 8% Cu	$101 \pm 1.1$	$345 \pm 39$	$161 \pm 6$

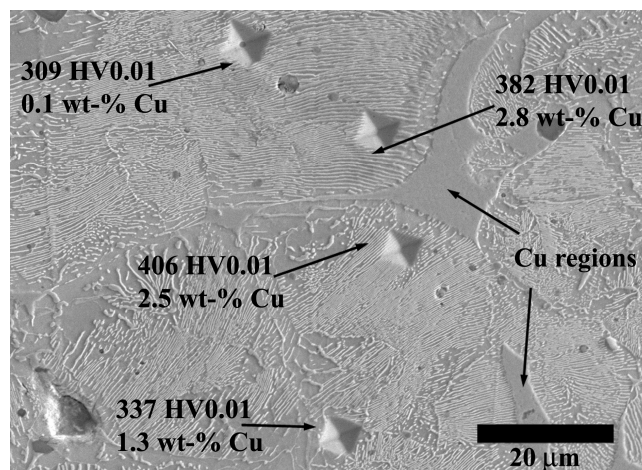


Figure 5.6 Microhardness indentations (HV0.01) and quantitative X-ray EDS.

### 5.4.3 Tensile properties

Figure 5.7 shows a summary of the tensile properties. Copper infiltration increases the yield strength by 20% and the ultimate tensile strength by 45%. These results are in agreement with the Metal Powder Industries Federation (MPIF) standard and the literature.<sup>4</sup> The observed increase in yield strength for the infiltrated alloy is mainly due to an increase in the load bearing structure. Indeed, filling of the pores by copper allows transfer of the load to the entire sample instead of it being localised in the sinternecks. The yield strength also increases due to the solid solution strengthening of the steel matrix by copper and by the reduction of stress concentrations associated to the open porosity. The 45% increase in UTS is also mainly due to the increase in the load bearing structure. The more pronounced beneficial effect of copper infiltration on UTS compared to YS is due to the high ductility of copper. Indeed, copper can easily accommodate the plastic deformation, distributing the stress more uniformly the stress across the part and increasing the absorbed energy of the sample during the test. Fractographic observations of fractured samples show evidence of a better load transfer in the infiltrated sample (fig. 5.8). For the base material (fig. 5.8 a), the observed fracture mechanism is mainly ductile fracture localised at sintered necks with some regions of transgranular brittle fracture of pearlitic grains. The ductile fracture took place by void nucleation at second phase particles and void growth. The fracture of the infiltrated material (fig. 5.8 b), is mainly obtained by transparticle cleavage with small ductile regions. Campos et al., already noticed a change in fracture modes upon copper infiltration and proposed the following sequence of events leading to fracture: plastic deformation of the copper network, load transfer to the iron particles, massive fracture by cleavage and ductile copper collapse.<sup>4</sup>

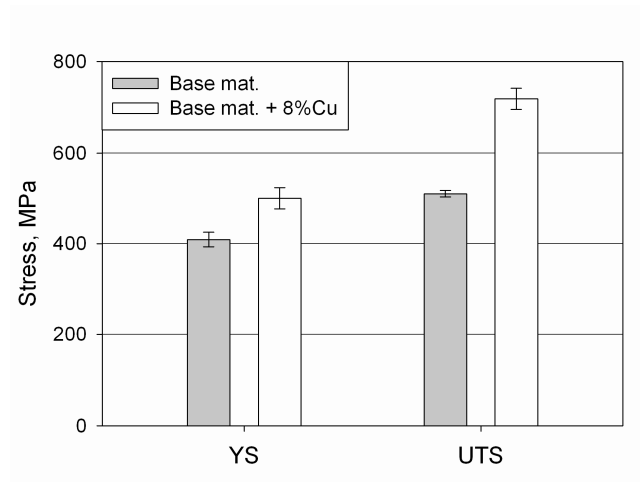


Figure 5.7 Effect of copper infiltration on tensile properties.

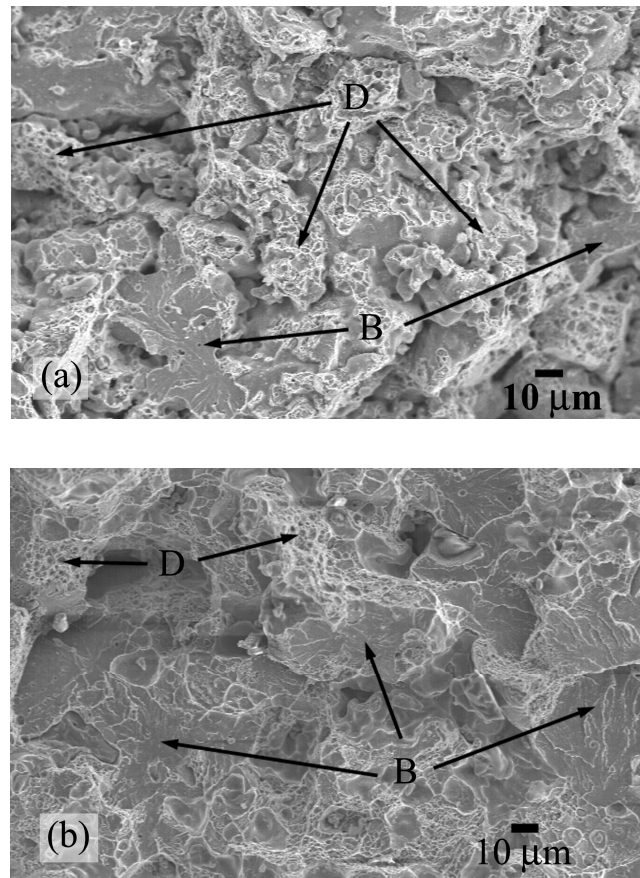


Figure 5.8 Tensile fracture surface of base materials and infiltrated with 8 wt-% Cu, B and D indicate brittle transparticle fracture and ductile fracture respectively. a base Fe-2.0Cu-0.7C; b with 8 wt-% Cu.



### 5.4.4 Fatigue properties

The influence of copper infiltration on the fatigue behaviour is illustrated in the stress vs cycles curves (fig. 5.9). Table 5.4 summarises the endurance limit in terms of 90%, 50% and 10% survival. The last column in Table 4 shows the ratio of the endurance limit at 50% survival to the UTS. These results show that whilst copper infiltration increased the endurance limit by 10%, the beneficial effect of copper infiltration on the tensile properties does not directly translate into improved fatigue performance. Indeed, the ratio of the endurance limit to the UTS drops from 0.33 for the base material to 0.24 for the infiltrated material. Moreover, the 10% increase due to copper infiltration is less than the 25% increase obtained by Sonsino et al. by increasing the density of a Fe-1.5Cu alloy from 7.1 to 7.4 g cm<sup>-3</sup>, using double press/ double sinter techniques.<sup>21</sup> The following paragraph explains the effect of copper infiltration on the endurance limit.

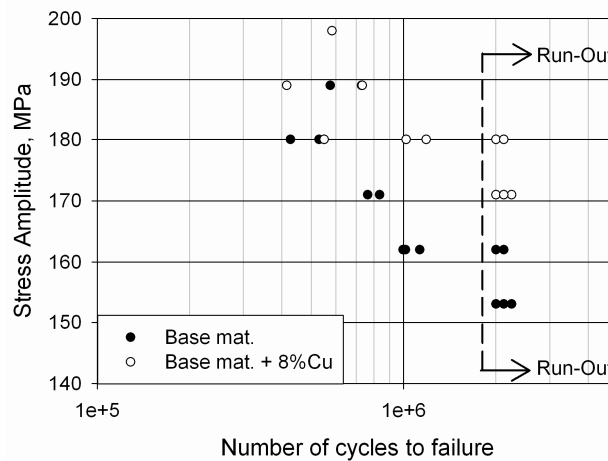


Figure 5.9 Effect of copper infiltration on S-N curves.

Table 5.4 Endurance limit

	Endurance limit, (MPa)			Standard deviation (MPa)	$\sigma_{50}$ / UTS
	$\sigma_{90}$	$\sigma_{50}$	$\sigma_{10}$		
Base mat.	152	163	174	6	0.33
Base mat. + 8% Cu	166	179	192	10	0.25

Filling of the pores by copper infiltration will affect the initiation of microcracks by reducing the stress concentration factor associated with the porosity. Indeed, microcracks usually originate from pores with the highest stress concentration factor at or near the surfaces.<sup>11,17,19,26,27</sup> Hence, by reducing the stress concentrations, copper infiltration should increase the stress levels at which microcracks will nucleate in the steel matrix. On the other hand, the study of a fatigue sample interrupted after 2 hundred thousand cycles under a stress amplitude of 189 MPa, shows evidence of cracks initiating at the interface between the copper region and the steel matrix (fig 5.10). Indeed, a microcrack is initiated by the decohesion of the boundary between these two constituents. The positive effect of the reduction of stress concentrations due to pores on crack initiation is therefore counterbalanced by interfacial cracking due to the lower yield strength of the copper regions. Finally, when the crack reaches a length of about 7  $\mu\text{m}$  it starts to propagate through the copper region (left) or the pearlitic matrix (right). Because of the softness of the copper region, plastic deformation takes place ahead of the crack tip which should decrease crack propagation. Indeed, Lowhaphandu and Lewandowski showed that the fatigue crack propagation behaviour was improved by copper infiltration.<sup>9</sup>

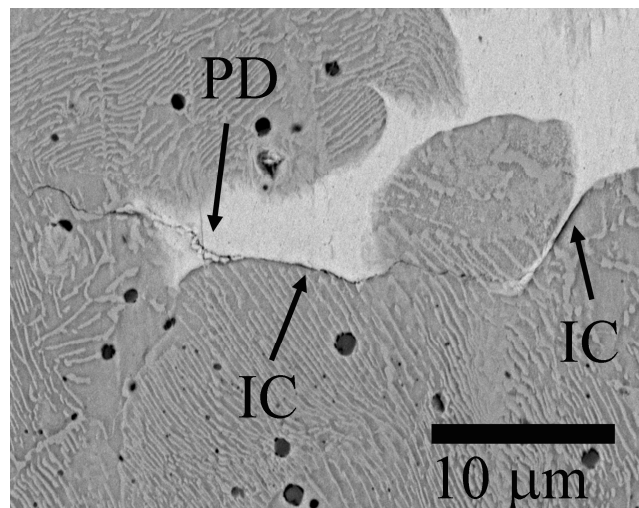


Figure 5.10 Interfacial cracking observed after 200 000 cycles at a stress amplitude of 189 MPa, IC and PD indicate interfacial cracking and plastic deformation respectively.

## 5.5 Conclusions

From the current work, the following conclusions can be drawn on the effect of infiltrating a Fe-2.0Cu-0.7C PM steel alloy with 8 wt-% copper on the tensile and fatigue properties.

1. During infiltration, liquid copper fills the open porosity without modifying the matrix skeleton. Copper diffuses to some extent into the steel particles leading to a supersaturated solid solution of copper in steel, resulting in solid solution strengthening and an increase of 20% of Vickers hardness.
2. The infiltration process leads to an increase of 20% and 45% of the yield strength and the ultimate tensile strength respectively. This improvement is due to the increase in the load bearing structure, a decrease in the stress concentrations associated to the open porosity and an increase of the steel matrix microhardness. The ultimate tensile strength is further increased by the high ductility of copper which accommodates plastic deformation, thereby distributing the stress across the part more uniformly and increasing the absorbed energy of the sample during the test.
3. Copper infiltration increased the endurance limit by 10%. The decrease in the stress concentration due to pores as well as a decrease in crack propagation due to the plasticity of copper ahead of the crack tip increased fatigue resistance. However, the difference in hardness and yield strength between copper and the steel matrix led to interfacial cracking.

## 5.6 Acknowledgments

This research was supported by the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC). Two of the authors (FB and PB) acknowledge the financial support of Auto21, CRSNG Découvertes and École Polytechnique de Montréal.

## 5.7 References

1. F. Velasco, J. M. Torralba, J. M. Ruiz-Roman, L. E. Garcia-Cambronero, and J. M. Ruiz-Prieto: *Int. J. Powder Metall.*, 1995, **31**, 309-315.
2. S. Pelletier, B. Champagne, and L. Champoux: *Int. J. Powder Metall.*, 1994, **30**, 293-299.
3. D. Uzunsoy, I. T. H. Chang, and P. Bowen: *Powder Metall.*, 2002, **45**, 251-254.

4. M. Campos, J. M. Torralba, C. Menapace, and A. Molinari: *Powder Metall.*, 2008, **51**, 176-181.
5. M. Svilar and E. Klar: *Int. J. Powder Metall.*, 1986, **22**, 105-108.
6. W. Rostoker and D. R. Clemens: *Int. J. Powder Metall.*, 1981, **17**, 277-289.
7. R. M. German: 'Sintering theory and practice'; 1996, New York ; Toronto, John Wiley & Sons, Inc.
8. R. Lumpkins, Jr.: *Powder Metall. Int.*, 1985, **17**, 120-123.
9. P. Lowhaphandu and J. J. Lewandowski: *Metall. Mater. Trans. A*, 1999, **30**, 325-334.
10. K. D. Christian and R. M. German: *Int. J. Powder Metall.*, 1995, **31**, 51-61.
11. A. Hadrboletz and B. Weiss: *Int. Mater. Rev.*, 1997, **42**, 1-44.
12. S. J. Polasik, J. J. Williams, and N. Chawla: *Metall. Mater. Trans. A*, 2002, **33**, 73-81.
13. B. Cotterell and Y. W. Mai: Proc. 8th Int. Conf. on Fracture. 1993, Kyiv, Ukraine, June 1993, ICF, 217.
14. H. Danninger, D. Spoljaric, and B. Weiss: *Int. J. Powder Metall.*, 1997, **33**, 43-53.
15. A. Piotrowski and G. Biallas: *Powder Metall.*, 1998, **41**, 109-114.
16. E. A. Sager, R. I. Stephens, and T. Prucher: *Powder Metall.*, 1998, **41**, 103-108.
17. H. Drar: *Mater. Charact*, 2000, **45**, 211-220.
18. K. V. Sudhakar: *Int. J. Fatigue*, 2000, **22**, 729-734.
19. J. Holmes and R. A. Queeney: *Powder Metall*, 1985, **28**, 231-235.
20. R. M. German: 'Powder metallurgy of iron and steel', 1998, New York ; Toronto, Wiley& Sons, Inc.
21. C. M. Sonsino, G. Schlieper, and W. J. Huppmann: *Int. J. Powder Metall.*, 1984, **20**, 45-50.
22. Metal Powder Industries Federation: *Determination of Microhardness of Powder Metallurgy*, MPIF Standard 51, MPIF, Princeton, NJ, 1994.

23. American Society for Testing and Materials: *Standard test methods for tension testing of metallic materials*, ASTM E8-04, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2006.
24. in 'ASM metal handbook', Vol. 3, 'Alloy Phase Diagrams', Section 3; 1999, Materials Park, OH, ASM International.
25. J. Syarif, K. Nakashima, T. Tsuchiyama, and S. Takaki: *ISIJ Int.*, 2007, **47**, 340-345.
26. N. Chawla, T. F. Murphy, K. S. Narasimhan, M. Koopman, and K. K. Chawla: *Mater. Sci. Eng. A*, 2001, **308**, 180-188.
27. N. Chawla and X. Deng: *Mater. Sci. Eng. A*, 2005, **390**, 98-112.

## **CHAPITRE 6    MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF NICKEL RICH AREAS AND THEIR INFLUENCE ON THE ENDURANCE LIMIT OF SINTERED STEEL**

Article soumis pour publication dans Materials Science and Engineering : A, le 18 novembre 2009.

Auteurs : Fabrice Bernier, Philippe Plamondon, Jean-Paul Bailon et Gilles L'Espérance

### **6.1 Abstract**

The addition of nickel powder in powder metal (PM) steel increases hardenability, enabling the formation of martensite directly after the sintering process. However, the slow diffusion rate of nickel into iron leads to the formation of nickel rich areas (NRA). Two steel alloys were studied, the first one is a Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C with standard size nickel powder additions and the second one is a Fe-2.4Ni-0.7Mo-0.7C to which a finer size nickel powder was added. The influence of the size of the nickel powder used on hardenability and on the presence of NRAs has been investigated by optical microscopy. A complete identification of the microstructural constituents and the effect of nickel concentration on their presence were achieved using X-ray energy dispersive spectrometry and electron diffraction. Results obtained by those techniques show the presence of austenite and martensite. Fatigue tests were carried out on sintered steel parts with and without austenitic areas to study their impact on the endurance limit. The analysis of the results showed that these areas are not a governing factor for the endurance limit of sintered steel.

Keywords: Powder metallurgy, steel, austenite, sinter hardenability, endurance limit

### **6.2 Introduction**

While mechanical properties of powder metal (PM) steels are usually lower than that of their wrought steel counterparts, recent studies have shown the feasibility of reaching equivalent static and dynamic properties.[1-3] Moreover, their low-cost and ability to be processed to near-net shape made them replace wrought steel in many applications. One method to achieve high performance PM steels at low cost is the use of sinter hardening steel blends. These powder blends enable the formation of martensite during the cooling stage of the sintering process,

thereby avoiding the need for heat treatment and problems of distortion and oil retention associated with quenching [1, 4-5]. Nickel additions are widely used in high performance PM steels applications, as Ni is known to increase sinter hardenability [6-10], and thus increase the volume fraction of hard constituents such as martensite and lower bainite. These harder constituents have been shown to be beneficial in achieving high tensile and fatigue properties as compared to softer phases like upper bainite and pearlite [9-11]. However, the slow diffusion rate of nickel leads to inhomogeneous microstructures and to the formation of nickel rich areas (NRA). [9-12]. Phases present in the NRA are usually a combination of austenite, martensite and ferrite [10, 12-15].

In the last decade, many studies investigated the impact of NRA on the mechanical properties of PM steels, particularly fatigue [12-18]. The NRA are present predominantly at the periphery of pores and at the border of the steel powder particles [13,17,19]. Since fatigue crack initiation usually occurs at/or near pores in PM steels,[20-24] the presence of austenite in these regions could affect fatigue performance. Indeed, an improvement of the endurance limit was observed by Unami *et al.* for PM steel [25] and by Richman *et al.* for high carbon wrought steels [26] for larger amounts of retained austenite. The improvement was attributed to the high ductility of austenite and to its strain induced martensitic transformation, which both consume energy that can not be used for the initiation of cracks. However, strain incompatibility between the soft ferrite and austenite and the hard martensite can lead to crack initiation at interphase boundaries [27-28]. Also, Deng *et al.* conducted surface measurements of the crack growth rate through different microstructural constituents and showed that the rate was more than an order of magnitude higher for austenite than for bainite. Hence, further understanding of the impact of those NRA on fatigue properties is needed.

The first part of this study was dedicated to examine the impact of nickel on sinter hardenability. Optical microscopy in combination with etching techniques was done to quantify the presence of different microstructural constituents under sinter hardening conditions. Two PM steels were studied. The first one was a Fe-2.4Ni-0.75Mo-7C where fine size nickel powder was admixed to avoid the presence of NRA while maintaining high sinter hardenability. The second one was a Fe-6.4Ni-0.75Mo-7C, with standard size nickel to achieve high NRA content. The goal of the second part of the study was to completely characterize the NRA. Despite recent interest on the effect of nickel-rich areas on mechanical properties, there is still a lack of information on their

exact nature. The complex combination of martensite, austenite, and other microstructural constituents obtained under sinter hardening conditions needs further understanding. Scanning electron microscopy (SEM) with X-ray quantitative energy dispersive spectrometry (EDS) was used to determine the overall composition of the NRA. The influence of nickel concentration on the resulting constituents was studied by transmission electron microscopy (TEM) using high resolution X-ray EDS in combination with electron diffraction. Finally, the endurance limit of the two PM steels was obtained and crack initiation was evaluated to understand the effect of the NRA on fatigue properties.

### 6.3 Experimental

The studied PM alloys were prepared using a prealloyed base powder containing nickel and molybdenum. The composition of the steel powder is shown in Table 6.1. Manganese and sulphur are present in the base powder in the form of MnS which is a machinability enhancing additive. Two PM blends were prepared by adding in one case 6 wt.% of standard size nickel ( $d_{50} = 7.5\text{-}8.5\ \mu\text{m}$ ) and 2 wt.% of a fine nickel ( $d_{50} = 1\text{-}2\ \mu\text{m}$ ) in the other case. Both blends were also admixed with 0.85 wt.% graphite and 0.75 wt.% lubricant (zinc stearate). Samples were then prepared by double press/ double sintering. Rectangular samples ( $31.8 \times 12.7 \times 6.4\ \text{mm}^3$ ) were initially pressed at 800 MPa and subsequently pre-sintered at 800°C for 30 min in nitrogen. Samples were then pressed a second time to achieve a sintered density of  $7.2\ \text{gcm}^{-3}$ . They were then sintered at 1120°C for 30 min in nitrogen and rapidly cooled by a nitrogen gas stream at a rate of between 1.5 and 2.5°C/s in the temperature range from 550°C to 350°C. Samples were then tempered at 390°C for an hour.

Table 6.1 Chemical composition of steel base powder (in wt.%)

<b>C</b>	<b>O</b>	<b>S</b>	<b>Mn</b>	<b>Mo</b>	<b>Ni</b>	<b>Fe</b>
0.005	0.32	0.028	0.41	0.74	0.44	Bal.

Metallographic specimens for all the test materials were examined by optical microscopy and by SEM in the etched condition to characterize the different phases present. Micro hardness values were also obtained to confirm the phase identification from the metallographic observations. The volume fraction of the microstructural constituents was quantified by optical microscopy in the



etched conditions with an automated image analysis system. Electron diffraction in TEM was used to determine the phases present in the nickel-rich areas and their composition was quantified by EDS. SEM was also used on interrupted fatigue specimens for crack initiation analysis.

Fatigue tests on transverse rupture specimens ( $31.8 \times 12.7 \times 6.4 \text{ mm}^3$ ) were carried out using a load control fatigue machine with a three-point bending apparatus operated at a frequency of 20 Hz and a  $R$ -ratio ( $\sigma_{min}/\sigma_{max}$ ) of 0.1. Fatigue specimens were hand polished with a diamond paste to a  $1\mu\text{m}$  finish. The staircase method was used to determine the endurance limit, using a 2 million cycles run-out limit.

## 6.4 Results and discussion

### 6.4.1 Evaluation of sinter hardenability

Sinter hardenability of both alloys was evaluated by quantifying the volume fraction of martensite. This was done by a two-step image analysis on optical micrographs. First, the volume fraction of bainite was determined on a nital etched specimen (Fig. 6.1 a)). The bainite regions appear darker than the martensite/ austenite regions. Then a nital-picral etched enables the quantification of the austenite which is revealed in bright white while the martensite and bainite are darkened (Fig. 6.1 b)). Finally, the volume fraction of martensite can then be calculated. The results of microstructural quantification is presented in Table 2. The microhardness of each constituents is also indicated, the load used for the bainite and martensite regions was 100 gf while it was only 25 gf for the austenite and bainite to ensure that the indentation did not impinge on other constituents. These results show that nearly 90% of the volume fraction is martensitic for both alloys: these blends are hence sinter hardenable. Moreover, the alloy containing 6% Ni contains less bainite than the 2% Ni alloy. Bainite is however replaced by the softer austenitic phase for the high nickel content alloy. Finally the use of a fine size nickel powder nearly completely avoids the formation of nickel rich austenite. This is mainly due to the smaller volume of the nickel powder which enables a more complete diffusion. Indeed, works found in the literature show that austenite is present when 2% of standard size nickel powder is used [9, 11, 19].

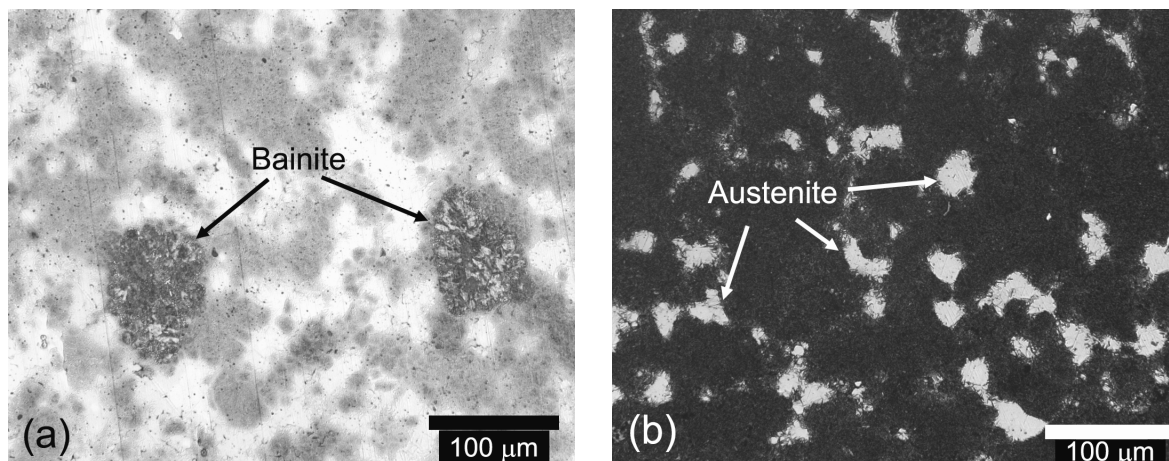


Figure 6.1 Optical micrograph of Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C etched (a) with nital (b) with nital-picral.

Table 6.2 Volume fraction of the microstructural constituents and corresponding microhardness

Alloy	Microstructural constituents					
	Martensite		Austenite		Bainite	
	V <sub>f</sub>	HV (100gf)	V <sub>f</sub>	HV (25gf)	V <sub>f</sub>	HV (100gf)
Fe-2.4Ni-0.7Mo-0.7C	91	508±42	≤ 0.5	-	8.5±1.2	299±31
Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C	89.2	542±35	5.9±1.3	238±24	4.9±1.0	308±27

### 6.4.2 Characterization of Ni-rich areas

One of the goals of this study is to clearly identify and characterize the NRA. Using backscatter imaging the nickel-rich areas appear brighter than the steel matrix due to the higher atomic number of nickel compared to that of iron (fig. 6.2.a). When the NRA are etched with nital-picral, and observed using secondary electron images, the austenite remains white while the martensitic steel matrix is revealed (fig 6.2.b). The size of the unetched austenite area is similar to that of the NRA observed with backscattered electron.

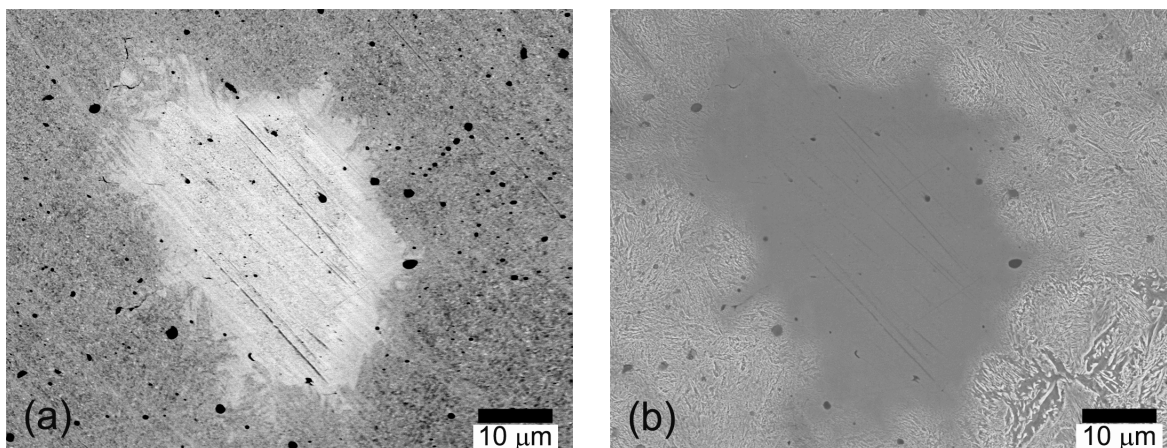


Figure 6.2 Nickel rich area in Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C alloy: (a) as-polished. Backscattered electron imaging and (b) etched with nital-picral. Secondary electron imaging.

Energy dispersive spectrometry quantitative analyses were done using pure Fe, Mo and Ni standards to obtain the chemical composition of the NRA. Figure 6.3 shows the NRA where EDS analyses were carried out and the position of the different analyzed spots. The results of the quantitative analysis are presented in Table 6.3. These results indicate a heterogeneous distribution of nickel in the NRA. The center of the austenite phase has a lower molybdenum content, which indicates that this area was probably elemental nickel before sintering. From the center of the austenite phase to its edge, the nickel content varies from 40 to 10 wt.%, (fig. 6.4). Those results can be compared to those of Wu *et al.* made on a Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5C PM steel alloy [15]. The maximum nickel content in the austenite is higher in this study, 40 wt.% Ni compared to 23 wt.% Ni for Wu's work. This is explained by the higher nickel composition of the alloy in this study. However, the nickel content at the interface of austenite and martensite is around 10% for both studies. It also must be pointed out that, the composition at the interface of austenite and the martensite matrix cannot be obtained using a SEM-EDS system without contribution of the neighbouring region. Indeed, based on Monte Carlo simulation, the radius of the volume of X-ray generation was calculated to be 0.8  $\mu\text{m}$ .

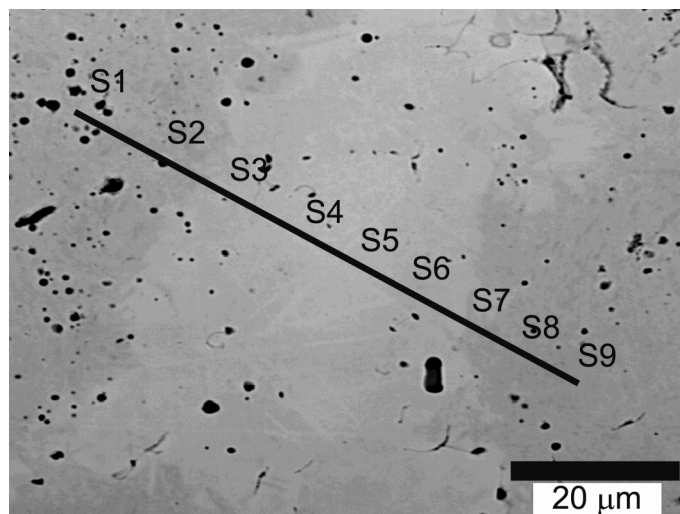


Figure 6.3 Secondary electron SEM of the nickel rich area in Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C alloy and position of the EDS analysis (as polished).

Table 6.3 Quantitative X-ray EDS analysis in the SEM for the Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C alloy. See figure 6.3 for the detailed position of the EDS analysis.

Site	Position ( $\mu\text{m}$ )	Nickel		Iron		Molybdenum	
		Intensity ratio	wt. %	Intensity ratio	wt. %	Intensity ratio	wt. %
S1	0	1.8	1.9	94.6	94.4	0.7	0.9
S2	14.0	8.6	9.1	87.1	86.3	0.7	0.9
S3	23.4	27.6	28.6	69.9	67.8	0.4	0.6
S4	30.6	38.5	39.7	60.1	57.4	0.3	0.4
S5	38.3	32.1	33.2	66.7	64.4	0.3	0.4
S6	45.3	18.9	19.6	78.6	77.0	0.5	0.7
S7	51.0	9.7	10.1	97.6	86.8	0.7	0.8
S8	58.4	4.6	4.8	91.7	91.3	0.7	0.9
S9	66.8	2.7	2.9	94.4	94.0	0.7	0.9

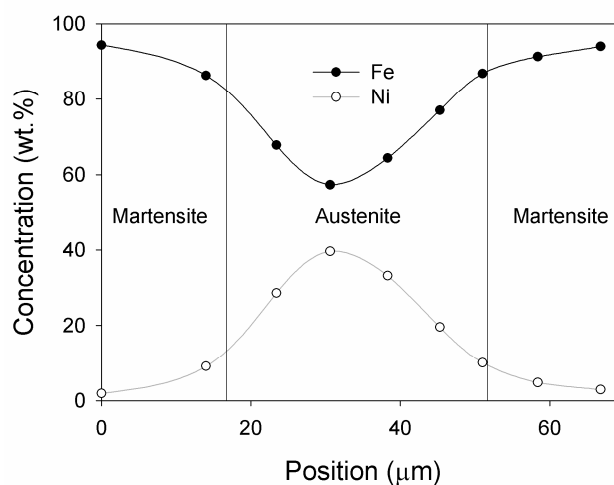


Figure 6.4 SEM-EDS line profile of the nickel rich area in the Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C alloy.

To accurately quantify the nickel concentration at the interface between martensite and austenite, transmission electron microscopy (TEM) was used. Indeed, TEM offers higher spatial resolution EDS analysis than SEM, since the volume of X-ray generation is calculated to be about 11 nm for TEM compared to 0.8 μm for SEM. Diffraction patterns were also obtained to clearly identify the studied microstructural constituents. Figure 6.5 is a TEM micrograph of an interface, with the corresponding diffraction patterns and EDS spectra. The phase above the interface is austenite with a nickel composition of 25.3 wt.% while under the interface the phase is martensite with a composition of 23.6 wt.%. The copper peaks in the EDS spectrum are due to the copper grid. These results clearly indicate that under rapid cooling two types of nickel rich microstructural constituents are present: martensite with a nickel concentration under 25 wt.% Ni and austenite when the nickel composition is above 25 wt.% Ni.

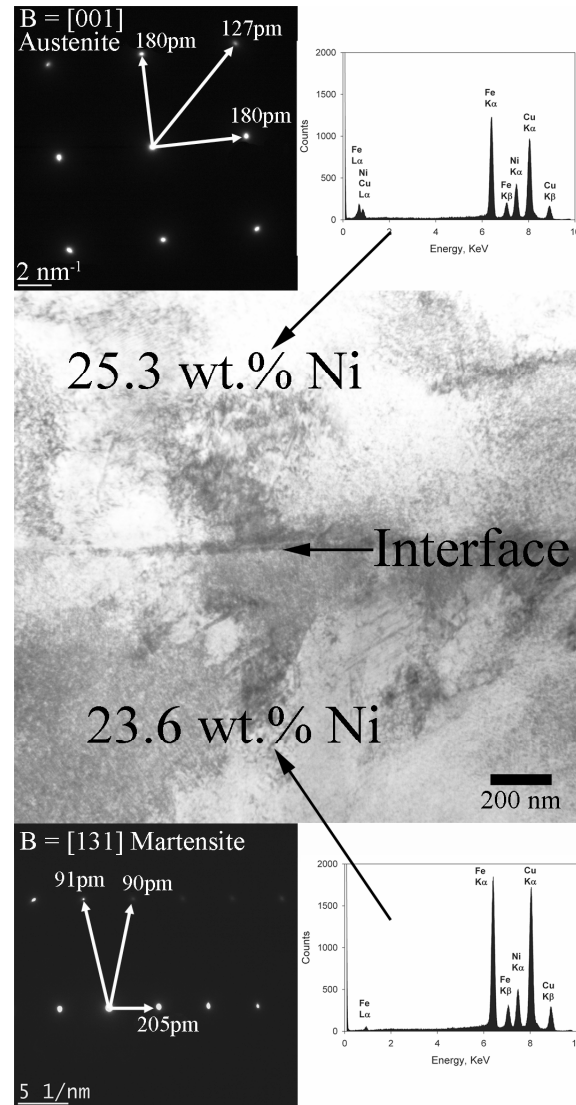


Figure 6.5 TEM micrograph of the interface between austenite and martensite in the Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C alloy with the corresponding diffraction pattern and EDS spectra.

### 6.4.3 Fatigue properties

Fatigue properties of PM steels are strongly influenced by porosity. The size and shape of the pores and the stress concentration associated with them will affect the endurance limit. Indeed, microcracks usually originate from pores with the highest concentration factor [14,19,20,24]. Figure 6.6 compares the size and the shape factor distributions of the pores for the two alloys to study the impact of the size and amount of nickel powder on the porosity. These results show that the pores are more irregular than spherical and that their major axes are mostly under 20  $\mu\text{m}$ .

Also, since the results are similar for both alloys, the effect of the porosity can be neglected when comparing the endurance limit of the two alloys.

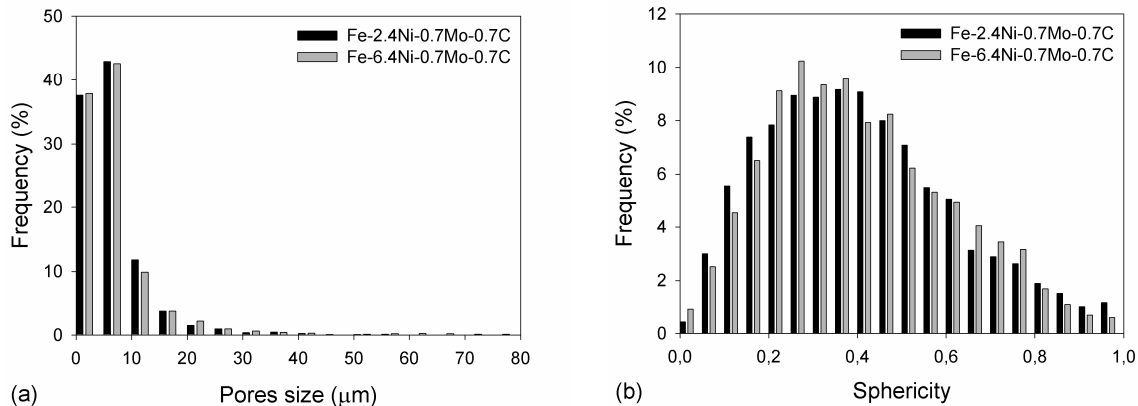


Figure 6.6 Pores characteristics: (a) size distribution and (b) morphology distribution.

The fatigue behavior of the two alloys is illustrated in the stress vs cycles curves in figure 6.7 and Table 6.4 summarizes the endurance limit in terms of 90%, 50% and 10% survival. These results are similar for both alloys, hence their microstructural difference has no impact on the endurance limit. The presence of 6 vol.% of austenite has no beneficial nor detrimental effect on the endurance limit for a PM steel containing 90% martensite. However, the observations of run-out samples of the Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C alloy show the presence of microcracks (fig. 6.8). These microcracks were present at the austenite/martensite interface and not inside the austenite area. The following paragraph explains why the presence of these microcracks does not have an impact on the endurance limit.



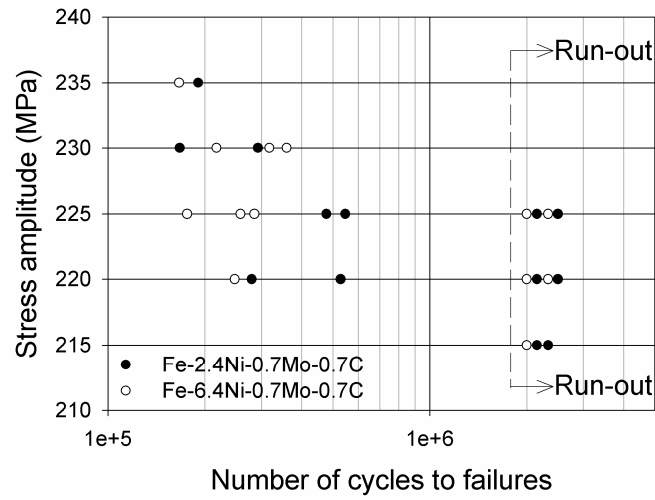


Figure 6.7 S-N curves for both alloys, tested at  $R = 0.1$  in the sinter hardened and tempered conditions.

Table 6.4 Endurance limit for both alloys, obtained by the staircase method with a run-out limit of 2 millions cycles

Alloy	Endurance limit (MPa)			Standard deviation
	$\sigma_{90}$	$\sigma_{50}$	$\sigma_{10}$	
Fe-2.4Ni-0.7Mo-0.7C	211	223	234	8
Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C	213	224	234	8

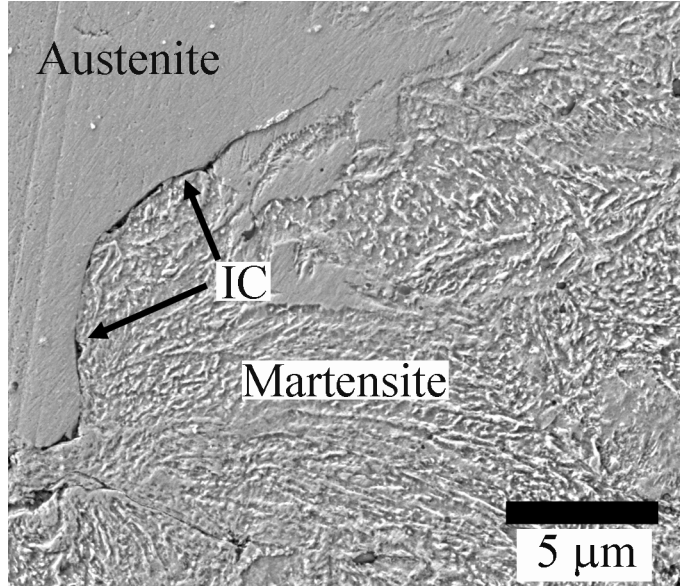


Figure 6.8 Interfacial cracking (IC), observed on a run-out sample of Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C alloy, at a stress amplitude of 220 MPa.

Figure 6.9 presents SEM micrographs of a fatigue sample tested under a stress amplitude of 220 MPa interrupted after different cycles. Figure 6.9 (a) shows austenite/martensite interfacial cracking (IC) early in the test life, after 50 thousands cycles. However, when the fatigue test is resumed and interrupted again after 250 thousand cycles, figure 6.9 (b) shows that the microcrack did not propagate. This phenomenon was observed in many other sites across the specimen and can be explained using fracture mechanics. Indeed, the stress intensity factor associated with a crack is given by the following equation:

$$K = \alpha \sigma \sqrt{\pi a} \quad (6.1)$$

where  $\alpha$  is a parameter that depends on the specimen and crack geometry, and  $a$  is the length of the crack. Under fatigue loading, the range of the stress intensity factor,  $\Delta K$ , governs crack growth and is defined as:

$$\Delta K = K_{\max} - K_{\min} \quad (6.2)$$

Hence by combining equations 1 and 2:

$$\Delta K = \alpha \sqrt{\pi a} (\sigma_{\max} - \sigma_{\min}) \quad (6.3)$$

In our case, for a surface crack in an unnotched three-point bending fatigue specimen, the value of  $\alpha$  is between 1.0 and 1.1 [29]. Also, the value of the crack length due to interfacial cracking can be regarded as equivalent to the major axis of the austenitic area. Figure 6.10 shows the distribution of the major axis of the austenitic region. Hence, the crack length should be under 40  $\mu\text{m}$  at a cumulative frequency of 90%. For a stress amplitude of 220 MPa and a crack length of 40  $\mu\text{m}$ ,  $\Delta K$ , is equal to 5.4  $\text{MPa m}^{0.5}$ . This value can be compared to the threshold value  $\Delta K_{th}$ , below which cracks behave as non propagating cracks. Carabajar *et al.* obtained a value for  $\Delta K_{th}$  of 13.5  $\text{MPa m}^{0.5}$  at  $R = 0.1$  for a Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo alloy with a similar microstructure but at a higher density of 7.4  $\text{g cm}^{-3}$  [16]. The influence of density on  $\Delta K_{th}$ , is, however, small for a density range between 7.2 and 7.4  $\text{g cm}^{-3}$  [30]. Hence, the  $\Delta K$  associated to microcracks originating from austenite/martensite interfacial cracking is well below the threshold value. Therefore the austenite area, even if their interface with martensite leads to cracking, are not a governing factor for the endurance limit of a Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C PM steel.

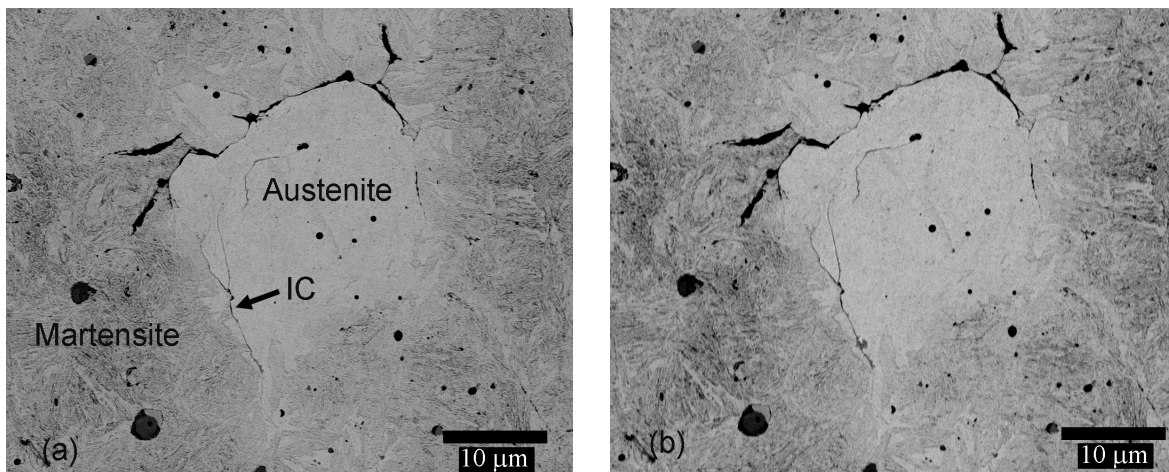


Figure 6.9 Microcrack at the austenite/martensite interface observed on micrographs of Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C alloy fatigue sample interrupted after: (a) 50 000 cycles and (b) 250 000 cycles.

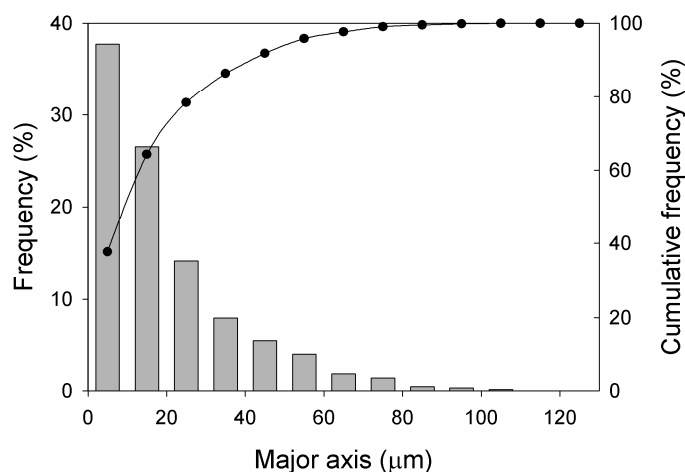


Figure 6.10 Distribution of the major axis of the austenite areas in the Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C alloy.

## 6.5 Conclusions

The microstructural characterization of a Fe-2.4Ni-0.75Mo-0.7C where 2 wt.% fine size nickel powder was admixed and a Fe-6.4Ni-0.75Mo-0.7C where 6 wt.% standard nickel powder was admixed, shows that both alloys are sinter hardenable. A cooling rate between 1.5°C/s to 2.5°C/s leads to a martensite content of 90 vol.% for both alloys. When 6 wt.% of standard size nickel powder was added, a 6 vol.% of austenite was obtained, while the use of 2 wt.% fine size nickel powder nearly completely avoided the formation of nickel rich austenite. However, the lower nickel content increased the bainite content.

High resolution X-ray EDS TEM analysis combined with electron diffraction showed that the nickel rich areas are a combination of austenite (25-40 wt.% Ni) and martensite (< 25 wt.% Ni).

Fatigue tests carried out on both alloys showed that a 6 vol.% of austenite has no impact on the endurance limit. Cracks were not observed in the austenitic areas. Interfacial cracking, however, between austenite and martensite was observed on interrupted fatigue test specimens. However

the length of these cracks, associated to the size of the austenitic area, and the stress amplitude at the endurance limit lead to a range of the stress intensity factor below the threshold value of this material.

## 6.6 Acknowledgments

This research was supported by the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC). One of the authors (FB) acknowledges the financial support of Auto21 (C202-PM: Powder Metallurgy for High-Performance Automotive Components), CRSNG Découvertes and École Polytechnique de Montréal.

## 6.7 References

- [1] Danninger H, Gierl C. Powder metallurgy steels for highly loaded precision parts. *Int. J. Mater. Prod. Technol.* 2007;28:338-360.
- [2] Jonhson P.K. 2008 PM design excellence award competition winners. *Int. J. Powder Metall.* 2008;44:21-26.
- [3] Hanejko FJ. High-performance single-press/single-sinter processing. *Int. J. Powder Metall.* 2005;41:37-44.
- [4] Thakur SN, Newkirk JW, Fillari GB, Murphy TF, Narasimhan KS. Mechanical properties of sinter-hardened steels. *Int. J. Powder Metall.* 2004;40:45.
- [5] Duchesne E, L'Espérance G, de Rege A. Sinter-hardening and hardenability. *Int. J. Powder Metall.* 2000;36:49-60.

- [6] Julien B, L'Espérance G. Evaluating Hardenability and compressibility for the development of an optimum sinter hardening powder. In: Rose CL, Thibodeau MH, editors. Adv. Powder Metall. Part. Mater., Metals Powder Industries Federation. Princeton, NJ, 1999; 7:217-27.
- [7] Unami S, Uenosono S. Ni-Mo-Cu alloyed steel powder suitable for sinter-hardening process. In: Lawcock R, Wright M, editors. Adv. Powder Metall. Part. Mater., Metals Powder Industries Federation. Princeton, NJ, 2003; 5:126-35.
- [8] Singh T, Stephenson TF, Campbell ST. Nickel-copper interactions in P/M steels. In: Chernenkoff RA, James WB, editors. Adv. Powder Metall. Part. Mater., Metals Powder Industries Federation. Princeton, NJ, 2004; 7:93-104.
- [9] Bernier F, Boilard P, Bailon JP, L'Espérance G. Machinability and dynamic properties of sinter-hardened steel parts. In: Ruas C, Tomlin TA, editors. Adv. Powder Metall. Part. Mater., Metals Powder Industries Federation. Princeton, NJ, 2005; 10:201-10.
- [10] Gething BA, Heaney DF, Koss DA, Mueller TJ. The effect of nickel on the mechanical behavior of molybdenum P/M steels. Mater. Sci. Eng. A 2005;390:19-26.
- [11] Saritas S, Causton R, James WB, Lawley A. Rotating-bending fatigue of pre-alloyed and hybrid P/M steels. Int. J. of Powder Metall. 2005;41:63-70
- [12] Polasik SJ, Williams JJ, Chawla N. Fatigue crack initiation and propagation of binder-treated powder metallurgy steels. Metall. Mat. Trans. A. 2002;33:73-81.
- [13] Carabajar S, Verdu C, Fougères R. Damage mechanisms of a nickel alloyed sintered steel during tensile tests. Mater. Sci. Eng., A. 1997;232:80-87.

- [14] Chawla N, Murphy TF, Narasimhan KS, Koopman M, Chawla KK. Axial fatigue behavior of binder-treated versus diffusion alloyed powder metallurgy steels. *Mater. Sci. Eng., A*. 2001;308:180-88.
- [15] Wu MW, Hwang KS, Huang HS. In-Situ observations on the fracture mechanism of diffusion-alloyed Ni-containing powder metal steels and a proposed method for tensile strength improvement. *Metall. Mat. Trans. A*. 2007;38:1598-1607.
- [16] Carabajar S, Verdu C, Hamel A, Fougères R. Fatigue behaviour of a nickel alloyed sintered steel. *Mater. Sci. Eng., A*. 1998;257:225-34.
- [17] Wu MW, Hwang KS. Improved homogenization of Ni in sintered steels through the use of Cr-containing prealloyed powders. *Metall. Mat. Trans. A*. 2006;37:3577-85.
- [18] Stephenson TF, Gauthier M, Fatigue properties of carburized extra-fine nickel steels. In: Engquist J, Murphy TF, editors. *Adv. Powder Metall. Part. Mater., Metals Powder Industries Federation*. Princeton, NJ, 2007; 7:288-98.
- [19] Chawla N, Deng X. Microstructure and mechanical behavior of porous sintered steels. *Mater. Sci. Eng., A* 2005;390:98-112.
- [20] Hadrboletz A, Weiss B. Fatigue behaviour of iron based sintered material: A review. *Int. Mater. Rev.* 1997;42:1-44.
- [21] Danninger H, Spoljaric D, Weiss B. Microstructural features limiting the performance of P/M steels. *Int. J. Powder Metall.* 1997;33:43-53.
- [22] Piotrowski A, Biallas G. Influence of sintering temperature on pore morphology, microstructure, and fatigue behaviour of MoNiCu alloyed sintered steel. *Powder Metall.* 1998;41:109-14.

- [23] Sager EA, Stephens RI, Prucher T. Influence of density and sintering temperature on monotonic, cyclic, and low cycle fatigue behaviour of FL4405 high strength PM steel. *Powder Metall.* 1998;41:103-8.
- [24] Drar H. Metallographic and fractographic examination of fatigue loaded PM-steel with and without MnS additive. *Mater. Charact.* 2000;45:211-20.
- [25] Unami S, Ozaki Y, Uenosono S. Effect of retained austenite amounts on the fatigue strength of sintered and bright-quenced steel compacts with a density of  $7.5 \text{ Mg/m}^3$ . In: Lawcock R, Wright M, editors. *Adv. Powder Metall. Part. Mater.*, Metals Powder Industries Federation. Princeton, NJ, 2003; 7:288-98.
- [26] Richman RH, Landgraf RW. Some effects of retained austenite on the fatigue resistance of carburized steel. *Metall. Trans. A.* 1975;6:955-64.
- [27] Ramage RM, Jata KV, Shiflet GJ, Starke Jr EA. Effect of phase continuity on the fatigue and crack closure behaviour of a dual-phase steel. *Metall. Trans. A.* 1987;18:1291-98.
- [28] He ZR, Lin GX, Chen HA. Micro-mechanical behavior around phase-interfaces in steels and the associated macro mechanical properties. *Mater. Sci. Eng. A.*, 2001;319:312-15.
- [29] Liu A. Summary of stress-intensity factors. In *ASM Handbook-Fatigue and fracture*, ASM International, Materials Parks, OH, 1996; 19, pp.981-1000.
- [30] Deng X, Piotrowski G, Chawla N, Narasimhan KS. Fatigue crack growth behavior of hybrid and prealloyed sintered steels. Part II. Fatigue behavior. *Mater. Sci. Eng. A* 2008;491:28-38.



## CHAPITRE 7 DISCUSSION GÉNÉRALE

Dans ce chapitre, les différents résultats présentés dans les trois articles et dans le compte rendu de conférence seront discutés, le but étant de montrer leur importance dans la compréhension de l'influence des paramètres de production des aciers de la métallurgie des poudres sur les propriétés mécaniques. Les résultats discutés seront divisés selon les grandes étapes du procédé de production (voir figure 1). Dans la première section, l'influence de la poudre de base ainsi que les éléments d'alliage ajoutés sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques seront abordées. Dans la deuxième section, l'influence du type de pressage sur la densité sera discutée. Finalement, la troisième section comparera le procédé d'infiltration au cuivre et le traitement d'autotrempe qui sont effectués durant le frittage.

### 7.1 Poudres de base et éléments d'alliage

Deux caractéristiques principales de la poudre de base ont été étudiées dans le cadre de cette thèse : la teneur en MnS pré-allié et la présence de nickel pré-allié. Dans le premier cas, le MnS est pré-allié afin d'augmenter l'usinabilité des pièces produites. Dans le deuxième cas le nickel est ajouté afin d'augmenter la trempabilité et les propriétés mécaniques de l'acier. L'augmentation de l'usinabilité et de la trempabilité permet de diminuer les coûts de production de pièces d'aciers par métallurgie des poudres. La figure 7.1 présente nos travaux sur l'influence de la teneur en MnS pré-allié sur les propriétés en traction et sur la limite d'endurance d'un alliage Fe-2.0Cu-0.7C ayant une dureté de 90 HRB. De plus, la figure 7.2 présente l'influence de 0.65 % MnS sur les alliages Fe-0.7Mo-0.45Ni-1.5Cu et Fe-0.7Mo-0.9Ni-1.5Cu qui possèdent des duretés de près de 40HRC. Nos résultats montrent que la présence de 0.65%MnS n'affecte pas les propriétés mécaniques statique et dynamique autant pour des pièces de dureté moyenne que pour des pièces de haute dureté. Cependant, lorsque la teneur en MnS augmente jusqu'à 1% MnS, une importante baisse des propriétés est remarquée. Ainsi, l'utilisation de poudres de base contenant 1% MnS pré-allié est recommandée dans les cas où les propriétés mécaniques ne sont pas un facteur important dans la conception de pièces et que ces dernières nécessitent des opérations d'usinage. Cependant, pour les applications de haute performance où de bonnes propriétés statiques et dynamiques sont requises, la teneur en MnS pré-allié doit être limitée à 0,65%.

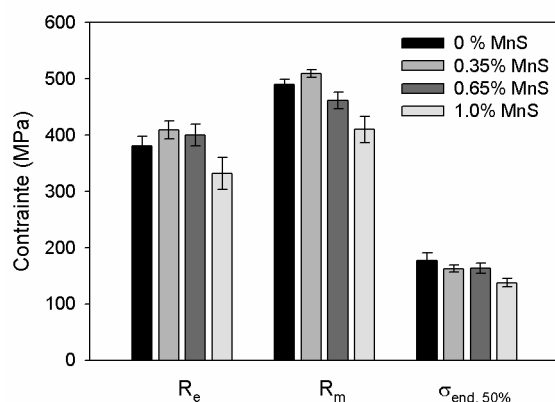


Figure 7.1 Influence de la teneur en MnS pré-allié dans la poudre de base sur les propriétés mécaniques d'un alliage Fe-2.0Cu-0.7C d'une dureté de 90 HRB et d'une densité de 7.0 g/cm<sup>3</sup>.

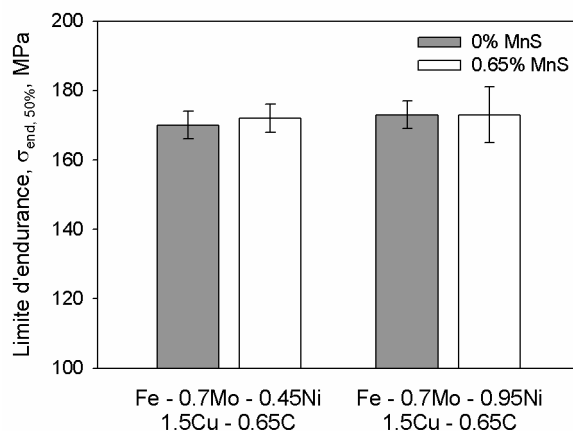


Figure 7.2 Influence de 0.65% MnS pré-allié dans la poudre de base sur les propriétés mécaniques d'alliages Fe-Mo-Ni-Cu-C de dureté de 40 HRC et d'une densité de 7.0 g/cm<sup>3</sup>.

Un autre point important de ces résultats est la présence d'une quantité suffisante de petits défauts (inclusions de MnS  $\leq 8 \mu\text{m}$ ), qui devient un facteur dominant sur le comportement en fatigue comparativement à la présence de gros défauts (pores  $\leq 50 \mu\text{m}$ ). Ce résultat indique que les théories sur l'importance de la taille du plus gros défauts sur la limite d'endurance (diagramme de Kitagawa ou modèle de Murakami, voir section 2.1.1) présentent une limitation et qu'elles doivent être appliquées avec précaution en métallurgie des poudres.

L'utilisation de poudre pré-alliée au nickel (0.45%) permet d'augmenter la trempabilité de l'acier élaboré par métallurgie des poudres. La figure 7.3 compare la microstructure obtenue pour un alliage (Fe-0.7Mo-0.45Ni)-1.5Cu-0.65C à un alliage (Fe-0.7Mo)-1.5Cu-0.65C (les parenthèses indiquent la composition de la poudre de base). Les microstructures ont été obtenues pour la même condition de refroidissement rapide, soit entre 1.25 à 2.0°C/s pour la gamme de température entre 550°C et 350°C. Ces résultats montrent que la présence de nickel pré-allié augmente de manière importante la trempabilité de l'alliage. En effet, la fraction volumique de martensite passe de 44% à 81% grâce à l'ajout de 0.45% de nickel pré-allié. Ce résultat montre que lorsque le procédé d'autotrempe est envisagé, la poudre de base utilisée doit être suffisamment pré-alliée afin d'atteindre le niveau de trempabilité requis.

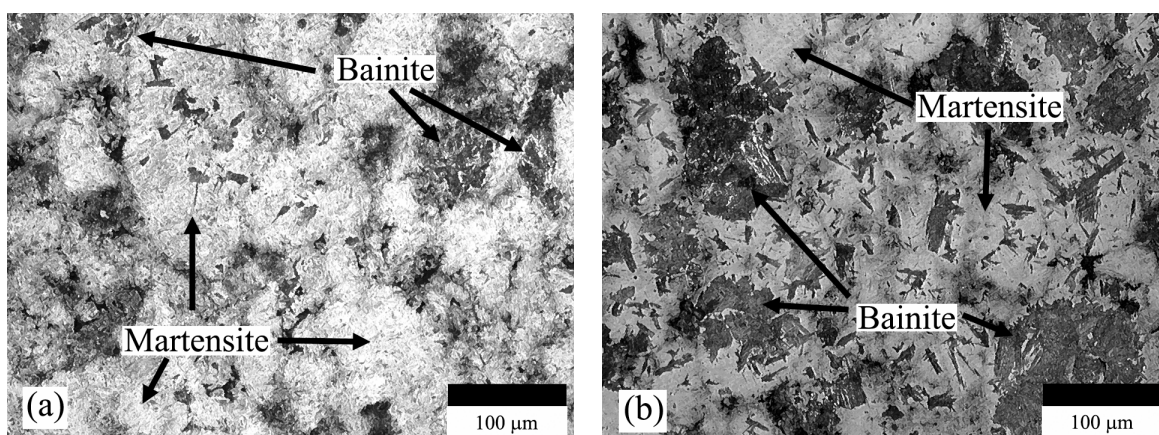


Figure 7.3 Microstructure obtenue après un traitement d'autotrempe pour des alliages (a) (Fe-0.7Mo-0.45Ni)-1.5Cu-0.65C et (b) (Fe-0.7Mo)-1.5Cu-0.65C.

La teneur en éléments d'alliage ajoutés affectera aussi la microstructure obtenue après le traitement de frittage et d'autotrempe. La figure 7.4 présente différentes microstructures obtenues selon la composition en éléments d'alliage ajoutés à une même poudre de base (Fe-0.7Mo-0.45Ni). L'influence de la taille de la poudre de nickel ajoutée a aussi été étudiée. Deux types de poudres de nickel ont été utilisés : une poudre standard ayant un diamètre de 8 µm et une poudre fine ayant un diamètre de 1 µm. Le tableau 7.1 présente la fraction volumique des constituants microstructuraux en fonction de la composition de l'alliage. Ces résultats montrent l'importance de la teneur en éléments d'alliage sur la trempabilité de l'alliage et sur l'homogénéité de la microstructure. L'ajout de 6% nickel permet d'augmenter la trempabilité mais entraîne aussi la

formation de régions austénitiques riches en nickel. L'utilisation d'une poudre plus fine de nickel permet d'obtenir une bonne trempabilité tout en évitant la présence des zones austénitiques riches en nickel. La diffusion plus complète due à la taille plus fine de la poudre de nickel permet aussi d'obtenir une fraction volumique semblable de martensite pour une concentration en nickel plus faible (2%Ni).

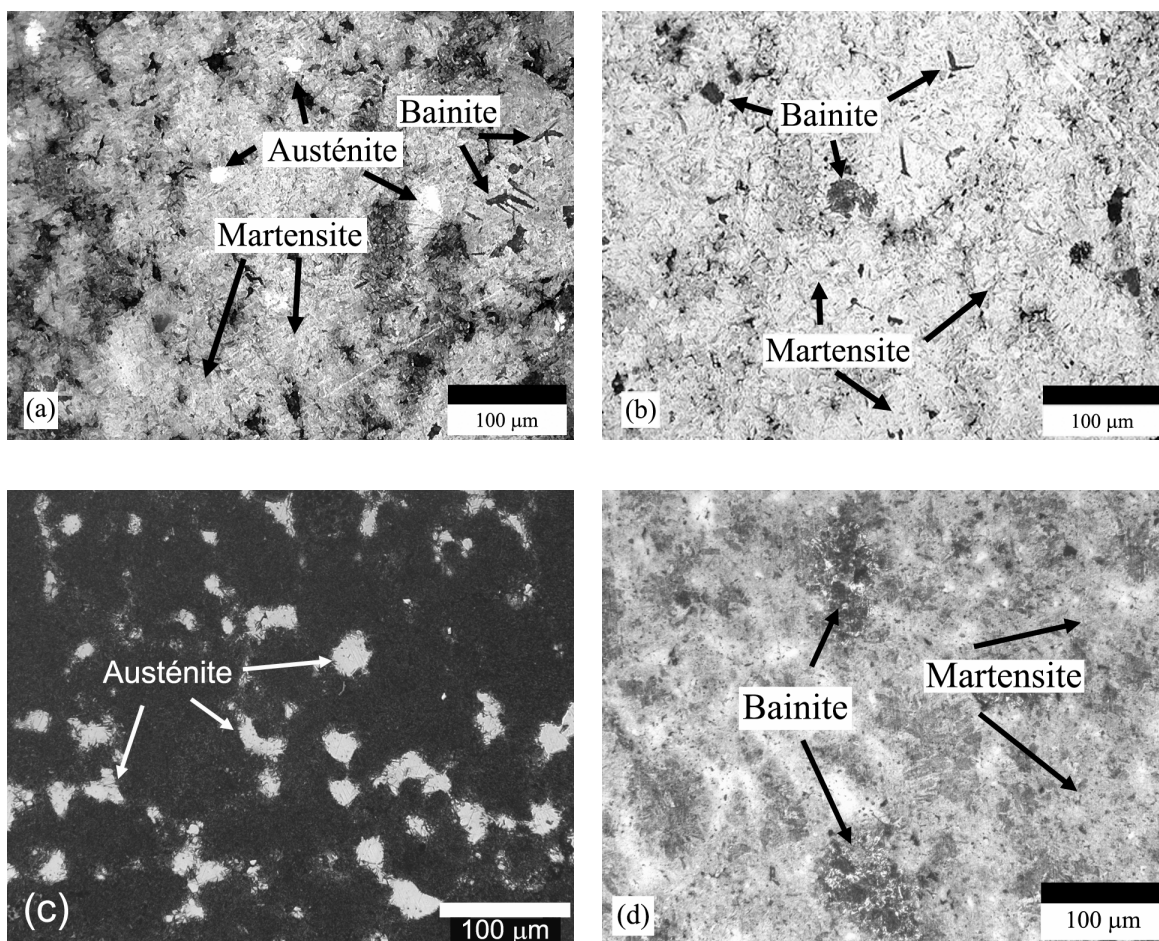


Figure 7.4 Microstructure après traitement d'autotrempe des alliages (a) (Fe-0.45Ni-0.7Mo)-0.5Ni(std)-1.5Cu-0.65C (b) (Fe-0.45Ni-0.7Mo)-0.5Ni(fin)-1.5Cu-0.65C (c) (Fe-0.45Ni-0.7Mo)-6Ni(std)-0.7C et (d) (Fe-0.45Ni-0.7Mo)-2Ni(fin)-0.7C.

Tableau 7.1 Fraction volumique des constituants microstructuraux après traitement d'auto trempe en fonction des éléments d'alliage ajoutés à la poudre de base Fe-0.4Ni-0.7Mo

Alliages	Fraction volumique des constituants microstructuraux		
	Martensite	Bainite	Austenite
(Fe-0.45Ni-0.7Mo)-0.5Ni(std)-1.5Cu-0.65C	84	14	2
(Fe-0.45Ni-0.7Mo)-0.5Ni(fin)-1.5Cu-0.65C	88	11	0
(Fe-0.45Ni-0.7Mo)-6Ni(std)-0.7C	89	5	6
(Fe-0.45Ni-0.7Mo)-2Ni(fin)-0.7C	91	9	≤ 0.5

Les microstructures obtenues à partir des essais présentés à la figure 7.4 et le tableau 7.1 ont permis d'étudier l'effet des zones austénitiques sur la limite d'endurance. Le tableau 7.2 compare les limites d'endurance des alliages avec ou sans régions austénitiques riches en nickel. Ces résultats ne montrent pas d'influence positive ou négative de ces régions sur la limite d'endurance. Ce résultat est particulièrement intéressant. En effet, récemment des études ont pointé du doigt les zones riches en nickel et leur effets néfastes sur le comportement en fatigue (Deng, 2008; Wu, 2006A; Wu, 2006B; Wu, 2007). Cependant, les résultats présentés dans ces études, ne permettent pas de conclure sur l'influence réelle des zones riches en nickel sur le comportement en fatigue. Ces études semblent plutôt pousser des technologies plus coûteuses qui limitent la présence des zones riches en nickel. Par exemple, Deng *et al* (2008), suggèrent l'utilisation d'une poudre alliée par diffusion. Les éléments d'alliage de ces poudres, principalement le nickel, sont alliés à la poudre de base par une étape supplémentaire de frittage. Les avantages de ces poudres sont qu'elles sont plus compressibles que les poudres pré-alliées et qu'elles permettent l'obtention d'une microstructure plus homogène comparativement à l'ajout d'éléments d'alliage. Wu *et al* (2006, 2007) suggèrent plutôt l'utilisation d'une poudre pré-alliée au chrome en combinaison avec l'ajout de nickel. En effet, selon eux, la présence de chrome facilite l'homogénéisation du nickel en réduisant la répulsion entre le carbone et le nickel. Cependant, le chrome diminue la compressibilité et nécessite des conditions de frittage particulières (faible point de rosée et température de frittage élevée) afin d'éviter l'oxydation du

chrome. Les résultats de cette thèse montrent que l'utilisation d'une poudre de nickel plus fine est une option intéressante afin d'éviter les zones austénitiques riches en nickel tout en maintenant une bonne trempabilité.

Tableau 7.2 Influence des régions austénitiques riches en nickel sur la limite d'endurance

<b>Alliage</b>	<b>Densité (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Dureté apparente (HRC)</b>	<b>Fraction volumique d'austénite</b>	<b>Limite d'endurance (MPa)</b>
(Fe-0.45Ni-0.7Mo)- 0.5Ni(std)-1.5Cu-0.65C	7.0	38.3	2	173 ± 4
(Fe-0.45Ni-0.7Mo)- 0.5Ni(fin)-1.5Cu-0.65C	7.0	39.8	0	178 ± 4
(Fe-0.45Ni-0.7Mo)-6Ni(std)- 0.7C	7.2	29.1	6	223 ± 8
(Fe-0.45Ni-0.7Mo)-2Ni(fin)- 0.7C	7.2	31.6	≤ 0.5	224 ± 8

## 7.2 Influence du pressage

La densité finale de la pièce d'acier élaborée par métallurgie des poudres est un des paramètres déterminants de ses propriétés mécaniques. En général, la densité finale de la pièce est celle obtenue après le pressage. En effet, pour des questions de précisions géométriques et de stabilité du procédé, il est préférable d'éviter une densification ou un gonflement durant l'étape de frittage. La méthode conventionnelle de simple pressage uniaxial ne permet pas d'atteindre de hautes densités ( $\geq 7.1 \text{ g/cm}^3$ ). De plus, l'utilisation de poudres pré-alliées diminue la compressibilité du mélange. Ainsi, pour les applications de haute performance, la technique du double pressage/double frittage (DPDF) est une des techniques utilisées. Le tableau 7.3 compare la densité obtenue pour deux mélanges en fonction du type de pressage. Ces résultats montrent, la possibilité d'obtenir un gain de près de  $0.3 \text{ g/cm}^3$  grâce à la méthode DPDF. Cette méthode peut

ainsi être utilisée soit pour atteindre une très haute densité pour des mélanges compressibles ( $>7.4 \text{ g/cm}^3$ ) ou d'augmenter la densité des mélanges peu compressibles.

Tableau 7.3 Influence du double pressage/double-frittage sur la densité

Mélanges	Pressage uniaxial (MPa)	DPDF			Densité ( $\text{g/cm}^3$ )
		1 <sup>er</sup> pressage (MPa)	1 <sup>er</sup> frittage	2 <sup>ième</sup> pressage (MPa)	
(Fe-0.7Mo- 0.45Ni) + 6Ni (std)–0.85 Gr	690				6.83
		690	800°C/30 min	690	7.14
(Fe-0.7Mo- 0.45Ni) + 2Ni (fin)–0.85 Gr	690				6.85
		690	800°C/30 min	690	7.12

### 7.3 Frittage et opérations secondaires

Dans cette étude, les conditions standard de frittage ont été utilisées. Toutes les pièces étudiées dans cette thèse ont été frittées à 1120°C pendant 30 minutes. Cependant, deux procédés différents reliés au frittage ont été étudiés séparément afin d'améliorer les propriétés mécaniques des aciers. Dans un premier cas, l'infiltration au cuivre effectuée en même temps que l'étape de frittage, a été étudiée. Ensuite, le traitement d'autotrempe effectué directement à la sortie du four de frittage à l'aide d'un refroidissement par jet de gaz a été abordé. De plus, une opération secondaire de revenu est effectuée après le traitement d'autotrempe. Le tableau 7.4 compare les limites d'endurance obtenues par ces deux techniques à celle d'un acier Fe – 2Cu – 0.7C. Les duretés apparentes ainsi que la densité des pièces après frittage sont aussi présentées. Premièrement, il a été montré au chapitre 5 que l'infiltration au cuivre améliore de 20% et de 40%  $R_e$  et  $R_m$  respectivement. Cependant, la limite d'endurance n'augmente que de 10%. Cette augmentation ne correspond pas à ce qui est généralement obtenu pour une augmentation de la densité de plus de  $0.3 \text{ g/cm}^3$ . En effet, la littérature montre qu'une augmentation de  $0.3 \text{ g/cm}^3$  se traduit par une augmentation de 25% de la limite d'endurance (Christian & German, 1995; Sonsino, Schlieper & Huppmann, 1984). Ainsi, l'infiltration au cuivre peut être utilisée dans la

production de pièces qui nécessitent de bonnes propriétés mécaniques statiques mais qui ne seront pas soumises à des contraintes cycliques.

Tableau 7.4 Influence de l'infiltration au cuivre et du traitement d'autotrempe sur la limite d'endurance

Procédé	Composition	Densité	Dureté apparente	Limite d'endurance (MPa)
Standard	Fe – 2Cu – 0.7C	7.00	90 HRB	163 ± 6
Infiltration au cuivre	Fe – 2Cu – 0.7C + 8Cu	7.57	101 HRB	179 ± 10
Autotrempe	Fe – 6.4 Ni – 0.7 Mo – 0.7C	7.2	29.1 HRC	223 ± 8

Le traitement d'autotrempe, combiné à la technique du double pressage/double frittage permet d'augmenter la limite d'endurance de près de 40% comparativement à l'acier Fe – 2Cu – 0.7C. L'effet combiné d'une plus haute densité et d'une plus haute dureté de la microstructure permet d'augmenter de façon significative les propriétés mécaniques dynamiques.

Une autre observation importante ressort de la comparaison de ces deux procédés. Dans les deux cas, la microstructure est hétérogène et est constituée d'une fraction volumique de près de 5% de régions molles dans une matrice plus dure. En effet, la figure 7.5 compare les deux microstructures obtenues après les procédés respectifs. La microdureté des différents constituants microstructuraux est indiquée sur les micrographies.



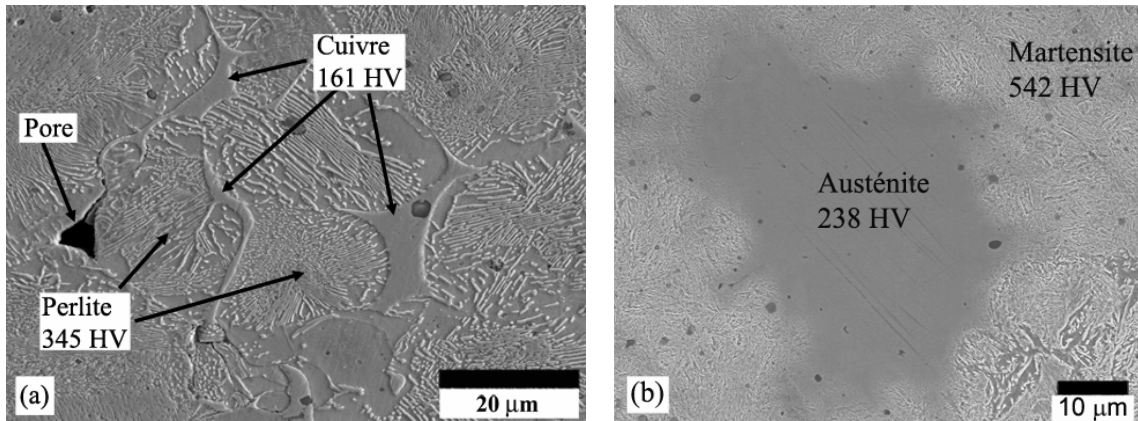


Figure 7.5 Constituants microstructuraux et leur dureté pour (a) un acier infiltré au cuivre et (b) un acier au nickel autotrempe.

La présence de régions molles dans une matrice dure n'a pas la même influence sur les propriétés dynamiques dans les deux cas étudiés. En effet, le chapitre 5 montre que la présence du cuivre nuit aux propriétés en fatigue, tandis que le chapitre 6 montre que les régions austénitiques n'ont pas d'influence sur la limite d'endurance. Cependant, dans les deux cas des microfissures à l'interface des régions molles et de la matrice ont été observées (fig 7.6). De plus, la taille des régions molles est similaire dans les deux cas. En effet, l'axe principal des régions de cuivre et d'austénite est inférieur à 40  $\mu\text{m}$  pour une fraction cumulative de 80%. La différence d'effets des régions molles sur le comportement en fatigue s'explique par la différence dans la distribution de ces régions. En effet, le cuivre, en infiltrant la porosité ouverte, forme un réseau 3D complexe, tandis que l'austénite est distribuée sous forme d'îlots entourés de martensite. Ainsi, la taille des microfissures associées à la décohésion de l'interface cuivre/pearlite sera beaucoup plus grande que la taille de l'interface austénite/martensite. Une microfissure plus longue augmente le facteur d'intensité de contrainte et permet donc d'atteindre le niveau seuil de la variation du facteur d'intensité de contrainte et d'amorcer la propagation de fissures longues pour un niveau de contrainte plus faible.

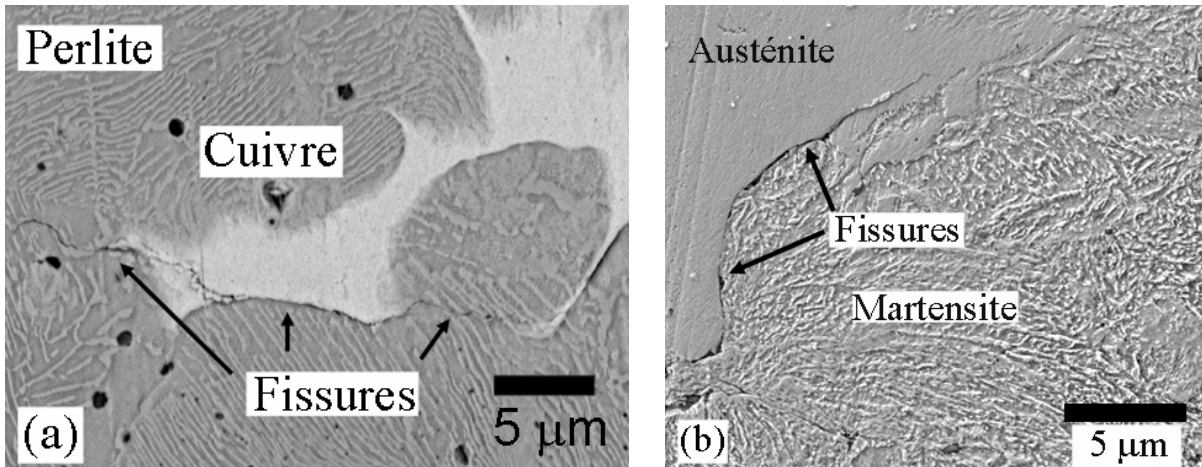


Figure 7.6 Microfissures observées après essais de fatigue à l'interface (a) de la perlite et du cuivre (b) de la martensite et de l'austénite.

## 7.4 Synthèse des résultats

Il est intéressant ici de comparer nos résultats à ceux présentés dans la littérature et dans les normes utilisées en métallurgie des poudres. Le tableau 7.5 présente les résultats les plus représentatifs obtenus dans le cadre de cette thèse et ceux présentés dans la littérature. Le tableau 7.5 est divisé en quatre parties selon le type d'alliage étudié. De plus, afin de comparer nos résultats de fatigue endurance, des diagrammes de Goodman ont été construits. En effet, la majorité des résultats de fatigue présentés dans la littérature (et dans la norme MPIF35) sont pour des rapports de contraintes  $R$  de -1, tandis que nos essais ont été effectués à un  $R$  de 0.1. La méthode proposée par Goodman permet de tenir compte de l'influence de  $R$  sur la limite d'endurance (Baïlon *et al.* 2002). Cette méthode donne la valeur tolérable de l'amplitude de contrainte  $\sigma_a$  pour différents  $R$ , pour un matériau dont la résistance à la traction,  $R_m$  est connue et dont la limite d'endurance a été déterminée pour une contrainte cyclique alternée symétrique ( $R = -1$ ). Les diagrammes de Goodman présentés à la figure 7.7 ont été construits à partir des valeurs de résistance à la traction et de limite d'endurance tirées de la norme MPIF35.

Tableau 7.5 Comparaison des propriétés mécaniques obtenues dans cette thèse à celle dans la littérature

Alliages	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	$R_e$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	$\sigma_d$ (MPa)		Références
				$\sigma_d$ 50%	$\sigma_d$ 90%	
ACIER PERLITIQUE STANDARD						
Fe-2Cu-0.7C	7.0	396	487	164 (R=0.1)	152 (R=0.1)	
Fe-2Cu-0.8C	7.0*	420	475		198	MPIF35
Fe-2Cu-0.8C	7.2	450	520		230	MPIF35
Fe-2Cu-0.8C	7.1			221		Bergman <i>et al.</i> 2003
ACIER INFILTRÉ AU CUIVRE						
Fe-10Cu-0.7C	7.57	499	719	179 (R=0.1)	166 (R=0.1)	
Fe-10Cu-0.7C	7.3	410	600		230	MPIF35
Fe-10Cu-0.6C	7.4	540	650			Campos <i>et al.</i> 2008

\* Valeur estimée par interpolation linéaire

Tableau 7.5 Comparaison des propriétés mécaniques obtenues dans cette thèse à celle dans la littérature (suite et fin)

Alliages	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	$R_e$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	$\sigma_d$ (MPa)		Références
				$\sigma_d$ 50%	$\sigma_d$ 90%	
ACIER AUTOTREMPANT						
Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C	7.2			224 (R=0.1)	213 (R=0.1)	
Fe-2Cu-2Ni-0.6Mo-0.7C	7.2		860		290	MPIF35
Fe-1.5Cu-0.5Mo-4Ni-0.8C	7.1			277		Bergman <i>et al.</i> 2003
Fe-2Cu-1.5Mo-4Ni-0.8C	7.1			330		Bergman <i>et al.</i> 2003
ACIER HAUTE DENSITÉ TREMPÉ ET REVENU						
Fe-6Ni-0.85Mo-0.4C	7.5			361		Gething <i>et al.</i> 2005

Dans la première partie, les résultats de notre alliage de référence, le Fe-2.0Cu-0.7C contenant 0.65% de MnS préallié est comparé à la littérature et à la norme MPIF35. Ceci nous permet de conclure que les résultats en traction sont similaires à la littérature avec des valeurs de  $R_e$  et de  $R_m$  de près de 400 et 475 MPa respectivement. De plus, la figure 7.7 a) montre que la limite d'endurance que nous avons obtenue est légèrement supérieure aux résultats présentés dans la norme, car elle se retrouve à l'extérieur du diagramme de Goodman. Nos résultats de fatigue se comparent aussi avantageusement à ceux présentés par Bergman *et al.* (2003), qui sont semblables à ceux de la norme MPIF35.

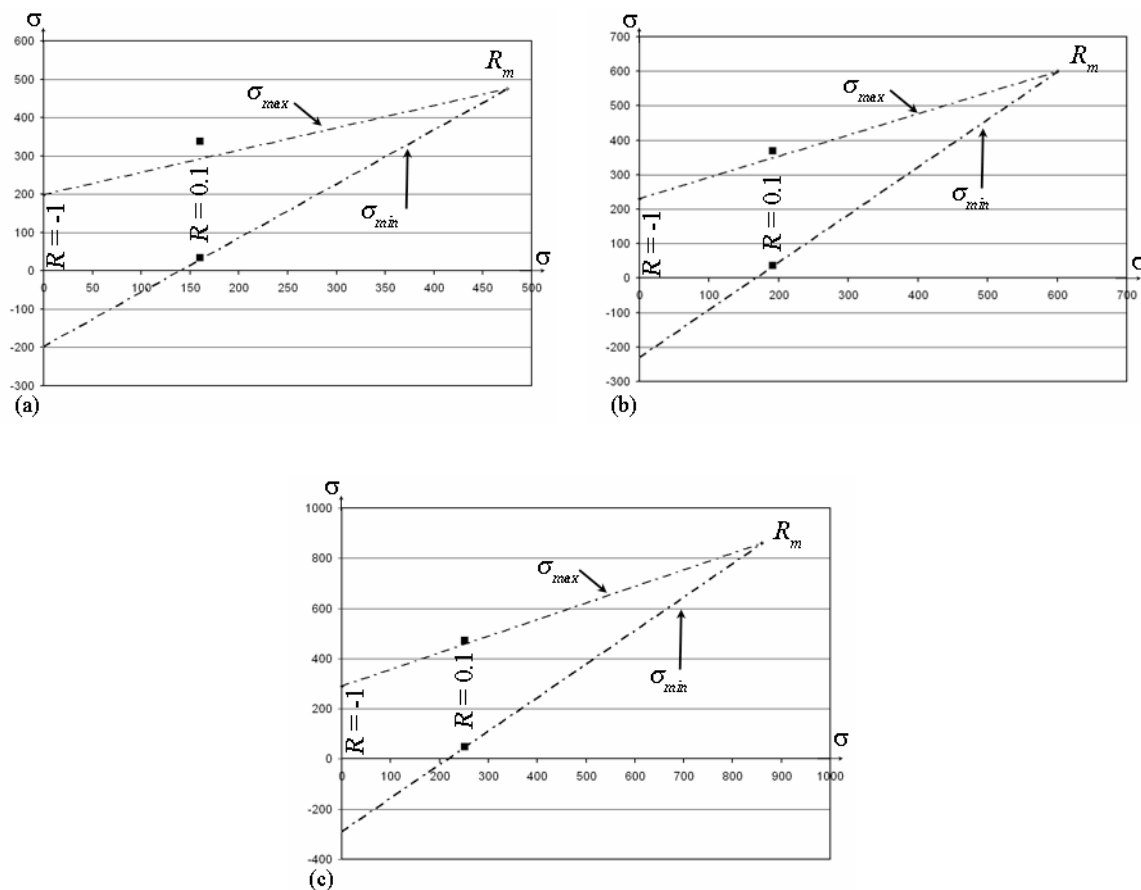


Figure 7.7 Diagramme de Goodman construit à partir des données de  $R_m$  et de  $\sigma_d$  de la norme MPIF35 pour (a) l'alliage Fe-2.0Cu-0.7C, (b) l'alliage Fe-10Cu-0.7C infiltré au cuivre et (c) l'alliage autotrempant Fe-6.4Ni-0.7Mo-0.7C.

La deuxième partie du tableau 7.5 compare les résultats obtenus par la méthode d'infiltration au cuivre. Nos résultats de résistance à la traction et particulièrement  $R_m$  sont supérieurs aux résultats de la norme MPIF et de Campos *et al.* (2005) de 16% et 10% respectivement. Cet écart est principalement expliqué par la plus haute densité de nos pièces. Cependant, la limite d'endurance que nous avons obtenue est semblable à celle présentée dans la norme MPIF35, voir figure 7.7 b), malgré le fait que nos pièces possèdent une densité supérieure de près de 0.3 g/cm<sup>3</sup>. Cette observation peut être expliquée par la décohésion de l'interface cuivre – acier qui devient le facteur limitatif de la durée de vie en fatigue des aciers infiltrés et ce, peu importe la densité finale obtenue. Cependant, des travaux supplémentaires seraient nécessaires afin de confirmer cette explication.

La troisième partie du tableau 7.5 compare les propriétés en fatigue d'aciers autotrempants. Premièrement, le graphique 7.7 c) montre que nos résultats sont similaires à ceux présentés dans la norme MPIF35 pour un alliage autotrempant de composition différente mais de même densité. De plus, afin de confronter nos résultats à ceux de Bergman *et al.* (2003), on peut comparer l'augmentation de la limite d'endurance qu'ils ont obtenue pour leur alliage autotrempant par rapport à leur acier de référence à l'augmentation que nous avons observée. Ainsi, ils mesurent une augmentation par rapport à l'alliage de référence de 25% et de 49% de la limite d'endurance pour les alliages Fe-1.5Cu-0.5Mo-4Ni-0.8C et Fe-2Cu-1.5Mo-4Ni-0.8C respectivement, tandis que nous observons une augmentation de 36%. D'une part cette augmentation tient aussi compte de l'augmentation de  $0.2 \text{ g/cm}^3$  de la densité et d'autre part notre alliage de référence possédait des propriétés supérieures à celui de Bergman *et al.*. On peut tout de même, conclure que la teneur plus élevée en molybdène semble favoriser une meilleure performance en fatigue.

Finalement, la quatrième section montre que pour obtenir les meilleures propriétés en fatigue endurance, l'augmentation de la densité combinée à un traitement de trempe et revenu demeure la méthode privilégiée.

## CONCLUSION

Les travaux exécutés dans le cadre de ce doctorat ont permis une meilleure compréhension de l'influence des paramètres de production des aciers de la métallurgie des poudres sur les propriétés mécaniques statiques et dynamiques. L'utilisation de diverses techniques de caractérisation microstructurale a permis de déterminer l'influence des paramètres de production sur la porosité et la microstructure. Des essais de dureté, de traction et de fatigue endurance ont mis en évidence l'influence de la porosité et de la microstructure sur les propriétés mécaniques des aciers élaborés par métallurgie des poudres. Finalement, les résultats de cette thèse montrent l'importance de la compréhension de la relation entre le procédé, la microstructure et les propriétés.

L'influence sur les propriétés mécaniques de la composition de la poudre de base en MnS a été déterminée. Plus spécifiquement, les conclusions suivantes peuvent être tirées sur l'influence de la teneur en MnS préallié sur les propriétés mécaniques statiques et dynamiques d'un acier Fe – 2Cu – 0.7C ayant une densité de 7.0 g/cm<sup>3</sup>:

- L'augmentation de la teneur en MnS de la poudre de base de 0% jusqu'à 1.0% augmente la fraction volumique et la taille des inclusions de MnS et des oxydes mixtes, mais, diminue la sphéricité des inclusions et la distance entre les inclusions.
- La présence jusqu'à 0.65% de MnS préallié n'a pas d'influence significative sur la limite d'élasticité, la résistance à la traction et la limite d'endurance.
- Lorsque la teneur en MnS est augmentée de 0.65% à 1.0% MnS :
  - La limite d'élasticité et la résistance à la traction diminuent de plus de 15%. Cette diminution est attribuée à l'initiation de microcavités qui se produit pour un niveau de contraintes plus faibles pour des inclusions plus grosses, plus irrégulières et plus rapprochées. De plus, l'analyse fractographique montre un endommagement microstructural plus important dans les ponts de frittage pour l'alliage contenant 1.0% de MnS. En effet, de plus grosses microcavités, associées aux plus grosses inclusions de MnS, croissent plus rapidement et favorisent une rupture pour un niveau de contrainte plus faible.

- La limite d'endurance diminue de 16%. L'augmentation de la taille des inclusions ainsi que leur morphologie plus irrégulière augmentent le facteur d'intensité de contrainte favorisant l'initiation de microfissures à un niveau de contrainte plus faible. De plus, la diminution de la distance entre les inclusions et l'augmentation de la taille des inclusions augmentent la densité de microfissures, favorisant ainsi leur coalescence en une fissure principale et la rupture finale.
- L'élaboration par métallurgie des poudres de pièces d'aciers à teneur élevée en MnS préallié (afin d'améliorer leur usinabilité) modifie la taille et la morphologie des inclusions. Ceci entraîne une diminution de 15% des propriétés en traction et en fatigue. La réduction des propriétés mécaniques limite la teneur en MnS pouvant être utilisée lors de la production d'aciers à usinabilité améliorée.

Ces résultats sont particulièrement importants car l'influence de la teneur en MnS préallié sur la taille des inclusions non métalliques a été identifiée pour la première fois. De plus, les mécanismes responsables de la diminution des propriétés ont été clairement expliqués. Finalement, la présence de petits défauts devient un facteur dominant sur le comportement en fatigue comparativement à la présence de gros défauts, ce qui soulève des questions sur des théories existantes.

Cette thèse a aussi permis d'étudier des procédés permettant de mettre en œuvre des pièces pour des applications de hautes performances. Premièrement, l'étude de l'influence de l'infiltration d'un acier Fe-2.0Cu-0.7C avec 8% de cuivre sur les propriétés mécaniques statiques et dynamiques d'un acier, permet d'arriver aux conclusions suivantes :

- Durant l'infiltration, le cuivre liquide remplit la porosité ouverte sans modifier le squelette de la matrice d'acier. La diffusion du cuivre dans les particules d'acier conduit à une solution solide sursaturée en cuivre, ce qui entraîne un durcissement par solution solide et une augmentation de 20% de la microdureté Vickers de la matrice.
- Le procédé d'infiltration augmente respectivement de 20% et de 45% la limite d'élasticité et la résistance à la traction. Cette amélioration est due à l'augmentation de la section effective supportant la charge, à la diminution de la concentration de contrainte associée à la porosité ouverte et à l'augmentation de la dureté de la matrice perlitique. La résistance à la traction est aussi améliorée grâce à la grande ductilité du cuivre qui permet



d'accommoder la déformation plastique et donc de distribuer plus uniformément la contrainte à travers la pièce et d'augmenter l'énergie absorbée durant l'essai.

- L'infiltration au cuivre a augmenté la limite d'endurance de 10%. La diminution de la concentration de contrainte associée aux pores ainsi que la diminution de la propagation de fissures causée par la déformation plastique en front de fissures sont les causes de l'augmentation de la résistance à la fatigue. Cependant, l'écart entre la limite d'élasticité du cuivre et de la matrice d'acier conduit à une fissuration de cette interface.

Ces résultats sont significatifs car ils fournissent pour la première fois des résultats fiables sur l'influence de l'infiltration au cuivre sur la limite d'endurance. Le durcissement de la matrice d'acier causé par la diffusion du cuivre est aussi clairement illustré. De plus, les mécanismes limitant la durée de vie en fatigue des pièces infiltrées ont été identifiés.

Le procédé d'autotrempe combiné au double pressage/ double frittage a été étudié. Plus spécifiquement, l'influence de la taille et de la quantité de poudre de nickel ajoutée sur les zones riches en nickel d'alliages autotrempants a été étudiée. Les conclusions suivantes peuvent être émises sur la caractérisation microstructurale complète des zones riches en nickel ainsi que leur influence sur la limite d'endurance d'acier autotrempant élaborés par métallurgie des poudres :

- La caractérisation microstructurale montre que :
  - L'alliage Fe – 2.4Ni – 0.75Mo – 0.7C où 2% de poudre fine de nickel est ajoutée et l'alliage Fe – 6.4Ni – 0.75Mo – 0.7C où 6% de poudre standard de nickel est ajoutée sont autotrempants. Leur microstructure est constituée de près de 90% de martensite pour un taux de refroidissement entre 1.5°C/s et 2.5°C/s.
  - Une fraction volumique de 6% d'austénite est présente dans l'alliage Fe – 6.4Ni – 0.75Mo – 0.7C.
  - L'utilisation de poudres fines de nickel évite presque complètement la présence de zones austénitiques riches en nickel.
  - L'analyse spectrométrique des rayons X à haute résolution spatiale combiné à l'analyse des clichés de diffraction électronique montre que les zones riches en nickel sont une combinaison d'austénite (25-40% Ni) et de martensite ( < 25% Ni).

- Les résultats des essais de fatigue montrent que :
  - La présence d'une fraction volumique de 6% d'austénite riche en nickel n'a pas d'influence sur la limite d'endurance.
  - L'initiation de microfissures se produit à l'interface de l'austénite et de la martensite. Cependant, la longueur de ces microfissures, associée à la taille des régions austénitiques, n'entraîne pas leur propagation pour des amplitudes de contrainte près de la limite d'endurance.

Ces résultats sont importants car pour la première fois les zones riches en nickel ont été l'objet d'une caractérisation microstructurale complète. De plus, ces résultats contribuent à la meilleure compréhension de l'influence des zones riches en nickel sur le comportement en fatigue d'aciers autotrepants élaborés par métallurgie des poudres.

## RÉFÉRENCES

- Ardakani, A. H., Khaki, J. V., & Mashhadi, H. A. (2004). Effect of composition and MnS addition on microstructure and mechanical properties of powder forged copper steel parts. *International Journal of Engineering, Transactions B: Applications*, 17(1), 81-94.
- Argon, A. S., Im, J., & Safoglu, R. (1975A). Cavity Formation from Inclusions in Ductile Fracture. *Metallurgical Transactions A (Physical Metallurgy and Materials Science)*, 6A(4), 825-837.
- Argon, A. S., & Im, J. (1975B). Separation of Second Phase Particles in Spheroidized 1045 Steel, Cu-0.6PCT Cr Alloy, and Maraging Steel in Plastic Straining. *Metallurgical Transactions A (Physical Metallurgy and Materials Science)*, 6 A(4), 839-851.
- American Society for Testing and Materials (2006): Standard test methods for tension testing of metallic materials, *ASTM E8-04, ASTM International*, West Conshohocken, PA, 2006.
- Baïlon, J.-P., & Dorlot, J.-M. (2000). *Des matériaux* (3e ed.). Montréal: Presses internationales Polytechnique.
- Beiss, P., & Lindlohr, S. (2009). Porosity statistics and fatigue strength. *International Journal of Powder Metallurgy (Princeton, New Jersey)*, 45(2), 39-48.
- Benzerga, A. A., Besson, J., & Pineau, A. (2004). Anisotropic ductile fracture: Part I: Experiments. *Acta Materialia*, 52(15), 4623-4638.
- Bergman, O., & Bergmark, A. (2003) Influence of Microstructure on the Fatigue Performance of PM Steels. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 2003*, (part.7, pp. 270-278). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Bernier F, Boilard P, Baïlon J.-P, L'Espérance G. (2005) Machinability and dynamic properties of sinter-hardened steel parts. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 2005*, (Vol. 10, pp. 201-210). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Blais, C. (2000). Contributions à l'amélioration de l'usinabilité de pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Ph.D. École Polytechnique de Montréal, Québec, Canada.

- Blais, C., L'Esperance, G., & Bourgeois, I. (2001). Characterisation of machinability of sintered steels during drilling operations. *Powder Metallurgy*, 44(1), 67-76.
- Blais, C., & L'Esperance, G. (2002). Turning and drilling of parts made from sinter hardenable steel powders. *Powder Metallurgy*, 45(1), 39-47.
- Bouvard, D. (2002). *Métallurgie des poudres*. Paris: Hermès Science.
- Boilard, P., L'Esperance, G., & Blais, C. (2008). Effect of prealloyed MnS content and sintered density on machinability and mechanical properties. *International Journal of Powder Metallurgy (Princeton, New Jersey)*, 44(2), 33-40.
- Campbell-Tremblay, J., Blais, C., L'Espérance, G., Boilard, P. (2005). Characterization of the Fatigue Performances of P/M Components Produced with Powders Developed for Improved Machinability. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 2005*, (Vol. 10, pp. 150-159). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Campos, M., Torralba, J. M., Menapace, C., & Molinari, A. (2008). Effect of copper infiltration on fracture mode in sintered steels. *Powder Metallurgy*, 51(2), 176-181.
- Carabajar, S., Verdu, C., & Fougères, R. (1997). Damage mechanisms of a nickel alloyed sintered steel during tensile tests. *Materials Science & Engineering A: Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing*, A232(1-2), 80-87.
- Carabajar, S., Verdu, C., Hamel, A., & Fougères, R. (1998). Fatigue behaviour of a nickel alloyed sintered steel. *Materials Science and Engineering A*, 257(2), 225-234.
- Chawla, N., Murphy, T. F., Narasimhan, K. S., Koopman, M., & Chawla, K. K. (2001A). Axial fatigue behavior of binder-treated versus diffusion alloyed powder metallurgy steels. *Materials Science and Engineering A*, 308(1-2), 180-188.
- Chawla, N., & Deng, X. (2005). Microstructure and mechanical behavior of porous sintered steels. *Materials Science and Engineering A*, 390(1-2), 98-112.
- Chen, Y.T., Baudisch, R., Ceci, L., Kiefer, R., Whitman, C.I. (1992). Free-machining P/M alloy optimization using statistical analytical techniques – The effect of MnS content and particle size. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1992*, (Vol. 4, pp. 269-281). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

- Christian, K. D., & German, R. M. (1995). Relation between pore structure and fatigue behavior in sintered iron-copper-carbon. *International Journal of Powder Metallurgy (Princeton, New Jersey)*, 31(1), 51.
- Cimino, T. M., Rutz, H. G., Graham, A. H., & Murphy, T. F. (1997). Effect of microstructure on fatigue properties of ferrous P/M materials. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1997*, (Vol. 13, pp. 137-149). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Claeys, S. F., & Chopra, K. S. (1997). Enhanced machinability and oxidation resistance with MnS containing additions of iron, *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1997*, (Vol. 15, pp. 111-123). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Collins, S. R., & Michal, G. M. (1993) Effects of processing on the transverse fatigue properties of low-sulfur AISI 4140 steel. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 24(12), 2701-2708.
- Cotterell, B., & Mai, Y. W. (1993). Fracture and fatigue of sintered steel. *Proceedings. 8th Int. Conf. on Fracture. Kyiv, Ukraine, June 1993, ICF*, 217.
- Danninger, H., Spoljaric, D., & Weiss, B. (1997). Microstructural features limiting the performance of P/M steels. *International Journal of Powder Metallurgy (Princeton, New Jersey)*, 33(4), 43-53.
- Danninger, H. & Gierl, C., (2007) Powder metallurgy steels for highly loaded precision parts. *International Journal of Materials and Product Technology*, 28(3), 338-360.
- DasGupta, P. S., & Queeney, R. A. (1980). Fatigue crack growth rates in a porous metal. *International Journal of Fatigue*, 2(3), 113-117.
- Deng, X., Piotrowski, G., Chawla, N., & Narasimhan, K. S. (2008A). Fatigue crack growth behavior of hybrid and prealloyed sintered steels. Part I. Microstructure characterization. *Materials Science and Engineering A*, 491(1-2), 19-27.
- Deng, X., Piotrowski, G., Chawla, N., & Narasimhan, K. S. (2008B). Fatigue crack growth behavior of hybrid and prealloyed sintered steels. Part II. Fatigue behavior. *Materials Science and Engineering A*, 491(1-2), 28-38.

- De Retana, A. F., & Doane, D. V. (1971). Predicting hardenability of carburizing steels. *Metal Progress*, 100(3), 65-69.
- Dieter, G. E. (1986). *Mechanical metallurgy* (3rd ed.). New York: McGraw-Hill.
- Douib, N., Mellanby, I. J., & Moon, J. R. (1989). Fatigue of inhomogeneous PM low alloy PM steels. *Powder Metallurgy*, 32(3), 209-214
- Drar, H., & Bergmark, A. (1995). Influence of MnS on fatigue fracture surface morphology of nickel alloyed PM steel. *Powder Metallurgy*, 38(4), 299-304.
- Drar, H. (1996). Fracture mechanisms near threshold conditions of nickel alloyed PM steel. *Engineering Fracture Mechanics*, 55(6), 901-917.
- Drar, H. (2000). Metallographic and fractographic examination of fatigue loaded PM-steel with and without MnS additive. *Materials Characterization*, 45(3), 211-220.
- Drar H. (2001). Stages of fatigue fracture in nickel alloyed powder metallurgy steel. *Materials Science and Technology*, 17(10), 1259-1264.
- Duchesne, E., L'Esperance, G., & de Rege, A. (2000). Sinter-hardening and hardenability. *International Journal of Powder Metallurgy (Princeton, New Jersey)*, 36(1), 49-60.
- El-Haddad, M.H., Topper, M.H., & Smith, K.N. (1979). Prediction of non propagating cracks. *Engineering Fracture Mechanics*, 11(3), 573-584.
- Esper, F. J., Sonsino, C. M., & Leuze, G. (1985). Design criteria for PM parts submitted to fatigue, *Modern Developments in Powder Metallurgy – 1985*, (Vol. 15, pp. 719-737). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Fisher, J. R., & Gurland, J. (1981A). Void Nucleation in Spheroidized Carbon Steels - 1. Experimental. *Metal Science*, 15(5), 185-192.
- Fisher, J. R., & Gurland, J. (1981B). Void Nucleation in Spheroidized Carbon Steels - 2. Model. *Metal Science*, 15(5), 193-202.
- Fleck, N. A., & Smith, R. A. (1981A). Effect of Density on Tensile Strength, Fracture Toughness, and Fatigue Crack Propagation Behavior of Sintered Steel. *Powder Metallurgy*, 24(3), 121-125.

- Fleck, N. A., & Smith, R. A. (1981B). Use of Simple Models to Estimate Effect of Density on Fracture Behaviour of Sintered Steel. *Powder Metallurgy*, 24(3), 126-130.
- Garrison Jr, W. M., & Wojcieszynski, A. L. (2007). A discussion of the effect of inclusion volume fraction on the toughness of steel. *Materials Science and Engineering A*, 464(1-2), 321-329.
- German, R. M. (1994). *Powder metallurgy science* (2nd ed.). Princeton, New Jersey: Metal Powder Industries Federation.
- German, R. M., Messing, G. L., & Cornwall, R. G. (1996). *Sintering technology*. New York: Marcel Dekker.
- German, R. M. (1998). *Powder metallurgy of iron and steel*. New York ; Toronto: Wiley.
- German R. M. & Queeney, R. A. (1998). Fatigue and fracture control for powder metallurgy components. In *Powder Metal Technologies and Applications*, (Vol. 7, pp. 957-964) Materials Park, OH: ASM International.
- Gething, B. A., Heaney, D. F., Koss, D. A., & Mueller, T. J. (2005). The effect of nickel on the mechanical behavior of molybdenum P/M steels. *Materials Science and Engineering A*, 390(1-2), 19-26.
- Habibi, S. M., Janghorban, K., Khorsand, H., Yoozbashizade, H., & Jahromi, S. A. J. (2002). Axial fatigue behavior of MoNiCu alloyed sintered steel, *Proceedings of the 3rd International Powder Metallurgy Conference – 2002*, (pp. 398-347). Ankara, Turkey: Turkish Powder Metallurgy Association
- Hadrboletz, A., & Weiss, B. (1997). Fatigue behaviour of iron based sintered material: A review. *International Materials Reviews*, 42(1), 1-44.
- Haynes, R. (1970). Fatigue Behaviour of Sintered Metals and Alloys. *Powder Metallurgy*, 13(26), 465-510.
- He, Z. R., Lin, G. X., & Chen, H. A. (2001). Micro-mechanical behavior around phase-interfaces in steels and the associated macro mechanical properties. *Materials Science and Engineering A*, 319-321, 312-315.

- Hanijko, F. J. (2005) High-performance single-press/single-sinter processing. *International Journal of Powder Metallurgy*, 41(5), 37-44.
- Hendrickson, A. A., Machmeier, P. M., & Smith, D. W. (2000). Impact forging of sintered steel preforms. *Powder Metallurgy*, 43(4), 327-344.
- Holmes, J., & Queeney, R. A. (1985). Fatigue Crack Initiation in a Porous Steel. *Powder Metallurgy*, 28(4), 231-235.
- Infomine.com. (2009). Mining Intelligence and Technology. InfoMine Inc. Consulté le 13 juin 2009, tiré de <http://www.infomine.com/investment/charts>
- Julien B & L'Espérance G. (1999) Evaluating Hardenability and compressibility for the development of an optimum sinter hardening powder. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials* – 1999, (Vol. 7, pp. 217-227). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Jonhson, P. K., (2007) PM design excellence award competition winners, *International Journal of Powder Metallurgy*, 43(5), 19-23.
- Jonhson, P. K., (2008) PM design excellence award competition winners, *International Journal of Powder Metallurgy*, 44(5), 21-26.
- King, P. Patel, S., Shah, S., Falleur, J. & Wewers, G. (2006) Lower Molybdenum Steels for High Performance Powder Metallurgy Applications, *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials* – 2006, (Vol. 7, pp. 81-95). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Kitagawa, H. & Takahashi, S. (1976) Applicability of fracture mechanics to very small cracks or the cracks in the early stage. *Proceedings of the second international conference on mechanical behavior of materials*. (pp. 627-631). Metals Parks, OH: ASM.
- Langraf, R. W. (1979) Control of fatigue resistance through microstructure – Ferrous alloys. In *Fatigue and microstructure*, ASM – 1979, (pp. 439-466). OH: American Society for Metals.
- Lee, Y.-L. (2005). *Fatigue testing and analysis : theory and practice*. Burlington, Mass.: Elsevier Butterworth-Heinemann.



- Le Roy, G., Embury, J. D., Edward, G., & Ashby, M. F. (1981). Model of Ductile Fracture Based on the nucleation and Growth of Voids. *Acta Metallurgica*, 29(8), 1509-1522.
- Lindqvist, B. (1989). Influence of microstructure and porosity on fatigue properties of sintered steels. *Metal Powder Report*, 44(6), 443-448.
- Lindstedt, U., & Masini, R. (1997). Influence of porosity on deformation and fatigue behavior of P/M austenitic stainless steel. *International Journal of Powder Metallurgy (Princeton, New Jersey)*, 33(8), 49-61.
- Liu, A., (1998). Summary of stress-intensity factors. In *Fatigue and Fracture*, (Vol. 19, pp. 957-964) Materials Park, OH: ASM International.
- Lowhaphandu, P., & Lewandowski, J. J. (1999). Fatigue and fracture of porous steels and Cu-infiltrated porous steels. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 30(2), 325-334.
- Lumpkins, R., Jr. (1985). Theoretical review of the copper infiltration of PM components. *Powder Metallurgy International*, 17(3), 120-123.
- Madan, D.S. (1991). An update on the use of manganese sulfide (MnS) powder in powder metallurgy applications. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1991*, (Vol. 3, pp. 101-115). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Madan, D.S. (1992). Effect of manganese sulfide (MnS) on properties high performance P/M alloys and applications. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1992*, (Vol. 4, pp. 245-267). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Mashl, S. J., Smith, D. W., Machmeier, P. M., & Hendrickson, A. A. (1991). Properties of high density P/F-4650 containing admixed manganese sulphide. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1991*, (Vol. 3, pp. 247-260). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Mellanby, I. J., & Moon, J. R. (1989). Fatigue properties of heat-treatable low alloy powder metallurgy steels. *Metal Powder Report*, 44(6), 432-435.
- Metal Powder Industries Federation. (1994). *Determination of Microhardness of Powder Metallurgy, MPIF Standard 51*, MPIF, Princeton, NJ, 1994.

- Metal Powder Industries Federation. (1998). Determination of Transverse Rupture Strength of Powder Metallurgy Materials, *MPIF Standard 41*, MPIF, Princeton, NJ, 1998.
- Metal Powder Industries Federation. (2007). *Materials Standards for P/M Structural Parts*. Metal Powder Industries Federation, MPIF Standard 35.
- Miller, K. J. (1987). Behaviour of short fatigue cracks and their initiation. Part II - A general summary. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 10(2), 93-113.
- Murakami, Y. (2002). *Metal fatigue ; effects of small defects and nonmetallic inclusions* (1st ed.). Amsterdam: Elsevier.
- Palma, E. S., & Cagnoni, A. (1999). Fatigue life prediction of sintered steels. *Powder Metallurgy*, 42(4), 320-324.
- Pelletier, S., Champagne, B., & Champoux, L. (1994). Effect of hot isostatic pressing on the mechanical properties of copper-infiltrated low alloy steels. *International Journal of Powder Metallurgy (Princeton, New Jersey)*, 30(3), 293-299.
- Piotrowski, A., & Biallas, G. (1998). Influence of sintering temperature on pore morphology, microstructure, and fatigue behaviour of MoNiCu alloyed sintered steel. *Powder Metallurgy*, 41(2), 109-114.
- Polasik, S. J., Williams, J. J., & Chawla, N. (2002). Fatigue crack initiation and propagation of binder-treated powder metallurgy steels. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 33(1), 73-81.
- Prucher, T. (1988). Fatigue life as a function of the mean free path between inclusions. *Proc. 1988 Int. Powder Metall. Conf.*, 143-154.
- Queeney, R. A. (1981). Stable and unstable crack growth in sintered and infiltrated P/M steels, *Modern Developments in Powder Metallurgy – 1981*, (Vol. 13, pp. 203-212). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Ramage, R. M., Jata, K. V., Shiflet, G. J., & Starke Jr, E. A. (1987). Effect of phase continuity on the fatigue and crack closure behaviour of a dual-phase steel. *Metallurgical transactions. A, Physical metallurgy and materials science*, 18 A(7), 1291-1298.

- Raynor, G. V., & Rivlin, V. G. (1998) Ternary alloy phase diagrams. In *Alloy Phase Diagrams*, (Vol. 3, p. 3.27) Materials Park, OH: ASM International.
- Rice, J. R., & Tracey, D. M. (1969). On Ductile Enlargement of Voids in Triaxial Stress Fields. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 17(3), 201-217.
- Richman, R. H., & Landgraf, R. W. (1975). Some effects of retained austenite on the fatigue resistance of carburized steel. *Metallurgical Transactions A (Physical Metallurgy and Materials Science)*, 6 A(5), 955-964.
- Rostoker, W., & Clemens, D. R. (1981). Hardenable P/M steel through infiltration. *The International journal of powder metallurgy & powder technology*, 17(4), 277, 279-280, 282-289.
- Sager, E. A., Stephens, R. I., & Prucher, T. (1998). Influence of density and sintering temperature on monotonic, cyclic, and low cycle fatigue behaviour of FL4405 high strength PM steel. *Powder Metallurgy*, 41(2), 103-108.
- Sanderow, H.I., Prucher, T. (1993). The effect of manganese sulfide on the mechanical properties of P/M steels. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1993*, (Vol. 4, pp. 97-108). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Saritas, S., Causton, R., James, W. B., & Lawley, A (2002) Effect of Microstructure on the Rotating Bending Fatigue Response of a Prealloyed and Two Hybrid P/M Steels. , *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 2002*, (Vol. 5, pp. 136-152). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Saritas, S., Causton, R., James, W. B., & Lawley, A (2004) Effect of Microstructure on the Rotating Bending Fatigue Response of a Prealloyed and Two Hybrid P/M Steels. , *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 2004*, (Part.10, pp. 53-66). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Saritas, S., Causton, R., James, W. B., & Lawley, A. (2005). Rotating-bending fatigue of pre-alloyed and hybrid P/M steels. *International Journal of Powder Metallurgy (Princeton, New Jersey)*, 41(3), 63-70.
- Seefelt, J. L., Smith, D. W., & Machmeier, P. M. (1990). Further examination of the influence of nonmetallic inclusions on the mechanical properties of impact powder forged 4645 steel.

- Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials* – 1990, (Part.1, pp. 323-340). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Shan, Z., & Leng, Y. (1999). Fracture and fatigue behavior of sintered steel at elevated temperatures: Part II. Fatigue crack propagation. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 30(11), 2895-2904
- Singh, T., Stephenson, T. F., & Campbell, S. T. (2004). Nickel-Copper interactions in P/M steels. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials* – 2004, (Part.7, pp. 93-104). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Sonsino, C. M., Schlieper, G., & Huppmann, W. J. (1984). Influence of homogeneity on the fatigue properties of sintered steels. *International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology*, 20(1), 45-50.
- Sonsino, C. M. (1990). Fatigue design of sintered connecting rods. *Metal Powder Report*, 45(6), 408-410, 412.
- Stephens, R. I., Horn, J. J., Poland, D. D., & Sager, E. A. (1999). Influence of density and porosity size and shape on fatigue and fracture toughness of high strength FL4405 P/M steel. *ASTM Special Technical Publication*(1337), 72-101.
- Stephenson T. F., Gauthier M., (2007). Fatigue properties of carburized extra-fine nickel steels. . *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials* – 2007, (Part.7, pp. 288-298). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation
- Sudhakar, K. V. (2000). Fatigue behavior of a high density powder metallurgy steel. *International Journal of Fatigue*, 22(9), 729-734.
- Suh, C. M., Yuuki, R., & Kitagawa, H. (1985). Fatigue microcracks in a low carbon steel. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 8(2), 193-203.
- Suresh, S. (1991). *Fatigue of materials*. Cambridge: Cambridge University Press.
- Svilar, M., & Klar, E. (1986). Impact strength and fatigue properties of copper infiltrated P/M-steel. *International Journal of Powder Metallurgy*, 22(2), 105-108.
- Syarif, J., Nakashima, K., Tsuchiyama, T., & Takaki, S. (2007). Effect of solute copper on yield strength in dislocation-strengthened steels. *ISIJ International*, 47(2), 340-345.

- Taylor, D. (1989). *Fatigue thresholds*. London ; Toronto: Butterworths.
- Thakur, S. N., Newkirk, J. W., Fillari, G. B., Murphy, T. F., & Narasimhan, K. S. (2004). Mechanical properties of sinter-hardened steels. *International Journal of Powder Metallurgy*, 40(3), 45-54.
- Unami, S. & Uenosono, S. (2003). Ni-Mo-Cu alloyed steel powder suitable for sinter-hardening process. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials* – 2003, (Part.5, pp. 126-135). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Unami, S., Ozaki, Y. & Uenosono, S. (2003). Effect of retained austenite amounts on the fatigue strength of sintered and bright-quenched steel compacts with a density of 7.5 Mg/m<sup>3</sup>. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials* – 2003, (Part.7, pp. 288-298). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.
- Uzunsoy, D., Chang, I. T. H., & Bowen, P. (2002). Microstructural evolution and mechanical properties of Rapidsteel 2.0. *Powder Metallurgy*, 45(3), 251-254.
- Velasco, F., Torralba, J. M., Ruiz-Roman, J. M., Garcia-Cambronero, L. E., & Ruiz-Prieto, J. M. (1995). Effect of infiltration on the mechanical properties and corrosion resistance of austenitic stainless steels. *International Journal of Powder Metallurgy (Princeton, New Jersey)*, 31(4), 309.
- Weibull, W., & Organisation du traité de l'Atlantique Nord. Groupe consultatif pour la recherche et le développement aéronautiques. (1961). *Fatigue testing and analysis of results*. New York: Pergamon Press.
- Wilsdorf, H. G. F. (1983). Ductile Fracture of Metals: A Microstructural Viewpoint. *Materials science and engineering*, 59(1), 1-39.
- Wu, S. B., & Arsenault, R. J. (1991). Fracture mode in SiC-Al composites. *Materials Science and Engineering A*, A138(2), 227-235.
- Wu, M. W., Hwang, K. S., Huang, H. S., & Narasimhan, K. S. (2006A). Improvements in microstructure homogenization and mechanical properties of diffusion-alloyed steel compact by the addition of Cr-containing powders. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 37(8), 2559-2568.

- Wu, M. W., & Hwang, K. S. (2006B). Improved homogenization of Ni in sintered steels through the use of Cr-containing prealloyed powders. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 37(12), 3577-3585.
- Wu, M. W., Hwang, K. S., & Huang, H. S. (2007). In-Situ observations on the fracture mechanism of diffusion-alloyed Ni-containing powder metal steels and a proposed method for tensile strength improvement. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 38 A(7), 1598-1607.
- Yang, N., Boselli, J. & Sinclair, I. (2001). Simulation and quantitative assessment of homogeneous and inhomogeneous particle distributions in particulate metal matrix composites. *Journal of Microscopy*, 201(2), 189-200

## **ANNEXE A – Machinability and dynamic properties of sinter-hardened steel parts**

Fabrice Bernier<sup>\*</sup>, Patrick Boilard<sup>\*</sup>, Jean-Paul Bailon<sup>\*</sup> and Gilles L'Espérance<sup>\*\*</sup>

<sup>\*</sup>École Polytechnique de Montréal

<sup>\*\*</sup>Domfer Metal Powders and École Polytechnique de Montréal

### **Abstract**

Previous work has shown that pre-alloyed MnS improves the machinability of sinter-hardened parts made with Mn-Mo-Ni powders. High performance applications, however, also require good dynamic properties, particularly fatigue. In this context, results in the literature reported that machinability aids can be deleterious to properties when ad-mixed even in relatively small quantities [1, 2].

The aim of this study is to investigate dynamic properties of sinter-hardened parts made with and without pre-alloyed MnS. Results of three-point bending fatigue of mixes of various compositions will be reported, as well as the machinability of these mixes.

### **Introduction**

Sinter-hardening steel powders are increasingly used in high performance applications. These powders enable the formation of martensite during the cooling stage of the sintering process, thereby avoiding the need for heat treatment. Studies show that harder constituents like martensite and lower bainite are beneficial microstructural constituents to achieve high fatigue performance compared to softer phases like upper bainite and pearlite [3]. Molybdenum and nickel are known alloying elements that improve hardenability [4]. When admixed, the slow diffusion of Ni during sintering causes the presence of an austenitic Ni-rich phase. The effects of these softer regions on dynamic properties are ambiguous, some authors report that it tends to improve fracture toughness and fatigue properties [5], others show that it is characterized by a higher crack growth rate than harder constituents [6]. Moreover when extra-fine Ni powder is

used, the Ni-rich areas obtained are martensitic compared with austenitic with standard Ni powder, increasing by 20% the UTS and by 100% the Jominy hardenability depth [5].

When machining operations must be performed on sinter-hardened parts, the presence of hard microstructural constituents such as martensite renders machining operations much more difficult than that of non sinter-hardened parts. In order to improve the machinability of these sinter-hardened parts, different machinability aids can be used, such as manganese sulphide (MnS). But when the presence of MnS has been shown to be beneficial to machinability [7], some studies show that it can also be detrimental to mechanical and dynamic properties [1, 2]. Indeed, when admixed MnS is used, the transverse rupture strength and the fracture toughness decrease linearly as the MnS content increases [2].

The first part of this study is dedicated to examine the fatigue properties of sinter-hardened specimens of various compositions. The impact of Ni, both in pre-alloyed and admixed condition, on the microstructural constituents and how it affects the endurance limits is investigated. Moreover, two types of Ni powder are considered in an attempt to determine the impact of its particle size on fatigue properties. Furthermore, the presence of machinability aids (in the form of pre-alloyed MnS particles) on the fatigue properties of sinter-hardened parts is investigated. The endurance limit of specimens both with and without pre-alloyed MnS is therefore studied.

The second part of the study focuses on the machinability of sinter-hardened specimens. Again, the presence of Ni, both in the pre-alloyed and admixed condition, is studied. In addition, the machinability of specimens with and without pre-alloyed MnS is investigated, using drilling operations. Conclusions on the machinability of the different mixes will be drawn using different machinability criteria.

## **Materials and Processing**

Six P/M steels based on three different Domfer powders were studied. The chemical composition of the mixes is presented in Table A.1. All materials were admixed with 1.5% Cu and graphite was added to obtain a final carbon content of 0.65% after sintering. Materials 1, 2 and 6 are all based on MP52 : materials 2 and 6 contain an additional 0.5% Ni of type INCO® T123 PM(7.5-8.5  $\mu\text{m}$ ) and T110 D (1-2  $\mu\text{m}$ ) respectively. Mixes 3 and 4 are based on MP52FM which contains



0.65% pre-alloyed MnS and mix 4 is admixed with 0.5% Ni of type T123PM. Material 5 is based on MP36FM which is pre-alloyed with MnS and does not contain Ni.

Table A.1 Chemical composition of the mixes

Mix	Base powder	MPIF 35	Pre-alloyed (wt.%)			Admixed (wt.%)		%C after Sintering	Lubricant (wt.%)
			Mo	Ni	MnS	Cu	Ni		
MTL1	MP52	FLC-4205	0.7	0.45	-	1.5	-	0.65	0.7
MTL2	MP52	FLNC-4205	0.7	0.45	-	1.5	0.5 (std)	0.65	0.7
MTL3	MP52FM	FLC-4205+0.65MnS	0.7	0.45	0.65	1.5	-	0.65	0.7
MTL4	MP52FM	FLNC-4205+0.65MnS	0.7	0.45	0.65	1.5	0.5 (std)	0.65	0.7
MTL5	MP36FM	FLC-4405+0.6MnS	0.7	-	0.6	1.5	-	0.65	0.7
MTL6	MP52	FLNC-4205	0.7	0.45	-	1.5	0.5 (XF)	0.65	0.7

Transverse rupture test and bushing specimens were pressed according to MPIF standards. The final density of the TRS specimens was  $7.0 \text{ g/cm}^3$  and that of the bushings was  $6.7 \text{ g/cm}^3$ . Using a furnace equipped with a Varicool, the specimens were sintered at  $1135^\circ\text{C}$  in 90% nitrogen and 10% hydrogen. The cooling rate was estimated to be between  $75^\circ\text{C/min}$  and  $140^\circ\text{C/min}$  in the temperature range from  $550^\circ\text{C}$  to  $350^\circ\text{C}$ . All specimens were then tempered at  $250^\circ\text{C}$  for an hour in a nitrogen atmosphere.

## Testing Conditions

Fatigue tests on TRS specimens were carried out using a load control INSTRON 8502 machine with a three-point bending fatigue apparatus operated at a frequency of 20 Hz and a load ratio  $R = 0.1$ . The staircase method, as described in MPIF standard 56, was used to determine the endurance limit, using a 2 million cycles run-out limit.

Many different criteria are used to characterize the machinability of P/M parts, including the average thrust force, the slope of the drillability curve and tool wear. All these different criteria

were used to characterize the machinability of the samples machined in this study. The trials were performed using a standard drilling testbench. A load cell located under the motor allows the thrust force to be measured while the holes are drilled.

The samples used to characterize machinability were sintered bushings with the following dimensions : an outer diameter of 34.9 mm (1.375 in), an inner diameter of 20.3 mm (0.8 in) and a thickness of 9.5 mm (0.375 in).

The tools used to characterize the machinability were solid carbides with TiAlN coating, a diameter of 3.18 mm (0.125 in) and a 130° split point geometry. The machinability trials were performed with a rotating speed of 2000 rpm and a drill feed of 0.10 mm/rev. The holes were through holes.

Tool wear was characterized using a scanning electron microscope and image analysis. In order to quantitatively evaluate tool wear, the following steps were followed : (1) an image of the original tool is acquired in the SEM, (2) the machinability trials are performed, (3) a second image of the tool is acquired after machining and (4) superimposition of the two images and image analysis to have a quantitative measure of tool wear. The presence of buildup edges has to be carefully and thoroughly examined; failing to correctly identify these buildup edges will induce errors in the quantification of tool wear.

## **Microstructure**

The volume fraction of the main microstructural constituents was determined using optical microscopy and a Clemex Vision™ automated image analysis system. Table A.2 summarizes the results obtained for each blend studied.

Table A.2 Microstructural constituents

Mix	MPIF 35	Microstructural constituents (%)		
		Bainite/Pearlite	Martensite	Austenitic Ni-rich
MTL1	FLC-4205	19	81	-
MTL2	FLNC-4205	14	84	2
MTL3	FLC-4205+0.65MnS	17	83	-
MTL4	FLNC-4205+0.65MnS	14.5	84	1.5
MTL5	FLC-4405+0.6MnS	56	44	-
MTL6	FLNC-4205	11	88	-

Etched microstructures show the heterogeneous nature of the microstructures. The microstructure for MTL1 (fig.A.1), MP52+1.5Cu, is constituted of a fine dispersion of bainite needles and some pearlite islands (19%), in a tempered martensite matrix (81%). MTL2 (fig.A.2), MP52+1.5Cu+0.5Ni(std.), is also composed of a fine dispersion of bainite and pearlite (14%) in a tempered martensite matrix (84%) but localized austenitic Ni-rich areas (bright white regions) are also present (2%). MTL3, MP52FM+1.5Cu, and MTL4, MP52FM+1.5Cu+0.5Ni(std.), show a microstructure similar to that of MTL1 and MTL2 respectively, but with the added presence of pre-alloyed MnS particles as shown in the as-polished condition (fig.A.3). The microstructure of MTL5 (fig.A.4), MP36FM+1.5Cu, is composed of coarse areas of bainite and pearlite (56%) in a tempered martensite matrix (44%). MTL6 (fig.A.5), MP52+1.5Cu+0.5Ni(XF), is mainly martensitic (88%), fewer bainite needles (12%) are present and the austenitic Ni-rich phase is not present, as opposed to MTL2.

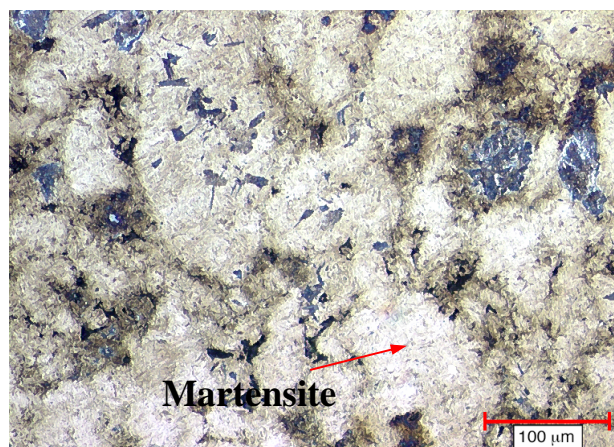


Figure A.1 Microstructure of MTL1,  
MP52+1.5Cu. Nital 4%.

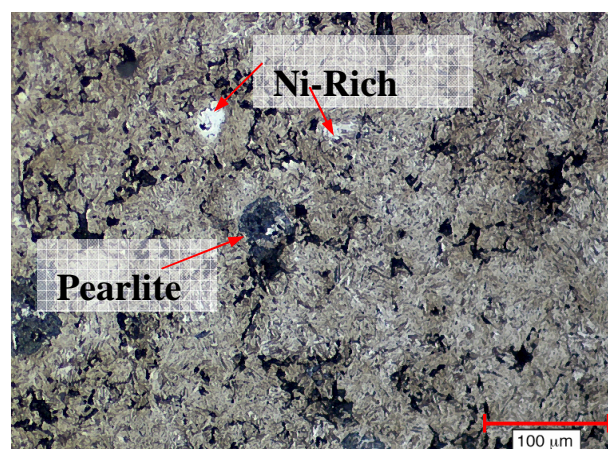


Figure A.2 Microstructure of MTL2,  
MP52+1.5Cu+0.5Ni(std.). Nital 4%.

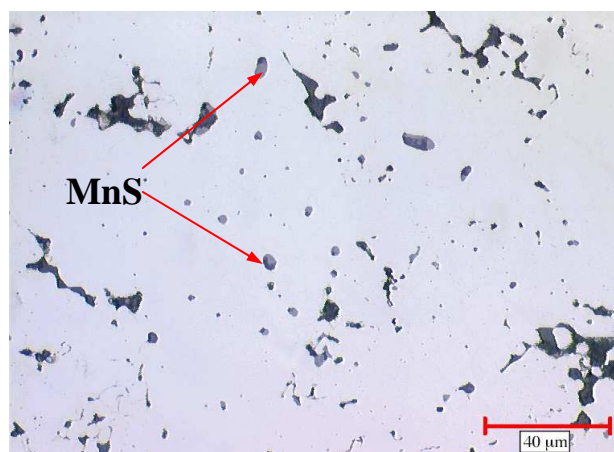


Figure A.3 Microstructure of MTL3,  
MP52FM+1.5Cu. As-polished.

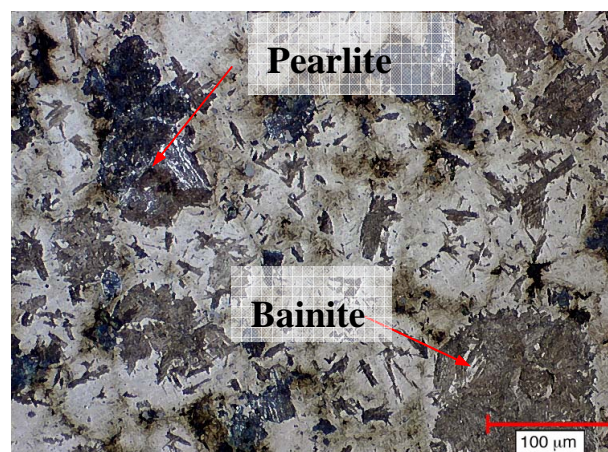


Figure A.4 Microstructure of MTL5,  
MP36FM+1.5Cu. Nital 4%.

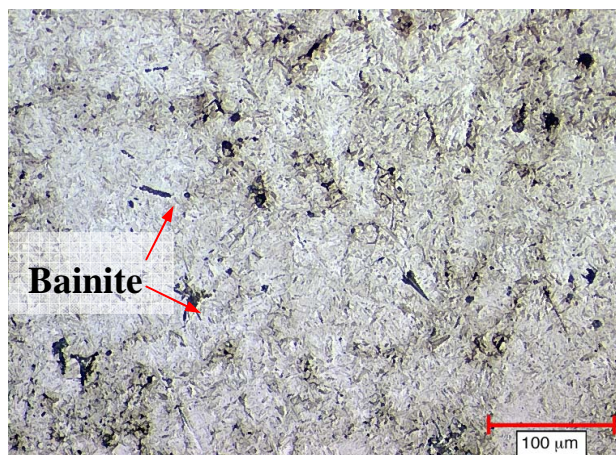


Figure A.5 Microstructure of MTL6, MP52+1.5Cu+0.5Ni(XF). Nital 4%.

## Fatigue Results and Discussion

Table A.3 summarizes the fatigue results in terms of the endurance limit at 90%, 50% and 10% survival, and the apparent hardness of the TRS specimens. The endurance limit is also presented in figure A.6.

Table A.3 Endurance limit and apparent hardness

Mix	MPIF 35	Endurance limit (Mpa)			Apparent Hardness (HRC)
		$\sigma_{90\%}$	$\sigma_{50\%}$	$\sigma_{10\%}$	
MTL1	FLC-4205	367	378	389	$37.2 \pm 1.1$
MTL2	FLNC-4205	373	385	397	$38.3 \pm 1.5$
MTL3	FLC-4205+0.65MnS	370	383	396	$38.2 \pm 1.1$
MTL4	FLNC-4205+0.65MnS	358	385	412	$38.7 \pm 1.3$
MTL5	FLC-4405+0.6MnS	211	254	297	$25.4 \pm 3.7$
MTL6	FLNC-4205	383	395	407	$39.8 \pm 1.4$

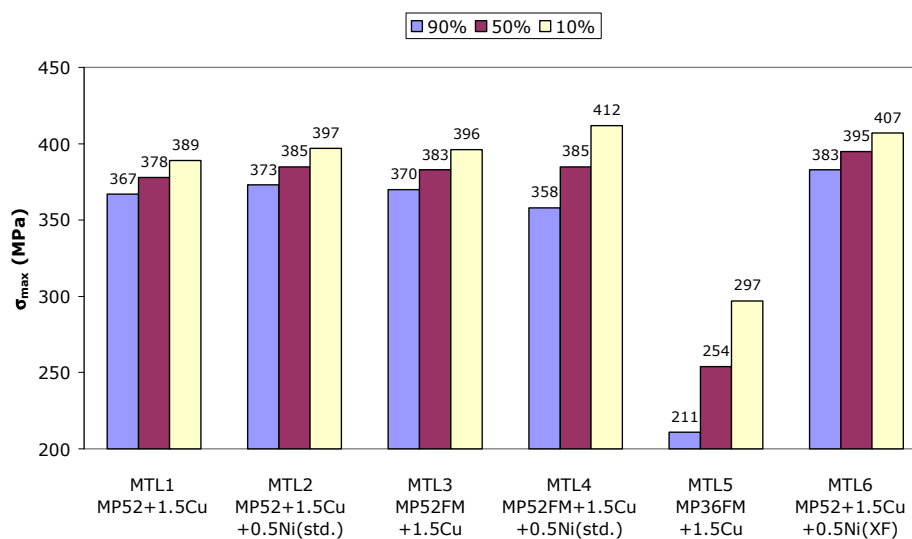


Figure A.6 Endurance limit.

The fatigue results were plotted in S-N semi-logarithmic diagrams. Figure A.7 shows the results for mixes MTL1, MTL2 and MTL6, which allow to investigate the effect of admixed nickel (standard and extra-fine). The use of standard Ni (MTL2) increases the volume fraction of martensite (by about 5%) and therefore the apparent hardness and is associated with the presence of austenitic Ni-rich areas. These Ni-rich areas do not have a significant effect on fatigue as shown by comparing the results of mixes MTL1 and MTL2 (with and without Ni). However, when extra-fine Ni is used (MTL6), an increase of 5% in the  $\sigma_{50\%}$  is observed. As reported by Campbell & al. [8], extra fine Ni has a higher diffusion rate than regular Ni. This results in an enhanced sinter-hardenability, an increase in the amount of martensite (by about 10%) and of apparent hardness (by about 7%) and austenitic Ni-rich areas are avoided. A larger volume fraction of martensite and the absence of an austenitic Ni-rich phase increase the dynamic properties.

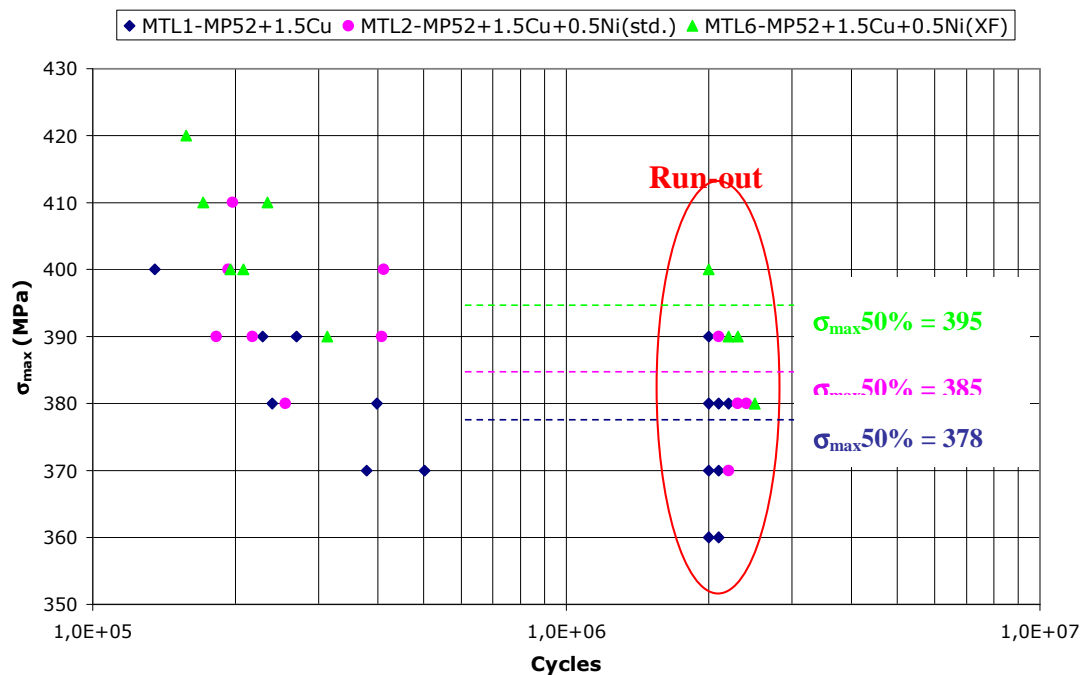


Figure A.7 S-N curves: Influence of admixed Ni.

The influence of pre-alloyed MnS on fatigue properties is shown in figure A.8, MTL1 (FLC-4205) is compared to MTL3 (FLC-4205+0.65MnS) and MTL2 (FLNC-4205) to MTL4 (FLNC-



4205+0.65MnS). The results show that the presence of 0.65% pre-alloyed MnS does not have a detrimental impact on the endurance limit, all samples showing a  $\sigma_{50\%}$  of about 385 MPa.

Figure A.9 compares the dynamic performance of two free-machining blends; MTL3 and MTL5. The lower sinter-hardenability of MTL5 (MP36FM+1.5Cu) compared to that of MTL3 (MP52FM+1.5Cu) leads to a lower amount of martensite for MTL5 compared to MTL3 (44% compared to 83%). This decrease in the volume fraction of martensite leads to a 34% drop in hardness and to a 32% drop in the endurance limit.

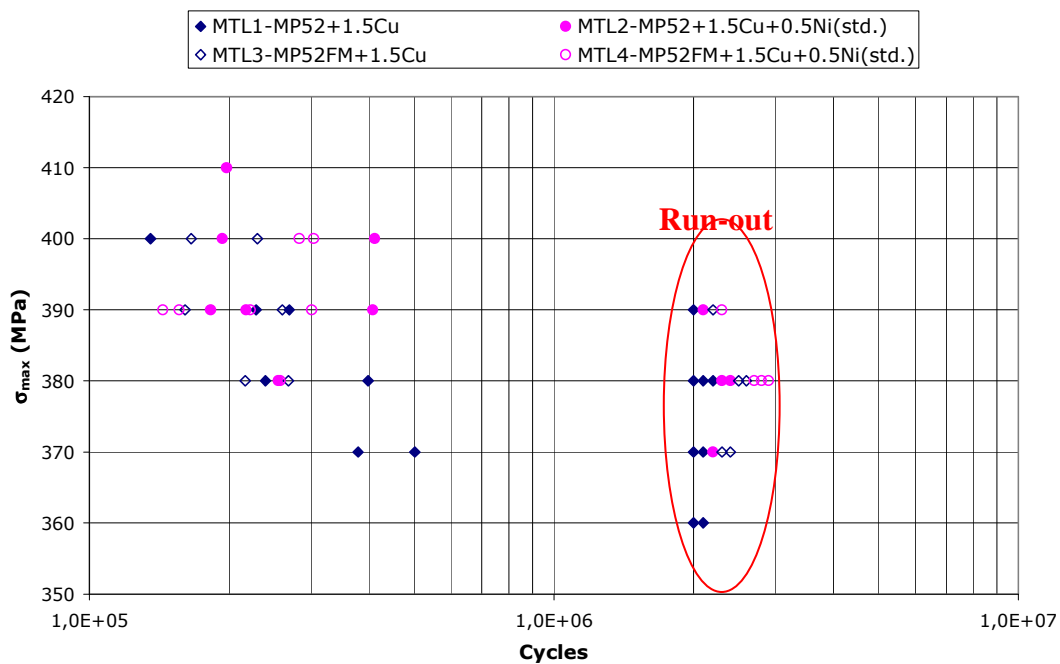


Figure A.8 S-N Curves: Influence of pre-alloyed MnS.



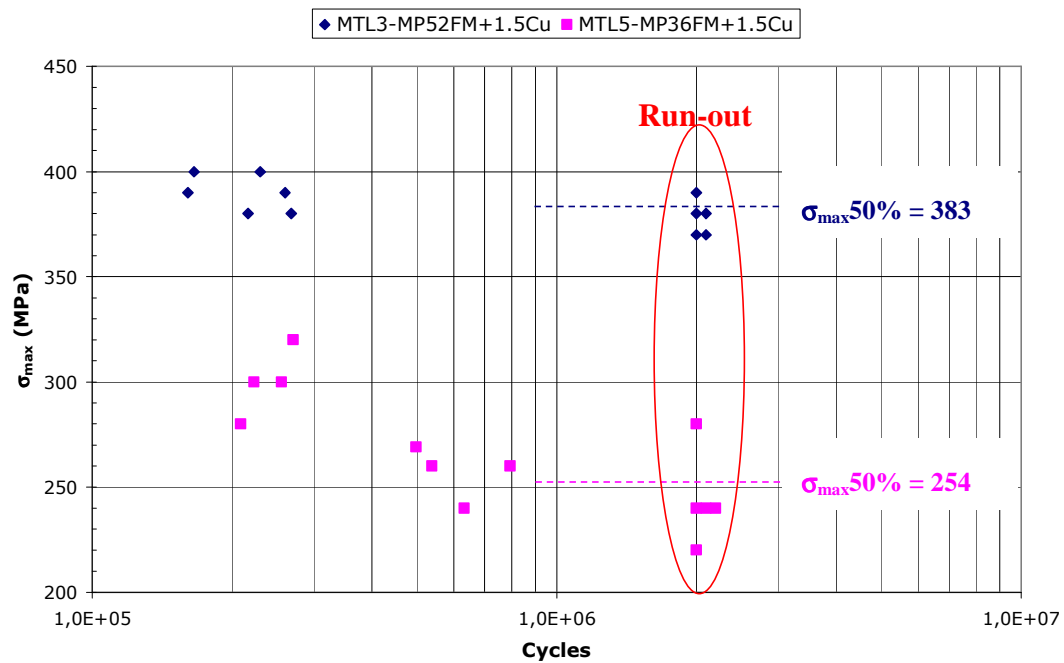


Figure A.9 S-N Curves of free-machining grades.

## Machinability Results and Discussion

The drillability curves recorded during the machinability trials are shown in figures A.10 through A.14. The effect of pre-alloyed MnS on machinability is obtained from a comparison of the results from blends MTL3 (MP52FM+ 1.5Cu) and MTL1 (MP52+1.5Cu).

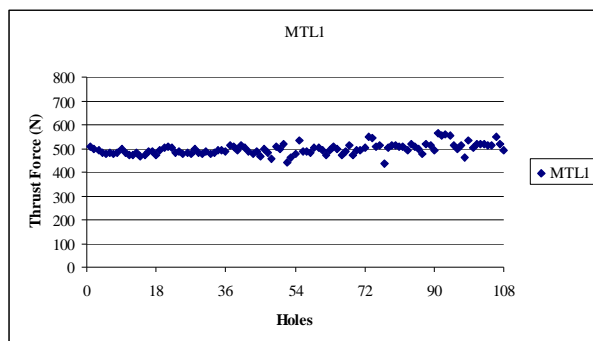


Figure A.10 MTL1 : MP52+1.5Cu.

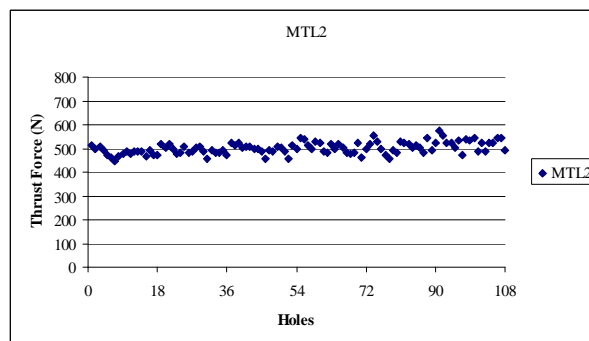


Figure A.11 MTL2 : MP52+1.5Cu+0.5Ni(std).

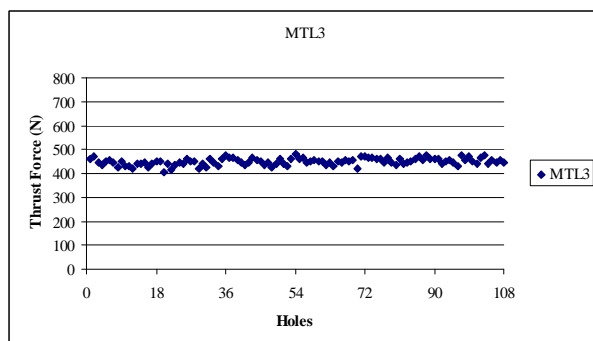


Figure A.12 MTL3 : MP52FM+1.5Cu.

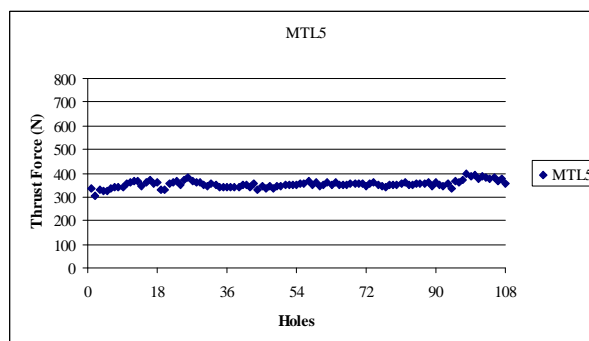


Figure A.13 MTL5 : MP36FM+1.5Cu.

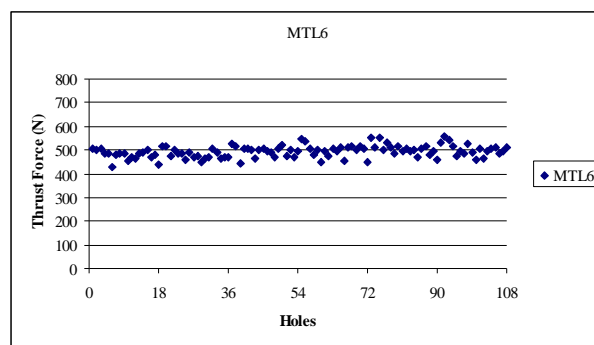


Figure A.14 MTL6 :  $\text{MP52}+1.5\text{Cu}+0.5\text{Ni(XF)}$ .

The different criteria used to characterize the machinability and derived from these curves are presented in table A.4.

Table A.4 Criteria to the evaluate machinability of the different mixes

	Apparent Hardness (HRC)	Average Thrust Force after 108 Holes (N)	Tool Wear (%)	Slope of the Drillability Curve
MTL1	$28.8 \pm 1.5$	497	$3.6 \pm 1.3$	0.34
MTL2	$30.3 \pm 1.6$	501	$3.3 \pm 1.2$	0.27
MTL3	$29.3 \pm 1.2$	449	$2.1 \pm 0.7$	0.15
MTL5	$17.0 \pm 4.4$	354	$0.8 \pm 0.5$	0.14
MTL6	$30.7 \pm 2.3$	493	$3.9 \pm 1.2$	0.21

For a similar apparent hardness of about 30 HRC, the blends made from MP52 (MTL1 : MP52+1.5Cu, MTL2 : MP52+1.5Cu+0.5Ni(std) and MTL6 : MP52 +1.5Cu+0.5Ni(XF)) show a similar machinability. Although the average thrust force and the slope of the drillability curve are lower for blend MTL6, MP52+1.5Cu+0.5Ni(XF), the tool wear is larger for this blend. However, these differences are small and the machinability of the three MP52 blends studied can be considered as similar. Therefore, it appears that an addition of 0.5% Ni admixed in the blends (either standard or extra-fine Ni) does not have a significant effect on the machinability of sinter-hardened powders containing pre-alloyed Ni and Mo.

However, when removing both pre-alloyed and admixed Ni, we find that MTL5 (MP36FM+1.5Cu) shows better machinability than that of the other blends. All the machinability criteria indicate an improved machinability, as the average thrust force, the slope of the drillability curve and tool wear are the lowest. These results are in agreement with a lower hardness a microstructure containing less martensite and more bainite/pearlite than the other mixes. In this case, the MP36FM blend is less sinter-hardenable than the other blends, which leads to a significantly lower hardness and a better machinability.

When investigating the effect of pre-alloyed MnS particles, we find that blend MTL3 (MP52FM+1.5Cu) shows a significantly better machinability than blend MTL1 (MP52+1.5Cu).

Indeed, for a similar apparent hardness (29 HRC), we find that the average thrust force is lower, as are the slope of the drillability curve and the tool wear measurements. The presence of MnS therefore significantly enhances the machinability of sinter-hardenable powders for hardness values of about 29 HRC.

With three different criteria used to characterize the machinability of the different blends, it is difficult to quantify the overall improvement in machinability encountered when pre-alloyed MnS is present in the base powder. Nonetheless, when pre-alloyed MnS is present (when comparing blends MTL3 and MTL1), we find a decrease of about 10% in the average thrust force and the tool wear is about 1/3 lower.

## Conclusions

The following conclusions can be made :

The addition of 0.5% standard Ni powder does not have a statistically meaningful influence on the endurance limit. The presence of austenitic Ni-rich areas has not been shown to be beneficial to fatigue properties.

The addition of 0.5% extra-fine Ni powder increases the endurance limit by 5%. This is the result of an increased amount of martensite. Soft austenitic Ni-rich areas are also avoided.

The addition of standard or extra-fine Ni powder does not have a significant effect on machinability.

The presence of 0.65% pre-alloyed MnS does not have an effect on the fatigue resistance, an endurance limit of about  $\sigma_{\max} = 385$  MPa is found for mixes with and without prealloyed MnS.

The presence of 0.65% pre-alloyed MnS has a beneficial effect on machinability by reducing the thrust force, tool wear and slope of the drillability curve. In the case studied, the average thrust force was decreased by about 10% while the tool wear was about 1/3 lower.

The blend that exhibited a lower hardenability (FLC-4405) showed a lower apparent hardness. When the volume fraction of martensite decreases from 83% to 44% a drop of the endurance limit of about 32% was observed.

## Acknowledgements

The authors would sincerely like to thank Mr Tan Baazi at Maxtech for sintering the samples. The authors also wish to thank Mr Pascal Murray and Mr Philippe Beaulieu for their help in preparing the samples.

## References

1. Chen, Y.T. Baudisch, R. Ceci, L. and Kiefer, R. 'Free-Machining P/M Alloy Optimization Using Statistical Analytical Techniques – The Effect of MnS Content and Particle Size', *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials*, vol. 4, compiled by J. M. Capus, R. M. German, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 1992, pp. 269-281.
2. Chen, Y.T., 'A Study of the Effects of MnS Particle Size on the Fracture Toughness of Low Alloy P/M Steel', *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials*, vol. 3, compiled by L. F. Pease III, R. J. Sansoucy, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 1991, pp. 117-145.
3. Bergman, O. and Bergmark, A. 'Influence of microstructure on the fatigue performance of PM steels', *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, compiled by R. Lawcock and M. Wright, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 2003, part 7, pp. 270-278.
4. Julien, B. and L'Espérance, G. 'Evaluating hardenability and compressibility for the development of an optimum sinter hardening powder', *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 1999.
5. Stephenson, T.F. Singh, T. and Campbell, S.T. 'Performance Benefits in Sintered Steels with Extra-Fine Nickel Powder', World Congress Proceedings PM2004, European Powder Metallurgy Association, vol.3, pp. 277- 283.
6. Piotrowski, G. Deng, X. and Chawla, N. Narasimhan, K.S. 'Fatigue Crack Growth of Sintered Steels with a Heterogeneous Microstructure', World Congress Proceedings PM2004, European Powder Metallurgy Association, vol.3, pp. 153 – 158.
7. Blais, C. and L'Espérance, G. 'Turning and drilling of parts made from sinter hardenable steel powders', *Powder Metallurgy*, vol. 45, No. 1, 2002, pp. 39-47.

8. Campbell, S.T., Singh T., Stephenson T.F. 'Improved Hardenability of P/M Steels Using Extra-Fine Nickel Powder', *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials*, compiled by R., A. Chernenkoff, W.B. James, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 2004, part 7, pp.105-115.