NOTE TO USERS

This reproduction is the best copy available.

UMI®

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

CONTRIBUTIONS À LA CARACTÉRISATION ET À L'AMÉLIORATION DE L'USINABILITÉ DE PIÈCES D'ACIER ÉLABORÉES PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES

PATRICK BOILARD
DÉPARTEMENT DE MATHÉMATIQUES ET DE GÉNIE INDUSTRIEL
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

THÈSE PRÉSENTÉE EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE PHILOSOPHIAE DOCTOR (Ph.D.)
(GÉNIE MÉTALLURGIQUE)
DÉCEMBRE 2008

© Patrick Boilard, 2008.

Library and Archives Canada

Published Heritage Branch

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Bibliothèque et Archives Canada

Direction du Patrimoine de l'édition

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence
ISBN: 978-0-494-47716-8
Our file Notre référence
ISBN: 978-0-494-47716-8

NOTICE:
The author has granted a non-exclusive license allowing Library and Archives Canada to reproduce, publish, archive, preserve, conserve, communicate to the public by telecommunication or on the Internet, loan, distribute and sell theses worldwide, for commercial or non-commercial purposes, in microform, paper, electronic and/or any other formats.

The author retains copyright ownership and moral rights in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

AVIS:
L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque et Archives Canada de reproduire, publier, archiver, sauvegarder, conserver, transmettre au public par télécommunication ou par l'Internet, prêter, distribuer et vendre des thèses partout dans le monde, à des fins commerciales ou autres, sur support microforme, papier, électronique et/ou autres formats.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur et des droits moraux qui protège cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this thesis.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the thesis.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de cette thèse.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.

Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Cette thèse intitulée :

CONTRIBUTIONS À LA CARACTÉRISATION ET À L'AMÉLIORATION DE L'USINABILITÉ DE PIÈCES D'ACIER ÉLABORÉES PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES

présentée par : BOILARD Patrick

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

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

M. BAÏLON Jean-Paul, D.Sc.A., président

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

M. TURENNE Sylvain, ing., Ph.D., membre

M. BARIL Éric, ing., Ph.D., examinateur externe

« Si vous ne pouvez expliquer un concept à un enfant de six ans, c'est que vous ne le comprenez pas complètement. »

Albert Einstein

À Sophie et Camélia, pour la vie…

À Johanne, avec beaucoup d'amour…

REMERCIEMENTS

La réalisation de cet ouvrage n'aurait pas été possible sans la participation de plusieurs personnes dont la contribution se doit d'être soulignée. Tout d'abord, des remerciements particuliers doivent être adressés à mon directeur de recherche, Gilles L'Espérance. Au cours des dernières années, j'ai appris énormément de choses grâce à toi, non seulement d'un point de vue académique, mais également au niveau de l'éthique de travail et au niveau humain. Merci infiniment. Il me fera toujours plaisir de travailler avec toi dans le futur.

Je tiens également à remercier les autres professeurs du programme de génie des matériaux, entre autres Jean-Paul Baïlon et Sylvain Turenne qui, en plus de contribuer à ma formation, m'ont donné la chance de goûter à l'enseignement en me confiant des charges de cours durant mes années d'études. L'expérience a été très appréciée et je vous en suis grandement reconnaissant. Par ailleurs, je tiens à adresser de chaleureux remerciements à Carl Blais qui m'a donné, de près ou de loin, plusieurs coups de main depuis plusieurs années. Merci beaucoup.

Des remerciements sont également dus au personnel de feu Domfer Poudres Métalliques. Je tiens en particulier à remercier Éric Perrier, Micheline Cormier, Jean-Louis Charlebois, Stéphane Caron et Dany Richard, où qu'ils soient, pour leur support et leur aide dans la réalisation de certains travaux de laboratoire.

Ces années d'études n'auraient pas été si agréables sans la présence de mes collègues et amis du $(CM)^2$. Je tiens donc à remercier Éric Duchesne, Philippe Beaulieu, Élise Campeau, Jean-Philippe Masse, Philippe Plamondon, Annie Bourdon, Pascal Murray, Fabrice Bernier, Martin Miller, Benoît Julien et Hugues L'Espérance. Sans vous, je n'aurais pas réussi à passer à travers... Une salutation particulière à la relève, Mathieu Boisvert et Ian Baïlon-Poujol, avec qui j'espère bien garder contact dans le futur. Messieurs, l'avenir est maintenant entre vos mains.

Un gros merci aux techniciennes Carole Massicotte et Josée Laviolette pour leur aide au cours de ces longues années d'études... Nous savons tous que votre travail est indispensable...

Finalement, merci à mes parents qui m'ont encouragé tout au long de mon cheminement académique. C'est grâce à eux si j'ai pu me rendre à ce niveau et je leur en serai éternellement reconnaissant.

Je garde mes plus sincères remerciements pour ma conjointe Johanne, qui m'a supporté durant toutes ces années et qui a pris le temps de me donner deux belles jeunes filles, Sophie et Camélia, qui me combleront à tout jamais. C'est grâce à toi si tout va bien dans le meilleur des mondes. Merci beaucoup, beaucoup, beaucoup...

RÉSUMÉ

Même si la métallurgie des poudres (M/P) est un procédé près des cotes finales, il n'en demeure pas moins qu'un nombre très important de pièces requièrent une ou plusieurs opérations d'usinage lors de leur élaboration et de leur finition. Ces diverses opérations d'usinage (principalement le tournage, le perçage et l'alésage) impliquent d'importants coûts, d'où la nécessité d'élaborer des mélanges à usinabilité améliorée et la pertinence d'entreprendre des travaux de recherche menant à la compréhension des mécanismes impliqués dans les différentes techniques d'amélioration de l'usinabilité de pièces élaborées par M/P.

La définition de l'usinabilité n'est pas chose facile, et sa caractérisation requiert généralement l'apport de plusieurs indicateurs d'usinabilité. Pour des opérations de perçage par exemple, les critères les plus fréquemment utilisés sont l'usure de l'outil, la force requise lors de l'usinage et la pente de la courbe d'usinabilité.

Les objectifs principaux des travaux présentés dans cette thèse sont donc centrés sur l'élaboration de mélanges de poudres à usinabilité améliorée, tout en tentant de faciliter la définition et la caractérisation de l'usinabilité de pièces élaborées par M/P. L'amélioration de l'usinabilité peut être effectuée de diverses façons, notamment par l'ajout d'additifs et par la diminution de la quantité de porosité. Ces diverses avenues ont été explorées dans le détail, par une planification et une préparation de séries d'échantillons effectuées de façon systématique, de manière à obtenir des résultats valides et répétables menant à des conclusions probantes et utiles au domaine de la métallurgie des poudres.

La caractérisation des échantillons a notamment été effectuée à l'aide d'un montage d'usinabilité élaboré à cet effet. De plus, une caractérisation microstructurale et microscopique poussée a également été largement utilisée dans la détermination des mécanismes impliqués.

Le premier chapitre de ce document introduit le sujet traité et définit la pertinence du projet de doctorat par rapport à l'industrie de la M/P, notamment en tenant compte de la situation économique actuelle. Les chapitres subséquents consistent en une revue de la littérature portant sur les aspects pertinents à cette thèse, soit le procédé de la métallurgie des poudres, l'usinage et le frittage en phase liquide.

Les résultats obtenus lors de l'exécution des travaux sont répartis en trois chapitres portant sur 1) l'effet de paramètres opérationnels sur la caractérisation de l'usinabilité, 2) l'effet d'additifs sur l'usinabilité et 3) l'élaboration et la caractérisation de pièces haute densité obtenues par frittage en phase liquide.

Ainsi, pour ce qui est du chapitre portant sur l'effet des paramètres opérationnels sur l'usinabilité, la vitesse de rotation de l'outil, la vitesse d'avance, la position de l'outil et le diamètre de l'outil sont tous des paramètres qui ont été étudiés. Les paramètres de coupe optimaux sont trouvés pour l'usinage en perçage d'un mélange standard FC-0208, selon les différents critères d'usinabilité étudiés. De plus, l'étude portant sur le taux d'enlèvement illustre la variation et la sensibilité des indicateurs d'usinabilité en fonction des paramètres de coupe et indique que la force moyenne montre un comportement plus régulier que l'usure de l'outil et la pente de la région linéaire dans la caractérisation de l'usinabilité.

La pente de la région linéaire de la courbe d'usinabilité a fait l'objet d'une caractérisation poussée en raison des difficultés d'utilisation de celle-ci comme indicateur de l'usinabilité. L'analyse des résultats illustre la grande variabilité de cet outil à cause des difficultés liées à la détermination de l'intervalle de la région linéaire. Par ailleurs, la force moyenne semble être le critère le plus facile à utiliser dans la caractérisation de l'usinabilité de pièces élaborées par M/P.

Ajoutant à la pertinence des travaux effectués en laboratoire, les travaux portant sur l'effet du diamètre de l'outil (de 3,175 à 6,35 mm) montrent que les résultats obtenus seraient transposables à plus grande échelle, au niveau industriel par exemple.

Par la suite, le chapitre portant sur l'effet de divers additifs sur l'usinabilité révèle plusieurs résultats intéressants. Les travaux effectués sur le MoS_2 permettent de constater la dissociation de cet additif lors du frittage et la création de sulfures métalliques en présence de cuivre (notamment des sulfures Cu_xS). Les travaux montrent également qu'il est possible de réduire la quantité de MoS_2 dans un mélange de poudre afin de réduire le changement dimensionnel et le coût (mélange Mo8A), tout en améliorant l'usinabilité et en conservant une dureté semblable (environ 70 HRB).

Les travaux effectués sur l'enstatite ($MgO{\cdot}SiO_2$) permettent de constater les mécanismes impliqués lors de l'utilisation de cet additif. On trouve que la stabilité de l'enstatite limite la diffusion du graphite lors du frittage, ce qui mène à la présence de graphite libre dans les pores, ce qui est favorable lors de l'usinage. De plus, une diminution de la quantité de graphite dans la matrice entraîne une diminution de la dureté des pièces, ce qui est également favorable à l'usinage. On montre également que la présence de cuivre améliore la diffusion du graphite, de par la phase liquide créée lors du frittage.

Les particules de sulfure de manganèse (MnS) sont couramment utilisées afin d'améliorer l'usinabilité de pièces élaborées par M/P. L'effet de la teneur en MnS préalliés a été étudié (pour des teneurs de 0,0 à 1,0 %), conjointement avec l'effet de la densité (6,7 et 7,0 g/cm³) sur l'usinabilité en perçage et en tournage. Les travaux illustrent l'effet favorable d'une augmentation de la teneur en particules de MnS préalliées sur l'usinabilité, notamment pour une teneur de 1,0 % MnS (poudre MP37RS). De même, l'effet favorable d'une augmentation de la densité sur l'usinabilité est montré pour des densités de 6,7 à 7,0 g/cm³.

Les travaux effectués sur la teneur en carbone après frittage et sur le graphite libre montrent, en premier lieu, l'effet évident d'une augmentation de la teneur en carbone sur l'usinabilité (pour des différences de l'ordre de 0,2 %). Par la suite, la présence de graphite libre s'avère être très favorable pour l'usinabilité, les forces de coupe étant graduellement plus basses avec une augmentation de la quantité de graphite libre.

L'élaboration de mélanges menant à une densification importante par frittage en phase liquide a été effectuée dans le but d'améliorer l'usinabilité par une augmentation de la densité. Les travaux montrent l'obtention d'échantillons très denses (> 7,5 g/cm^3) pour des mélanges obtenus à partir du système Fe-C-P (contenant en particulier 0,5 %P et 2,4 %C). Une étude systématique de l'effet des paramètres illustre clairement l'importance de la composition chimique (surtout le pourcentage de carbone) et la maîtrise du cycle thermique, notamment au niveau du taux de refroidissement. Par ailleurs, les traitements thermiques étudiés montrent les limites du système au niveau microstructural. Ainsi, on trouve que l'usinabilité est faible pour les échantillons contenant de grandes quantités de cémentite, mais elle peut être améliorée par un refroidissement très lent menant à la graphitisation du carbone, rendue possible grâce à la présence de phosphore.

Par ailleurs, la maîtrise du cycle thermique exercée sur des échantillons faits à partir de poudre FGS1625 permet l'obtention de diverses microstructures possédant diverses quantités de ferrite, de perlite et de graphite libre, pour des densités ≥7,0 g/cm^3. Ainsi, il est possible de générer d'une part des échantillons principalement constitués de ferrite et de graphite qui possèdent une excellente usinabilité (usure < 1,0%) et d'autre part des échantillons constitués principalement de perlite, menant à de bonnes propriétés mécaniques (résistance à la rupture > 1600 MPa). Ces résultats illustrent que l'amélioration de l'usinabilité par une augmentation significative de la densité est limitée par la microstructure de l'échantillon. En effet, on découvre que, pour les systèmes étudiés, la microstructure a un effet dominant dans la détermination de l'usinabilité, significativement plus important que la densité, de par l'influence de la présence de cémentite ou de la fraction volumique de graphite libre sur l'usinabilité, par exemple.

ABSTRACT

Even though powder metallurgy (P/M) is a near net shape process, a large number of parts still require one or more machining operations during the course of their elaboration and/or their finishing. These machining operations (mainly turning, drilling and reaming) lead to significant costs, thus requiring the development of blends with enhanced machinability. Work carried out in order to understand the mechanisms occurring when enhancing the machinability of P/M parts is also of high relevance.

The definition of machinability is not an easy task, and its characterization generally requires the use of different criteria. For drilling operations, for example, the main criteria used when characterizing machinability are tool wear, thrust force and slope of the drillability curve.

The main objectives of the work presented in this thesis are centered on the elaboration of blends with enhanced machinability, as well as helping with the definition and in the characterization of the machinability of P/M parts. Enhancing machinability can be done in various ways, through the use of machinability additives and by decreasing the amount of porosity of the parts. These different ways of enhancing machinability have been investigated thoroughly, by systematically planning and preparing series of samples in order to obtain valid and repeatable results leading to meaningful conclusions relevant to the P/M domain.

The characterization of samples processed has namely been performed using a specially designed test bench. Moreover, detailed microstructural and microscopic analyses have been used in the study of the mechanisms occurring during machining.

The first chapter of this document introduces the research subject and defines the relevance of this Ph.D. thesis in regards to the P/M industry, namely in the current economic state. The followings chapters consist of a literature review of relevant

subjects of this thesis, that is to say the powder metallurgy process, machining and liquid phase sintering.

Results obtained during the course of the work are divided into three main chapters: 1) the effect of machining parameters on machinability, 2) the effect of additives on machinability, and 3) the development and the characterization of high density parts obtained by liquid phase sintering.

Regarding the effect of machining parameters on machinability, studies were performed on parameters such as rotating speed, feed, tool position and diameter of the tool. Optimal cutting parameters are found for drilling operations performed on a standard FC-0208 blend, for different machinability criteria. Moreover, study of material removal rates shows the sensitivity of the machinability criteria for different machining parameters and indicates that thrust force is more regular than tool wear and slope of the drillability curve in the characterization of machinability.

The slope of the drillability curve has been characterized extensively, namely because of the difficulties encountered with its use as a machinability criteria. Results show this criterion varies significantly, especially due to difficulties encountered when trying to identify the linear region of the drillability curve.

Work carried out on the effect of the tool diameter shows that results generated in the laboratory (for tools with diameters in the 3.175 to 6.35 mm range) are transposable to a larger scale, such as in a plant. Such results add greatly to the relevance of the work carried out in these studies.

The chapter discussing the effect of various additives on machinability reveals many interesting results. First, work carried out on MoS_2 additions reveals the dissociation of this additive and the creation of metallic sulphides (namely Cu_xS sulphides) when copper is present. Results also show that it is possible to reduce the amount of MoS_2 in the blend so as to lower the dimensional change and the cost (blend Mo8A), while enhancing machinability and keeping hardness values within the same range (70 HRB).

Second, adding enstatite ($MgO \cdot SiO_2$) permits the observation of the mechanisms occurring with the use of this additive. It is found that the stability of enstatite limits the diffusion of graphite during sintering, leading to the presence of free graphite in the pores, thus enhancing machinability. Furthermore, a lower amount of graphite in the matrix leads to a lower hardness, which is also beneficial to machinability. It is also found that the presence of copper enhances the diffusion of graphite, through the formation of a liquid phase during sintering.

Manganese sulphide particles (MnS) are commonly used to enhance the machinability of P/M parts. The effect of the amount of pre-alloyed MnS particles has been studied (in the 0.0 to 1.0 % range), as well as the effect of density (6.7 and 7.0 g/cm^3), for drilling and turning operations. Work performed shows the beneficial effect of an increasing amount of pre-alloyed MnS particles on machinability namely for a 1.0 % amount of prealloyed MnS particles (MP37RS powder), in addition to the beneficial effect of density on machinability for densities going from 6.7 to 7.0 g/cm^3.

Studies carried out on carbon after sintering and on free graphite show the effect of a larger amount of carbon on machinability. It is shown that increases in the order of 0.2 %C have significant effect on machinability. As for the effect of free graphite on machinability, we find that cutting forces are lower with an increasing amount of free graphite.

With the objective of improving machinability by reaching higher densities, blends were developed for densification through liquid phase sintering. High density samples are obtained (> 7.5 g/cm^3) for blends prepared with Fe-C-P constituents, namely with 0.5 %P and 2.4 %C. By systematically studying the effect of different parameters, the importance of the chemical composition (mainly the carbon content) and the importance of the sintering cycle (particularly the cooling rate) are demonstrated. Moreover, various heat treatments studied illustrate the different microstructures achievable for this system, showing various amounts of cementite, pearlite and free graphite. Although the machinability is limited for samples containing large amounts of

cementite, it can be greatly improved with very slow cooling, leading to graphitization of the carbon in presence of phosphorus.

Adequate control of the sintering cycle on samples made from FGS1625 powder leads to the obtention of high density (≥ 7.0 g/cm^3) microstructures containing various amounts of pearlite, ferrite and free graphite. Obtaining ferritic microstructures with free graphite designed for very high machinability (tool wear < 1.0 %) or fine pearlitic microstructures with excellent mechanical properties (transverse rupture strength > 1600 MPa) is therefore possible. These results show that improvement of machinability through higher densities is limited by microstructure. Indeed, for the studied samples, microstructure is dominant in the determination of machinability, far more important than density, judging by the influence of cementite or of the volume fraction of free graphite on machinability for example.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE ..... **iv**

REMERCIEMENTS ..... **v**

RÉSUMÉ ..... **vii**

ABSTRACT ..... **xi**

TABLE DES MATIÈRES ..... **xv**

LISTE DES TABLEAUX ..... **xxi**

LISTE DES FIGURES ..... **xxiv**

LISTE DES ANNEXES ..... **xxx**

CHAPITRE 1 : INTRODUCTION **1**

CHAPITRE 2 : REVUE DE LA LITTÉRATURE PORTANT SUR LA MÉTALLURGIE DES POUDRES **6**

2.1 OBTENTION DE PIÈCES PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES 6

2.1.1 Production d'une poudre de base *6*

2.1.2 Mélange *9*

2.1.3 Compaction *10*

2.1.4 Frittage *12*

2.2 OPÉRATIONS SECONDAIRES 13

2.2.1 Infiltration au cuivre *14*

2.2.2 Imprégnation à l'huile *15*

2.2.3 Imprégnation à la résine *16*

CHAPITRE 3 : REVUE DE LA LITTÉRATURE PORTANT SUR L'USINAGE DE PIÈCES ÉLABORÉES PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES **17**

3.1 INTRODUCTION 17

3.2 PRINCIPALES OPÉRATIONS D'USINAGE 18

3.2.1 Tournage (turning) *18*
3.2.2 Filetage (threading) et Taraudage (tapping) *20*
3.2.3 Perçage (drilling) *20*
3.2.4 Alésage (reaming/boring) *21*
3.2.5 Fraisage (milling) *21*
3.2.6 Brochage (broaching) *22*
3.3 USURE DES OUTILS 23
3.4 MÉCANISMES D'USURE 24
3.4.1 Usure par abrasion *25*
3.4.2 Usure par adhésion *25*
3.4.3 Usure par diffusion *25*
3.4.4 Oxydation *26*
3.4.5 Usure chimique ou corrosion *26*
3.4.6 Adoucissement thermique *26*
3.4.7 Types d'usure *27*
3.5 FORMATION DES COPEAUX 27
3.6 CHALEUR GÉNÉRÉE LORS DE LA COUPE 29
3.7 CRITÈRES D'USINABILITÉ 31
3.7.1 Usure de l'outil ou durée de vie de l'outil *31*
3.7.2 Forces de coupe ou consommation d'énergie *32*
3.7.3 Morphologie des copeaux *32*
3.7.4 Qualité du fini de surface *33*
3.7.5 Température lors de l'usinage *33*
3.7.6 Propriétés physiques et mécaniques *34*
3.8 USINABILITÉ DES DIFFÉRENTS MATÉRIAUX 35
3.8.1 Les aciers *36*
3.8.2 Usinabilité de pièces élaborées par métallurgie des poudres *37*
3.9 ADDITIFS AMÉLIORANT L'USINABILITÉ 42
3.9.1 Soufre et sulfure de manganèse (MnS) *43*
3.9.2 Bisulfure de molybdène (MoS_2) *46*
3.9.3 Enstatite ($MgSiO_3$) *46*
3.9.4 Graphite libre *46*

3.9.5 Plomb *48*
3.9.6 Tellure *48*
3.9.7 Bismuth *49*
3.9.8 Sélénium *49*
3.9.9 Oxydes déformables *50*
3.9.10 Nitrure de bore (BN) *50*
3.10 OUTILS DE COUPE 51
3.10.1 Aciers outils haute vitesse (HSS) *52*
3.10.2 Carbures *53*
3.10.3 Céramiques *54*
3.10.4 Cermets *55*
3.10.5 Diamant polycristallin *56*
3.10.6 Nitrure de bore cubique *56*
3.11 TRAITEMENTS DE SURFACE ET REVÊTEMENTS 57
3.11.1 Nitruration *57*
3.11.2 Vapeur *57*
3.11.3 CVD *58*
3.11.4 PVD *59*
3.12 PARAMÈTRES DE COUPE 60
3.12.1 Angles *62*
3.12.2 Préparation des arêtes de coupe *63*
3.13 FLUIDES DE COUPE 64

CHAPITRE 4 : REVUE DE LA LITTÉRATURE PORTANT SUR LE FRITTAGE EN PHASE LIQUIDE ET LE SYSTÈME FE-C-P 66

4.1 INTRODUCTION 66
4.2 CARACTÉRISTIQUES DE LA PHASE LIQUIDE 67
4.2.1 Nature de la phase liquide *67*
4.2.2 Ratio de solubilité *68*
4.2.3 Mouillabilité *69*
4.2.4 Angle dièdre *71*
4.2.5 Formation de ménisques *72*

4.3 MODÈLE DE DENSIFICATION 74
4.3.1 Étape initiale : Réarrangement des particules 75
4.3.2 Étape intermédiaire : Dissolution et précipitation 78
4.3.3 Étape finale : coalescence des particules et frittage en phase solide 80
4.4 EFFETS DU CYCLE THERMIQUE 82
4.4.1 Température de frittage 82
4.4.2 Durée du frittage 82
4.4.3 Taux de montée en température 83
4.4.4 Taux de refroidissement 83
4.5 FRITTAGE SUPERSOLIDUS 84
4.6 SYSTÈME FE-C-P 86
4.6.1 Changement dimensionnel et propriétés mécaniques 89
4.6.2 Densification 92

CHAPITRE 5 : PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES 93

5.1 PRÉPARATION DE MÉLANGES DE POUDRES 93
5.2 ÉCHANTILLONS 94
5.3 FRITTAGES ET TRAITEMENTS THERMIQUES 96
5.4 MESURE DE CARBONE, SOUFRE ET OXYGÈNE 97
5.5 MESURE DE DURETÉ 97
5.6 MESURE DE DENSITÉ 97
5.7 MESURE DE CHANGEMENT DIMENSIONNEL 98
5.8 ESSAIS DE DILATOMÉTRIE 98
5.9 CARACTÉRISATION MICROSCOPIQUE 100
5.10 CARACTÉRISATION DE L'USINABILITÉ 101
5.11 OUTILS DE COUPE 105
5.12 STANDARDISATION DES OUTILS 105

CHAPITRE 6 : EFFET DE PARAMÈTRES OPÉRATIONNELS SUR LA CARACTÉRISATION DE L'USINABILITÉ 107

6.1 INTRODUCTION 107
6.2 OPTIMISATION DES PARAMÈTRES DE COUPE 108
6.3 EFFET DU TAUX D'ENLÈVEMENT DE MATIÈRE EN PERÇAGE 123

6.4 DÉTERMINATION DE LA PENTE DE LA RÉGION LINÉAIRE 129
6.5 EFFET DU DIAMÈTRE DE L'OUTIL 137
6.6 CONCLUSIONS 140

CHAPITRE 7 : EFFET DE DIVERS ADDITIFS SUR L'USINABILITÉ 142

7.1 INTRODUCTION 142
7.2 BISULFURE DE MOLYBDÈNE 142
7.3 ENSTATITE 154
7.4 SULFURE DE MANGANÈSE 170
7.4.1 Effet de la teneur en MnS préalliés sur les propriétés mécaniques et l'usinabilité en perçage et en tournage 171
7.4.2 Effet de la présence de particules de MnS préalliées sur l'usinabilité de mélanges faits à partir de poudres autotrempantes 184
7.5 GRAPHITE AJOUTÉ 187
7.6 GRAPHITE LIBRE 192
7.7 COMPARAISON DE DIFFÉRENTS MÉLANGES À USINABILITÉ AMÉLIORÉE 196
7.8 CONCLUSIONS 199

CHAPITRE 8 : ÉLABORATION ET CARACTÉRISATION DE PIÈCES HAUTE DENSITÉ OBTENUES PAR FRITTAGE EN PHASE LIQUIDE 202

8.1 INTRODUCTION 202
8.2 SYSTÈME FE-C-P 203
8.3 EFFET DE LA TEMPÉRATURE DE FRITTAGE 210
8.4 EFFET DE LA DENSITÉ INITIALE 213
8.5 EFFET DE LA TENEUR EN PHOSPHORE 214
8.6 EFFET DU TAUX DE REFROIDISSEMENT 215
8.7 OPTIMISATION DU SYSTÈME 219
8.8 ÉTUDE DES MÉCANISMES 224
8.9 EFFET DU TAUX DE REFROIDISSEMENT AU DILATOMÈTRE 241
8.10 CYCLES THERMIQUES ET PROPRIÉTÉS 244
8.11 RÉSULTATS D'USINABILITÉ – SYSTÈME FE-C-P 251
8.12 MÉLANGE CIPU1125, REFROIDISSEMENT TRÈS LENT 252
8.13 TRAVAUX SUR LA POUDRE FGS1625 256

8.14 RÉSULTATS D'USINABILITÉ – FGS1625 261
8.15 COMPARAISON DE DIFFÉRENTS MÉLANGES À USINABILITÉ AMÉLIORÉE 262
8.16 CONCLUSIONS 265

CHAPITRE 9 : CONCLUSIONS 268

RÉFÉRENCES 275

ANNEXES 295

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 : Propriétés chimiques de certaines poudres de Domfer 9
Tableau 3.1 : Conductibilité thermique de différents matériaux (d'après Young, Freedman, Sandin & Ford, 1996) 40
Tableau 3.2 : Dureté et épaisseur des principaux revêtements (Bagur 1999) 60
Tableau 4.1 : Transformations dans le système Fe-C-P (d'après Raghavan, 1988) 87
Tableau 6.1 : Matrice orthogonale utilisée 110
Tableau 6.2 : Résultats d'usinabilité pour les expériences DOE 114
Tableau 6.3 : Ratios S/B pour les neuf expériences 115
Tableau 6.4 : Moyennes des ratios S/B pour les différents niveaux des paramètres pour la force moyenne 115
Tableau 6.5 : Moyennes des ratios S/B pour les différents niveaux des paramètres pour la pente 116
Tableau 6.6 : Moyennes des ratios S/B pour les différents niveaux des paramètres pour l'usure 116
Tableau 6.7 : Contributions respectives pour la force moyenne 118
Tableau 6.8 : Contributions respectives pour la pente de la région linéaire 119
Tableau 6.9 : Contributions respectives pour l'usure 119
Tableau 6.10 : Paramètres des essais de taux d'enlèvement (TE) 124
Tableau 6.11 : Résultats – Essais de taux d'enlèvement (TE) 125
Tableau 6.12 : Pente de la région linéaire selon l'intervalle #1 129
Tableau 6.13 : Pente de la région linéaire selon l'intervalle #2 130
Tableau 6.14 : Évolution de l'usure 134
Tableau 6.15 : Propriétés – Diamètre des outils 138
Tableau 7.1 : Description des mélanges Mo1 à 5 143
Tableau 7.2 : Propriétés des mélanges Mo 144
Tableau 7.3 : Évaluation qualitative de la microstructure – Mélanges Mo 146
Tableau 7.4 : Description des mélanges Mo6 à 8A 148
Tableau 7.5 : Propriétés des mélanges Mo6 à 8A 148
Tableau 7.6 : Description des mélanges TC 154

Tableau 7.7 : Propriétés des mélanges TC 155
Tableau 7.8 : Description des mélanges CD 159
Tableau 7.9 : Propriétés des mélanges CD 159
Tableau 7.10 : Effets du cuivre et de l'enstatite sur différentes propriétés 165
Tableau 7.11 : Description des mélanges FER1 à FER4 166
Tableau 7.12 : Propriétés des mélanges FER1 à FER4 166
Tableau 7.13 : Propriétés mécaniques des échantillons contenant diverses teneurs en MnS 172
Tableau 7.14 : Résultats d'usinabilité en perçage 176
Tableau 7.15 : Usure à la fin des essais de tournage 180
Tableau 7.16 : Résultats de microdureté – Mélanges MnS 182
Tableau 7.17 : Composition des mélanges MTL1 et 3 184
Tableau 7.18 : Résultats d'usinabilité – Mélanges MTL 185
Tableau 7.19 : Description des mélanges GR 187
Tableau 7.20 : Propriétés des mélanges GR 188
Tableau 7.21 : Description des mélanges GRL 192
Tableau 7.22 : Graphite libre des mélanges GRL 193
Tableau 7.23 : Propriétés des mélanges GRL 193
Tableau 7.24 : Compilation des mélanges montrant les meilleurs résultats d'usinabilité 196
Tableau 7.25 : Résultats d'usinabilité des meilleurs mélanges élaborés 197
Tableau 8.1 : Potentiel de graphitisation (d'après Stefanescu, 1990) 205
Tableau 8.2 : Essais initiaux CIPU 207
Tableau 8.3 : Densités obtenues lors des essais initiaux CIPU 208
Tableau 8.4 : Densités obtenues pour des échantillons CIPU ρ9 frittés à différentes températures 211
Tableau 8.5 : Effet de la densité initiale sur la densification 213
Tableau 8.6 : Effet de la teneur en phosphore sur la densification 215
Tableau 8.7 : Effet du taux de refroidissement sur la densification 216
Tableau 8.8 : Description des mélanges pour l'optimisation du système pour différentes températures 220
Tableau 8.9 : Résultats des essais d'optimisation pour différentes températures 221

Tableau 8.10 : Fraction surfacique de différents constituants microstructuraux.....235
Tableau 8.11 : Propriétés du mélange CIPU1125 après divers cycles thermiques..246
Tableau 8.12 : Résultats d'usinabilité – Mélanges CIPU1125 252
Tableau 8.13 : Propriétés de l'échantillon 1125TL.....253
Tableau 8.14 : Résultats d'usinabilité en perçage – 1125TL 254
Tableau 8.15 : Propriétés d'échantillons obtenus à partir de la poudre FGS1625 après divers cycles thermiques 260
Tableau 8.16 : Résultats d'usinabilité en perçage – FGS1625 261
Tableau 8.17 : Compilation des mélanges montrant les meilleurs résultats d'usinabilité 263
Tableau 8.18 : Résultats d'usinabilité des meilleurs mélanges élaborés 263
Table A.1 : Mechanical Properties Evaluated 300
Table A.2 : Machinability Results for Drilling 303
Table A.3 : Tool Wear in Turning Trials 307

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 : Prix de matières premières 1980 – 2007 (d'après IMF, 2008; USGS, 2008) 2
Figure 1.2 : Parts de marché aux États-Unis 1980 – 2007 (d'après Taylor, 2007) 3
Figure 2.1 : Schéma du procédé Domfer 7
Figure 2.2 : Étapes de la compaction (d'après German, 1994) 11
Figure 2.3 : Courbes de compressibilité (d'après German, 1998) 11
Figure 2.4 : Cycle de frittage (d'après Raffeinner, 1998) 12
Figure 2.5 : Microstructure d'une pièce infiltrée au cuivre à l'état poli 14
Figure 2.6 : Effet de l'imprégnation à l'huile pour différentes vitesses d'avance en tournage (Höganäs AB, 1998) 15
Figure 3.1 : Opérations pouvant être réalisées sur un tour (Kalpakjian & Schmid, 2006) 19
Figure 3.2 : Opérations pouvant être réalisées sur une perceuse à colonne (Kalpakjian & Schmid, 2006) 21
Figure 3.3 : Opérations de fraisage (Kalpakjian & Schmid, 2006) 22
Figure 3.4 : Opérations de brochage (Kalpakjian & Schmid, 2006) 22
Figure 3.5 : Évolution de l'usure en fonction du temps (d'après Kendall, 1989) 23
Figure 3.6 : Principaux types d'usure (d'après Kendall 1989) 27
Figure 3.7 : Types de copeaux (Dormer, 2005) 28
Figure 3.8 : Zones de cisaillement primaire et secondaire (d'après Felder, 1997) 28
Figure 3.9 : Profil de température à l'interface copeau/outil lors de la coupe (d'après Vieregge, 1970) 30
Figure 3.10 : Schéma de la consommation d'énergie 32
Figure 3.11 : Schéma représentant la théorie de la coupe interrompue (d'après Causton, 1995) 38
Figure 3.12 : Effet de la taille des inclusions de MnS sur la durée de vie de l'outil (d'après steeluniversity.org, 2002a) 44

Figure 3.13 : Coefficient de friction de divers additifs solides (d'après Lelonis, Tereshko & Andersen, 2003) 47
Figure 3.14 : Dureté et ténacité des différentes familles d'outils de coupe (d'après Dormer, 2005) 51
Figure 3.15 : Acier outil M2 trempé et revenu à 480 °C (Vander Voort, 2004) 53
Figure 3.16 : Outil WC-Co (German, 1994) 54
Figure 3.17 : Outil SiAlON (Xie, Moon, Hoffman, Munroe & Cheng, 2003) 55
Figure 3.18 : Schéma du procédé CVD (Bagur, 1999) 58
Figure 3.19 : Exemple de revêtements élaborés par CVD (d'après Kyocera Corporation, 2005) 59
Figure 3.20 : Schéma du procédé PVD (Bagur, 1999) 60
Figure 3.21 : Paramètres de coupe 61
Figure 3.22 : Angles de coupe positif (A) et négatif (B) (d'après Dormer, 2005) 62
Figure 3.23 : Exemples de pierrage (d'après conicity.com 2008) 63
Figure 3.24 : Préparation de l'arête de coupe (d'après performedge.com, 2002) 64
Figure 4.1 : Effet du ratio de solubilité sur la densification (d'après German, 1985) . 69
Figure 4.2 : Schéma de la mouillabilité (d'après German, 1985) 70
Figure 4.3 : Équilibre à l'angle de contact (d'après German, 1985) 70
Figure 4.4 : Angle dièdre (Bernache-Assolant & Bonnet 2005) 71
Figure 4.5 : Ménisque créé par le liquide entre deux particules (d'après Bernache-Assolant & Bonnet, 2005) 73
Figure 4.6 : Étapes du frittage en phase liquide (Bernache-Assolant & Bonnet, 2005) 75
Figure 4.7 : Réarrangements primaire et secondaire (d'après, German 1985) 76
Figure 4.8 : Effet de la taille des particules sur la densification (d'après German, 1985) 77
Figure 4.9 : Densification due au réarrangement (Bernache-Assolant & Bonnet, 2005) 78
Figure 4.10 : Mécanismes de densification lors de l'étape intermédiaire (d'après German, 1985) 79
Figure 4.11 : Frittage supersolidus (d'après German 1997) 84
Figure 4.12 : Quantité de phase liquide en fonction de la température de frittage 85

Figure 4.13 : Diagramme d'équilibre ternaire Fe-C-P (Laplanche, 1975) 86
Figure 4.14 : Diagrammes d'aires de prédominance isothermes du système Fe-C-P à différentes températures A : 1100 °C, B : 1000 °C, C : 900 °C et D : 800 °C (Raghavan, 2004) 88
Figure 4.15 : Effet du carbone sur le changement dimensionnel pour différentes teneurs en phosphore (d'après Lindskog, Tengzelius & Kvist, 1976) 90
Figure 4.16 : Effet du phosphore sur la résistance à la traction pour différentes teneurs en carbone (d'après Lindskog, Tengzelius & Kvist, 1976) 91
Figure 5.1 : Mélangeurs a) Double cône, b) Turbula et c) Lit fluidisé 93
Figure 5.2 : Rondelles utilisées pour essais de perçage 95
Figure 5.3 : Barres rectangulaires utilisées pour divers essais 95
Figure 5.4 : Profil thermique du four de laboratoire de Domfer 96
Figure 5.5 : Évolution de la température et de la longueur de l'échantillon en fonction du temps 99
Figure 5.6 : Évolution de la longueur de l'échantillon en fonction de la température 99
Figure 5.7 : Montage pour essais d'usinabilité 101
Figure 5.8 : Courbes d'usinabilité 102
Figure 5.9 : Mèche neuve et profil initial 103
Figure 5.10 : Mèche usée avant et après traitement de l'image 103
Figure 5.11 : Superposition du profil initial et de la mèche usée après traitement de l'image 104
Figure 5.12 : Standardisation de mèches 106
Figure 6.1 : Positionnement de la mèche 109
Figure 6.2 : Résultats d'usinabilité pour les expériences DOE1 à 3 111
Figure 6.3 : Résultats d'usinabilité pour les expériences DOE4 à 6 112
Figure 6.4 : Résultats d'usinabilité pour les expériences DOE7 à 9 113
Figure 6.5 : Moyennes des ratios S/B pour la force 116
Figure 6.6 : Moyennes des ratios S/B pour la pente 117
Figure 6.7 : Moyennes des ratios S/B pour l'usure 117
Figure 6.8 : Critères d'usinabilité pour différents taux d'enlèvement de matière 126
Figure 6.9 : Courbe d'usinabilité – Trous 1 à 100 129
Figure 6.10 : Courbe d'usinabilité – Trous 1 à 684 130

Figure 6.11 : Variation de la pente en fonction de l'intervalle [x, 684] 131
Figure 6.12 : Variation de la pente en fonction de l'intervalle [x, 564] 132
Figure 6.13 : Évolution de la force moyenne et de l'usure 134
Figure 6.14 : Corrélation entre la force moyenne et l'usure 135
Figure 6.15 : Résultats d'usinabilité – Diamètre des outils 137
Figure 7.1 : Résultats d'usinabilité – Mélanges Mo 144
Figure 7.2 : Duretés et changements dimensionnels – Mélanges Mo 145
Figure 7.3 : Zones riches en Mo et en sulfures – Mélanges Mo 146
Figure 7.4 : Résultats d'usinabilité – Mélanges Mo6 à 8A 148
Figure 7.5 : Dureté du molybdène pur en fonction de la température (d'après Linteau, 1990) 151
Figure 7.6 : Diffusion du Mo à différentes températures de frittage, T2 > T1 152
Figure 7.7 : Résultats d'usinabilité – Mélanges TC 155
Figure 7.8 : Mélanges TC à l'état poli 156
Figure 7.9 : Mélanges TC à l'état attaqué 157
Figure 7.10 : Spectre EDS montrant la présence de graphite (C) avec l'enstatite (MgSiO3) 158
Figure 7.11 : Propriétés des mélanges CD en fonction de la teneur en cuivre 160
Figure 7.12 : Propriétés des mélanges CD en fonction de la teneur en enstatite 161
Figure 7.13 : Effet de la teneur en carbone sur l'angle dièdre et le changement dimensionnel (d'après German, 1985) 162
Figure 7.14 : Microstructures des mélanges CD 164
Figure 7.15 : Résultats d'usinabilité – Mélanges FER1 à 4 166
Figure 7.16 : Microstructures des mélanges FER 167
Figure 7.17 : Résultats d'usinabilité – MP35 et XP37HD 174
Figure 7.18 : Résultats d'usinabilité – MP37R et MP37RS 175
Figure 7.19 : Variation de la force moyenne en fonction de la teneur en MnS préalliés 176
Figure 7.20 : Usure de l'outil en fonction de la teneur en MnS préalliés 177
Figure 7.21 : Usure en fonction de la quantité de matière enlevée – 6,7 g/cm³ 179
Figure 7.22 : Usure en fonction de la quantité de matière enlevée – 7,0 g/cm³ 179
Figure 7.23 : Corrélation entre l'usure en tournage et la résistance à la traction 181

Figure 7.24 : Courbes d'usinabilité – Mélanges MTL 185
Figure 7.25 : Résultats d'usinabilité – Mélanges GR..... 189
Figure 7.26 : Corrélations entre la dureté, le carbone après frittage et la force moyenne..... 190
Figure 7.27 : Résultats d'usinabilité – Mélanges GRL..... 193
Figure 7.28 : Microstructure – Mélange GRL3 194
Figure 7.29 : Compilation des meilleurs résultats d'usinabilité 197
Figure 8.1 : Microstructure initiale des essais de densification, ρ ≈7,3 g/cm³ 204
Figure 8.2 : Influence d'un élément X du système Fe-C-X sur le potentiel de graphitisation ou de formation de carbures (a) Fort potentiel de graphitisation, (b) Faible potentiel de graphitisation, (c) Fort potentiel de formation de carbures et (d) Faible potentiel de formation de carbures (Stefanescu, 1988) 206
Figure 8.3 : Densités obtenues en fonction de la position pour échantillons identiques 209
Figure 8.4 : Effet de la température de frittage – Cycles thermiques utilisés dans le four de laboratoire de Polytechnique 211
Figure 8.5 : Microstructure des échantillons CIPU ρ9-1110 et 1125 212
Figure 8.6 : Effet de la densité initiale sur la densification..... 213
Figure 8.7 : Microstructures obtenues pour divers taux de refroidissement..... 217
Figure 8.8 : Optimisation à 1125 °C pour refroidissement rapide (>100 °C/min).... 222
Figure 8.9 : Optimisation à 1150 °C pour refroidissement rapide (>100 °C/min).... 222
Figure 8.10 : Optimisation à 1180 °C pour refroidissement rapide (>100 °C/min).... 223
Figure 8.11 : Effet du temps à température lors d'essais de dilatométrie..... 225
Figure 8.12 : Échantillons après essais dilatométriques 226
Figure 8.13 : Courbe dilatométrique – Identification des mécanismes 227
Figure 8.14 : Microstructure après trempe à partir de 1000 °C 228
Figure 8.15 : Présence de phase liquide aux joints de grains à 1000 °C..... 229
Figure 8.16 : Apparition de la phase liquide à partir de la cémentite à 1000 °C 230
Figure 8.17 : Présence de phase liquide entre les particules à 1100 °C 231
Figure 8.18 : Microstructure obtenue par trempe à partir de 1125 °C 232

Figure 8.19 : Particule de MnS trouvée dans l'échantillon CIPU1125 après densification....233
Figure 8.20 : Microstructure de trempe obtenue à partir de 1000 °C....236
Figure 8.21 : Présence de graphite dans l'échantillon trempé à partir de 1000 °C...237
Figure 8.22 : Diagramme d'équilibre Fe-P-2,4C (calculé par Shim, Oh & Lee, 2000) 238
Figure 8.23 : Microstructures obtenues pour des trempes effectuées à partir de A : 750 °C et B : 700 °C 240
Figure 8.24 : Présence de perlite dans l'échantillon trempé à partir de 700 °C 240
Figure 8.25 : Changement dimensionnel en fonction de la température – Mélange CIPU1125....242
Figure 8.26 : Cycles thermiques étudiés sur le mélange CIPU1125 245
Figure 8.27 : Microstructures 1125A à C 246
Figure 8.28 : Microstructures 1125D à H 247
Figure 8.29 : Sphéroïdisation localisée de la cémentite 248
Figure 8.30 : Microstructure de l'échantillon 1125TL....253
Figure 8.31 : Résultats d'usinabilité en perçage – 1125TL....254
Figure 8.32 : Microstructures obtenues par divers cycles thermiques sur la poudre FGS1625 258
Figure 8.33 : Finesse de la perlite FGS1625....259
Figure 8.34 : Résultats d'usinabilité en perçage – FGS1625 261
Figure 8.35 : Compilation des meilleurs résultats d'usinabilité 264
Figure A.1 : Results from drilling trials....302
Figure A.2 : Average thrust force as a function of prealloyed MnS content....303
Figure A.3 : Tool wear in drilling as a function of prealloyed MnS content....304
Figure A.4 : Tool wear as a function of material removed; density 6.7 g/cm³....306
Figure A.5 : Tool wear as a function of material removed; density 7.0 g/cm³....306
Figure A.6 : Tool wear after turning trials as a function of UTS....308

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE A : Effect of Prealloyed MnS and Density on Machinability and Mechanical Properties..... 295

CHAPITRE 1 : INTRODUCTION

Le procédé de la métallurgie des poudres (M/P) est un procédé d'élaboration de pièces métalliques qui possède plusieurs avantages par rapport aux autres procédés métallurgiques conventionnels. Ainsi, c'est un procédé dit près des cotes finales dont les pièces produites requièrent un nombre moins important d'opérations d'usinage et/ou un plus faible volume d'enlèvement de matière. Ceci permet une économie importante de temps et de coûts faisant de la métallurgie des poudres un procédé économique et efficace.

Le procédé de métallurgie des poudres est majoritairement utilisé afin de produire des pièces dédiées au domaine des transports, plus particulièrement à l'industrie automobile. Il est estimé qu'environ 75 % des pièces produites par M/P sont dédiées à l'industrie automobile (Salak, Selecka & Danninger, 2005). Pour ce qui est de la répartition géographique, on constate que l'Amérique du Nord est le marché qui consomme le plus de pièces élaborées par M/P, devançant le Japon et l'Europe de façon significative (plus de 416000 tonnes en Amérique du Nord vs 246000 tonnes et 196000 tonnes au Japon et en Europe respectivement) (Daver & Trombino, 2007).

Les dernières années ont été difficiles pour l'industrie de la M/P alors que la demande de pièces d'acier en Amérique du Nord est passée du plus haut niveau atteint en 2004 de 431000 tonnes (Schaefer & Trombino, 2005) à son deuxième niveau le plus bas depuis 1998 en 2006 soit 377000 tonnes (Daver & Trombino, 2007). Parmi les principaux facteurs expliquant ce déclin, on note l'augmentation du prix des matières premières et la diminution des parts de marché des constructeurs américains en Amérique du Nord.

En effet, au cours des cinq dernières années, le prix de plusieurs matières premières utilisées soit pour la production de la poudre de base ou dans le mélange de poudre ont subi une augmentation significative, atteignant des niveaux jamais vus auparavant.

C'est ainsi que le prix de la ferraille (utilisé pour la production de poudre de fonte dans le procédé Domfer par exemple), du cuivre et du nickel ont plus que doublé au cours des cinq dernières années, tel qu'il est montré à la figure 1.1.

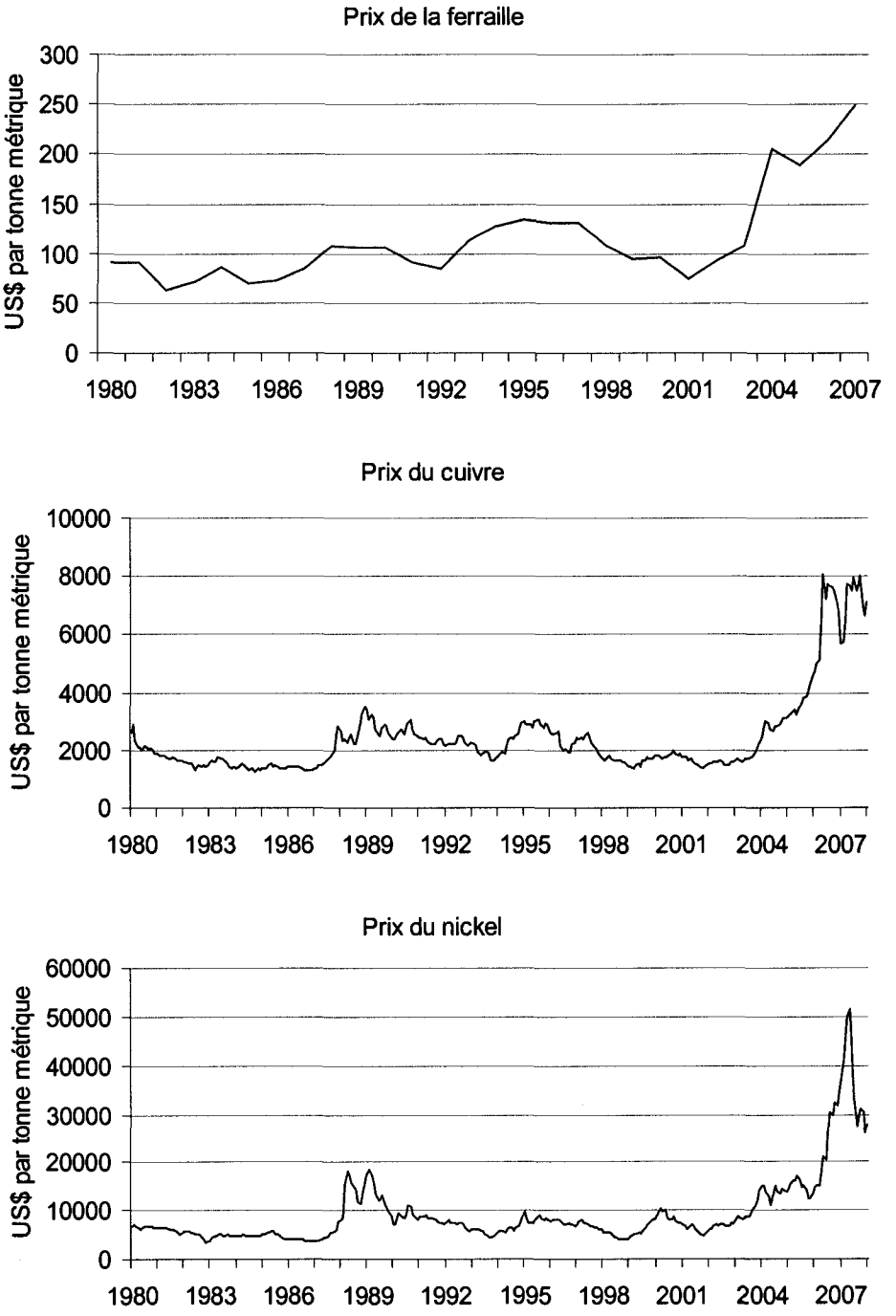


Figure 1.1 : Prix de matières premières 1980 – 2007 (d'après IMF, 2008; USGS, 2008)

Par ailleurs, le marché nord-américain a vu les parts de marché des principaux constructeurs américains (GM, Ford et Chrysler) baisser de façon significative au cours des dernières années au détriment des constructeurs japonais (principalement Toyota), tel qu'il est montré à la figure 1.2.

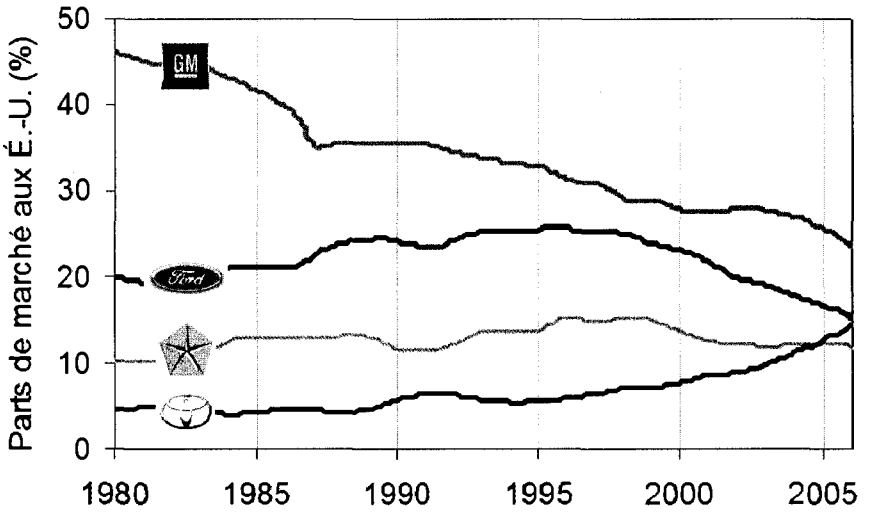


Figure 1.2 : Parts de marché aux États-Unis 1980 – 2007 (d'après Taylor, 2007)

L'impact de ces baisses de parts de marché sur la demande de pièces élaborées par M/P se comprend bien lorsque l'on constate que les véhicules américains ont en moyenne 19,5 kg (43 lbs) de pièces élaborées par M/P comparativement à environ 8,4 kg (18,5 lbs) pour les véhicules japonais.

Par ailleurs, un autre facteur contribuant à la diminution de la demande de pièces élaborées par M/P découle indirectement du prix du pétrole. L'augmentation du prix de l'essence au cours des dernières années a affecté de façon significative les ventes de véhicules lourds (les véhicules utilitaires, par exemple) au profit de plus petits véhicules moins énergivores. Selon Daver & Trombino (2006) les véhicules lourds contiennent en moyenne 5,5 kg (12 lbs) de plus de pièces élaborées par M/P par rapport aux petits véhicules.

Bref, l'industrie doit composer avec ce climat économique depuis quelques années et les producteurs de pièces cherchent avidement des solutions afin de parvenir à réduire les coûts de production.

Bien que la M/P soit un procédé d'élaboration de pièces près des cotes finales, il n'en demeure pas moins qu'un nombre important de pièces requièrent une ou plusieurs opérations d'usinage avant de pouvoir être utilisées en service. Par exemple, la présence de trous perpendiculaires à l'axe de pressage ou de filets sur le diamètre intérieur de trous sont des caractéristiques qu'il est impossible de générer lors du processus de pressage conventionnel. Ainsi, il est estimé que de 40 à 50 % des pièces élaborées par M/P requièrent une ou plusieurs opérations d'usinage (Salak, Selecka & Danninger, 2005).

Les coûts associés à l'usinage de telles pièces dépendent évidemment de la complexité des opérations d'usinage, de la dureté des pièces et de leur usinabilité. Bien que difficiles à chiffrer, les coûts directs associés à l'usinage sont souvent visés lors de l'application d'une politique de réduction des coûts. Ceci rend l'amélioration de l'usinabilité des pièces élaborées par M/P un domaine de recherche et développement très présent dans l'industrie et très pertinent dans le cadre d'études doctorales.

L'usinabilité ne peut généralement pas être caractérisée par un seul critère universel (Cook, 1975) car plusieurs critères peuvent être utilisés afin de quantifier l'usinabilité de différents matériaux pour les différentes opérations d'usinage (Reen, 1976; Bhattacharya, 1987; Boulger, 1990). Toutefois, plusieurs auteurs s'entendent généralement pour dire que l'usinabilité est la mesure de la facilité à usiner un matériau (Tipnis, 1975; Madan, 1991), bien que cette définition soit relativement élusive. Ainsi, la définition de l'usinabilité devrait idéalement contenir des notions de durée de vie de l'outil, de productivité et de coûts (Cadle, Bopp & Landgraf, 1998). Une telle définition reste toutefois difficile à appliquer dans la pratique, ce qui illustre l'importance de l'utilisation de critères servant à caractériser l'usinabilité.

Différentes méthodes existent afin d'améliorer l'usinabilité de pièces élaborées par M/P. La plus répandue consiste à ajouter divers additifs qui améliorent l'usinabilité de diverses façons. Ces additifs sont couverts en détail dans le chapitre portant sur l'usinage. L'usinabilité peut également être améliorée par d'autres moyens, notamment par la maîtrise de la microstructure. Par ailleurs, la présence de pores à l'intérieur des pièces mène à un comportement en usinage différent pour les pièces fabriquées par M/P par rapport aux pièces d'aciers corroyés. L'élimination de ces pores (par une augmentation de densité finale) devrait donc générer une amélioration de l'usinabilité.

Cet ouvrage représente la synthèse des travaux réalisés dans le cadre de mes études doctorales. Il a été tenté d'améliorer l'usinabilité de pièces élaborées par M/P de diverses façons, notamment à l'aide d'additifs améliorant l'usinabilité.

Le second chapitre de ce document présente tout d'abord une revue de la littérature portant sur la métallurgie des poudres, alors que le troisième chapitre présente une revue de la littérature portant sur l'usinage en général, tout en portant une attention particulière au domaine de la métallurgie des poudres. Le quatrième chapitre présente le frittage en phase liquide ainsi que le système Fe-C-P qui a été largement étudié. Le chapitre subséquent présente les aspects méthodologiques pertinents aux travaux effectués au cours de ce doctorat.

Les chapitres suivants présentent les résultats obtenus au cours de ce doctorat. Ainsi, le sixième chapitre rapporte les résultats de travaux effectués sur divers paramètres opérationnels entourant la caractérisation de l'usinabilité de pièces élaborées par M/P. Le septième chapitre porte sur les résultats obtenus lors d'études portant sur l'effet de divers additifs améliorant l'usinabilité. Le huitième chapitre rapporte les résultats obtenus dans les travaux portant sur l'élaboration d'un procédé de densification. Bien que des conclusions soient tirées tout au long de cet ouvrage, les contributions importantes sont synthétisées en fin de document.

De plus, un article a été rédigé au courant de la réalisation de ce doctorat. Il est présenté en annexe.

CHAPITRE 2 : REVUE DE LA LITTÉRATURE PORTANT SUR LA MÉTALLURGIE DES POUDRES

2.1 Obtention de pièces par métallurgie des poudres

L'élaboration de pièces d'acier par métallurgie des poudres est principalement constituée de quatre grandes étapes, soit 1) la production d'une poudre de base (de fer ou d'acier), 2) le mélange de la poudre de base et de différents additifs (par exemple : graphite, cuivre, lubrifiant, etc.), 3) le pressage d'un comprimé de dimensions près des cotes finales et 4) le frittage du comprimé selon un cycle thermique contrôlé. Subséquemment, diverses opérations secondaires peuvent être réalisées telles des opérations d'usinage ou divers traitements thermiques.

Les pièces obtenues par métallurgie des poudres possèdent une vaste gamme de propriétés selon leur composition chimique, leur densité, le cycle thermique lors du frittage, etc.

2.1.1 Production d'une poudre de base

Plusieurs méthodes physiques et chimiques sont disponibles afin de produire une poudre de base de fer ou d'acier. Les plus répandues sont celles d'atomisation, de broyage, de mécanosynthèse et de réduction des oxydes. Dans le cadre de ce doctorat, toutes les poudres étudiées et utilisées ont été produites par le procédé Domfer qui est un procédé hybride combinant une étape d'atomisation et une étape de réduction/décarburation. Tel qu'il sera décrit, ce procédé requiert principalement deux types de matières premières, soit de la ferraille et de l'oxyde de fer.

Le schéma du procédé Domfer est montré à la figure 2.1.

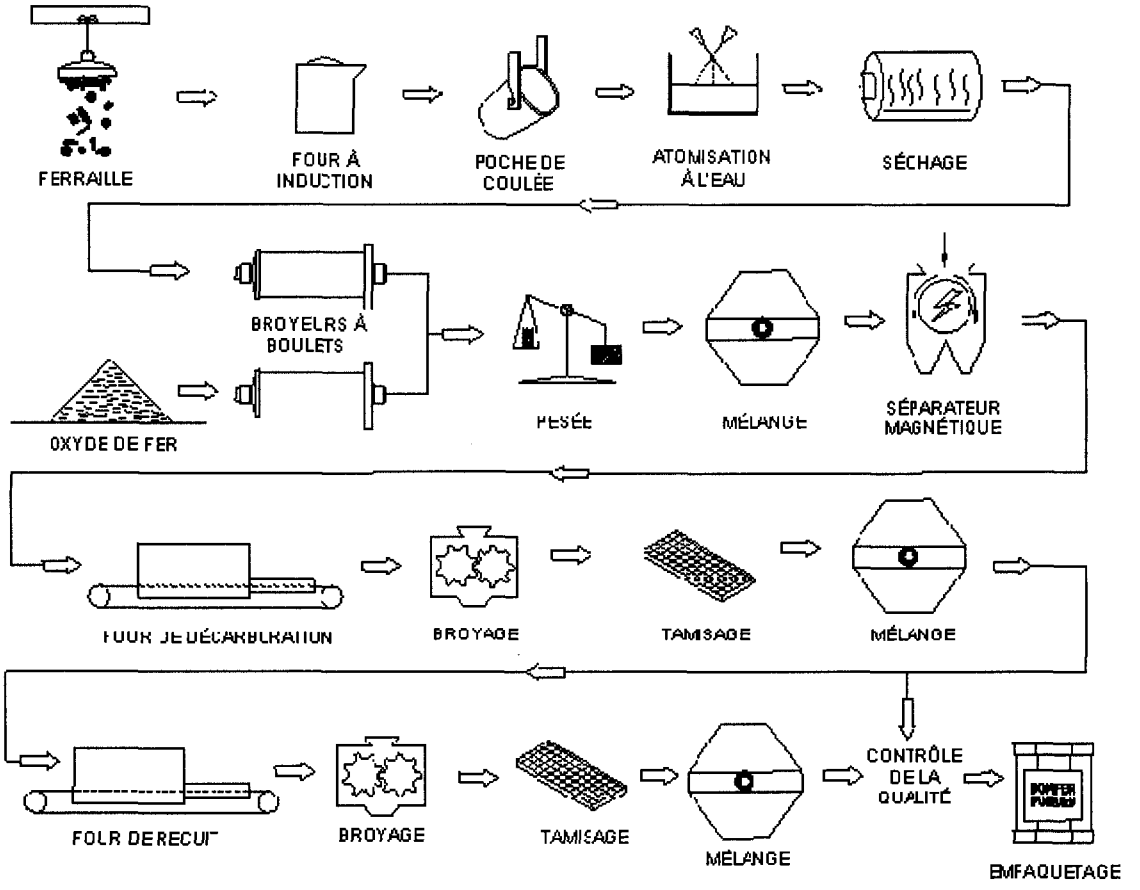


Figure 2.1 : Schéma du procédé Domfer

Plusieurs étapes sont requises afin de produire une poudre de fer par le procédé Domfer. La première étape consiste tout d'abord à la fusion de la ferraille dans un four à induction. L'ajout d'une source de carbone permet d'obtenir un bain liquide riche en carbone auquel il est possible d'ajouter les éléments d'alliage désirés dans la poudre finie (par exemple, Ni, Mo, MnS, etc.). On procède ensuite à l'atomisation de cette fonte liquide à l'aide de puissants jets d'eau. L'atomisation permet d'obtenir une poudre de fonte grossière qui est séchée et par la suite broyée à l'aide de broyeurs à boulets.

Parallèlement à l'étape d'atomisation, on procède au broyage mécanique d'une poudre constituée de divers oxydes ferreux (FeO, Fe_3O_4, Fe_2O_3). On se retrouve donc avec deux poudres de granulométries fines ; une poudre de fonte broyée riche en carbone et pauvre en oxygène et une poudre de d'oxyde de fer broyé riche en oxygène et pauvre

en carbone. On désire par la suite que le carbone de la poudre de fonte broyée réagisse avec l'oxygène de la poudre d'oxyde de fer pour produire une poudre à basses teneurs en carbone et en oxygène.

Ces poudres sont par la suite mélangées ensemble avant d'être amenées à haute température dans un four sous atmosphère contrôlée pendant l'étape dite de la réduction/décarburation. Une réaction chimique entre le carbone de la poudre de fonte et l'oxygène de la poudre d'oxyde de fer se produit afin d'obtenir une réduction de la teneur en oxygène de la poudre d'oxyde de fer et une décarburation du carbone de la poudre de fonte. Pour que cette réduction soit optimale, le mélange initial doit posséder un certain ratio %C/%O qui tient compte des teneurs respectives de carbone et d'oxygène des deux poudres.

Le produit obtenu est partiellement fritté en raison de la haute température utilisée lors de l'étape de la décarburation. On doit donc procéder à une nouvelle étape de broyage à l'aide de broyeurs à disques. L'écrouissage engendré par ce broyage rend toutefois la poudre peu compressible, ce qui peut être amélioré en effectuant un second passage au four à plus basse température cette fois ; il s'agit de l'étape du recuit. Cette étape confère à la poudre finie une bonne compressibilité, tout en permettant un ajustement final des compositions chimiques en carbone et en oxygène. À la sortie du four de recuit, le produit ne requiert qu'un broyage superficiel qui n'engendre pas d'écrouissage significatif de la poudre finie.

Une des caractéristiques du procédé Domfer est sa grande flexibilité qui permet l'obtention de poudres de compositions chimiques diverses, notamment au niveau des éléments d'alliage. À titre indicatif, les propriétés chimiques de certaines poudres de Domfer utilisées au cours des travaux de ce doctorat sont données au tableau 2.1.

Tableau 2.1 : Propriétés chimiques de certaines poudres de Domfer

Poudre	%O	%C	%S	%Mn
MP35	0,32	0,006	0,024	0,54
XP37HD	0,27	0,005	0,161	0,67
MP37R	0,31	0,008	0,236	0,78
MP37HD	0,31	0,012	0,243	0,73
MP37RS	0,36	0,006	0,382	0,62
MP39HC	0,36	0,54	0,025	0,54

2.1.2 Mélange

Il est très rare que la poudre obtenue à l'étape précédente soit utilisée seule (sans additif) afin d'élaborer des pièces métalliques. À la limite, il est possible d'utiliser la poudre de base avec comme seule addition un lubrifiant solide afin d'améliorer la compressibilité et de diminuer les forces d'éjection lors du pressage.

Dans la plupart des cas, la poudre de base est mélangée avec divers additifs afin d'obtenir un mélange de poudres contenant tous les ingrédients nécessaires afin d'obtenir la composition voulue. Plusieurs additifs sont utilisés dont les plus courants sont le graphite, le cuivre et des lubrifiants solides. Le graphite est évidemment ajouté comme source de carbone. L'addition de carbone permet de produire des pièces d'acier qui possèdent des propriétés mécaniques appréciables. Le cuivre est également ajouté dans une optique d'amélioration des propriétés mécaniques. En effet, comme la température de frittage conventionnelle (1120 °C) est supérieure à la température de fusion du cuivre (1084 °C), celui-ci crée une phase liquide qui améliore la qualité du frittage et pénètre dans la matrice afin de la durcir par solution solide.

Finalement, tel qu'il a été mentionné plus haut, on ajoute des lubrifiants solides afin d'aider lors de la compaction. Divers lubrifiants sont disponibles, les plus utilisés étant le stéarate de zinc (ZnSt), l'éthylène bis-stéaramide (EBS). Les lubrifiants sont des composés à bas points de fusion qui sont entièrement consommés lors du frittage. Leur

rôle se limite donc à l'étape de la compaction puisqu'ils ne sont plus présents aux hautes températures lors du frittage.

Plusieurs autres additifs peuvent être ajoutés selon les besoins ; pour améliorer l'autotrempabilité, des additions de Ni ou Mo sont courantes. Pour améliorer l'usinabilité, on peut procéder à l'addition de MnS, MoS_2, BN, etc. Par ailleurs, un ajout de Fe_3P peut être fait pour certaines applications magnétiques.

Les divers ingrédients d'un mélange sont pesés et insérés dans un mélangeur qui s'assure de rendre le mélange homogène et donc sans aucune ségrégation. Divers types de mélangeurs sont disponibles afin de remplir cette tâche, dont les mélangeurs double cône, les mélangeurs en V et les mélangeurs à lit fluidisé.

2.1.3 Compaction

L'étape de la compaction suit l'étape du mélange. Lors de cette étape, on crée un comprimé de composition homogène identique à celle du mélange. Il n'y a pas de liens métallurgiques de créés proprement dits, seulement des liens mécaniques entre les différentes particules de poudre.

De façon générale, la compaction est effectuée de façon uniaxiale, c'est-à-dire qu'une pression est appliquée sur le mélange de poudre dans une seule direction, à la verticale. La compaction se déroule ainsi en trois étapes successives, soit 1) l'insertion de la poudre dans la cavité de la matrice, 2) le déplacement de poinçons (supérieur(s) et possiblement inférieur(s)) causant la compaction et 3) l'éjection du comprimé par le déplacement du ou des poinçons inférieurs. Ces étapes sont schématisées à la figure 2.2.

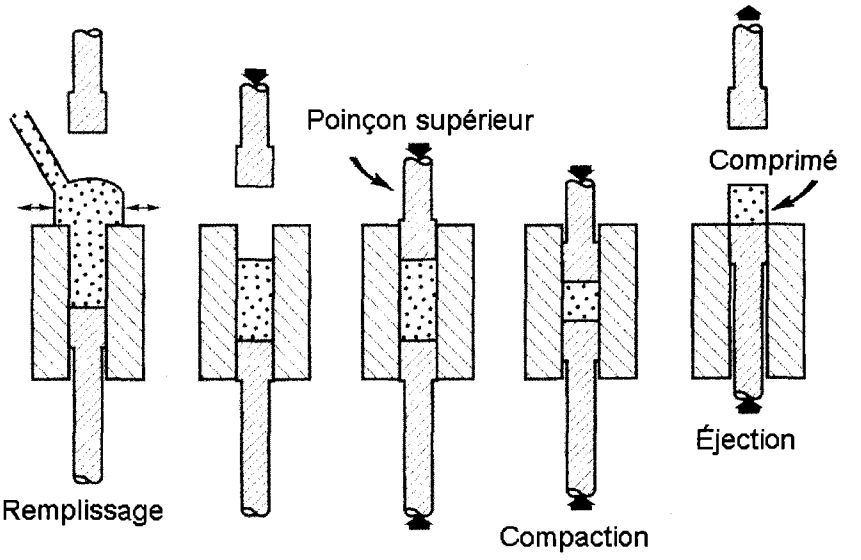


Figure 2.2 : Étapes de la compaction (d'après German, 1994)

Les pressions utilisées lors de la compaction varient de 276 à 828 MPa (20 à 60 tsi) selon la compressibilité du mélange et la densité finale désirée. Un mélange de poudre peut être caractérisé par une courbe de compressibilité qui donne la densité obtenue pour différentes pressions appliquées, tel qu'il est montré à la figure 2.3.

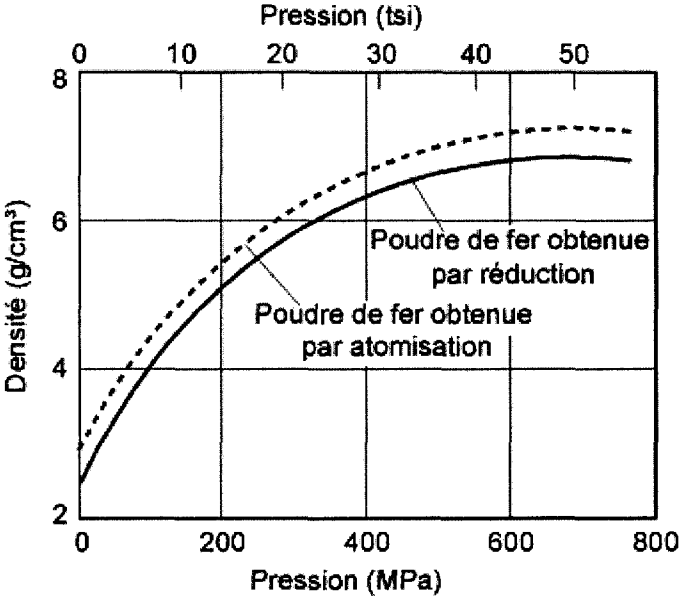


Figure 2.3 : Courbes de compressibilité (d'après German, 1998)

2.1.4 Frittage

Le frittage est l'étape critique pour l'obtention de la pièce finale car c'est au cours de celle-ci que se forment les liens métallurgiques entre les particules conférant à la pièce ses propriétés mécaniques.

Un cycle du frittage typique est divisé en trois sections, tel qu'il est montré à la figure 2.4.

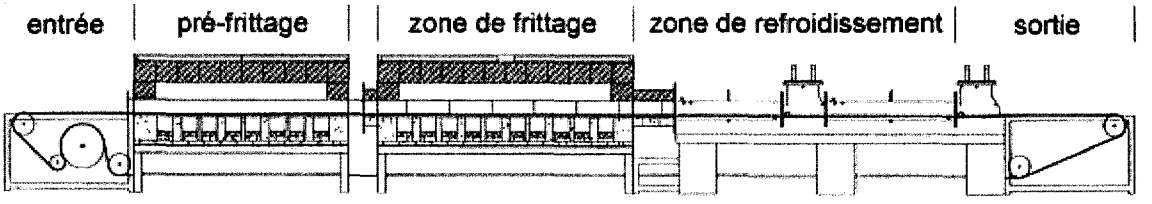


Figure 2.4 : Cycle de frittage (d'après Raffeinner, 1998)

La première étape dite de pré-frittage ou de délubrification permet l'élimination des lubrifiants pour des températures d'environ 450-625 °C. La seconde étape est celle du frittage proprement dit et s'effectue à des températures significativement plus élevées. La température de frittage typique rencontrée dans l'industrie est 1120 °C mais elle peut être plus ou moins élevée en fonction de la composition du mélange. Il est reconnu que des températures de frittage élevées mènent à de meilleures propriétés mécaniques. Les liens métallurgiques sont créés par la diffusion des espèces aux hautes températures rencontrées lors de cette étape.

La dernière étape du frittage est le refroidissement. Il s'agit d'une étape très importante, notamment pour les pièces autotrempantes. Pour ces pièces, la maîtrise du taux de refroidissement permet d'obtenir des microstructures sur mesure en déterminant la quantité de martensite présente dans la microstructure. Pour les pièces qui ne possèdent pas d'éléments d'alliage aidant à la trempabilité, le taux de refroidissement est moins critique, bien qu'il puisse affecter la finesse de la perlite et éventuellement l'usinabilité (Fulmer & Blanton, 1992).

Le frittage s'effectue toujours sous atmosphère contrôlée. Plusieurs atmosphères de frittage sont disponibles, notamment des atmosphères d'azote et d'hydrogène. Les teneurs en azote et en hydrogène des différentes atmosphères de frittage influencent la réduction d'oxydes présents dans les pièces et le taux de refroidissement. En effet, l'hydrogène possède une conductibilité thermique plus élevée ce qui peut mener à des taux de refroidissement plus élevés lorsque l'hydrogène est présent en plus grande quantité. Un taux de refroidissement plus rapide peut ainsi affecter significativement la microstructure des pièces et donc les propriétés mécaniques (Blais, Serafini & L'Espérance, 2005).

2.2 Opérations secondaires

Suite à l'étape de frittage, diverses opérations secondaires peuvent être effectuées sur les pièces, notamment des opérations d'usinage et des traitements thermiques.

Diverses d'opérations d'usinage sont pratiquées afin de modifier la géométrie ou le fini de surface des pièces. Les principales opérations d'usinage utilisées en métallurgie des poudres sont décrites dans la section 3.2.

Par ailleurs, plusieurs traitements thermiques sont utilisés afin de modifier la microstructure et les propriétés des pièces frittées. La précipitation secondaire de carbures lors d'un recuit ou le revenu de la martensite sur des pièces autotrempantes sont des exemples typiques de modification de la microstructure à l'aide de traitements thermiques.

Parmi les autres opérations secondaires applicables à la métallurgie des poudres et utiles pour l'amélioration de l'usinabilité, mentionnons l'infiltration au cuivre, l'imprégnation à l'huile et l'imprégnation à la résine. Ces opérations sont exclusives à la métallurgie des poudres puisqu'elles sont dédiées au remplissage de la porosité présente dans les pièces.

2.2.1 Infiltration au cuivre

L'infiltration au cuivre se fait au cours du frittage alors que des pastilles de cuivre sont positionnées sur ou sous les pièces à infiltrer. Au cours du frittage, l'atteinte de températures supérieures à la température de fusion du cuivre (1084 °C) permet la fusion des pastilles et la distribution du cuivre liquide dans toute la pièce sous l'action de forces capillaires. Le cuivre liquide peut ainsi remplir toute la porosité ouverte, ce qui mène à une amélioration directe des propriétés mécaniques et une augmentation de la dureté apparente des pièces. Les pièces ainsi infiltrées au cuivre possèdent notamment une excellente conductibilité thermique et des densités de l'ordre de 8,0 g/cm^3. La figure 2.5 montre une pièce infiltrée au cuivre à l'état poli.

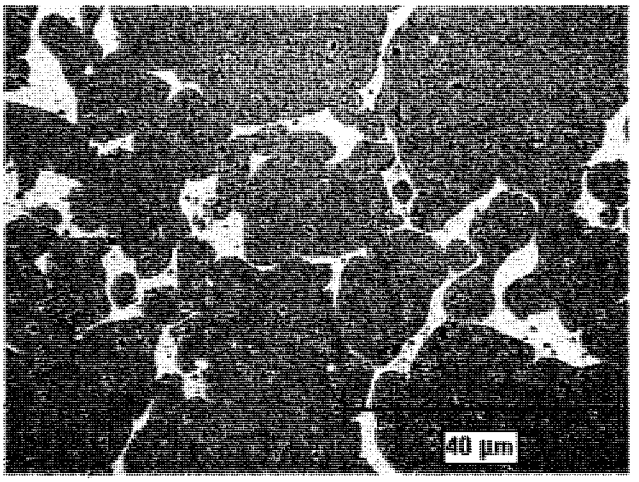


Figure 2.5 : Microstructure d'une pièce infiltrée au cuivre à l'état poli

2.2.2 Imprégnation à l'huile

L'imprégnation à l'huile est utilisée depuis plusieurs années notamment dans le cas de roulements dits auto lubrifiants (« self-lubricating bearings »). L'huile présente dans les pores permet une augmentation de la conductibilité thermique et une lubrification importante lors de la mise en service de pièces infiltrées. En effet, une pièce imprégnée mise en service libère une certaine quantité d'huile lors de l'échauffement de la pièce, dû à la dilatation thermique de celle-ci, ce qui lui procure une lubrification importante. Par la suite, une réduction de la température de la pièce annule l'effet de dilatation thermique et l'huile retourne à l'intérieur de la pièce. La présence d'huile est également favorable pour l'usinabilité puisque celle-ci procure une lubrification *in situ* lors du passage de l'outil dans la pièce. Ceci mène notamment à une réduction des forces de coupe, tel qu'il est montré à la figure 2.6 où l'effet de l'imprégnation à l'huile est montré pour différentes vitesses d'avance en tournage.

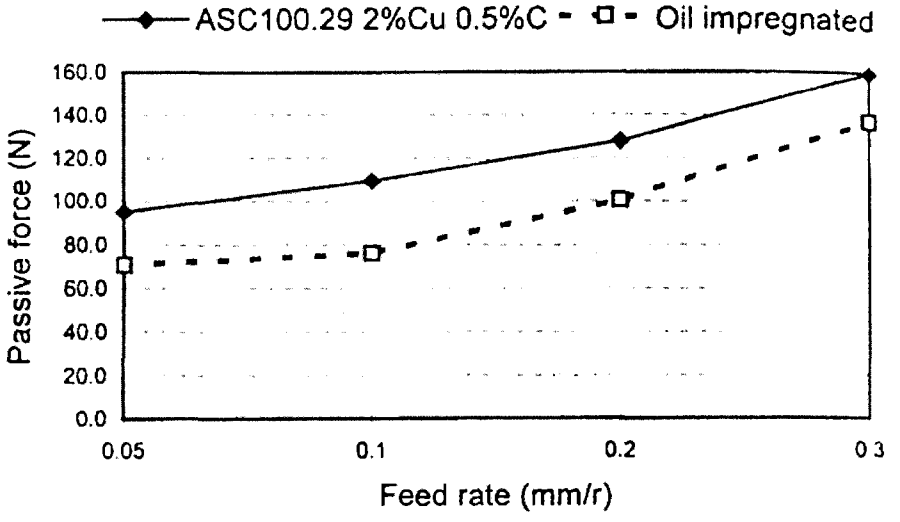


Figure 2.6 : Effet de l'imprégnation à l'huile pour différentes vitesses d'avance en tournage (Höganäs AB, 1998)

2.2.3 Imprégnation à la résine

L'imprégnation à la résine consiste au remplissage des pores à l'aide d'une résine polymérique. Bien que cette résine n'augmente pas la conductibilité thermique, le remplissage des pores reste favorable pour l'amélioration de l'usinabilité. En effet, le remplissage des pores mène à une réduction des forces de coupe pour diverses opérations d'usinage, ce qui est attribué à une diminution de la quantité de matière déformée dans la pièce lors du passage de l'outil (Salak, Selecka & Danninger, 2005). Il est également possible que les résines utilisées deviennent partiellement liquides aux hautes températures rencontrées lors de l'usinage, ce qui agirait comme lubrifiant entre l'outil et le copeau. De tels phénomènes n'ont toutefois pas pu être démontrés.

L'imprégnation à la résine peut augmenter de façon très significative le nombre de trous percés pour différents mélanges de poudres (Metal Powder Industries Federation, 2003). La durée de vie des outils s'en trouve améliorée, une augmentation de 1000 % de la durée de vie ayant été rapportée dans certaines conditions pour des pièces imprégnées à la résine (Imprex, 1988).

CHAPITRE 3 : REVUE DE LA LITTÉRATURE PORTANT SUR L'USINAGE DE PIÈCES ÉLABORÉES PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES

3.1 Introduction

L'ensemble des opérations qui consistent en un enlèvement de matière à l'aide d'un outil sont généralement regroupées sous le terme « usinage ». De nos jours, la majorité des produits métalliques élaborés à l'aide de différentes techniques (forgeage, moulage, etc.) requièrent des opérations secondaires dites de finition qui consistent en une ou plusieurs modifications de la géométrie ou de la surface du produit. La grande diversité d'opérations d'usinage requises nécessite différents procédés d'enlèvement de matière, dont certains sont plus courants que d'autres (notamment le tournage et le perçage).

Plusieurs procédés d'enlèvement de matière sont utilisés en fonction du type de modification à apporter à une pièce. Ainsi, chaque procédé d'usinage possède ses caractéristiques particulières. Toutefois, les notions régissant l'usinage sont conjointes à la plupart de procédés d'usinage, tels la formation de copeaux, les paramètres de coupe, les mécanismes d'usure, etc.

Cette section présente les grandes lignes du domaine de l'usinage en présentant les différents procédés d'usinage, les critères d'usinabilité, les mécanismes d'usure, les additifs améliorant l'usinabilité, les outils de coupe et leurs revêtements, etc. On traite également du domaine plus spécifique de l'usinage des pièces produites par le procédé de métallurgie des poudres, qui possède plusieurs similitudes et certaines différences avec l'usinage des pièces produites par métallurgie conventionnelle.

Parmi les nombreuses opérations d'usinage réalisées sur les pièces élaborées par M/P, les plus couramment répandues sont les opérations de perçage (~ 30 %), de tournage (~ 25 %) et d'alésage (~ 25 %) (Madan, 1995).

3.2 Principales opérations d'usinage

Les opérations d'usinage diffèrent dans leur manière de mettre en forme les matériaux mais certaines opérations sont assez semblables pour être réalisées sur la même machine-outil.

La plupart des procédés d'usinage sont étudiées en détail dans plusieurs ouvrages de la littérature (ASM International, 1989; Société Sandvik-Coromant, 2001; Kalpakjian, 2006; Stephenson & Agapiou, 2006). Cette section présente sommairement diverses opérations d'usinage parmi les plus répandues dans l'industrie, réalisées sur diverses machines-outils, notamment un tour, une perceuse et une fraiseuse.

3.2.1 Tournage (turning)

Le tournage est l'une des opérations d'usinage les plus répandues dans l'industrie. Le tournage s'effectue sur une pièce en rotation pour laquelle l'enlèvement de la matière se fait sous forme de copeaux, à l'aide d'un outil comportant une arête de coupe. L'outil se déplace dans un plan de travail passant par l'axe de rotation de la pièce.

On effectue les opérations de tournage sur un tour qui peut également être utilisé pour réaliser plusieurs autres opérations d'usinage tels le surfaçage (opération consistant à produire une surface plane par déplacement d'un outil perpendiculairement à l'axe du tour), le profilage (opération dans laquelle on utilise un dispositif de copiage pour obtenir une pièce ou un contour irrégulier), le perçage, etc.). La figure 3.1 illustre diverses opérations d'usinage pouvant être effectuées sur un tour.

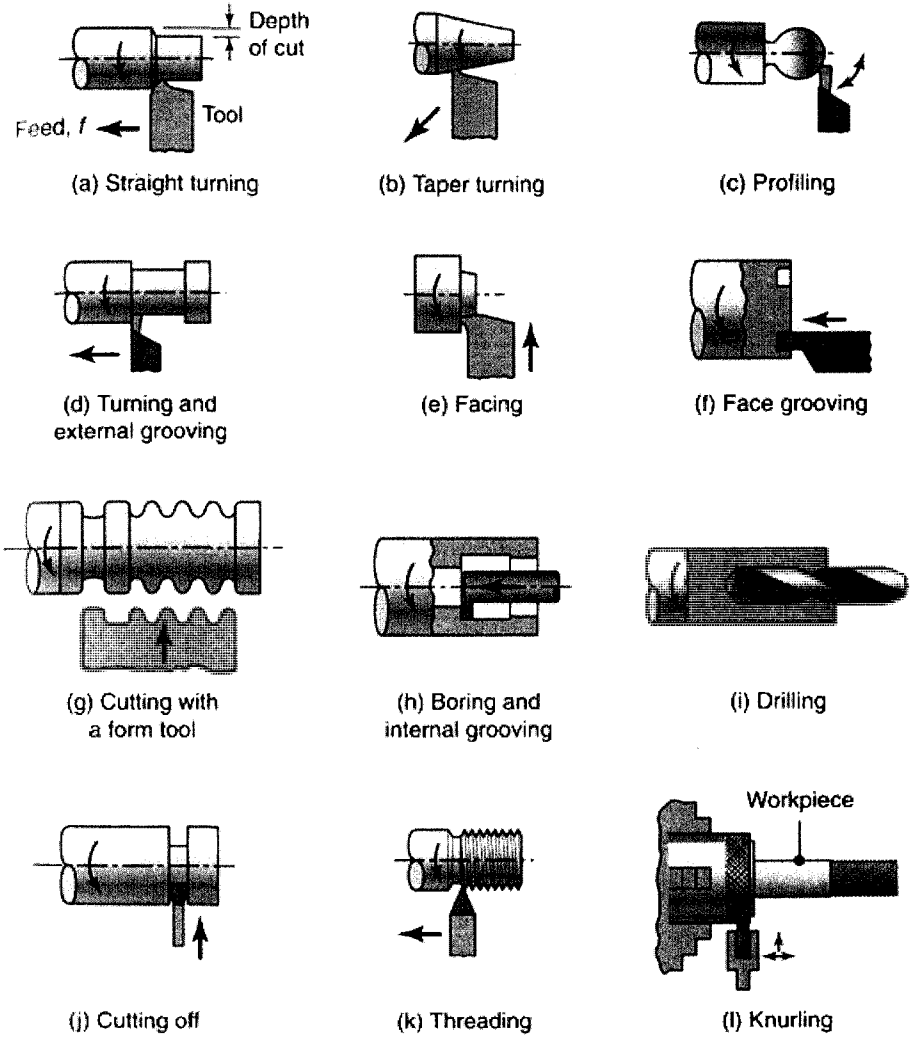


Figure 3.1 : Opérations pouvant être réalisées sur un tour (Kalpakjian & Schmid, 2006)

3.2.2 Filetage (threading) et Taraudage (tapping)

Les opérations de filetage et de taraudage correspondent à l'usinage de rainures hélicoïdales (filet) sur des pièces. Ainsi, le terme filetage s'emploie pour un filet extérieur et celui de taraudage pour un filet intérieur.

Le filetage se définit donc comme étant une opération de tournage consistant à creuser un filet extérieur le long d'une surface cylindrique. Le taraudage consiste quant à lui à usiner le filet intérieur dans laquelle doit se loger le filet extérieur de la pièce correspondante (vis ou tige filetée). L'outil utilisé pour les opérations de taraudage se nomme le taraud.

Le filetage et le taraudage peuvent également être effectués sur un tour.

3.2.3 Perçage (drilling)

Le perçage est également une des opérations d'usinage les plus répandues dans l'industrie. On définit le perçage comme étant un procédé d'usinage consistant à réaliser un trou cylindrique à l'aide d'un outil rotatif (foret ou mèche). Le perçage s'effectue généralement sur une perceuse à colonne ou sur un tour. Les copeaux générés par les opérations de perçage sont évacués par les flûtes présentes sur la mèche.

Le perçage effectué à l'aide de différents outils permet de générer des trous de différentes profondeurs et de différents finis de surface. Pour les opérations d'usinage requérant un fini de surface de qualité supérieure, des opérations d'alésage sont souvent réalisées.

3.2.4 Alésage (reaming/boring)

L'alésage consiste à agrandir un trou préalablement percé pour 1) en parfaire la forme et 2) le rendre propre à un ajustement de précision. L'alésage effectué au moyen d'un outil à aléser est l'équivalent du terme anglais « boring », alors que l'alésage effectué au moyen d'un alésoir est l'équivalent du terme anglais « reaming ».

Les opérations de perçage et d'alésage sont illustrées à la figure 3.2 qui contient également d'autres opérations d'usinage pouvant être réalisées sur une perceuse à colonne.

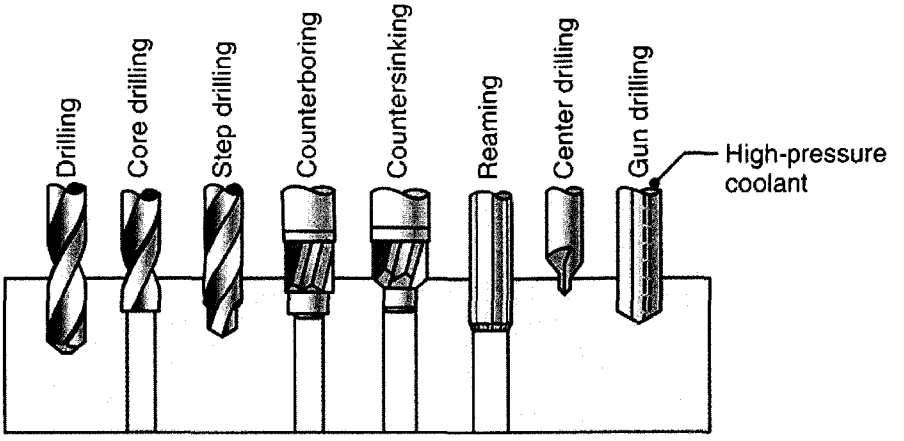


Figure 3.2 : Opérations pouvant être réalisées sur une perceuse à colonne (Kalpakjian & Schmid, 2006)

3.2.5 Fraisage (milling)

Le fraisage est une opération d'usinage pour laquelle l'outil est animé d'un mouvement de coupe circulaire et la pièce d'un mouvement d'avance quelconque. L'axe de rotation du mouvement de coupe conserve sa position par rapport à l'outil indépendamment du mouvement d'avance. Au cours de ce procédé, l'enlèvement de copeaux est effectué à l'aide d'un outil tournant à plusieurs tranchants (fraise). Le mouvement de coupe et le mouvement d'avance sont assurés soit par l'outil pour le mouvement de coupe et par la

pièce pour le mouvement d'avance. Des exemples du procédé de fraisage sont montrés à la figure 3.3.

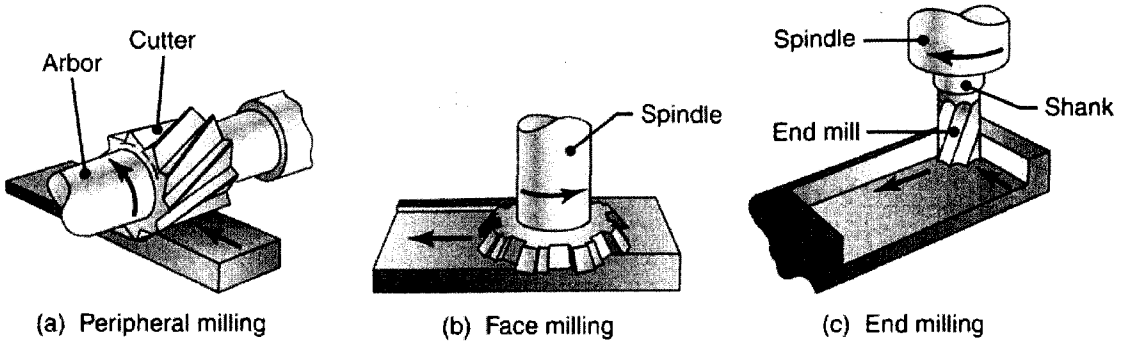


Figure 3.3 : Opérations de fraisage (Kalpakjian & Schmid, 2006)

3.2.6 Brochage (broaching)

Le brochage est une opération d'usinage pour laquelle on utilise un outil possédant plusieurs arêtes de coupe, placées les unes derrière les autres, qui enlèvent chacune un copeau mince, dans un mouvement rectiligne de l'outil. Ce procédé est illustré à la figure 3.4.

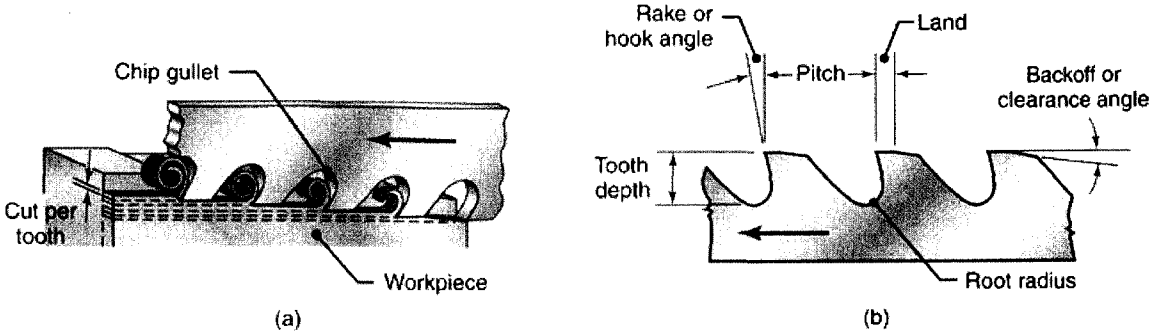


Figure 3.4 : Opérations de brochage (Kalpakjian & Schmid, 2006)

Plusieurs autres procédés d'usinage sont présents dans l'industrie dans le but de mettre en forme et de parfaire les dimensions d'une pièce. Les procédés d'usinage présentés ici font tous appel à un enlèvement de matière à l'aide d'un outil et partagent les mécanismes régissant la formation des copeaux et les mécanismes d'usure.

3.3 *Usure des outils*

Lors de l'usinage, l'usure des outils se fait généralement de façon progressive à mesure que le temps ou la quantité de matière enlevée augmente. On remarque typiquement que l'usure prend la forme des courbes présentées à la figure 3.5. Cette figure montre l'évolution de l'usure en fonction du temps pour différentes vitesses de tournage.

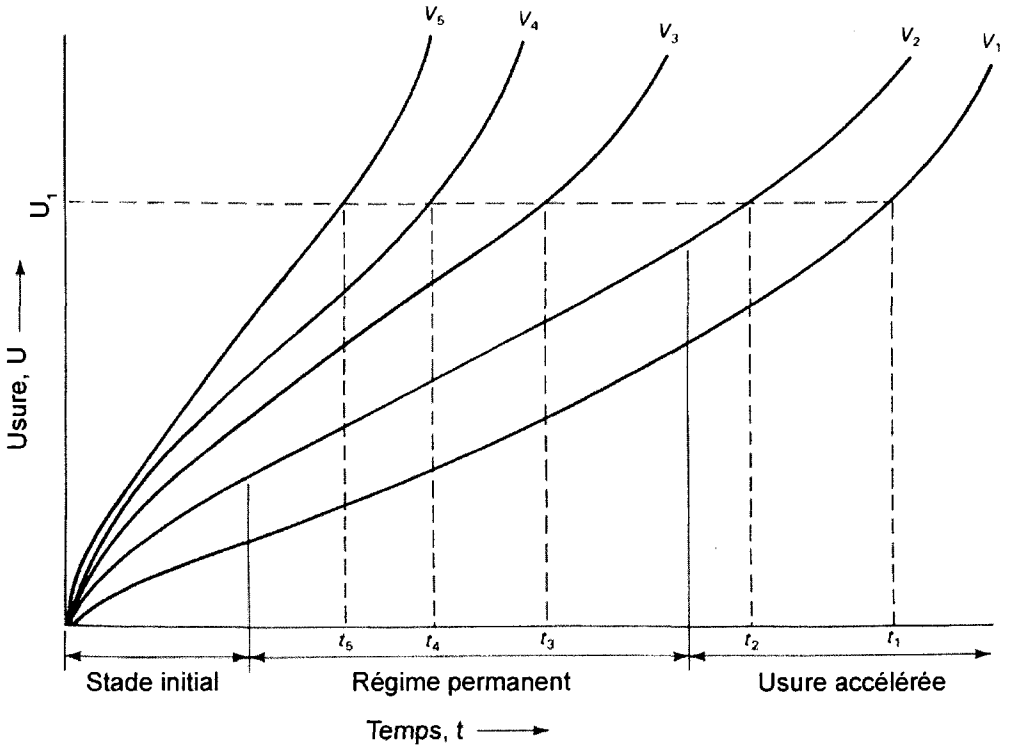


Figure 3.5 : Évolution de l'usure en fonction du temps (d'après Kendall, 1989)

La courbe de l'usure en fonction du temps a été modélisée par Taylor (1907) selon l'équation :

$$V t^n = C \qquad \text{(Équation 1)}$$

où V est la vitesse de coupe
t est le temps
n et C sont des constantes

On peut distinguer sur cette courbe trois stades différents menant ultimement à la défaillance de l'outil. Le premier stade est celui de l'usure initiale qui est généralement de courte durée. L'usure augmente rapidement mais se stabilise bientôt pour laisser place au deuxième stade, celui de l'usure en régime permanent. Durant ce stade, l'usure augmente de façon progressive et ce stade peut être de très longue durée, selon le matériau usiné, l'outil utilisé et les paramètres d'usinage. Ce stade est caractérisé par la pente plus ou moins élevée qui peut être utilisée comme critère d'usinabilité (voir section 3.7.2).

Le troisième et dernier stade est celui de l'usure accélérée ou catastrophique. Ce stade peut également être de courte durée car l'usure augmente très rapidement jusqu'au bris de l'outil. On essaie généralement de changer l'outil avant d'atteindre ce troisième stade afin d'éviter la rupture des outils de coupe en cours d'usinage.

3.4 Mécanismes d'usure

L'usure des outils se fait selon différents mécanismes qui interviennent selon différents facteurs. Il convient donc de distinguer les différents mécanismes responsables de l'usure, ainsi que les types d'usure rencontrés lors de l'usinage. Les principaux mécanismes d'usure sont bien décrits dans la littérature (Kendall, 1989; Leroy, 1993; Stephenson & Agapiou, 2006) et ils sont résumés ici. Les différents mécanismes d'usure mènent à différents types d'usure sur les outils de coupe qui sont quant à eux présentés à la section 3.4.7.

3.4.1 Usure par abrasion

Ce mécanisme d'usure est rencontré lorsque la matière enlevée de la pièce entre en contact avec l'outil et où il se produit de l'abrasion. Ce mécanisme est surtout important lorsque différentes particules dures (oxydes, carbures) sont présents dans la pièce. L'usure par abrasion est principalement responsable de l'usure frontale, de l'usure par encoche et de l'usure du bec (voir section 3.4.7).

3.4.2 Usure par adhésion

Ce mécanisme d'usure se produit lorsque de petites particules de l'outil adhèrent aux copeaux formés à cause des forces de friction rencontrées. Ces particules sont ensuite arrachées de l'outil lorsque le copeau quitte l'interface. L'usure par adhésion est surtout responsable de l'usure par formation de cratères (voir section 3.4.7).

De plus, mentionnons qu'une usure par adhésion importante peut survenir lorsqu'il y a présence d'une arête rapportée (« built-up edge », en anglais). Ces arêtes rapportées sont surtout présentes lors de l'usinage de matériaux à faible dureté et à de faibles vitesses de coupe. On note généralement la présence de ce mécanisme d'usure aux vitesses inférieures à 50 m/min (Leroy, 1984).

3.4.3 Usure par diffusion

L'usure par diffusion se produit lorsqu'il y a interdiffusion de certains éléments de l'outil et des copeaux formés lors de l'usinage. Cette diffusion a comme conséquence un affaiblissement de la surface de l'outil pouvant mener à de l'usure par formation de cratères. Ce mécanisme d'usure est d'autant plus présent avec une augmentation de la

température, donc avec une augmentation des vitesses de coupe. Par ailleurs, ce mécanisme est très sensible à la solubilité des éléments de l'outil dans la pièce à usiner.

3.4.4 Oxydation

Un phénomène d'oxydation peut se produire si l'outil (notamment les liants utilisés lors de l'élaboration) réagit avec l'oxygène lors de l'usinage. Cette oxydation peut mener à de l'usure par encoche. L'oxydation de la pièce est aussi possible, ce qui peut générer des particules d'oxydes dans la pièce et par conséquent mener à une augmentation de l'usure par abrasion.

3.4.5 Usure chimique ou corrosion

Des réactions chimiques sont souvent possibles entre la pièce, l'outil et le fluide de coupe. Ces réactions peuvent augmenter l'usure frontale ou l'usure par formation de cratères (voir section 3.4.7). Ce mécanisme d'usure est plus susceptible d'être rencontré lors de l'usinage de matériaux plus réactifs, tels les alliages de titane.

3.4.6 Adoucissement thermique

Lors de l'usinage, des températures très élevées peuvent être rencontrées à l'interface copeau/outil (tel qu'il est montré à la section suivante). Cette augmentation de température rencontrée pour un long intervalle de temps peut faire diminuer la dureté et les propriétés mécaniques (adoucissement thermique) de l'outil utilisé. Cet adoucissement thermique peut mener à une augmentation de l'usure par abrasion et de l'usure par diffusion, pouvant mener à une déformation plastique de l'outil.

3.4.7 Types d'usure

Tel qu'il a été mentionné, ces différents mécanismes d'usure mènent à divers types d'usure. Les principaux types d'usure sont donnés ici sont illustrés à la figure 3.6.

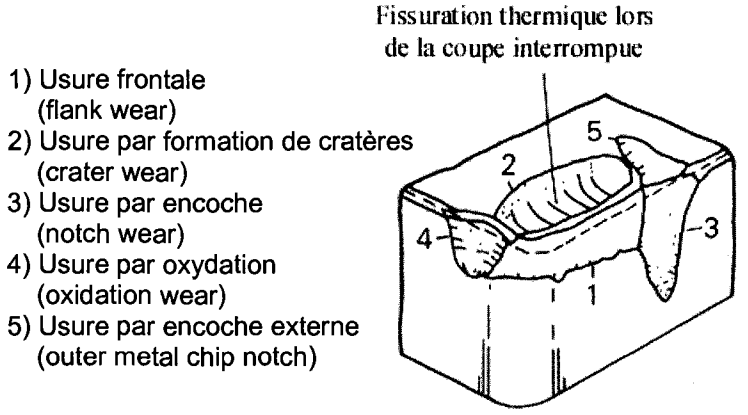


Figure 3.6 : Principaux types d'usure (d'après Kendall 1989)

La présence de ces différents types d'usure dépend donc des mécanismes présentés précédemment. De même, la présence de ces mécanismes dépend du matériau usiné, des outils utilisés, de l'opération d'usinage et des paramètres de coupe. D'autres types d'usure ne sont pas montrés sur la figure 3.6, telle l'usure par déformation plastique et l'usure par fatigue.

3.5 Formation des copeaux

Lors de la coupe, l'outil déforme une certaine quantité de matière qui se sépare de la pièce sous forme de copeaux. La formation des copeaux lors des différentes opérations d'usinage est un phénomène complexe qui dépend de plusieurs facteurs, notamment la nature du matériau, le procédé d'usinage et les paramètres de coupe. La morphologie des copeaux varie beaucoup en fonction de ces différents facteurs, tel qu'il est montré à la figure 3.7.

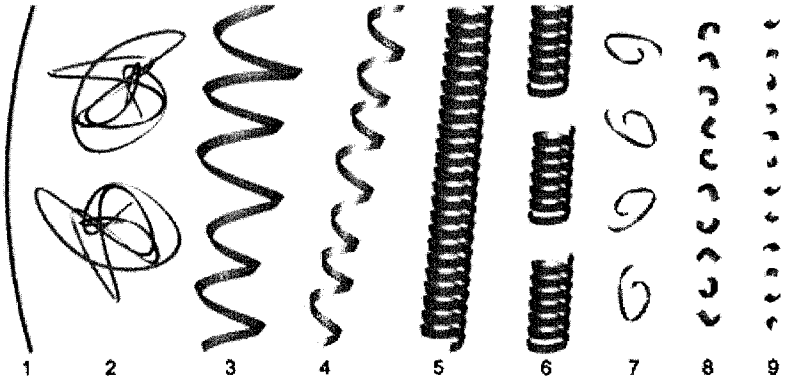


Figure 3.7 : Types de copeaux (Dormer, 2005)

Pour les métaux, la naissance du copeau se situe dans la zone de cisaillement primaire, tel qu'illustré à la figure 3.8. Dans la zone de cisaillement primaire, le taux de déformation est très élevé, ce qui génère une quantité importante de chaleur qui est transmise à la pièce, à l'outil et surtout aux copeaux (Felder, 1997).

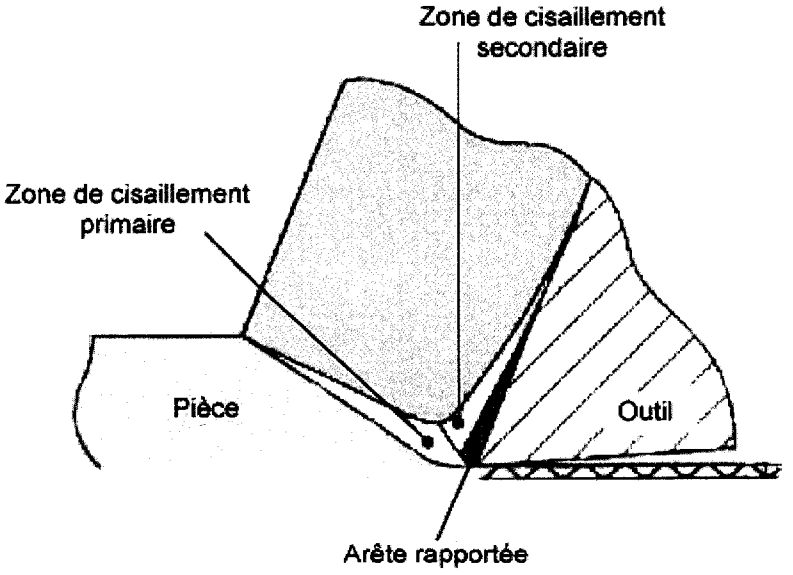


Figure 3.8 : Zones de cisaillement primaire et secondaire (d'après Felder, 1997)

Une zone de cisaillement secondaire est également présente dans le cas où il y a frottement entre le copeau et l'outil qui mène à une déformation plastique dans le copeau. Cette zone de cisaillement secondaire est située à la base de l'interface entre

le copeau et l'outil. Dans certains cas, cette déformation plastique mène à la rupture du copeau, ce qui peut mener à la formation d'un dépôt de matière sur l'outil de coupe qui se nomme arête rapportée. Une arête rapportée est donc une fraction de matière provenant de la pièce qui adhère à l'outil pendant la coupe.

Selon les paramètres de coupe utilisés et la nature du matériau usiné, l'arête rapportée peut être stable ou instable. Une arête rapportée stable peut être considérée favorable pour l'usinabilité car elle agit en fait comme une couche protectrice à la surface de l'outil. Par ailleurs, une arête rapportée instable est considérée comme étant nuisible à l'usinabilité car son caractère instable mène à un moins bon fini de surface et une usure accélérée de l'outil de coupe. En effet, une arête rapportée instable se détache constamment de l'outil en emportant des petites quantités de matière en surface de l'outil (usure par adhésion) (Trent, 1977), accélérant l'usure de l'outil.

3.6 Chaleur générée lors de la coupe

La chaleur générée lors des opérations de coupe est un paramètre très important en usinage. Une augmentation de la température peut mener à une augmentation importante de l'usure de l'outil et ainsi à une diminution importante de la durée de vie de l'outil.

Deux principaux facteurs génèrent une grande quantité d'énergie lors de la coupe, soit la déformation plastique du copeau et la friction entre la pièce et l'outil. La majorité de cette énergie se transforme en chaleur qui est évacuée par le copeau (75 %), la pièce (5 %) et l'outil (20 %) (Kronenberg, 1966).

Il y a trois sources principales de génération de chaleur lors de la coupe avec un outil parfaitement aiguisé soit 1) la déformation plastique dans la zone de cisaillement primaire, 2) la déformation plastique dans la zone de cisaillement secondaire et 3) la friction à l'interface située entre le copeau et l'outil (voir figure 3.8). Dans le cas où un

outil au bout arrondi est utilisé, une quantité de chaleur sera également générée par friction à l'interface entre l'outil et la pièce.

Le profil de température dans l'outil, le copeau et la pièce peut être mesuré à l'aide de thermocouples placés à des endroits stratégiques. De telles mesures ont été effectuées (Vieregge, 1970) et un profil typique de température rencontré lors de la coupe est montré à la figure 3.9.

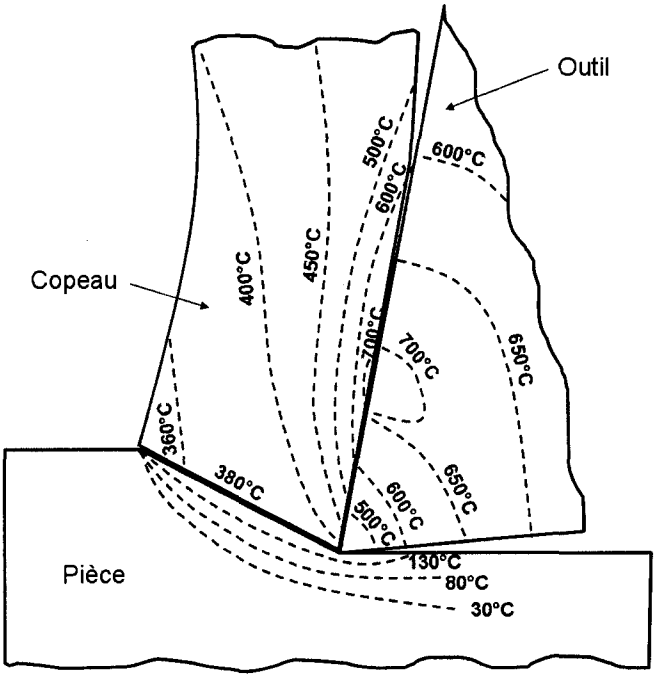


Figure 3.9 : Profil de température à l'interface copeau/outil lors de la coupe (d'après Vieregge, 1970)

Tel qu'il est montré à la figure 3.9, la température peut être très élevée dans l'outil de coupe, ce qui peut mener à certains mécanismes d'usure décrits à la section 3.4. Grâce aux thermocouples insérés dans l'outil et la pièce, il est possible de prédire les températures rencontrées lors de l'usinage pour différentes conditions d'usinage (Lazoghu et Altintas 2002), rendant possible l'optimisation du choix des outils de coupe pour différents matériaux.

Plus récemment, il a été montré que l'utilisation de caméras infrarouges permet également de mesurer les températures générées lors de la coupe (Miller, Mulholland

& Anderson, 2003). Qui plus est, Narayanan, Krishnamurthy, Hwang, Madhavan, Chandrasekar & Farris (2001) ont réussi à effectuer des mesures de la température à l'interface même entre le copeau et l'outil à l'aide d'un outil transparent et d'une caméra infrarouges.

3.7 Critères d'usinabilité

Les critères les plus fréquemment utilisés dans la caractérisation de l'usinabilité sont donnés ici.

3.7.1 Usure de l'outil ou durée de vie de l'outil

L'usure de l'outil de coupe est évidemment un des critères les plus pertinents à utiliser afin de caractériser l'usinabilité. Pour une même opération d'usinage et pour de mêmes conditions d'usinage (vitesse de rotation, vitesse d'avance, etc.), on trouve que l'usinabilité d'un matériau est meilleure qu'un autre si l'usure est plus faible pour une quantité donnée de matière enlevée.

La mesure de l'usure de l'outil peut être complexe et peut requérir de l'équipement particulier (microscopes optiques ou électroniques, système d'analyse d'image, etc.). Pour ces raisons, l'usure de l'outil n'est pas toujours un critère facile à mesurer.

La mesure de la durée de vie de l'outil consiste à réaliser des essais d'usinage jusqu'à ce que l'usure atteigne une valeur fixée ou jusqu'à ce que la rupture de l'outil survienne (Sanderow, Spirko & Corrente, 1997). L'inconvénient de l'utilisation de ce critère est que les essais peuvent être très longs en présence de matériaux possédant une excellente usinabilité.

3.7.2 Forces de coupe ou consommation d'énergie

Les forces requises pour réaliser les opérations d'usinage sont généralement une indication de l'usure de l'outil. En effet, plus l'usure de l'outil est grande, plus les forces requises pour usiner le matériau sont grandes. Les mesures de force ou de consommation d'énergie sont généralement faciles à faire et peuvent donner rapidement une indication préliminaire de l'usinabilité relative de deux matériaux. Sur une courbe d'usinabilité, la consommation d'énergie peut être évaluée en regardant l'aire sous la courbe, qui est donc fonction de la force et de la pente de la courbe, tel qu'illustré à la figure 3.10.

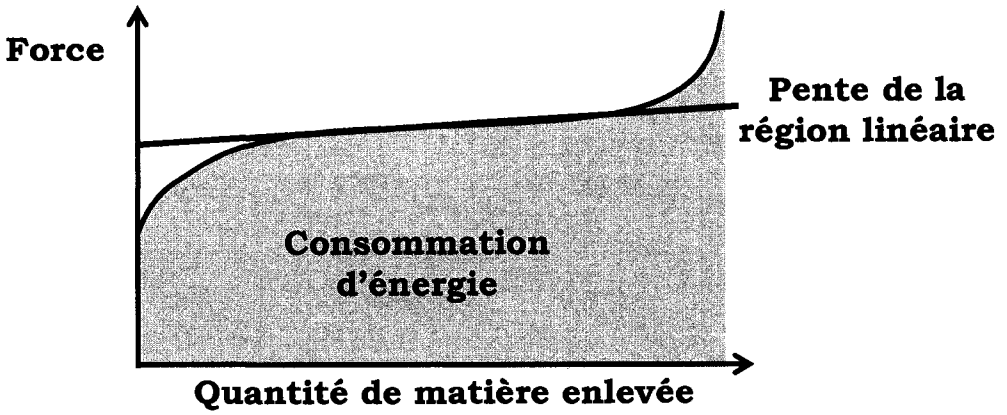


Figure 3.10 : Schéma de la consommation d'énergie

3.7.3 Morphologie des copeaux

Généralement, on considère qu'un matériau qui génère des copeaux courts lors de différentes opérations d'usinage s'usine mieux qu'un matériau qui génère des copeaux longs (Trent, 1977). En effet, les copeaux courts sont plus faciles à évacuer, ce qui peut mener à un meilleur enlèvement de la matière près de l'interface copeau/outil. Par ailleurs, les copeaux longs et continus peuvent être difficiles à évacuer et peuvent nuire à la qualité de l'usinage en venant se déposer à l'endroit de la coupe.

La morphologie des copeaux est entre autres déterminée par la ténacité des matériaux, alors qu'un matériau possédant une plus faible ténacité génère des copeaux courts en facilitant la formation de fissures dans la zone de déformation primaire lors de la coupe, ce qui est désiré (Mills & Redford, 1983). Il faut toutefois noter que les paramètres d'usinage (notamment la vitesse d'avance) ont également un impact important sur la morphologie des copeaux.

3.7.4 Qualité du fini de surface

La qualité du fini de surface est généralement caractérisée en mesurant la rugosité de surface après usinage (Smith, 1990). Le fini de surface devient donc une indication de l'usinabilité lorsqu'on compare deux matériaux usinés avec les mêmes conditions d'usinage. Le matériau montrant le meilleur fini de surface est considéré comme étant celui qui possède la meilleure usinabilité.

Selon Shareef & Boswell (1997), la mesure de la qualité du fini de surface semble difficile pour des pièces élaborées par M/P. En effet, en raison de la porosité présente dans les pièces (et incidemment de la taille des pores), on parvient difficilement à quantifier l'état de surface de pièces usinées. Toutefois, l'imprégnation de telles pièces permet de bien quantifier l'effet des paramètres d'usinage sur le fini de surface, les pores étant cette fois remplis.

3.7.5 Température lors de l'usinage

Lorsqu'on compare deux matériaux, on considère que l'usinabilité est meilleure pour le matériau qui génère de plus faibles températures lors de la coupe et ce, pour des conditions d'usinage identiques. En effet, comme certains mécanismes d'usure sont

reliés à la température, une hausse de la température à l'interface outil/copeau peut mener à une hausse de l'usure de l'outil, et donc à une moins bonne usinabilité.

La mesure de la température à l'interface copeau/pièce n'est toutefois pas chose facile, bien qu'elle puisse être effectuée à l'aide de thermocouples (Bono & Ni, 2002). Un profil de température dans l'outil, la pièce et le copeau lors de la coupe est montré à la figure 3.9.

3.7.6 Propriétés physiques et mécaniques

Les propriétés physiques et mécaniques peuvent être une indication de l'usinabilité des matériaux, alors qu'on considère généralement que l'usinabilité sera meilleure pour des matériaux possédant, par exemple, une bonne conductibilité thermique, une faible limite d'élasticité et une faible dureté (Mills & Redford, 1983).

Henkin & Datsko (1963) ont élaboré une relation reliant l'usinabilité (par l'entremise de la vitesse de coupe pour une durée de vie de l'outil de 60 min, V_{60}) à certaines propriétés telles la dureté Brinell (H_B), la conductibilité thermique (B), la longueur de coupe (L) et la réduction de section d'une éprouvette lors d'un essai de traction (A_r). Cette relation est montrée à l'équation 2.

$$V_{60} \propto \frac{B}{LH_B}\left(1-\frac{A_r}{100}\right)^{1/2} \qquad \text{(Équation 2)}$$

Cette relation est valide pour les matériaux d'une même famille et il n'est donc pas possible de comparer les résultats obtenus pour les aciers avec ceux obtenus pour les alliages d'aluminium par exemple. Néanmoins, on perçoit bien la relation entre certaines propriétés caractéristiques des matériaux et l'usinabilité.

Ainsi, les matériaux possédant une plus faible dureté s'usinent généralement mieux que les matériaux possédant une dureté élevée. La microstructure des matériaux est toutefois critique car deux matériaux peuvent posséder une dureté macroscopique semblable alors que la microdureté de leurs différents constituants microscopiques respectifs peut être significativement différente, ce qui peut avoir un impact important sur l'usinabilité (Blais, Lapointe, L'Espérance, Boilard & Boisvert, 2006).

Par ailleurs, une conductibilité thermique supérieure améliore l'usinabilité en évacuant la chaleur plus rapidement, ce qui mène à de plus faibles températures à l'interface copeau/outil et permet ainsi l'augmentation de la vitesse de coupe pour une durée de temps d'usinage donnée (Mills & Redford, 1983).

De plus, tel qu'il a été mentionné à la section 3.7.3, on considère que des matériaux possédant une faible ténacité possèdent une bonne usinabilité puisque la formation de fissures menant à la formation de copeaux est facilitée (Mills & Redford, 1983).

En somme, bien que les propriétés physiques et mécaniques des matériaux puissent fournir une indication de l'usinabilité, on considère que la microstructure est d'abord et avant tout responsable de la détermination de l'usinabilité.

3.8 Usinabilité des différents matériaux

L'usinabilité des différents matériaux varie de façon considérable, tout comme les propriétés mécaniques varient d'un système métallique à un autre. Tel qu'il a été décrit à la section 3.7.6, il est difficile de comparer les différentes classes de matériau en raison des différences dans les propriétés physiques et mécaniques de ceux-ci.

Toutefois, l'usinabilité est toujours reliée à la microstructure et l'influence des différents constituants microstructuraux doit toujours être prise en compte.

L'usinabilité des différents constituants microstructuraux des aciers est présentée sommairement ici, et l'usinabilité de pièces élaborées par M/P est ensuite examinée dans le détail.

3.8.1 Les aciers

Les propriétés des aciers peuvent varier beaucoup selon leur composition chimique et leur microstructure, ce qui fait en sorte que leur usinabilité peut également varier beaucoup. L'effet des principaux constituants microstructuraux des aciers sur l'usinabilité est donné ici.

- La ferrite est généralement considérée comme possédant une mauvaise usinabilité en raison de sa faible dureté (environ 135 à 180 HV) qui mène à la formation d'arêtes rapportées et à un mauvais fini de surface (Finn, 1989). La ferrite peut adhérer à l'outil lors de la coupe, rendant difficile l'évacuation des copeaux (Mills & Redford, 1983).

- La perlite possède généralement une bonne usinabilité qui provient de l'alternance entre les lamelles de ferrite et de cémentite (Höganäs AB, 1998). La dureté de la perlite dépend généralement de l'espacement entre les lamelles de ferrite et de cémentite (de 200 à 350 HV), ce qui peut influencer l'usinabilité de façon significative (Fulmer & Blanton, 1992). De plus, l'usinabilité peut être améliorée par un traitement de sphéroïdisation de la perlite.

- La bainite et la martensite sont des constituants microstructuraux qui possèdent une dureté plus élevée que la perlite (450 à 700 HV pour la bainite et jusqu'à 850 HV pour la martensite) et possèdent donc une moins bonne usinabilité. La martensite doit souvent subir un revenu afin de diminuer sa dureté et d'améliorer son usinabilité (Finn, 1989).

- La cémentite est la phase la plus dure rencontrée dans les aciers (environ 1500 HV), et donc la phase la moins favorable à l'usinabilité (Finn, 1989).

Évidemment, la présence d'éléments d'alliage (Mo, Ni, Cu, etc.) et de particules de seconde phase (carbures, oxydes, sulfures, etc.) peut influencer significativement le comportement en usinage des différents constituants microstructuraux des aciers. De plus, certains additifs peuvent être utilisés afin d'améliorer l'usinabilité. L'effet de tels additifs est traité à la section 3.9.

3.8.2 Usinabilité de pièces élaborées par métallurgie des poudres

Les pièces fabriquées par M/P ont un comportement en usinage différent des pièces d'acier corroyé pour différentes raisons (Agapiou & De Vries, 1988). Ainsi, on considère généralement que la porosité inhérente au procédé de M/P est en grande partie responsable de cette différence (Salak, Selecka & Danninger, 2005). Toutefois, on considère que trois théories sont généralement avancées afin d'expliquer la moins bonne usinabilité de pièces élaborées par M/P, soit :

- Théorie de la coupe interrompue ;
- Théorie de la conductibilité thermique ;
- Théorie des particules dures.

Ces trois théories n'expliquent pas à elles seules la moins bonne usinabilité des pièces élaborées par M/P (Causton, 1995). Ainsi, on considère que chaque théorie avance des hypothèses plausibles afin d'expliquer l'usinabilité de pièces élaborées par M/P, sans toutefois réussir à la définir totalement. Les principaux aspects de ces trois théories sont donnés ici.

3.8.2.1 Théorie de la coupe interrompue

La théorie de la coupe interrompue explique la moins bonne usinabilité de pièces élaborées par M/P par le fait que la trajectoire de l'outil rencontre successivement des régions de métal, des pores, d'autres régions de métal, etc. La figure 3.11 tente de schématiser cette théorie.

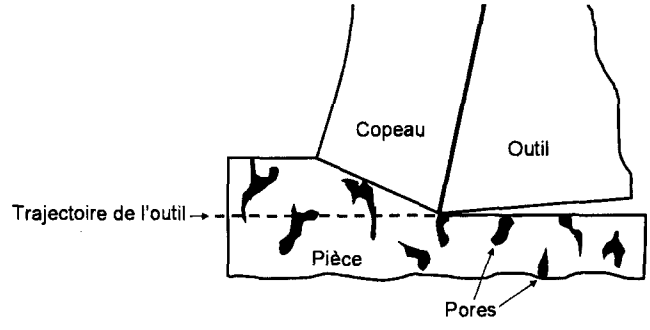


Figure 3.11 : Schéma représentant la théorie de la coupe interrompue (d'après Causton, 1995)

Selon cette théorie, le passage d'un état à un autre (de la matière à la porosité) mène à des efforts cycliques sur la pointe de l'outil, résultant en des efforts de fatigues mécanique et thermique. De plus, la théorie de la coupe interrompue suggère l'existence d'une grande quantité de « micro-impacts » sur la surface de l'outil lors du passage de l'outil d'une porosité vers la matière (Kononenko, 1976). Ces micro-impacts pourraient causer des éclatements localisés de l'outil, menant à une usure rapide de l'outil. Ces observations supposent donc que l'usinabilité augmente en fonction de la densité, tel qu'il a été rapporté par Agapiou, Halldin & DeVries (1989). Toutefois, Andersen & Hirschhorn (1975) ont montré une augmentation des forces de coupe avec une augmentation de la densité pour certains mélanges, ce qui indique une moins bonne usinabilité. Par ailleurs, Kvist (1969) indique que la densité a peu d'effet sur l'usinabilité en tournage et en perçage pour des pièces à base de poudre de fer avec et sans addition de soufre pour des densités entre 6,5 et 7,0 g/cm^3. Berg (1997) indique qu'en perçage, la densité a peu d'effet sur la productivité, bien qu'on note une légère augmentation du nombre de pièces usinées avec la densité pour une même usure de l'outil. Par ailleurs, Höganäs AB (1998) rapporte une augmentation de 5 % de la durée

de vie de l'outil en perçage pour une augmentation de la densité de 6,7 à 7,3 g/cm³. On constate donc que l'effet de la densité sur l'usinabilité n'est pas totalement et unanimement défini, surtout en fonction des grands écarts de densité étudiés (de 5,5 à 7,2 g/cm³).

Par ailleurs, la théorie de la coupe interrompue est parfois remise en question en raison de certains faits pertinents lors de la coupe. Ainsi, le passage d'un outil de coupe durant les opérations d'usinage laisse une région déformée et écrouie en surface de la pièce pour le cas du tournage ou en périphérie du trou dans le cas du perçage (Beiss, 1989). On constate que ces régions sont grandement densifiées par rapport au reste de la pièce, et que la même densification peut être supposée en avant de l'arête de coupe. Ainsi, si la région en avant de l'arête de coupe est densifiée, la théorie de la coupe interrompue devient difficilement applicable, ou est diminuée à tout le moins.

De plus, la taille des pores est généralement de l'ordre de 1 à 10 µm alors qu'une arête de coupe peut être de 20 à 1000 fois plus grande (Agapiou & DeVries, 1988). Ainsi, ce n'est pas toute l'arête de coupe qui est soumise au même moment aux micro-impacts, et on doit alors considérer que ces impacts sont répartis sur toute la longueur de cette arête de coupe. Ainsi, pour une pièce ayant une densité de 6,6 g/cc, on peut estimer le pourcentage volumique de porosité à environ 15 %. On peut donc estimer que 85 % de l'arête de coupe est en contact avec la matière en tout temps, et que 15 % de l'arête de coupe est dans les pores (tout en considérant que ce 15 % de porosité se déplace très rapidement le long de l'arête de coupe) (Salak, Selecka & Danninger, 2005).

3.8.2.2 Théorie de la conductibilité thermique

La théorie voulant que la faible conductibilité thermique soit responsable de la moins bonne usinabilité des pièces élaborées par M/P est évidemment très liée à la présence de porosité (Causton, 1995). L'air présent dans les pores possède une très faible conductibilité thermique comparativement à l'acier, tel qu'il est montré au tableau 3.1.

Tableau 3.1 : Conductibilité thermique de différents matériaux (d'après Young, Freedman, Sandin & Ford, 1996)

Matériau	Conductibilité thermique à 20 °C ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)
Acier doux	50
Air	0,025

L'air présent dans les pores agit donc comme un isolant et ne participe pratiquement pas à l'extraction de chaleur générée à l'interface copeau/outil. On obtient donc des températures significativement plus élevées à l'interface copeau/outil, ce qui mène rapidement à une diminution de la durée de vie de l'outil. En effet, certains mécanismes d'usure, telle l'oxydation et l'usure par diffusion, sont étroitement liés à la température et deviennent significativement plus importants avec une augmentation de la température.

On considère généralement qu'une augmentation de la densité mène à une augmentation de la conductibilité thermique (Agapiou, Halldin & DeVries, 1989; Lima, Biondo, Weinand, Nogueira, Medina, Baesso et al., 2004). Selon Sastry, Froyen, Vleugels, Bentefour & Glorieux (2004), l'étude de la variation de la conductibilité thermique (k) en fonction de la densité (ρ) montre une relation linéaire entre ln k et ρ.

Ces observations indiquent que la conductibilité thermique semble bel et bien être partiellement responsable de l'usinabilité de pièces élaborées par M/P, sans toutefois expliquer totalement leur comportement en usinage.

3.8.2.3 Théorie des particules dures

En raison des divers procédés d'élaboration des poudres métalliques, différentes inclusions, notamment des oxydes, peuvent se retrouver dans les poudres finies. Ces inclusions peuvent provenir, entre autres, du procédé de fabrication ou des matières premières utilisées pour faire la poudre.

La composition chimique de telles inclusions peut affecter grandement l'usinabilité de la poudre finie. En effet, l'affinité à l'oxygène de certains éléments peut mener à la formation de certains oxydes très stables aux températures de frittage (Al_2O_3, SiO_2, etc.). Ces oxydes possèdent souvent une dureté très élevée, ce qui mène à la présence de particules dures dans la matrice de la pièce à usiner. Dans le cas où la matrice est perlitique, la dureté de certains oxydes peut être jusqu'à 10 fois supérieure (200 HV pour la perlite et 1000-2500 HV pour la silice ou l'alumine (Shackelford & Alexander, 2001)). Il devient évident que lors de la coupe, un outil qui rencontre une particule d'une telle dureté subit un impact important qui peut mener à son bris ou à une usure accélérée à tout le moins.

La présence de particules dures est donc un des facteurs responsables de la moins bonne usinabilité de pièces élaborées par M/P. La composition chimique, la taille et la proportion de particules dures dans le mélange sont toutes des variables qui influencent l'usinabilité. Par ailleurs, le choix de l'atmosphère de frittage peut également influencer l'usinabilité, en raison du potentiel de réduction différent des différentes atmosphères de frittage (Beiss & Kutsch, 1996).

3.8.2.4 Usinage à cru

Afin de pallier la faible usinabilité de pièces élaborées par métallurgie des poudres, on a parfois recours à l'usinage des pièces avant l'étape du frittage, soit lorsque la pièce est à l'état cru. Ce type d'usinage permet de réduire de façon drastique l'usure des outils et les forces de coupe (Cimino & Luk, 1995). Ce procédé est particulièrement profitable sur des pièces contenant beaucoup d'éléments d'alliage qui montrent une microstructure martensitique très dure après frittage. En effectuant l'usinage avant le frittage, on évite la rencontre de cette phase de haute dureté, ce qui peut mener à une réduction importante des coûts.

L'usinage à cru ne peut toutefois qu'être effectué sur des pièces possédant une résistance à cru nettement plus élevée que les pièces élaborées de façon

conventionnelle (Cimino & Luk, 1995). En effet, la pièce doit pouvoir résister aux efforts de coupe et à l'arrachement possible des particules lors du passage de l'outil.

Le principal désavantage relié à l'usinage à cru est donc l'arrachement de particules lors du passage de l'outil. Ces arrachements sont toutefois minimisés en maximisant la densité et la résistance à cru, tout en optimisant les paramètres de coupe (Shareef, Boswell, Gegel & Rajagopalan, 1997).

3.9 Additifs améliorant l'usinabilité

L'utilisation de divers additifs menant à une amélioration de l'usinabilité de différents matériaux est très répandue. L'amélioration de l'usinabilité conséquente à l'utilisation de tels additifs repose sur divers mécanismes, tels 1) la réduction de la friction à l'interface copeau/outil (notamment grâce à un plus faible coefficient de friction), 2) l'initiation de fissures dans la zone de déformation primaire en agissant comme concentrateurs de contraintes, aidant ainsi à la formation des copeaux et 3) la réduction de la diffusion entre l'outil et le copeau en formant une barrière à la diffusion aux températures élevées rencontrées lors de la coupe (Causton, Cimino & Scanlon, 1994).

Différents additifs sont utilisés selon le procédé de mise en œuvre des aciers, soit les pièces d'acier corroyé ou les pièces élaborées par métallurgie des poudres. Certains additifs sont utilisés dans les deux cas, tel le sulfure de manganèse, qui est généralement l'additif le plus utilisé afin d'améliorer l'usinabilité.

Plusieurs additifs améliorant l'usinabilité sont présentés ici, utilisés soit pour les pièces d'acier corroyé ou les pièces élaborées par métallurgie des poudres.

3.9.1 Soufre et sulfure de manganèse (MnS)

Dans les aciers, le soufre forme des inclusions avec le manganèse, soit le sulfure de manganèse, MnS. Le soufre est ajouté jusqu'à des teneurs d'environ 0,35 %, ce qui en fait un additif de choix en raison de son faible coût et de sa faible toxicité. De plus, les MnS formés montrent une bonne stabilité à haute température et se déforment plastiquement lors des opérations de coupe (Madan, 1991; steeluniversity.org, 2002a).

La taille des inclusions de MnS joue également un rôle dans l'amélioration de l'usinabilité. Ainsi, pour les aciers corroyés, on trouve que des inclusions de MnS de plus grande taille améliorent l'usinabilité, ce qui peut être vu sur la figure 3.12 montrant l'effet de la taille des inclusions de MnS sur la durée de vie de l'outil. Cependant, en M/P, l'effet de la taille des particules de MnS semble être négligeable sur l'amélioration de l'usinabilité selon Fricke & Maloy (1998).

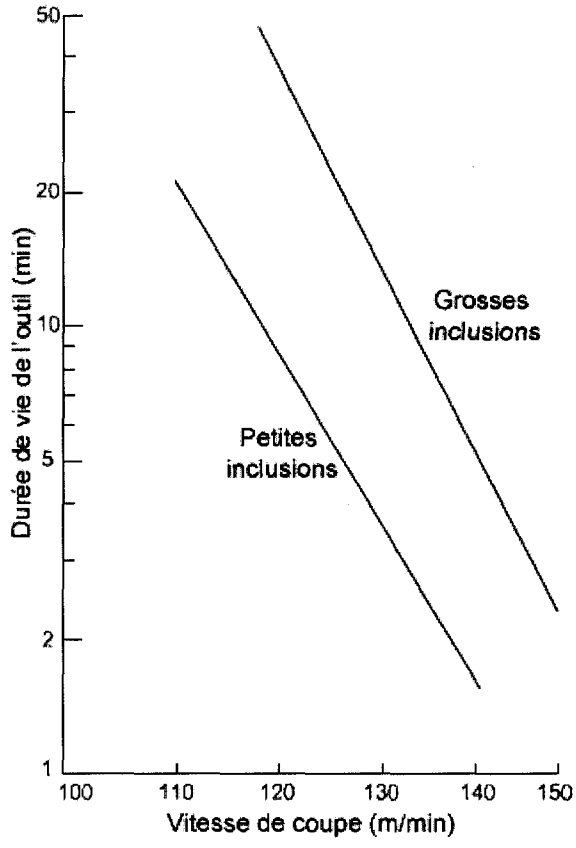


Figure 3.12 : Effet de la taille des inclusions de MnS sur la durée de vie de l'outil (d'après steeluniversity.org, 2002a)

Pour ce qui est de l'effet de la morphologie des particules de MnS pour les aciers corroyés, Jiang, Cui & Hänninen (1996) rapportent que la forme allongée est la plus efficace pour la réduction des forces de coupe, alors que la forme globulaire est plus efficace pour réduire l'usure de l'outil.

L'utilisation de MnS en métallurgie des poudres a fait l'objet de plusieurs publications notamment Trudel, Ciloglu &Tremblay (1985), Chopra (1988), Causton, Cimino & Scanlon (1994), Akagi, Haas, Sato & Seki (2001), Berg & Mars (2001) et Blais, L'Espérance & Bourgeois (2001).

Le sulfure de manganèse est particulièrement apprécié en M/P en raison de son faible impact sur les propriétés mécaniques (Madan, 1992). Toutefois, Chen, Baudisch, Ceci, Kiefer & Whitman (1992) montrent que plus les MnS sont de grande taille (environ

30 µm vs 6 et 15 µm), plus ils mènent à une diminution des propriétés mécaniques. De plus, selon Sanderow & Prucher (1993) une teneur supérieure à 0,5 % peut également mener à une diminution des propriétés mécaniques, même pour une faible taille de particules.

Deux techniques sont présentement utilisées par les fabricants de poudres de fer pour incorporer les MnS dans les pièces élaborées par M/P. La première consiste à ajouter une certaine quantité de MnS lors du mélange avant le pressage, alors que la seconde consiste à incorporer les MnS dans le métal liquide avant l'atomisation. Les sulfures de manganèse sont donc distingués par leur méthode d'addition ; on les décrits alors comme étant soit ajoutés au mélange ou soit préalliés à la poudre de base. Cette dernière technique permet une distribution plus homogène des MnS à l'intérieur des particules de la poudre de base, alors que dans le cas des MnS ajoutés au mélange, ceux-ci sont généralement moins bien distribués dans la microstructure, étant notamment présents entre les particules.

L'usinabilité supérieure de pièces contenant des MnS préalliés par rapport au MnS ajoutés a été montrée à quelques reprises notamment par Blais, L'Espérance & Bourgeois (2001) et Campbell-Tremblay, Blais, L'Espérance & Boilard (2005).

Le mécanisme principal avancé afin d'expliquer l'amélioration de l'usinabilité par le préalliage des MnS plutôt que leur addition au mélange repose sur le fait que la présence des MnS au cœur des particules de la poudre de base est favorable à la formation des copeaux. En effet, les MnS améliorent l'usinabilité par la formation de fissures dans la zone de déformation primaire en agissant comme concentrateurs de contraintes, donc en facilitant la formation de copeaux. Leur présence dans tout le volume des particules facilite la formation de copeaux là où le besoin est le plus grand, c'est-à-dire au cœur des particules (Blais, L'Espérance & Bourgeois, 2001) alors que les MnS ajoutés sont présents dans les régions de moins grande résistance mécanique, soit dans les ponts frittés entre les particules.

3.9.2 Bisulfure de molybdène (MoS_2)

Le MoS_2 est un additif qui améliore l'usinabilité de façon semblable aux inclusions de MnS (Engström, 1983). Toutefois, le MoS_2 est moins stable à haute température que les sulfures de manganèse et il possède une forte tendance à se dissocier lors du frittage (Causton, Cimino & Scanlon, 1994; Höganäs AB, 1998). Cette dissociation diminue l'efficacité de cet additif et mène généralement à de la croissance des comprimés lors du frittage (changement dimensionnel positif) ce qui n'est pas désiré.

Par ailleurs, le MoS_2 est plus coûteux que les MnS car son prix est lié au prix du molybdène, qui est passé de 12 $US/kg en 2004 à plus de 60 $US/kg en 2007 (USGS, 2008). La présence de MoS_2 influence toutefois peu les propriétés mécaniques (Engström, 1983), ce qui fait du MoS_2 un excellent additif d'amélioration de l'usinabilité.

3.9.3 Enstatite ($MgSiO_3$)

L'utilisation de l'enstatite est peu répandue dans le domaine de la métallurgie des poudres en raison, entre autres, de son impact négatif sur la compressibilité. L'enstatite est très stable à la température de frittage, ce qui fait qu'il se retrouve dans les pores dans la pièce frittée (Hayashi, Shikata, Ikenoue, Ishii, Chikahata & Goto, 1996). Selon Salak, Selecka & Danninger (2005), l'efficacité de l'enstatite dans l'amélioration de l'usinabilité est due à ses propriétés de glissement lors de la déformation.

3.9.4 Graphite libre

Le graphite libre est principalement rencontré dans les fontes grises et fontes à graphite sphéroïdal contenant du silicium et du magnésium. Le graphite possède un faible coefficient de friction solide, tel qu'il est montré à la figure 3.13. Il agit donc comme lubrifiant solide lors de la coupe.

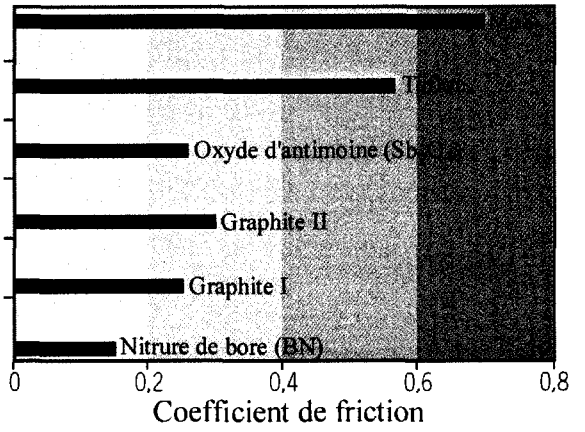


Figure 3.13 : Coefficient de friction de divers additifs solides (d'après Lelonis, Tereshko & Andersen, 2003)

En M/P, il est difficile d'obtenir du graphite libre en raison de la rapidité de diffusion du graphite dans l'austénite à la température de frittage conventionnelle (1120 °C). Il est toutefois possible d'obtenir une certaine quantité de graphite libre dans les pores (en abaissant la température de frittage ou en utilisant du graphite ayant une granulométrie plus grossière par exemple), ce qui améliore de façon considérable l'usinabilité (Uenonoso, Unami & Ogura ,1995; Chikahata & Hayashi, 2002). Yamanishi, Tsutsui & Ishii (2002) rapportent également qu'il est possible de conserver du graphite libre dans les pores à l'aide de nitrure de bore contenant de l'acide borique.

Cependant, il faut considérer que pour un même pourcentage de carbone après frittage, les propriétés mécaniques seront moins élevées pour une pièce possédant une certaine quantité de graphite libre par rapport à une pièce pour laquelle tout le graphite aurait diffusé. Par exemple, pour un pourcentage de carbone après frittage de 0,8 %, la microstructure de la pièce devrait être entièrement perlitique. Si une certaine quantité de graphite est restée dans les pores, la microstructure devrait être constituée d'un mélange de perlite et de ferrite, d'où les propriétés mécaniques moins élevées.

3.9.5 Plomb

Le plomb est un additif qui est de moins en moins utilisé en raison de sa toxicité. Il améliore significativement (de 40 à 50 %) l'usinabilité pour des teneurs entre 0,15 et 0,35 % (steeluniversity.org, 2002b). Le plomb peut se combiner au MnS ou former des inclusions seul. Lors de la coupe, le plomb fond localement (T_F = 327 °C) à l'interface copeau/outil ce qui diminue les forces de coupe et lubrifie l'interface (Salak, Selecka & Danninger, 2005).

Lorsqu'utilisé en M/P, la diminution des forces de coupe est de l'ordre de 25 à 50 %, pour des densités supérieures à 7,0 g/cm³ (Andersen & Hirschhorn, 1976).

3.9.6 Tellure

Le tellure peut être conjointement utilisé avec le plomb afin d'améliorer l'usinabilité pour des teneurs inférieures à 0,5 %, typiquement 0,1 % (Taubenblat, Smith & Bladt, 1976). Les teneurs plus élevées peuvent mener à la fissuration lors de la déformation à chaud. Le tellure peut se combiner au manganèse afin de former des inclusions de MnTe et il peut également modifier la morphologie des inclusions de MnS en les faisant passer d'une forme allongée vers une forme plus globulaire, ce qui est favorable pour l'usinabilité (Malmberg, Runnsjö & Aronsson, 1974). Le tellure élémentaire est également toxique et assez dispendieux (environ 80 $/kg (USGS 2008b)).

L'utilisation de tellure sous forme élémentaire en M/P est déconseillée en raison de sa volatilité (Salak, Selecka & Danninger, 2005). Toutefois, il peut être ajouté sous forme de MnTe ou de Cu_2Te qui mènent à une amélioration relativement importante de l'usinabilité, sans affecter les propriétés mécaniques de façon trop négative (Salak, Selecka & Danninger, 2005). Sans manganèse pour former du MnTe, le tellure peut

toutefois affecter de façon très négative les propriétés mécaniques de pièces élaborées par M/P (Engström, 1983).

3.9.7 Bismuth

Le bismuth peut également être présent dans les aciers sous forme élémentaire et/ou avec des additions de plomb et de tellure. On utilise typiquement des teneurs inférieures à 0,5 %. Les mécanismes menant à l'amélioration de l'usinabilité lors de l'addition de bismuth sont semblables à ceux du plomb, alors que la température de fusion bismuth est de 271 °C. Par ailleurs, alors que le coût du bismuth est plus élevé que celui du plomb, sa toxicité est très inférieure à celle du plomb (Salak, Selecka & Danninger, 2005).

S'il est ajouté à des mélanges de poudres métalliques, Andersen & Hirschhorn (1976) rapportent que le bismuth peut mener à une réduction des forces de coupe de l'ordre de 25 à 50 % pour des densités supérieures à 7,0 g/cm^3.

3.9.8 Sélénium

L'ajout de sélénium pour des quantités d'environ 0,15 % vient modifier la morphologie et le nombre d'inclusions de MnS. En effet, l'ajout de Se amène une diminution du nombre d'inclusions de Mn(S,Se) et une augmentation de leur diamètre moyen (Malmberg, Ronnsjö & Arronson, 1974). De plus, dans les aciers inoxydables, on trouve que les inclusions contenant du sélénium possèdent une meilleure résistance à la corrosion que les inclusions de MnS.

Le sélénium amène une certaine amélioration de l'usinabilité, mais affecte de façon négative les propriétés mécaniques de pièces élaborées par métallurgie conventionnelle (Gol'dshtein & Morozov, 1980) et par M/P (Engström, 1983). Tout

comme le tellure, la toxicité du sélénium est importante. Toutefois, l'utilisation de composés de sélénium (MnSe par exemple) élimine les dangers liés à la toxicité (Salak, Selecka & Danninger, 2005).

3.9.9 Oxydes déformables

Généralement, les oxydes sont nuisibles à l'usinabilité en raison de leur dureté élevée et de leur stabilité à haute température. Toutefois, certains oxydes peuvent être utilisés afin d'améliorer l'usinabilité s'ils sont vitreux (donc non cristallins) et si leur composition chimique se trouve à l'extérieur des zones où il y a probabilité de démixtion sur le diagramme d'équilibre. Les oxydes vitreux déformables les plus utilisés sont l'anorthite ($CaO{\cdot}Al_2O_3{\cdot}2SiO_2$) et la spessartite ($3MnO{\cdot}Al_2O_3{\cdot}3SiO_2$) qui sont déformables aux températures rencontrées lors des opérations de coupe (Bellot, 1980, Gol'dshtein & Morozov, 1980).

3.9.10 Nitrure de bore (BN)

Le nitrure de bore hexagonal (hBN) possède un coefficient de friction très faible, plus faible que le graphite (Lelonis, Tereshko & Andersen, 2003), tel qu'il est montré à la figure 3.13. Kimura, Wakabayashi, Okada, Wada & Nishikawa (1999) ont toutefois montré que le BN est moins efficace que le graphite en termes de lubrification à l'état solide.

Cet additif est utilisé uniquement pour les pièces élaborées par M/P. L'utilisation de BN en métallurgie des poudres est régie par un brevet appartenant à Poudres Métalliques du Québec (Ciloglu, Gagné, Laraque, Poirier, Tremblay & Trudel, 1990). On trouve néanmoins que le BN améliore sensiblement l'usinabilité, sans pour autant affecter négativement les propriétés mécaniques (Gagné & Danaher, 1998).

3.10 Outils de coupe

Le choix des outils de coupe est essentiel en usinage puisqu'il peut à lui seul déterminer l'usinabilité. Les outils de coupe sont continuellement en évolution afin de parvenir à des niveaux de résistance à l'usure plus élevés.

On note principalement trois familles majeures d'outils de coupe, soit : les aciers outils haute vitesse (HSS), les outils aux carbures et les cermets. Par ailleurs, d'autres matériaux sont également utilisés dans l'élaboration d'outils de coupe, tels les céramiques, le nitrure de bore cubique (CBN) et le diamant polycristallin (PCD).

Le choix d'un outil de coupe dépend évidemment du matériau usiné et de l'opération d'usinage. Ainsi, chaque famille d'outil possède ses avantages et ses inconvénients, de même que des propriétés mécaniques différentes pour un coût différent. Généralement, les outils possédant une bonne ténacité possèdent une faible dureté et vice-versa. La figure 3.14 montre la dureté et la ténacité relatives des différentes familles d'outils (d'après Dormer, 2005).

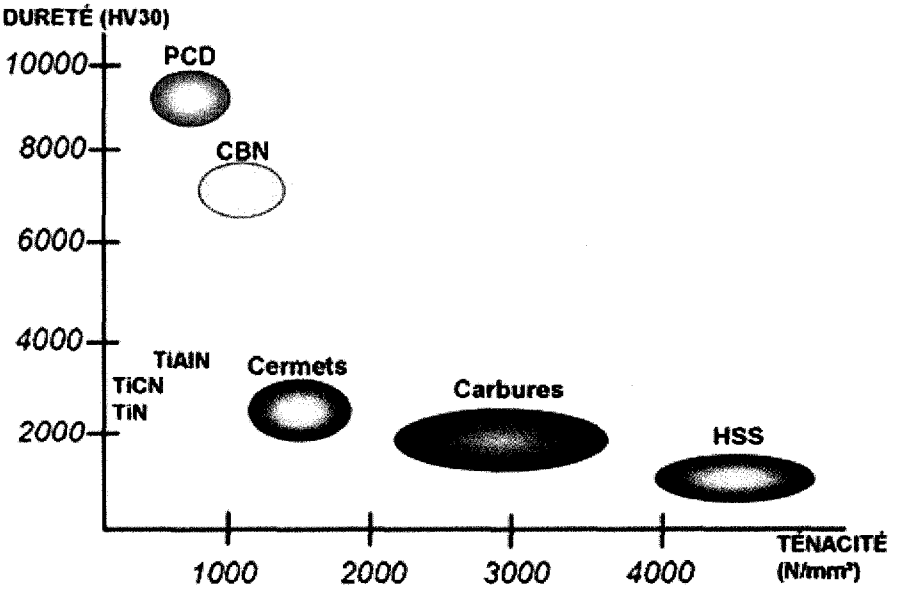


Figure 3.14 : Dureté et ténacité des différentes familles d'outils de coupe (d'après Dormer, 2005)

Une importante quantité de littérature existe sur les outils de coupe, et un survol des principaux matériaux utilisés pour élaborer ceux-ci est présenté ici.

3.10.1 Aciers outils haute vitesse (HSS)

Les outils HSS sont des alliages contenant entre 0,75 et 1,5 %C qui sont divisés en plusieurs catégories selon leur composition chimique. La première grande classe (série T) contient entre 10 et 20 %W, de 4 à 4,5 %Cr, jusqu'à 12 %Co et jusqu'à 5 %V. Pour la seconde grande classe (série M), une portion du W est substituée par du Mo, et les autres éléments peuvent être présents dans les mêmes quantités.

La dureté élevée des aciers outils provient d'une microstructure martensitique (obtenue par trempe) ainsi que de fins carbures. Une précipitation secondaire de carbures microscopiques a lieu lors d'un revenu entre 480 et 560 °C. En raison de cette microstructure, les aciers outils haute vitesse ne possèdent pas une bonne tenue à haute température. La microstructure d'un acier outil M2 obtenue par trempe et revenu est montrée à la figure 3.15.

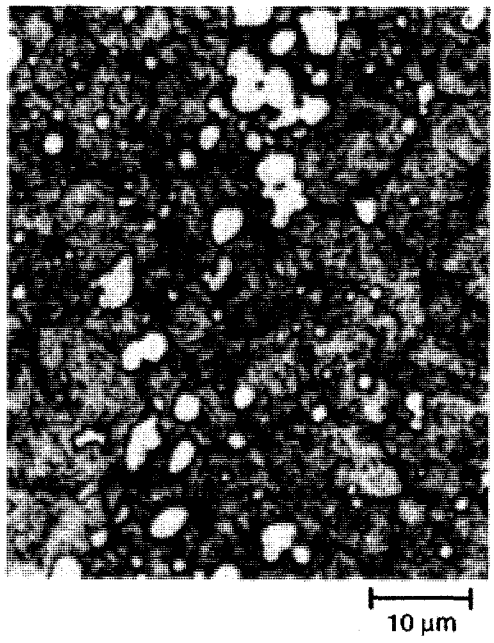


Figure 3.15 : Acier outil M2 trempé et revenu à 480 °C (Vander Voort, 2004)

Ces outils sont reconnus comme possédant une dureté moyenne et une bonne ténacité à un coût relativement bas.

3.10.2 Carbures

Les outils aux carbures possèdent une dureté plus élevée que les aciers outils haute vitesse et, en raison de la stabilité des carbures, ils peuvent aussi être utilisés à plus haute température. Ils sont toutefois plus fragiles, ce qui les rend susceptibles à l'éclatement. Les outils aux carbures sont constitués de carbures dans une matrice métallique (appelée « liant »), notamment le cobalt. Le carbure de tungstène (WC) est le carbure principal des outils aux carbures, auquel s'ajoutent les carbures de tantale, de titane et de niobium (TaC, TiC et NbC). Ces outils sont élaborés par métallurgie des poudres et possèdent donc une structure homogène (German, 1994). La microstructure d'un outil WC-Co est montrée à la figure 3.16.

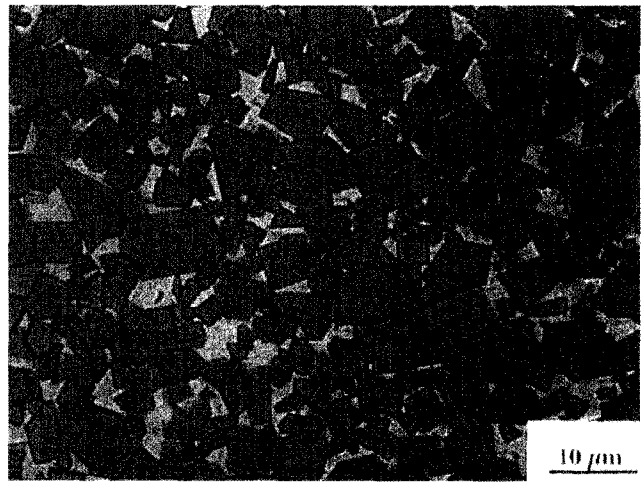


Figure 3.16 : Outil WC-Co (German, 1994)

Le ratio WC/Co peut être changé en fonction des propriétés requises pour l'outil. Plus la quantité de Co est faible, plus l'outil sera dur, au détriment de la ténacité (Dormer, 2005).

Les outils aux carbures sont souvent recouverts d'un revêtement afin d'améliorer leur résistance à l'usure. Parmi les revêtements les plus répandus, mentionnons ceux à base de titane (TiN, TiCN, TiAlN, etc.) et ceux à base de chrome (CrN, AlCrN) (Dormer, 2005).

3.10.3 Céramiques

Les outils céramiques possèdent une bonne dureté et sont très stables chimiquement. Contrairement aux outils HSS et aux carbures, les céramiques conservent leurs propriétés mécaniques aux plus hautes températures rencontrées lors de l'usinage. Les outils céramiques sont surtout à base de Al_2O_3 et de Si_3N_4, souvent additionnés d'autres carbures et oxydes (TiC ou ZrO_2 par exemple). La microstructure d'un outil SiAlON ($Si_3N_4 - Al_2O_3 - CaCO_3$) est montrée à la figure 3.17.

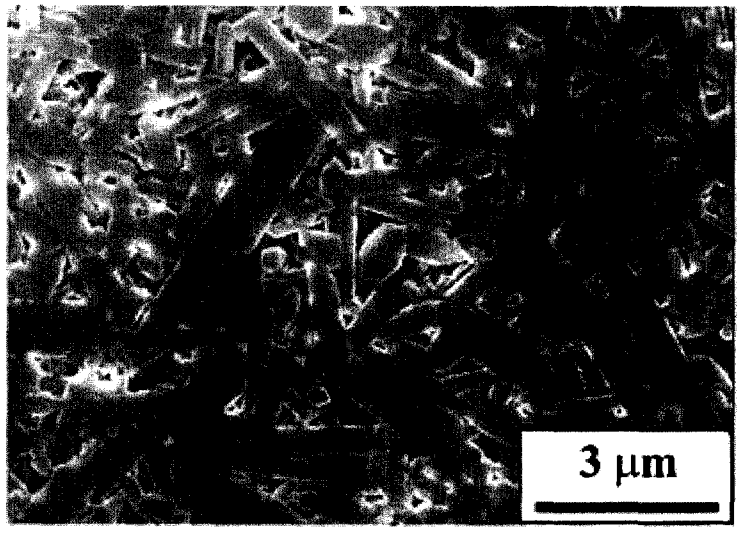


Figure 3.17 : Outil SiAlON (Xie, Moon, Hoffman, Munroe & Cheng, 2003)

Les outils céramiques ont rapidement remplacé les outils aux carbures lors de l'usinage haute vitesse de certains matériaux, telles certaines fontes. Par exemple, la vitesse maximale utilisée lors de l'usinage de pièces en fonte avec des outils aux carbures est d'environ 100 m/min, alors qu'elle peut aller jusqu'à 1200 m/min avec des outils céramiques (Stephenson & Agapiou, 2006).

3.10.4 Cermets

Les cermets sont des matériaux constitués d'une part de particules dures (carbures, oxydes, etc.) et d'une matrice métallique (Ni, Co ou Mo). Comme les outils aux carbures, ils sont également produits par métallurgie des poudres (Bagur, 1999). Parmi les carbures et nitrures utilisés pour ces outils, mentionnons TiCN, Mo_2C, WC, VC, TaC, NbC. Les cermets possèdent une dureté semblable aux outils aux carbures et sont utilisés pour usiner des matériaux possédant une dureté élevée. De plus, les cermets présentent une grande inertie chimique pouvant réduire l'usure par formation de cratères et la formation d'arêtes rapportées (Graham, 1998).

3.10.5 Diamant polycristallin

Le diamant polycristallin (PCD) est le matériau possédant la plus haute dureté parmi tous les matériaux utilisés pour élaborer des outils de coupe (Heath, 1989). Le PCD est composé de diamants synthétiques micrométriques élaborés dans des conditions de haute température et de haute pression. Ces diamants synthétiques sont ensuite liés ensemble par frittage, avant d'être déposés sur les outils de coupe, notamment en carbures de tungstène. Les outils PCD sont entre autres utilisés pour usiner certaines pièces d'aluminium utilisées dans l'industrie automobile. Toutefois, comme le carbone a une forte tendance à diffuser dans le fer à haute température, ces outils ne peuvent pas être utilisés pour usiner des pièces faites à base de fer (Heath, 1989; Bagur, 1999).

3.10.6 Nitrure de bore cubique

Le nitrure de bore cubique (CBN) est un matériau synthétique qui possède une très grande dureté et une tenue supérieure à haute température. Le procédé d'élaboration est semblable à celui utilisé pour le PCD, à la différence qu'il est élaboré en traitant du nitrure de bore hexagonal à haute température et à haute pression (Heath, 1989; Bagur, 1999).

Les outils à base de CBN sont principalement utilisés pour l'usinage de matériaux possédant une très grande dureté, mais également pour l'usinage des matériaux ferreux. Utilisé sur des pièces élaborées par M/P, le CBN montre une usure beaucoup plus faible que les autres outils (Smith, 1998; Chou, 2003), allant jusqu'à une durée de vie 10 fois plus grande (Blais, Young & L'Espérance 2002).

3.11 Traitements de surface et revêtements

Plusieurs traitements et revêtements de surface peuvent être appliqués aux outils afin d'améliorer leur résistance à l'usure et donc leur performance en usinage. Parmi les traitements de surface les plus courants, on trouve la nitruration et le traitement à la vapeur. Par ailleurs, il existe plusieurs méthodes de déposition de revêtements, les plus utilisées étant la méthode CVD (dépôt chimique en phase vapeur, « chemical vapor deposition ») et la méthode PVD (dépôt physique en phase vapeur, « physical vapor deposition »).

3.11.1 Nitruration

Le traitement de nitruration consiste à améliorer la dureté en surface de l'outil par diffusion d'atomes d'azote. L'azote diffuse sous la surface de l'outil et forme de très fins nitrures qui viennent durcir une couche en surface de l'outil. Le durcissement structural engendré par la création de ces nitrures affecte néanmoins la ténacité de l'outil. Ainsi, dans le cas des aciers outils haute vitesse, l'épaisseur de la couche nitrurée dépasse rarement 50 µm afin de ne pas affecter négativement la ténacité (Bagur, 1999).

Généralement, la nitruration s'effectue soit dans un bain de sels (~ 560 °C), soit dans un plasma contenant des ions d'azote qui bombardent la surface de l'outil (nitruration ionique) (Bagur, 1999).

3.11.2 Vapeur

Le traitement à la vapeur se déroule généralement à des températures avoisinant 550 °C, température à laquelle une vapeur d'eau surchauffée forme une couche de Fe_3O_4 à la surface des outils. Bien que la couche d'oxyde formée soit poreuse, elle peut améliorer la performance en usinage en agissant par rétention du fluide de coupe

utilisé (Bagur, 1999). Par ailleurs, mentionnons que ce traitement peut être fait de façon complémentaire au traitement de nitruration.

3.11.3 CVD

Le procédé CVD peut être utilisé pour effectuer divers revêtements d'outils de coupe. Au cours du procédé, diverses réactions chimiques surviennent entre les molécules de revêtements et un gaz, ce qui permet la déposition de composés de composition déterminée en surface des outils à revêtir. Le dépôt CVD s'effectue généralement sous vide et à des températures allant de 950 à 1050 °C (Bagur, 1999). Un schéma du procédé CVD est montré à la figure 3.18.

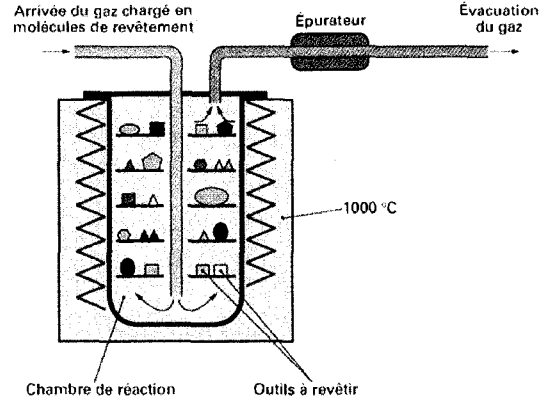


Figure 3.18 : Schéma du procédé CVD (Bagur, 1999)

On trouve que des revêtements d'une épaisseur de 2 à 10 µm sont typiquement générés par le procédé CVD. Un exemple d'outil possédant divers revêtements faits par CVD est montré à la figure 3.19.

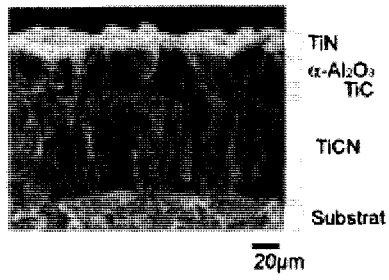


Figure 3.19 : Exemple de revêtements élaborés par CVD (d'après Kyocera Corporation, 2005)

Comme des températures élevées sont utilisées, les outils HSS ne peuvent pas être soumis à un tel procédé (Bagur, 1999). Pour ceux-ci (et pour les autres types d'outils), on doit plutôt utiliser le procédé PVD qui est effectué à de plus basses températures.

3.11.4 PVD

Comme son nom l'indique, le procédé PVD utilise des réactions physiques pour effectuer le revêtement sur les outils. Les deux procédés physiques les plus utilisés sont l'évaporation et la pulvérisation (« sputtering » en anglais). Dans les deux cas, les particules participant à la déposition proviennent d'une cible (la cathode) qui est de composition semblable à celle du revêtement à effectuer. Ainsi, une cible de Ti peut être utilisée pour former des revêtements de Ti ou de TiN si le dépôt est effectué avec une atmosphère d'azote, par exemple (Wasa, Kitabatake & Adachi, 2004).

Le procédé PVD se déroule à des températures inférieures à celles généralement rencontrées lors du procédé CVD (typiquement de 200 à 400 °C (Bagur, 1999)). Le procédé PVD permet la déposition de couches minces de diverses épaisseurs, allant généralement de 1 à 5 µm d'épaisseur. En raison de la consommation de la cathode au cours du procédé, le procédé PVD s'avère être beaucoup plus cher que le procédé CVD (Bagur, 1999).

Le tableau 3.2 montre la dureté et l'épaisseur de quelques revêtements qu'il est possible d'obtenir en fonction du procédé utilisé. La figure 3.20 montre un schéma du procédé PVD.

Tableau 3.2 : Dureté et épaisseur des principaux revêtements (Bagur 1999)

Revêtement		Dureté (HV)	Épaisseur (µm)
CVD	TiN	2 000 à 5 000	3
	Ti(C,N)	2 500 à 3 100	3
	Al_2O_3	2 500 à 3 100	3
	CBN	3 000 à 4 000	3
	Diamant	7 000 à 10 000	5 à 10
PVD	TiN	2 000 à 2 500	3 à 5
	Ti(C,N)	3 000 à 3 400	3 à 5
	(Ti,Al)N	2 000 à 2 400	3 à 5
	CrC	1 850	3
	CrN	1 750 à 2 900	3

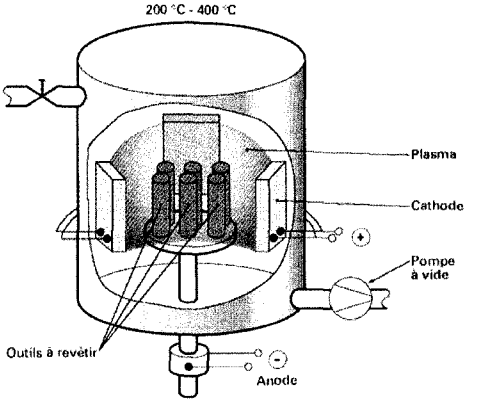


Figure 3.20 : Schéma du procédé PVD (Bagur, 1999)

3.12 Paramètres de coupe

Trois paramètres principaux déterminent le mouvement de la pièce ou de l'outil lors de la réalisation d'opérations d'usinage. Le premier paramètre d'importance est la vitesse de révolution. Dans le cas où l'outil qui tourne sur lui-même (perçage, alésage), la vitesse de révolution se mesure en révolution par minute (rév/min). À l'opposé, dans le cas où la pièce tourne sur elle-même (tournage), la vitesse de révolution se mesure en mètres surfaciques par minute (m/min).

Le second paramètre d'importance est la vitesse d'avance. La vitesse d'avance est le déplacement de l'outil par rapport à la pièce (ou l'inverse). Ce paramètre peut se mesurer en mm/rév ou en mm/s.

Le troisième paramètre d'importance est la profondeur de coupe. Cette valeur est la profondeur de pénétration de l'outil dans la pièce et elle se mesure en mm. Mentionnons que dans le cas de certaines opérations d'usinage comme le perçage, il n'y a pas de profondeur de coupe fixée par l'usager car la vitesse d'avance détermine la pénétration dans la pièce.

Ces trois paramètres sont illustrés à la figure 3.21.

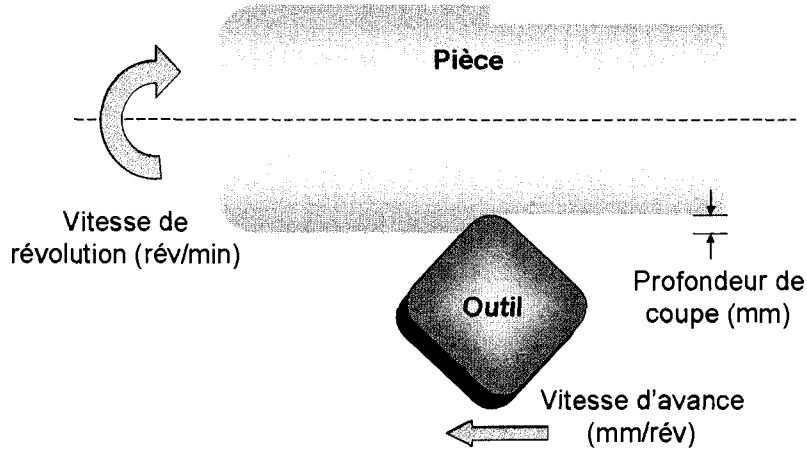


Figure 3.21 : Paramètres de coupe

Généralement, le choix des paramètres de coupe varie d'une famille de matériaux à l'autre. Chaque matériau peut donc posséder un ensemble de paramètres de coupe pour lequel on trouve que son usinabilité est optimale. Ces conditions optimales de coupe varient beaucoup en fonction de la composition et de la microstructure (Abbott, Ball, Wartman & Akpan, 1995).

3.12.1 Angles

L'angle de coupe est défini comme étant l'angle formé par la surface de coupe et la surface sur laquelle glisse le copeau. Cet angle peut être positif, neutre ou négatif (voir figure 3.22).

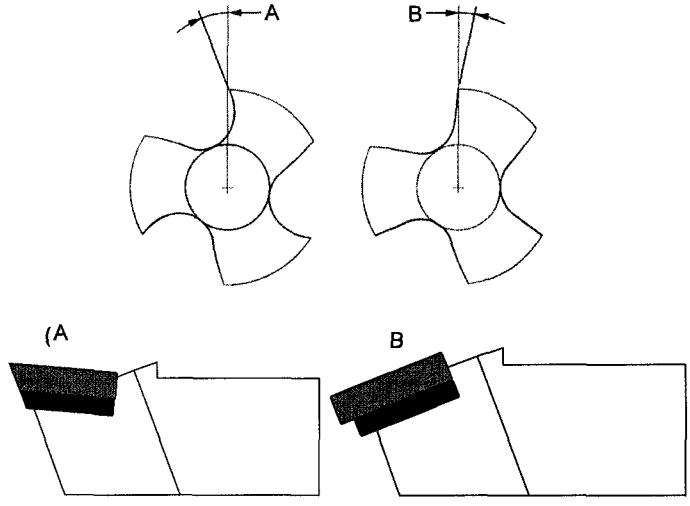


Figure 3.22 : Angles de coupe positif (A) et négatif (B) (d'après Dormer, 2005)

Un outil possédant un angle de coupe négatif peut habituellement supporter de plus grandes forces de coupe et évacuer plus facilement la chaleur générée en raison de la plus grande quantité de matière située sous l'arête de coupe (Leroy, 1993). Toutefois, l'évacuation des copeaux est moins facile avec un outil possédant un angle de coupe négatif (Salak, Selecka & Danninger, 2005). De plus, il peut être plus difficile d'obtenir de bons finis de surface avec de tels outils.

L'utilisation d'un outil possédant un angle de coupe positif peut mener à une réduction des forces de coupe en raison de l'acuité de celui-ci, bien qu'on observe généralement qu'un tel outil possède une durée de vie réduite par rapport à un outil ayant un angle de coupe neutre ou négatif (Trent, 1977; Dormer, 2005).

En somme, on pourrait dire qu'un angle de coupe positif coupe la matière alors qu'un angle de coupe négatif pousse la matière lors de la coupe (Breitzig, 1989). On considère ainsi qu'un angle de coupe négatif se prête mieux à un usinage grossier alors qu'un angle de coupe positif permet d'obtenir un usinage plus fin et donc un meilleur fini de surface (Chandler, 1989). Toutefois, en raison de leur fragilité, les outils plus durs tels les CBN et les PCD sont généralement utilisés avec une arête de coupe négative (Felder, 1997).

3.12.2 Préparation des arêtes de coupe

Dans le but d'améliorer la performance des outils de coupe, il est possible d'effectuer une certaine préparation des arêtes de l'outil avant la coupe (« edge preparation » en anglais). Cette étape permet d'éliminer les défauts rencontrés aux arêtes et de renforcer celles-ci lors de la coupe (conicity.com, 2008). Les deux types de préparation d'arête de coupe les plus répandues dans l'industrie sont le pierrage (« honing » en anglais) et le chanfrein (« T-land » ou « K-land » en anglais) (performedge.com, 2002).

Le pierrage permet l'adoucissement de l'arête de l'outil, permettant entre autres de limiter l'effritement de l'arête lors de la coupe. Deux types de pierrage sont montrés à la figure 3.23.

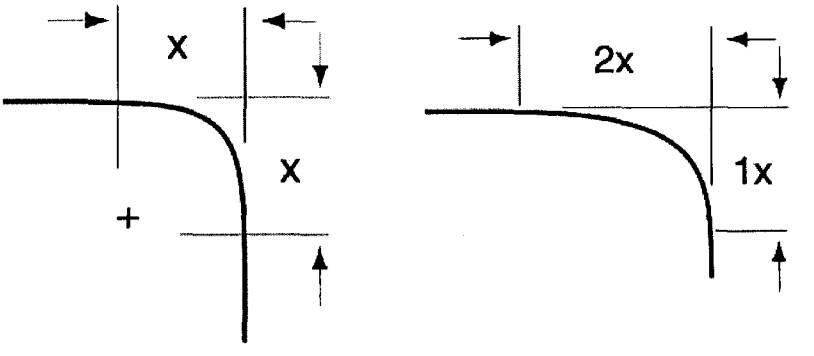


Figure 3.23 : Exemples de pierrage (d'après conicity.com 2008)

Le chanfrein permet quant à lui de réduire l'angle de coupe, ce qui permet à l'arête de supporter de plus grands efforts lors de la coupe. Un exemple d'une arête de coupe préparée est montré à la figure 3.24.

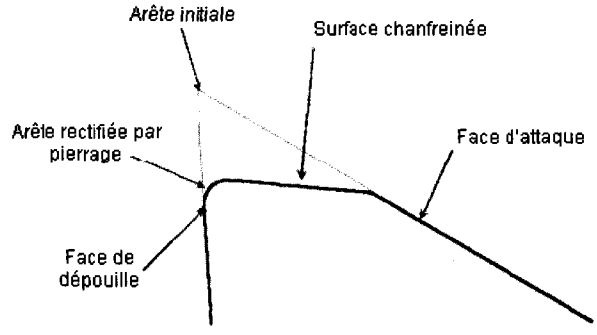


Figure 3.24 : Préparation de l'arête de coupe (d'après performedge.com, 2002)

La préparation des arêtes peut-être effectuée sur la plupart des familles d'outils, notamment sur les outils plus durs tels les outils aux carbures ou les CBN (performedge.com, 2002).

3.13 Fluides de coupe

Les fluides de coupe sont utilisés lors de diverses opérations d'usinage afin d'évacuer la chaleur générée lors de la coupe, mais également afin d'amener une certaine lubrification à l'interface copeau/outil menant à une réduction des forces de coupe (Salak, Selecka & Danninger, 2005). Les fluides de coupe utilisés peuvent être de nature gazeuse (air comprimé), liquide (huiles) ou une combinaison des deux (azote liquide et jet d'air).

Plusieurs types de fluides de coupe liquides sont utilisés, et ils peuvent être divisés en quatre catégories : fluides de coupe 1) à base d'huile, 2) dits d'huile soluble (émulsions), 3) semi-synthétiques et 4) synthétiques. L'utilisation de fluides de coupe à base d'huile est le plus répandu (45 %), suivie des fluides de coupe d'huile soluble

(34 %). Les fluides de coupes semi-synthétiques et synthétiques sont moins utilisés (17 et 4 % respectivement).

D'importantes considérations environnementales, de même que des coûts importants, sont associés à l'utilisation de fluides de coupe, ce qui peut limiter l'utilisation de ceux-ci.

En M/P, les fluides de coupe conventionnels sont moins utilisés, notamment en raison de la possibilité de contamination de la pièce lors de la coupe. En effet, la présence de porosité permet la pénétration du liquide de coupe dans la pièce, ce qui nécessite des étapes supplémentaires de nettoyage sur la pièce après usinage (Salak, Selecka & Danninger, 2005). Néanmoins, l'utilisation d'azote liquide est possible et donne de très bons résultats (Zurecki, Ghosh & Frey, 2003), bien que d'importants coûts soient associés à son utilisation.

De façon générale, l'imprégnation à l'huile reste efficace et abordable lorsqu'une lubrification est requise lors de la coupe, tel qu'il a été décrit à la section 2.2.

CHAPITRE 4 : REVUE DE LA LITTÉRATURE PORTANT SUR LE FRITTAGE EN PHASE LIQUIDE ET LE SYSTÈME Fe-C-P

4.1 Introduction

Le frittage en phase liquide est un procédé utilisé en métallurgie des poudres afin d'obtenir des pièces à haute densité possédant notamment de très bonnes propriétés mécaniques. En effet, comme la métallurgie des poudres est un procédé de mise en œuvre qui est limité par la présence de pores, la présence d'un phénomène de densification important rend ce procédé plus intéressant pour les applications de haute performance. De plus, la phase liquide permet habituellement une homogénéisation rapide de la microstructure, ce qui aide également à obtenir de meilleures propriétés mécaniques.

Les mécanismes régissant le frittage en phase liquide sont complexes et dépendent de plusieurs facteurs. C'est pour ces raisons que l'utilisation du frittage en phase liquide est limitée à quelques systèmes principaux dans l'industrie, notamment le système Fe-C-Cu et le système Fe-C-P.

Ce document présente les conditions requises pour qu'il y ait frittage en phase liquide, de même que les principales étapes principales rencontrées lors du procédé de frittage en phase liquide conventionnel. Par la suite, les caractéristiques du système Fe-C-P utilisant le frittage en phase liquide sont décrites.

4.2 Caractéristiques de la phase liquide

Une phase liquide est évidemment nécessaire au frittage en phase liquide. Cette phase liquide présente lors du frittage peut survenir 1) lors de la fusion d'un constituant à bas point de fusion initialement présent dans le comprimé ou 2) lors de la fusion d'un composé eutectique formé par la diffusion de différents constituants du comprimé initial. Ainsi, lors de la montée en température, la fusion se produit initialement à la surface du comprimé et le liquide ainsi formé se répand par capillarité dans le comprimé. La répartition du liquide dans le comprimé se fait très rapidement et ne prend généralement que quelques secondes (German, 1985). Cette répartition du liquide dépend de plusieurs facteurs, notamment de l'angle dièdre, de la mouillabilité, de la solubilité de la phase liquide dans la phase solide et de l'homogénéité du mélange (Huppmann & Bauer, 1975).

4.2.1 Nature de la phase liquide

La solubilité de la phase liquide dans la phase solide influence beaucoup le frittage en phase liquide puisqu'elle détermine la quantité de liquide disponible dans le comprimé au cours du frittage. En effet, le modèle classique de frittage en phase liquide repose sur la présence d'une phase liquide tout au long du cycle de frittage. Une telle phase liquide est dite de nature persistante (Pickus, 1984; Eudier, 1994). Généralement, cette phase liquide persistante survient lorsque la solubilité de la phase liquide dans la phase solide est faible, de sorte que la phase liquide est présente jusqu'à la fin du cycle de frittage.

Par ailleurs, dans le cas où la solubilité de la phase liquide dans la phase solide n'est pas faible, il arrive que suite à l'apparition de la phase liquide, la totalité du liquide diffuse dans le solide pour ainsi disparaître du comprimé. Il n'y a pas de phase liquide restant pendant le frittage. Une telle phase liquide est dite de nature transitoire (Eudier, 1994, Bernache-Assolant & Bonnet, 2005).

4.2.2 Ratio de solubilité

Au même titre que la solubilité de la phase liquide dans la phase solide, la solubilité de la phase solide dans la phase liquide est également très importante lors du frittage en phase liquide. En effet, on trouve généralement qu'une bonne solubilité de la phase solide dans la phase liquide mène à une densification importante, entre autres en apportant une importante contribution lors de l'étape du réarrangement. À l'inverse, on trouve qu'une faible solubilité de la phase solide dans la phase liquide peut mener à la formation de porosité de même qu'à d'importants changements dimensionnels positifs (croissance des échantillons).

Ainsi, on trouve que des phénomènes de densification ou de croissance sont définis par un ratio de solubilité s_R tel que :

$$s_R = s_S / s_L \qquad \text{(Équation 3)}$$

où s_S est la solubilité de la phase solide dans la phase liquide

s_L est la solubilité de la phase liquide dans la phase solide

Tel qu'illustré à la figure 4.1, un ratio de solubilité plus grand que l'unité mène à la densification alors qu'un ratio plus faible que l'unité mène à la formation de pores.

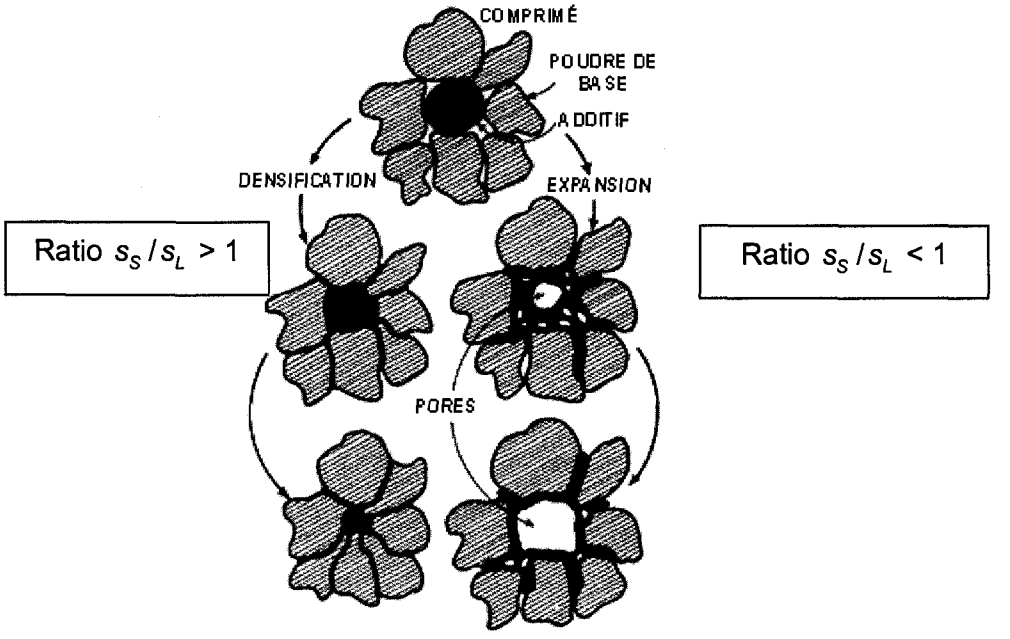


Figure 4.1 : Effet du ratio de solubilité sur la densification (d'après German, 1985)

Par exemple, on trouve que le frittage du carbure de tungstène (WC) est beaucoup plus rapide en présence de cobalt (grande solubilité) qu'en présence de cuivre (faible solubilité).

Évidemment, plusieurs autres facteurs sont responsables des phénomènes de densification ou de croissance, tels que la mouillabilité, l'angle dièdre et la taille de ménisques, qui sont décrits dans les prochaines sections.

4.2.3 Mouillabilité

La mouillabilité se définit comme étant la facilité d'un liquide à s'étaler sur un solide (German 1985), tel qu'il est montré à la figure 4.2. Cette caractéristique prend beaucoup d'importance durant le frittage en phase liquide puisqu'une bonne mouillabilité permet au liquide de se répandre plus facilement à la surface des particules. De même, on trouve que plus la mouillabilité est bonne, plus le liquide parvient à pénétrer aux joints de grains (Liu, 2005).

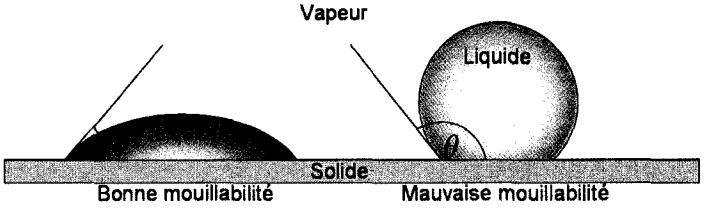


Figure 4.2 : Schéma de la mouillabilité (d'après German, 1985)

La mouillabilité se mesure par l'angle de contact θ (aussi appelé angle de mouillage) qui dépend de l'équilibre entre les tensions interfaciales au point de contact entre la phase liquide, le solide et la phase vapeur.

Tel qu'il est montré à la figure 4.3, l'équilibre horizontal à ce point peut s'écrire :

$$\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cos\theta \qquad \text{(Équation 4)}$$

Où γ_{SV} est la tension interfaciale solide-vapeur

γ_{SL} est la tension interfaciale solide-liquide

γ_{LV} est la tension interfaciale liquide-vapeur

θ est l'angle de contact

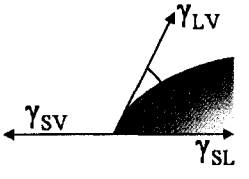


Figure 4.3 : Équilibre à l'angle de contact (d'après German, 1985)

Ainsi, la mouillabilité dépend à la fois de la nature chimique des constituants solide et liquide en présence. Généralement, on considère un angle de contact supérieur à 90° comme étant caractéristique d'une faible mouillabilité, alors qu'un angle de contact inférieur à 90° est caractéristique d'une bonne mouillabilité.

Une bonne mouillabilité est évidemment favorable puisqu'elle permet au liquide de minimiser l'énergie libre du système plus facilement en occupant les espaces les plus petits où les forces capillaires sont les plus grandes (German 1985). À l'inverse, une mauvaise mouillabilité peut mener à une croissance importante du comprimé, allant même jusqu'à un ressuage du liquide à l'extérieur du volume du solide (German 1985).

4.2.4 Angle dièdre

L'angle dièdre ϕ est formé à l'intersection entre deux grains (ou deux particules) et un liquide. Dans une microstructure donnée, on parle d'angle dièdre moyen qui tient compte de tous les angles dièdres rencontrés dans le comprimé. La figure 4.4 illustre l'angle dièdre obtenu entre deux grains et la phase liquide.

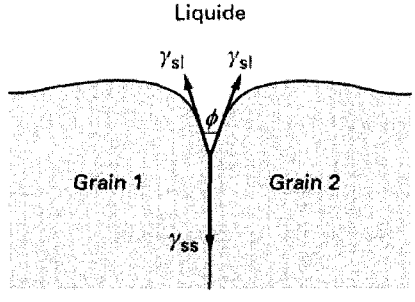


Figure 4.4 : Angle dièdre (Bernache-Assolant & Bonnet 2005)

Cet angle est déterminant dans la répartition du liquide dans la microstructure puisqu'à l'équilibre, la relation entre les tensions interfaciales et l'angle dièdre est donnée par l'équation :

$$\gamma_{SS} = 2\,\gamma_{SL}\cos\frac{\phi}{2} \qquad \text{(Équation 5)}$$

Où γ_{SL} est la tension interfaciale solide-liquide

γ_{SS} est la tension interfaciale solide-solide

ϕ est l'angle dièdre

Ainsi, lorsque le ratio $\frac{\gamma_{SS}}{\gamma_{SL}}$ tend vers 2, l'angle dièdre tend vers 0°. De même, pour un ratio $\frac{\gamma_{SS}}{\gamma_{SL}} > 2$, il n'y a pas de valeur possible d'angle dièdre selon l'équation montrée, ce qui signifie que l'équilibre est impossible entre deux grains et le liquide. Cette situation a comme conséquence l'infiltration du liquide entre les deux grains.

Par ailleurs, plus l'angle dièdre est grand, moins le liquide sera porté à pénétrer entre les grains ou les particules. En effet, pour un angle dièdre supérieur à 90°, le liquide reste isolé et il n'est pas porté à pénétrer entre les grains ou les particules.

Mentionnons également que l'angle dièdre moyen pour un système varie en fonction de la température. On trouve généralement que plus la température de frittage est élevée, plus l'angle dièdre sera faible. Ainsi, dans le système Fe-Cu, on trouve un angle dièdre moyen de 9° lors du frittage à 1150 °C comparativement à 32° lors du frittage à 1110 °C (Berner, Exner & Petzow, 1973).

En somme, on trouve généralement qu'une valeur faible d'angle dièdre est favorable à la densification, tout comme une valeur faible d'angle de mouillage est également souhaitable.

4.2.5 Formation de ménisques

La répartition de la phase liquide entre les particules mène à la formation de ménisques, tel qu'illustré à la figure 4.5.

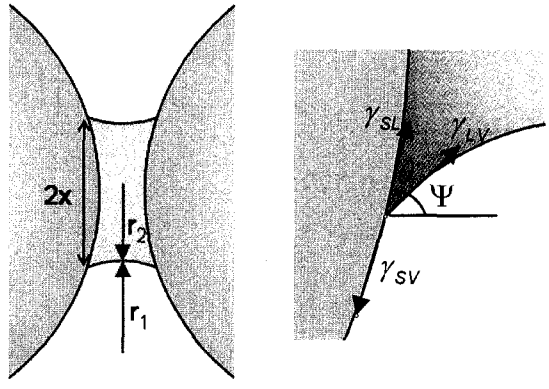


Figure 4.5 : Ménisque créé par le liquide entre deux particules (d'après Bernache-Assolant & Bonnet, 2005)

En raison de cette géométrie, il existe une différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur du liquide qui est décrite par la loi de Laplace :

$$\Delta P = \gamma_{LV}\left(\frac{1}{r_1}+\frac{1}{r_2}\right) \qquad \text{(Équation 6)}$$

Les valeurs de r_1 et r_2 dépendent notamment de la taille des particules, de l'angle de mouillage et de la quantité de liquide (German, 1985). En raison de la courbure généralement concave, le terme entre parenthèses de l'équation 6 est négatif et la pression à l'intérieur du liquide est inférieure à celle dans les pores. Cette différence de pression est à l'origine des forces capillaires qui agissent sur les particules (Bernache-Assolant & Bonnet, 2005).

La force qui attire les particules l'une vers l'autre comprend une composante de pression et une composante d'énergie de surface et peut s'exprimer :

$$F = \pi x^2 \Delta P + 2 \pi x \gamma_{LV} \cos \Psi \qquad \text{(Équation 7)}$$

Où F est la force exercée sur une particule

x est la taille du ménisque tel qu'il est montré à la figure 4.5

ΔP est la différence de pression donnée par la loi de Laplace

γ_{LV} est l'énergie interfaciale liquide-vapeur

Ψ est l'angle formé à l'extrémité du ménisque tel qu'il est montré à la figure 4.5

La grandeur de la force exercée sur une particule dépend donc de plusieurs paramètres, notamment de la taille des particules, de l'angle de mouillage, de la nature chimique des constituants en présence et de la quantité de phase liquide (German, 1985).

4.3 Modèle de densification

Le modèle généralement accepté afin de décrire le frittage en phase liquide est caractérisé par trois étapes se chevauchant pour un comprimé passant d'une faible densité à une plus haute densité (German, 1985; Bernache-Assolant & Bonnet, 2005). Ces trois étapes sont : 1) étape initiale : réarrangement des particules, 2) étape intermédiaire : dissolution et précipitation et 3) étape finale : coalescence des grains et frittage en phase solide. Ces trois étapes sont décrites dans les sections suivantes. Bien que les trois étapes se chevauchent, la figure 4.6 tente de montrer les durées approximatives des trois étapes.

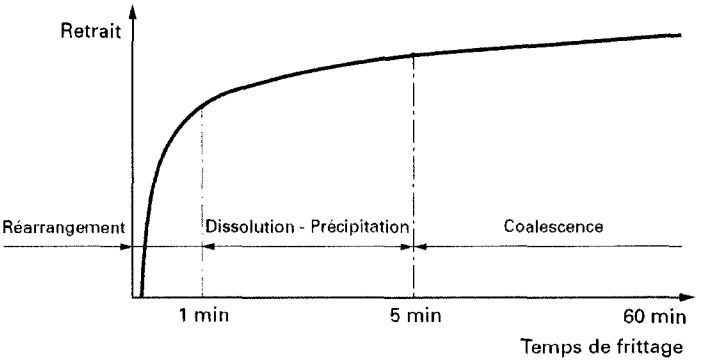


Figure 4.6 : Étapes du frittage en phase liquide (Bernache-Assolant & Bonnet, 2005)

4.3.1 Étape initiale : Réarrangement des particules

L'étape initiale de réarrangement des particules est la plus courte en durée mais elle est également celle pendant laquelle la plus grande densification survient (Bouvard, 2002). Plusieurs mécanismes surviennent de façon concurrente, entre autres, l'apparition de la phase liquide, le glissement des particules, le frittage en phase solide, etc. Le réarrangement des particules est surtout causé par l'apparition de la phase liquide et les forces capillaires présentes dans le comprimé. La densification est d'autant plus rapide que la mouillabilité du liquide est grande.

Le réarrangement des particules peut être séparé en deux étapes, soit le réarrangement primaire et secondaire (Courtney, 1984; German, 1985). Le réarrangement primaire concerne les particules individuelles alors que le réarrangement secondaire concerne plutôt les fragments de particules s'étant désintégrées par la pénétration du liquide aux joints de grains. Ces deux phénomènes sont montrés à la figure 4.7.

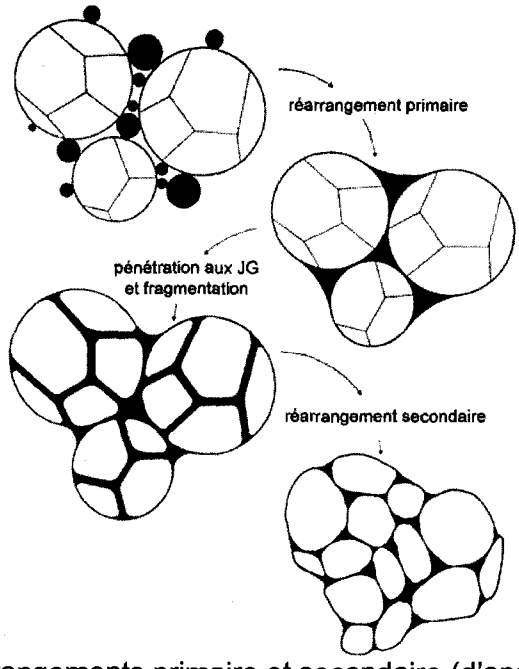


Figure 4.7 : Réarrangements primaire et secondaire (d'après, German 1985)

La densification peut être estimée en fonction du temps selon l'équation :

$$\frac{\Delta L}{L_0} \sim \frac{t^{1+y}}{D} \qquad \text{(Équation 8)}$$

où $\frac{\Delta L}{L_0}$ est le changement dimensionnel linéaire

t est le temps

D est le diamètre moyen des particules

$(1 + y)$ est un exposant qui tient compte de la viscosité et des forces capillaires

La valeur de l'exposant (1 + y) varie typiquement entre 1,1 et 1,6, une valeur de 1,3 étant une bonne approximation pour la plupart des systèmes (German, 1985). Cette équation montre également l'importance de la taille des particules sur la densification due au réarrangement. Une taille de particules plus petite mène à un plus grand réarrangement en fonction du temps, notamment à cause des plus grandes forces capillaires associées à la présence de plus petites particules. La figure 4.8 montre la

densification due au réarrangement en fonction de la taille des particules pour un mélange Fe-Cu fritté à 1150 °C à partir de particules sphériques de taille unique.

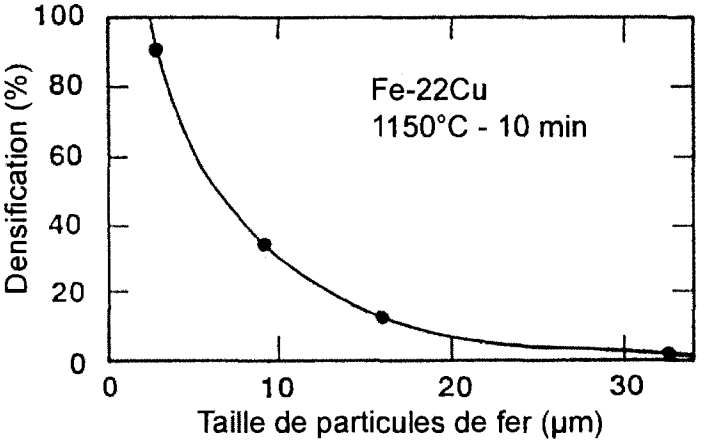


Figure 4.8 : Effet de la taille des particules sur la densification (d'après German, 1985)

En plus de la taille des particules, plusieurs autres facteurs influencent le réarrangement lors de la phase initiale du frittage en phase liquide, notamment la quantité de phase liquide, l'homogénéité du mélange et la densité initiale (Ramakrishnan & Lakshminarasimhan, 1967; Huppmann, Riegger, Kaysser, Smolej & Pejovnik, 1979).

La densité initiale peut influencer grandement le niveau de densification lors du frittage en phase liquide. Pour de faibles quantités de phase liquide, on observe généralement qu'une faible densité initiale mène à une faible densité finale. Cette observation n'est toutefois pas nécessairement valide pour d'importantes quantités de phase liquide. En effet, pour de grandes quantités de phase liquide (> 15 %), la densification associée au réarrangement peut être très importante malgré une faible densité initiale (German, 1985).

Par ailleurs, une densité initiale élevée est associée à une grande quantité de liens mécaniques entre les particules, ce qui limite habituellement le réarrangement lors de l'apparition de la phase liquide et donc la densification totale.

Ainsi, Kingery (1959) rapporte que la densification maximale que l'on peut attribuer au réarrangement (pour des particules sphériques) est fonction de la quantité de phase liquide disponible, tel qu'il est montré à la figure 4.9.

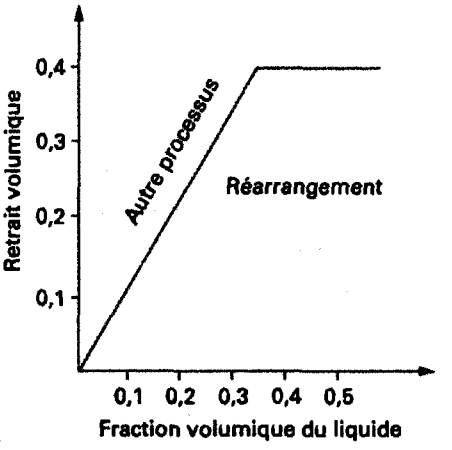


Figure 4.9 : Densification due au réarrangement (Bernache-Assolant & Bonnet, 2005)

Tel qu'il est montré sur la figure, on remarque que le volume de densification (ou le retrait volumique) associé au réarrangement est limité par la fraction volumique (F_v) de liquide. Ainsi, on trouve qu'au-delà d'un certain niveau de phase liquide ($F_v \approx 35$ %), d'autres mécanismes sont requis pour terminer la densification, tel le mécanisme de dissolution et précipitation (Kingery & Narasimhan, 1959).

4.3.2 Étape intermédiaire : Dissolution et précipitation

Alors que l'étape de réarrangement tire à sa fin, l'étape de dissolution et précipitation débute dans le comprimé. Pendant cette étape, un des facteurs importants est la solubilité du solide dans le liquide. En effet, plus la solubilité du solide dans le liquide est grande, plus le phénomène de dissolution des petites particules est efficace.

Après l'étape du réarrangement, la présence de contacts entre les particules indique que l'énergie libre est plus élevée à cet endroit qu'ailleurs sur la particule. La diminution

de l'énergie libre peut donc se faire selon plusieurs mécanismes, soit a) l'aplanissement progressif des contacts entre les particules, b) la dissolution des petites particules et c) diffusion à l'état solide, tel qu'il est montré à la figure 4.10. Parmi ces mécanismes, on considère que la diffusion à l'état solide apporte la plus faible contribution à la densification, car la vitesse de diffusion à l'état liquide et généralement très supérieure à la vitesse de diffusion à l'état solide.

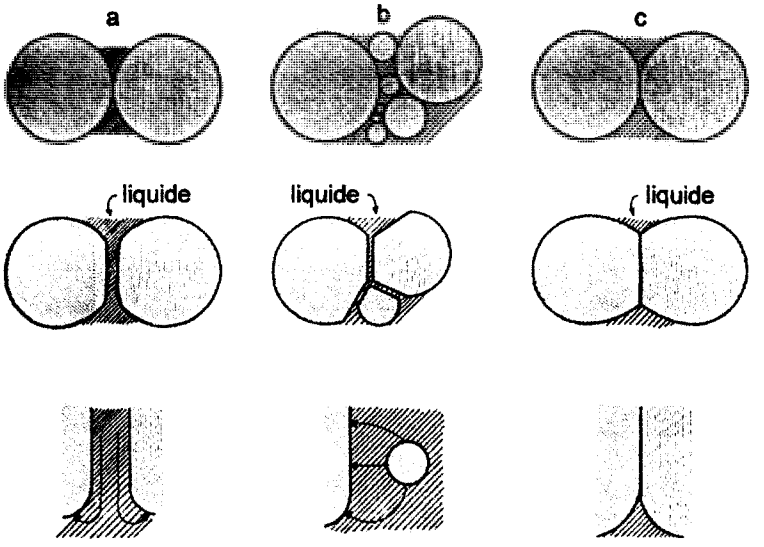


Figure 4.10 : Mécanismes de densification lors de l'étape intermédiaire (d'après German, 1985)

L'aplanissement des contacts se produit par 1) dissolution de la particule aux points de contact, 2) diffusion dans le liquide vers l'extérieur du ménisque et 3) précipitation sur la particule à l'interface liquide/gaz qui existe de part et d'autres des ménisques. La dissolution des petites particules se produit quant à elle dans le liquide, et suite aux phénomènes de diffusion dans le liquide, il y a précipitation du soluté sur les plus grosses particules. La précipitation mène à la croissance des plus grosses particules au détriment des plus petites.

À cette étape, la force motrice du mécanisme de dissolution et précipitation provient principalement des différences entre les potentiels chimiques de constituants en

Mentionnons finalement que la densification régie par le mécanisme de dissolution et précipitation est généralement limitée par le taux de transfert de matière dans le liquide (Kaysser & Petzow, 1985).

4.3.3 Étape finale : coalescence des particules et frittage en phase solide

La densification se poursuit dans l'étape finale par coalescence des particules et frittage en phase solide jusqu'à l'atteinte de la densité maximale. La coalescence des particules se produit par le phénomène de dissolution et précipitation décrit précédemment, il s'agit donc de la continuation de l'étape intermédiaire. Ce mécanisme entraîne la disparition des plus petites particules et mène à la croissance des plus grosses particules (Warren 1977, Yoon & Huppmann, 1979).

Par ailleurs, la dissolution des petites particules et la croissance des grosses particules mènent à une augmentation de la taille moyenne des particules avec le temps (Kaysser, Takajo & Petzow, 1984). La croissance des particules en fonction du temps peut être exprimée par l'équation :

$$G^3 = G_0^3 + \kappa t \qquad \text{(Équation 9)}$$

Où G_0 est la taille de grain initiale

G est la taille de grain au temps t

κ est une constante cinétique qui tient compte de la solubilité et de la fraction volumique du solide reliée au taux de croissance des particules

La microstructure finale du composé dépend de la nature des phases en présence lors du frittage, et notamment de la quantité de liquide créée.

Frittage en phase solide

Le frittage en phase solide est évidemment une partie importante de tout cycle de frittage de pièces élaborées par métallurgie des poudres. Toutefois, dans le procédé de frittage en phase liquide, le frittage en phase solide tient généralement un rôle secondaire en raison de la grande quantité de réarrangement et la densification obtenue grâce à la présence d'une phase liquide. En présence d'une phase liquide transitoire, le frittage en phase solide devient plus important vers la fin du frittage lorsque la phase liquide transitoire est disparue.

Le frittage en phase solide peut néanmoins amener une contribution importante à la densification selon le temps et la température de frittage. La force motrice du frittage en phase solide est encore la réduction de l'énergie de surface. Ici, la réduction de l'énergie de surface se fait de deux façons : 1) diminution des interfaces solide-vapeur par la diminution du nombre de particules et grossissement de la taille des particules (mûrissement d'Ostwald) et 2) diminution des interfaces solide-vapeur par la création d'interfaces solide-solide.

Plusieurs mécanismes de transport de la matière sont présents lors de cette étape du frittage, notamment des phénomènes de transport en surface des particules, de transport le long des joints de grains et de diffusion à travers le volume des particules (Warren, 1977). Ces mécanismes permettent la création et la croissance de ponts entre les particules menant à une densification théorique maximale.

4.4 Effets du cycle thermique

Le cycle thermique est évidemment d'une importance capitale lors du frittage en phase liquide. Parmi les facteurs les plus importants, mentionnons la température de frittage, la durée du frittage ainsi que les taux de montée en température et de refroidissement.

4.4.1 Température de frittage

Le choix de la température de frittage influence évidemment le frittage en phase liquide. En premier lieu, la température de frittage doit évidemment être suffisante afin de permettre l'apparition de la phase liquide. De plus, une température de frittage supérieure à la température d'apparition du liquide mène généralement à une augmentation de la solubilité du solide dans le liquide et une diminution de la viscosité du liquide. De même, une haute température tend à favoriser la mouillabilité du liquide sur le solide. La somme de ces phénomènes contribue généralement de façon positive à la densification.

Par ailleurs, la température de frittage peut également influencer d'autres paramètres telle la quantité de phase liquide et l'angle dièdre. Il faut toutefois noter qu'une température de frittage trop élevée peut mener à des distorsions importantes des pièces en raison de la trop grande quantité de liquide créée en peu de temps. La quantité maximale de liquide dépend des systèmes étudiés, mais on trouve dans la plupart des cas qu'une quantité de phase liquide entre 15 et 20 % est typique afin d'éviter la génération d'importantes distorsions (German, 1985).

4.4.2 Durée du frittage

Tel qu'il a été mentionné précédemment, la grande partie de la densification se déroule lors de l'étape initiale de réarrangement. Comme cette étape est très rapide, on obtient

généralement une bonne densification dans les premières minutes de frittage. Une plus grande durée de frittage mène à une plus grande densification, ce qui confère aux pièces frittées plusieurs avantages liés aux hautes densités. Selon German (1985), la majeure partie de la densification se produit dans les 20 premières minutes du frittage.

Par contre, un frittage trop long peut causer un grossissement de grains excessif, ce qui peut nuire à certaines propriétés mécaniques telle la limite élastique.

4.4.3 Taux de montée en température

Le taux de montée en température (taux de chauffe) peut également jouer un rôle important lors du frittage en phase liquide (German, 1985). En effet, pour de faibles vitesses de montée en température, la quantité de réarrangement se trouve diminuée en raison des liens métallurgiques qui se forment par diffusion à l'état solide. Une dissolution partielle de ces liens est possible mais elle dépend notamment de la solubilité de la matrice dans la phase liquide.

Par ailleurs, une grande vitesse de montée en température permet de créer une grande quantité de phase liquide rapidement, ce qui permet une homogénéisation rapide et un réarrangement maximal. Toutefois, une augmentation trop rapide de la température peut générer une quantité trop importante de liquide en peu de temps, pouvant causer une perte d'intégrité géométrique, ce qui n'est évidemment pas souhaité.

4.4.4 Taux de refroidissement

Le taux de refroidissement à partir de la température de frittage peut également jouer un rôle dans l'obtention de la microstructure et de la densité finale de pièces élaborées avec présence de phase liquide (Martin & Castro, 2003). Lors du refroidissement, on trouve qu'un taux de refroidissement plus lent peut mener à la ségrégation de certaines

espèces chimiques (notamment des impuretés) autour des particules, ce qui peut augmenter la fragilisation aux interfaces due à cette ségrégation.

Par ailleurs, un taux de refroidissement plus rapide limite la diffusion des éléments d'alliages dans la matrice et, compte tenu de la diminution de la solubilité en fonction de la température, mène à une augmentation de la saturation de la matrice et à l'obtention de résistances mécaniques supérieures (German, 1985).

4.5 Frittage supersolidus

Le frittage supersolidus est une forme de frittage en phase liquide pour laquelle on utilise des poudres préalliées générant la phase liquide, au lieu d'un mélange de poudre (Tandon & German, 1993). Tel que son nom l'indique, le frittage se déroule à une température supérieure au solidus, ce qui fait que le procédé est très sensible à la composition et à la température (German, 1997). La figure 4.11 montre le déroulement de la densification lors du frittage supersolidus.

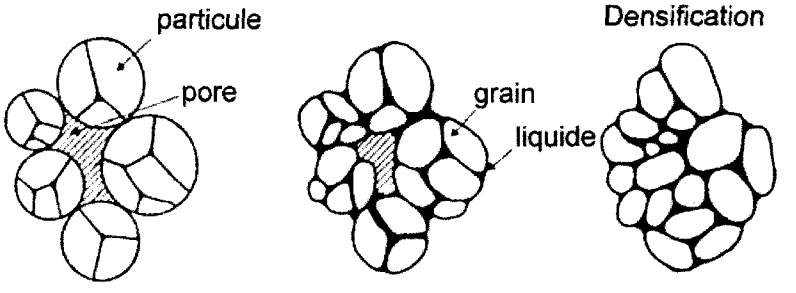


Figure 4.11 : Frittage supersolidus (d'après German 1997)

Selon la composition, le choix de la température de frittage influence la quantité de phase liquide disponible lors du frittage, tel qu'illustré à la figure 4.12. Par exemple, pour une composition donnée X_0, le fait d'augmenter la température de frittage de T_1 à T_2 fait passer la quantité de phase liquide de 10 à 30 %.

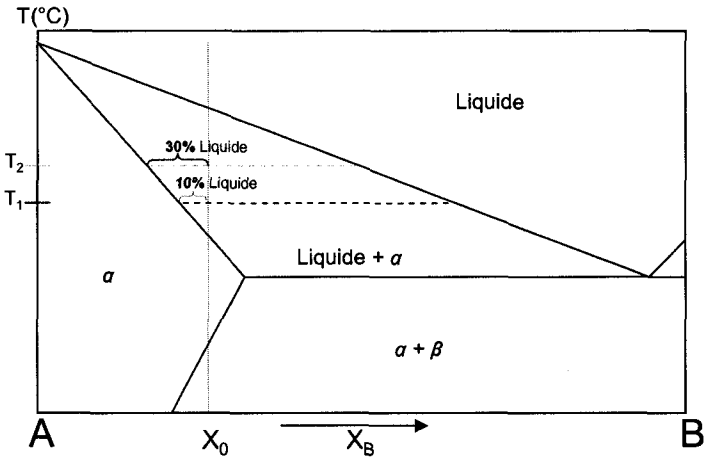


Figure 4.12 : Quantité de phase liquide en fonction de la température de frittage

Tel qu'il a été mentionné précédemment, on considère qu'une quantité minimale de liquide de 15 à 20 % est nécessaire afin d'avoir une densification importante. La maîtrise du cycle de frittage est donc critique en frittage supersolidus.

Comme le liquide se forme à l'intérieur des particules de poudres, chaque particule subit une fragmentation et un réarrangement, ce qui assure une répartition homogène de la phase liquide. La répartition homogène du liquide est d'ailleurs un avantage du frittage supersolidus par rapport au frittage en phase liquide traditionnel, pour lequel la répartition du liquide dépend principalement de l'homogénéité du mélange.

Parmi les systèmes métalliques pouvant être élaborés par frittage supersolidus, mentionnons Fe – 0,9 %C (Température de frittage : 1350 – 1425 °C), certains superalliages de nickel (Température de frittage : 1270 – 1330 °C) (Tandon et German, 1994) et certains aciers outils haute vitesse (Wright, Youseffi, Wronski, Ansara, Durand-Charre, Mascarenhas, et al., 1999).

Un des désavantages du frittage supersolidus repose sur la création de liens métallurgiques par frittage à l'état solide lors de la montée en température. Ces liens métallurgiques viennent entraver le réarrangement lors de la formation de la phase liquide. Néanmoins, en contrôlant adéquatement le taux de chauffage, il est possible d'atteindre une densification quasi-complète lors du frittage supersolidus.

4.6 Système Fe-C-P

L'utilisation de phosphore en métallurgie des poudres est généralement associée à des applications magnétiques (Weglinski & Kaczmar, 1980). Toutefois, l'utilisation de phosphore sous la forme de ferro-phosphore (Fe_3P) gagne progressivement en popularité en raison de la densification rencontrée ainsi que de l'augmentation de certaines propriétés mécaniques telle la résistance à la traction (Lindskog, 1973). Le phosphore peut également être ajouté sous forme de cupro-phosphore, notamment lors de l'élaboration d'aciers inoxydables (Preusse & Bolton, 1999) ou d'aciers outils haute vitesse (Bolton & Baah, 1991).

La figure 4.13 montre le diagramme d'équilibre ternaire Fe-C-P en trois dimensions.

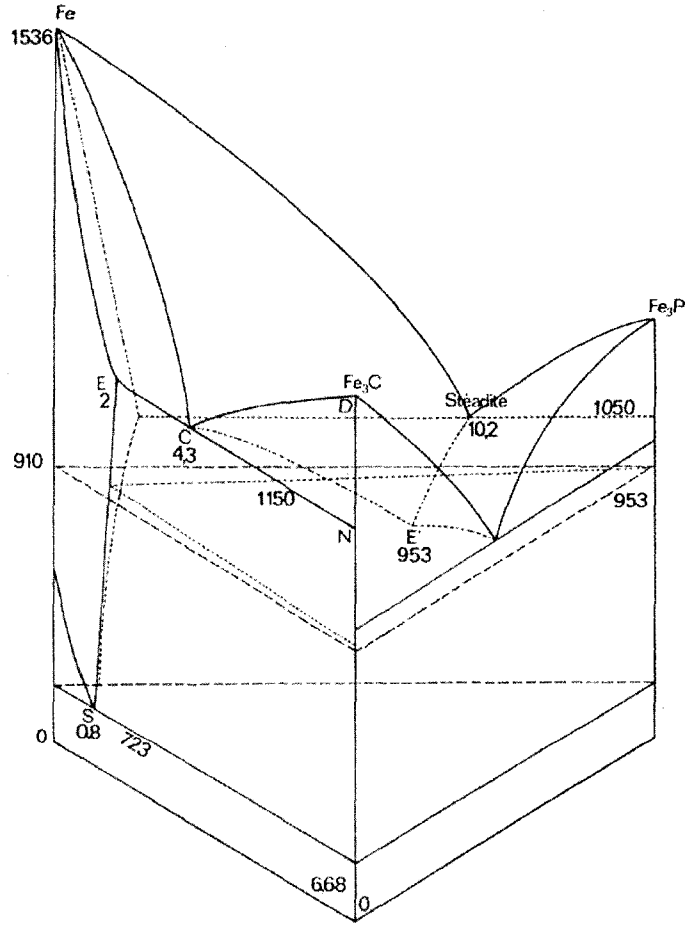


Figure 4.13 : Diagramme d'équilibre ternaire Fe-C-P (Laplanche, 1975)

Ce diagramme est tracé en considérant que le carbone est présent sous sa phase métastable (Fe_3C). Un diagramme semblable pourrait être tracé en considérant la phase stable du carbone, le graphite. On voit sur le diagramme d'équilibre Fe-C-P la présence de trois eutectiques binaires et d'un eutectique ternaire. Le détail de certaines transformations du système Fe-C-P sont données au tableau 4.1 avec leurs températures respectives, pour les phases stable et métastable du carbone.

Tableau 4.1 : Transformations dans le système Fe-C-P (d'après Raghavan, 1988)

Transformation	Température
Métastable (Fe_3C)	
$\gamma + Fe_3P \leftrightarrow \alpha + Fe_3C$	750 °C
$\gamma + Fe_3P + Fe_3C \leftrightarrow L$	955 °C
$Fe_3P + Fe_3C \leftrightarrow L$	967 °C
$\gamma + Fe_3C \leftrightarrow L$	1148 °C
Stable (Graphite)	
$\gamma + Fe_3P \leftrightarrow \alpha$ + Graphite	750 °C
$\gamma + Fe_3P$ + Graphite $\leftrightarrow$ L	977 °C
Fe_3P + Graphite $\leftrightarrow$ L+ Fe_2P	1150 °C
γ + Graphite $\leftrightarrow$ L	1154 °C

Tel qu'il est montré dans le tableau 4.1, plusieurs réactions entraînant la génération d'une phase liquide peuvent survenir en fonction des constituants du mélange. La composition du liquide change toutefois pour les différentes réactions données. Ainsi, il est plus facile de visualiser quels constituants sont en équilibre à une certaine température en regardant des diagrammes d'aires de prédominance.

Des diagrammes d'aires de prédominance isothermes du système Fe-C-P ont été modélisés par Raghavan (2004) pour différentes températures (de 1100 à 800 °C), et ils sont présentés à la figure 4.14.

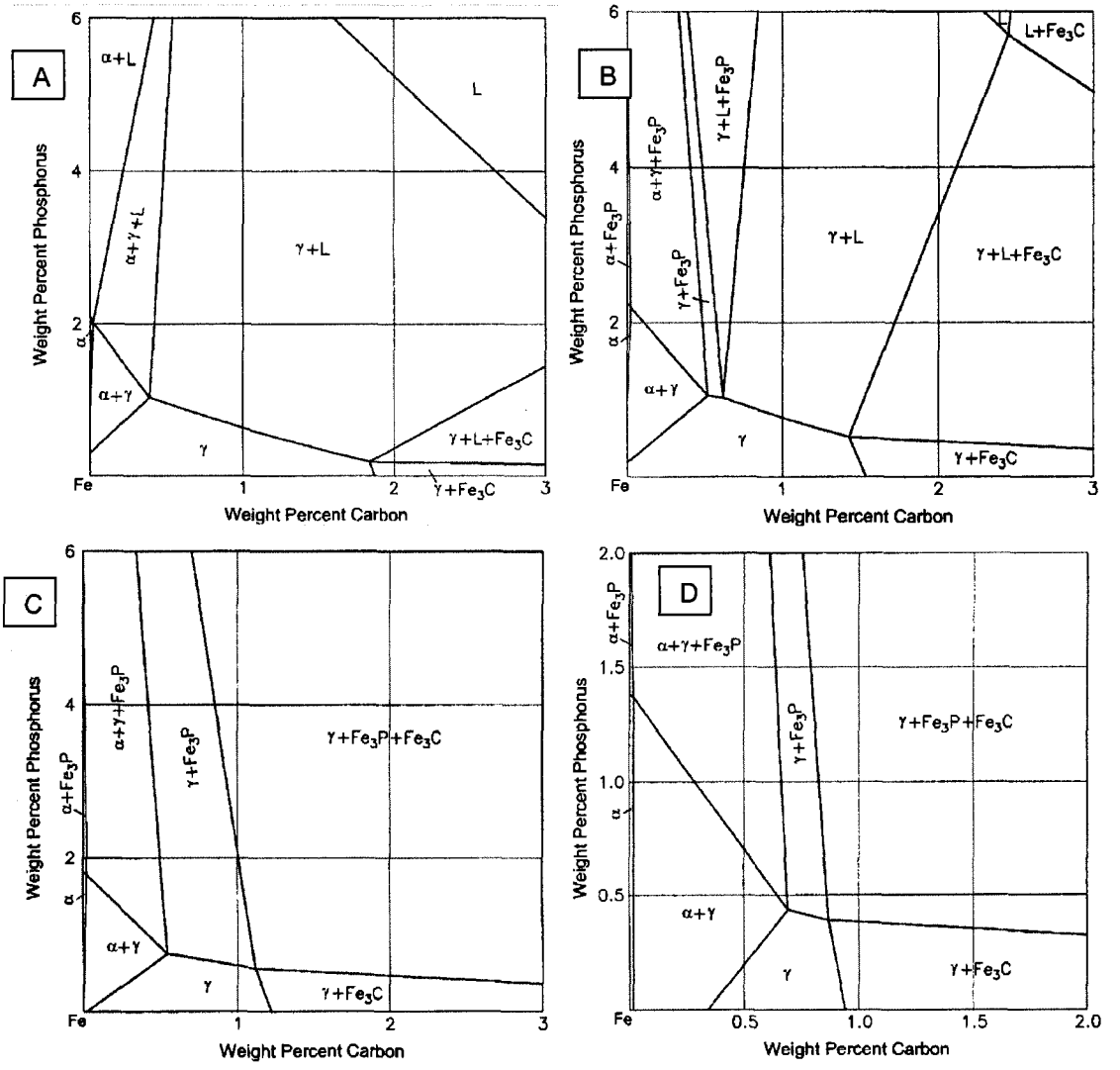


Figure 4.14 : Diagrammes d'aires de prédominance isothermes du système Fe-C-P à différentes températures A : 1100 °C, B : 1000 °C, C : 900 °C et D : 800 °C (Raghavan, 2004)

Selon ces diagrammes, il est possible de voir l'évolution de l'équilibre en fonction de la température pour plusieurs compositions données. À noter que ces diagrammes sont calculés pour le carbone sous forme de cémentite.

On voit sur la figure 4.14A que le domaine de présence d'une phase liquide est vaste pour une température près de la température de frittage conventionnelle (1100 vs

1120 °C). Pour une teneur en carbone de l'ordre de 1 %, la phase liquide est présente pour des teneurs en phosphore d'environ 0,65 %. La quantité de phase liquide générée sera toutefois faible à cet endroit (1 %C et 0,65 %P), ce qui n'est pas optimal pour la génération d'un phénomène important de densification. En effet, tel qu'il a été mentionné précédemment, la quantité de phase liquide optimale pour une densification maximale doit être de l'ordre de 15 à 20 % afin d'éviter les distorsions de la pièce lors du frittage. Dans cette optique, les teneurs en carbone et en phosphore doivent donc être ajustées afin de générer une plus grande quantité de phase liquide. Toutefois, bien que des teneurs élevées en carbone et en phosphore soient désirées pour la densification, ces teneurs affecteront de manière significative la microstructure et les propriétés de pièces élaborées par M/P.

4.6.1 Changement dimensionnel et propriétés mécaniques

Une teneur élevée en phosphore mène généralement à la présence d'une importante quantité de phase liquide, ce qui occasionne d'importants changements dimensionnels et qui rend le contrôle dimensionnel difficile (Lindskog, 1973). En effet, en l'absence de carbone, des contractions dimensionnelles de l'ordre de 2 à 3 % sont trouvées pour des teneurs en phosphore de 0,4 à 0,6 % (Lindskog, 1973).

La teneur en carbone influence grandement le changement dimensionnel de pièces contenant du phosphore. En effet, la présence de carbone stabilise l'austénite et limite la pénétration du phosphore dans les particules (la solubilité du phosphore est inférieure dans l'austénite par rapport à la ferrite (Lindskog, 1973)). Ceci limite le changement dimensionnel négatif associé à la présence de phosphore tel qu'il est montré à la figure 4.15.

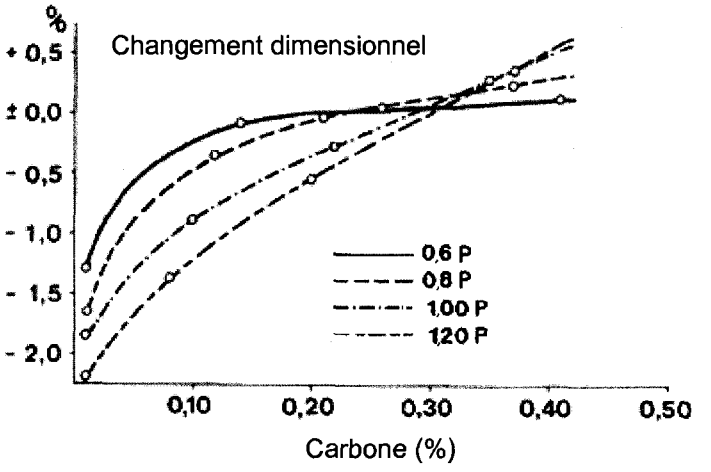


Figure 4.15 : Effet du carbone sur le changement dimensionnel pour différentes teneurs en phosphore (d'après Lindskog, Tengzelius & Kvist, 1976)

En raison des changements dimensionnels importants rencontrés, la quantité de phosphore ajoutée dans la pratique est généralement limitée à 0,6 % (Lindskog, Tengzelius & Kvist, 1976).

Lindskog (1973) rapporte que le phosphore augmente les propriétés mécaniques des pièces produites par M/P à base de poudres de fer. Par ailleurs, Abbasi, Bazdar & Halvaee (2007) ont montré des résultats semblables pour des pièces de fonte. L'amélioration des propriétés mécaniques de pièces élaborées par M/P est expliquée en grande partie par la création de la phase liquide riche en phosphore lors du frittage (Lindskog, Tengzelius & Kvist, 1977).

La figure 4.16 montre l'effet du phosphore sur la résistance à la traction pour différentes teneurs en carbone.

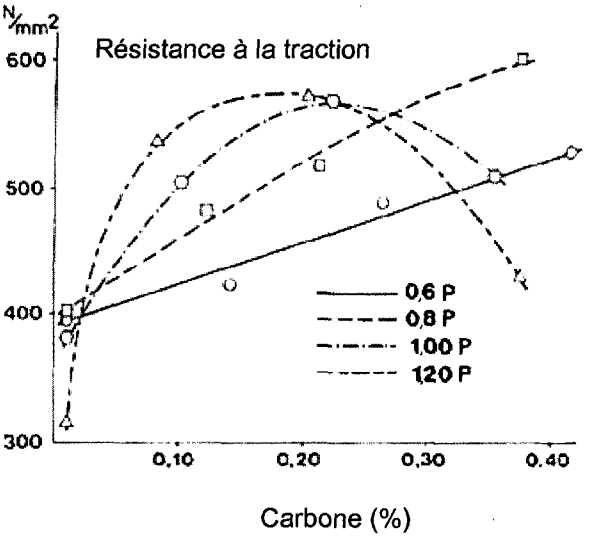


Figure 4.16 : Effet du phosphore sur la résistance à la traction pour différentes teneurs en carbone (d'après Lindskog, Tengzelius & Kvist, 1976)

Pour de faibles teneurs en carbone, la présence de phosphore augmente bel et bien la résistance à la traction. Toutefois, pour des teneurs plus élevées de carbone et de phosphore, on observe une diminution de la résistance à la traction. Cette diminution est expliquée par la présence d'un constituant fragile aux joints de grains pour de hautes teneurs en phosphore et en carbone (Lindskog, Tengzelius & Kvist, 1976).

En effet, aux températures de frittage, des teneurs élevées en carbone stabilisent l'austénite, ce qui limite la diffusion de phosphore dans celle-ci (Krecar, Vassileva, Danninger & Hunter, 2004). La phase liquide riche en phosphore créée se trouve donc entre les grains d'austénite et se solidifie aux joints de grains sous forme de réseau. Ce constituant (la steadite) correspond à l'eutectique ternaire γ + Fe_3P + Fe_3C qui se solidifie à environ 955 °C (Raghavan, 2004).

Ainsi pour des teneurs relativement faibles (< 1 %) en phosphore et en carbone, il est possible d'améliorer les propriétés mécaniques de pièces élaborées par M/P. De telles teneurs ne permettront toutefois pas de densification importante car la quantité de phase liquide créée sera trop faible.

4.6.2 Densification

Une étude détaillée du frittage en phase liquide du système Fe-C-P dans un objectif de densification a été réalisée par Khraisat (2004).

À partir de poudre non-comprimée, Khraisat & Nyborg (2000) ont obtenu des densités après frittage de l'ordre de 99 % pour des mélanges Fe-C-P. Les essais ont été réalisés pour différentes teneurs en phosphore et en carbone (et différents ratios P/C) afin de générer de 0 à 40 % de phase liquide. Les conditions expérimentales requises pour l'obtention des meilleurs résultats varient en fonction du ratio P/C du système. Par ailleurs, les auteurs notent qu'une quantité de phase liquide supérieure à 20 % mène à d'importantes distorsions, et que la quantité de phase liquide devrait donc se situer sous cette valeur.

Par ailleurs, les microstructures obtenues avec de telles quantités de carbone et de phosphore montrent la présence de constituants fragiles entre les particules (Fe_3C et Fe_3P) provenant de la phase liquide (Khraisat & Nyborg 2003). Afin de diminuer la présence de ces constituants, des étapes subséquentes de décarburation peuvent être effectuées par l'utilisation d'atmosphères de frittage appropriées. Ceci doit néanmoins être effectué à des températures supérieures à la température de frittage conventionnelle (1120 °C), afin de rester au dessus du solidus à mesure que la teneur en carbone diminue (Khraisat & Nyborg 2003). La décarburation est toutefois moins efficace à mesure que la densité frittée augmente, ce qui permet néanmoins l'obtention de densités de l'ordre de 95 % de la densité théorique, sans présence de cémentite ou de steadite.

Somme toute, le phosphore possède un excellent potentiel de densification lorsqu'utilisé conjointement avec le carbone. Toutefois, la présence de ces deux éléments en grande quantité a un impact appréciable sur la microstructure et conséquemment les propriétés mécaniques.

CHAPITRE 5 : PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

5.1 *Préparation de mélanges de poudres*

Les mélanges de poudres ont été faits dans différents mélangeurs. Des mélangeurs de type double cône ont été fréquemment utilisés, de même qu'un mélangeur de type Turbula. Un mélangeur à lit fluidisé a également été utilisé à l'occasion. Les principaux mélangeurs utilisés sont montrés à la figure 5.1.

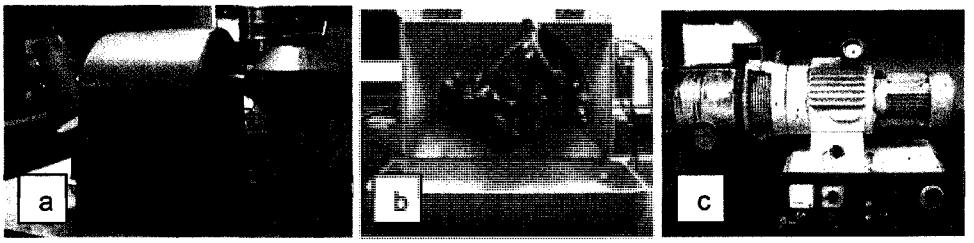


Figure 5.1 : Mélangeurs a) Double cône, b) Turbula et c) Lit fluidisé

Pour ce qui est des mélanges de poudre proprement dits, divers additifs ont été utilisés dans la préparation des mélanges, en plus des diverses poudres de base produites par Domfer (dont les compositions sont données au tableau 2.1).

Ainsi, les principaux additifs utilisés dans le cadre de ces travaux sont le cuivre, le graphite, le bisulfure de molybdène, l'enstatite, le ferro-phosphore de même que divers lubrifiants solides.

Le cuivre utilisé est du cuivre 165 produit par ACuPowder. Cet additif possède une pureté d'environ 99,3 % et un diamètre médian (d_{50}) des particules d'environ 50 µm.

Le graphite généralement utilisé est du graphite 1651 produit par Asbury. Possédant une teneur en carbone d'environ 95,5 %, le diamètre médian (d_{50}) des particules est de 9 µm. Dans le cas où du graphite grossier a été utilisé, il s'agit de graphite 3610 également produit par Asbury. Le diamètre médian (d_{50}) des particules est de 75 µm et il possède une teneur en carbone minimale de 99,0 %.

Le bisulfure de molybdène (MoS_2) utilisé est produit par Climax. À 98,9 % pur, il possède un diamètre médian (d_{50}) de particules d'environ 26 µm.

L'enstatite utilisé ayant été fournie par un partenaire industriel, l'origine et la composition chimique n'ont pu être déterminées.

Le ferro-phosphore (Fe_3P) utilisé est produit par Höganäs. La teneur en phosphore est d'environ 15,7 % et le diamètre médian des particules (d_{50}) est d'environ 20 µm, selon l'analyse granulométrique Laser Coulter LS.

Pour ce qui est des lubrifiants solides, le principal additif utilisé est le stéarate de zinc (ZnSt).

5.2 Échantillons

Plusieurs types d'échantillons ont été utilisés afin de générer divers résultats. Les échantillons utilisés lors des essais de perçage étaient de forme cylindrique ou annulaire, selon les presses et matrices utilisées. La majorité des résultats en perçage ont été obtenus sur des échantillons annulaires (appelés rondelles) montrés à la figure 5.2.

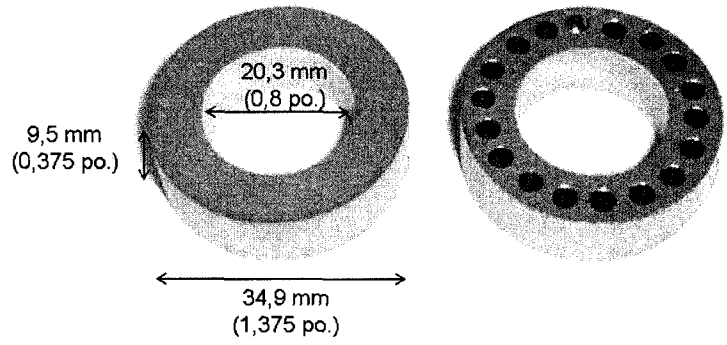


Figure 5.2 : Rondelles utilisées pour essais de perçage

Par ailleurs, des échantillons de forme rectangulaire ont été utilisés tout au cours des travaux afin d'effectuer, entre autres, la caractérisation microstructurale de certains mélanges et la résistance à la rupture transverse (« transverse rupture strength », TRS), tel qu'il est montré à la figure 5.3.

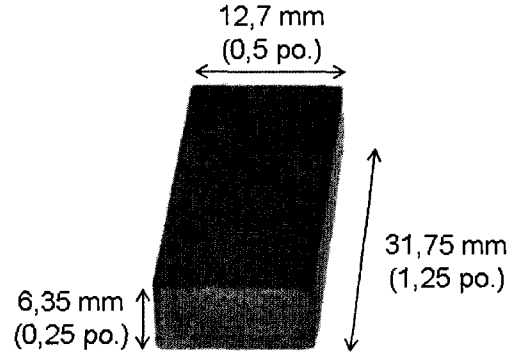


Figure 5.3 : Barres rectangulaires utilisées pour divers essais

5.3 *Frittages et traitements thermiques*

Plusieurs fours ont été utilisés lors de la réalisation des travaux, notamment des fours industriels et des fours de laboratoire. Les profils thermiques des fours industriels étant confidentiels, ils ne peuvent donc pas être décrits ici. Toutefois, dans la plupart des cas, le frittage était effectué pour une période maximale de 30 minutes à environ 1120 °C.

Dans le cas des échantillons frittés dans le four de laboratoire de Domfer, les échantillons étaient insérés à haute température (1120 °C) et frittés pendant 30 minutes. Ils étaient ensuite poussés vers la zone froide et refroidis jusqu'à ce que qu'ils atteignent environ 25 °C, soit environ 30 minutes également. Une atmosphère protectrice 75 %H_2 – 25 %N_2 était utilisée tout au long du cycle thermique. Le profil thermique du four utilisé est montré à la figure 5.4.

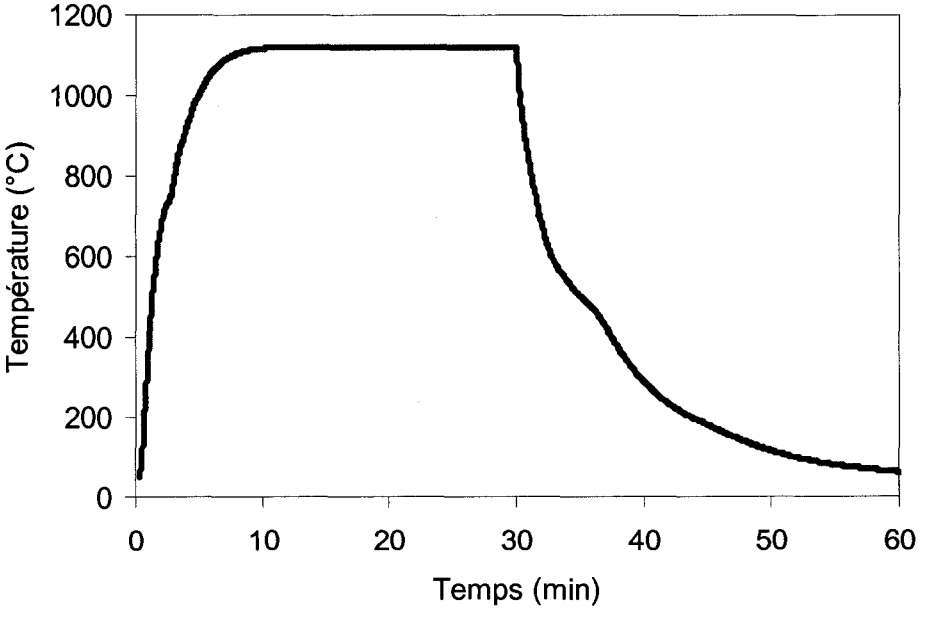


Figure 5.4 : Profil thermique du four de laboratoire de Domfer

Certains échantillons ont également été frittés dans divers fours tubulaires de laboratoires de l'École Polytechnique. Pour ces échantillons, les profils thermiques étaient variés et seront décrits lorsque nécessaire.

5.4 Mesure de carbone, soufre et oxygène

Les mesures de carbone, de soufre et d'oxygène ont toutes été effectuées sur des appareils Leco CS-444LS calibrés avant chaque mesure. Les mesures ont été répétées deux fois et les valeurs moyennes obtenues sont les valeurs rapportées dans cet ouvrage.

5.5 Mesure de dureté

Des mesures de dureté et de microdureté ont été effectuées sur divers échantillons. Selon la dureté des échantillons, les échelles HRB et/ou HRC ont été utilisées. Un duromètre de marque Mitutoyo ATK-600 ainsi qu'un microduromètre de marque Clemex CMT-2001 ont été utilisés. Dans tous les cas, un nombre suffisant de mesures a été pris afin d'obtenir des valeurs représentatives des échantillons caractérisés.

5.6 Mesure de densité

La densité des échantillons frittés peut être mesurée de différentes façons. La méthode la plus simple consiste à mesurer les dimensions de l'échantillon et de peser son poids. La densité exprimée en g/cm^3 est alors le ratio entre la masse (g) et le volume (cm^3).

Dans le cas d'échantillons à géométrie plus complexe, la densité peut être mesurée par la méthode d'Archimède telle que décrite dans la norme MPIF 42 (Metal Powder Industries Federation, 1993). Cette méthode consiste à mesurer la masse de l'échantillon à l'état sec (A), la masse de l'échantillon saturé d'huile (B) et la masse de l'échantillon saturé d'huile et suspendu dans l'eau (C).

La densité (ρ) est ensuite calculée selon :

$$\rho = (A * \rho H_2O) / (B-C) \qquad \text{(Équation 10)}$$

5.7 Mesure de changement dimensionnel

Le changement dimensionnel (C.D.) est mesuré sur les barres frittées selon la méthode décrite dans la norme MPIF 42 (Metal Powder Industries Federation, 1993). Le changement dimensionnel rapporté en % se calcule en mesurant la longueur de la barre frittée (L_F) par rapport aux dimensions de la matrice (longueur de la cavité L_C) selon :

$$C.D. = (L_F - L_C) / L_C \text{ X } 100 \% \qquad \text{(Équation 11)}$$

5.8 Essais de dilatométrie

Des essais de dilatométrie ont été effectués à l'aide d'un dilatomètre de marque Anter (modèle 1161).

Les essais peuvent être réalisés sur des échantillons de section circulaire ou rectangulaire. La hauteur des échantillons doit être comprise entre 12,7 et 38,1 mm (0,5 et 1,5 po). Des échantillons TRS (montrés à la figure 5.3) en position debout peuvent donc être utilisés. Toutefois, en présence d'une importante quantité de phase liquide, une déformation localisée peut se produire en raison du poids de la tige du dilatomètre. Dans ce cas, une mince plaquette d'alumine a été préparée et elle est insérée entre l'échantillon et la tige du dilatomètre.

Le dilatomètre mesure la variation des dimensions de l'échantillon pour un cycle thermique spécifié par l'usager. On obtient par la suite une courbe dilatométrique qui nous donne l'évolution de la température et de la longueur de l'échantillon en fonction

du temps, tel qu'il est montré à la figure 5.5. Il est par la suite possible d'illustrer l'évolution de la longueur de l'échantillon en fonction de la température, tel qu'il est montré à la figure 5.6.

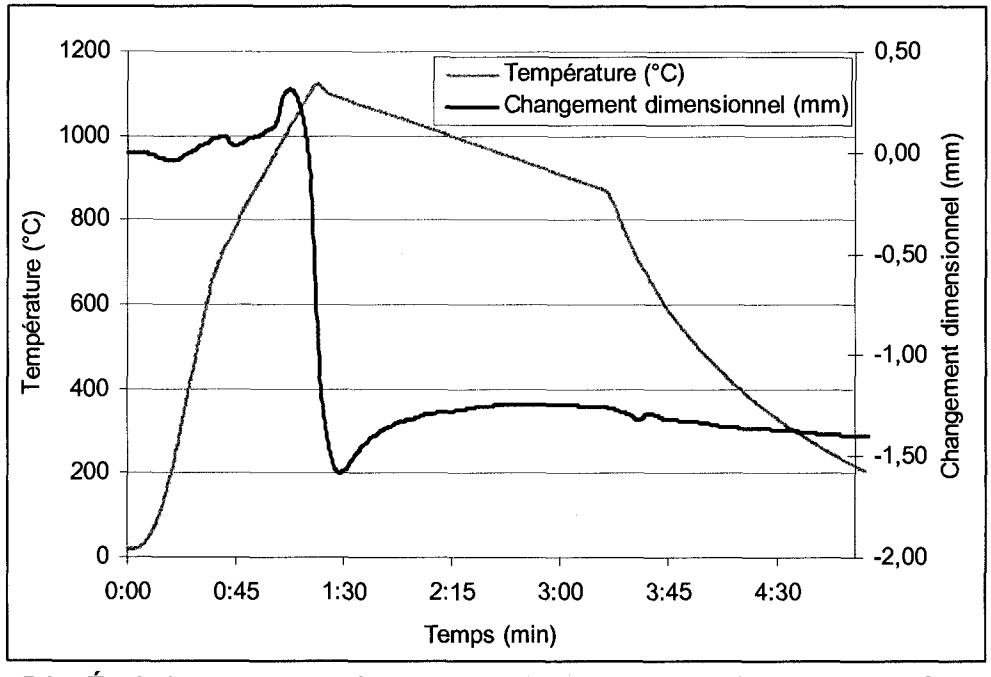


Figure 5.5 : Évolution de la température et de la longueur de l'échantillon en fonction du temps

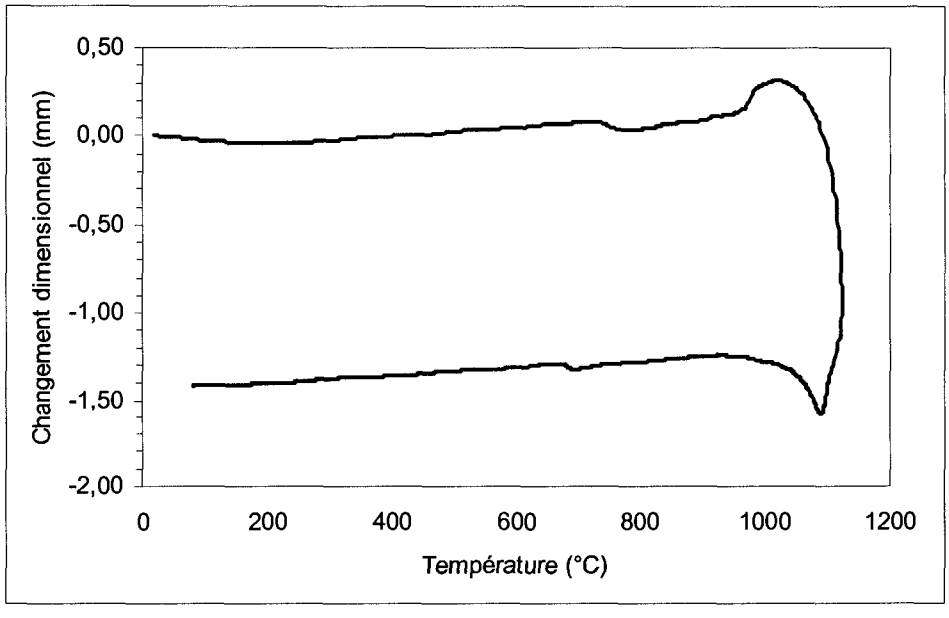


Figure 5.6 : Évolution de la longueur de l'échantillon en fonction de la température

Les changements dimensionnels rapportés sont exprimés en unité de longueur (mm ou µm) et représentent la variation par rapport à la longueur initiale de l'échantillon. Ainsi, une variation négative signifie une contraction de l'échantillon alors qu'une variation positive signifie une expansion de ce même échantillon.

À l'aide de ces courbes, il est possible de détecter les transformations de phases et d'identifier les températures auxquelles elles se produisent. Mentionnons toutefois que les températures rapportées sur les courbes de dilatométrie sont mesurées par un thermocouple situé dans la chambre à quelques mm de la pièce. Ces températures ne sont donc pas prises à l'intérieur même de la pièce, ce qui peut faire varier quelque peu la position exacte des phénomènes enregistrés, à quelques degrés près.

5.9 Caractérisation microscopique

La caractérisation microscopique des pièces étudiées s'est faite selon des procédures standards de coupe, d'enrobage et de polissage d'échantillons. Les échantillons ont généralement été caractérisés à l'état poli et à l'état attaqué pour l'observation des divers constituants microstructuraux. Dans la plupart des cas, un mélange 2 % nital / 4 % picral a été le réactif d'attaque utilisé.

Deux types de microscopes optiques ont principalement été utilisés pour la caractérisation des échantillons, soit des microscopes Leitz Metallovert et Nikon Optiphot-100. Le microscope Nikon est jumelé à un logiciel d'analyse d'images Clemex Vision qui a notamment été utilisé lors de la mesure de l'usure des outils.

Un microscope électronique à balayage (MEB) de marque JEOL (modèle JSM-840) a également été utilisé pour une caractérisation plus poussée de certains échantillons. Le microscope est équipé d'un détecteur à dispersion des énergies (« energy dispersive spectrometer », EDS) Link Analytical LZ-4 qui a été utilisé pour la caractérisation chimique de certains constituants des microstructures obtenues.

5.10 Caractérisation de l'usinabilité

La caractérisation de l'usinabilité peut se faire de différentes façons de sorte qu'aucun critère universel n'existe afin de définir celle-ci. Dans le cadre de ces travaux, trois principaux critères ont été utilisés : la force requise lors de l'usinage, la pente de la région linéaire de la courbe et l'usure des outils de coupe.

Le montage utilisé pour réaliser les essais d'usinabilité est montré à la figure 5.7.

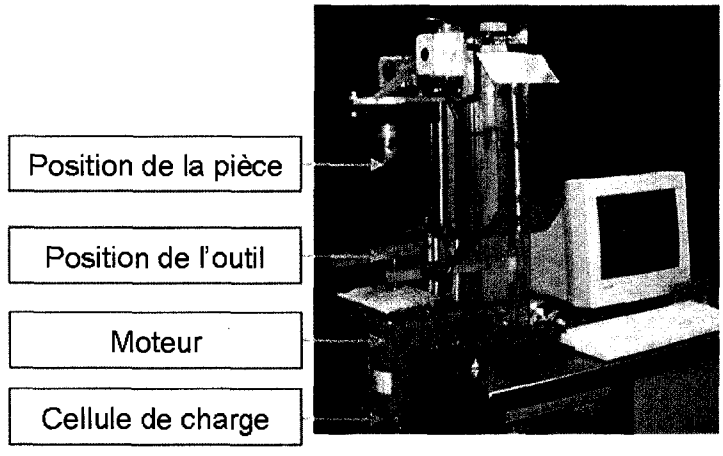


Figure 5.7 : Montage pour essais d'usinabilité

Tel qu'il est montré à la figure 5.7, le moteur est situé sous l'outil en rotation lors de la coupe et c'est la pièce qui est en mouvement. La cellule de charge située sous le moteur mesure la force requise pour percer les trous pour une vitesse de rotation (en rév/min) et une vitesse d'avance de la pièce (en mm/s) fixées par l'usager. L'évolution de la force requise pour percer les trous en fonction du nombre de trous usinés est ensuite tracée sur un graphique pour obtenir une courbe d'usinabilité. Des exemples de courbes d'usinabilité schématisées obtenues sur divers types de matériaux sont montrés à la figure 5.8.

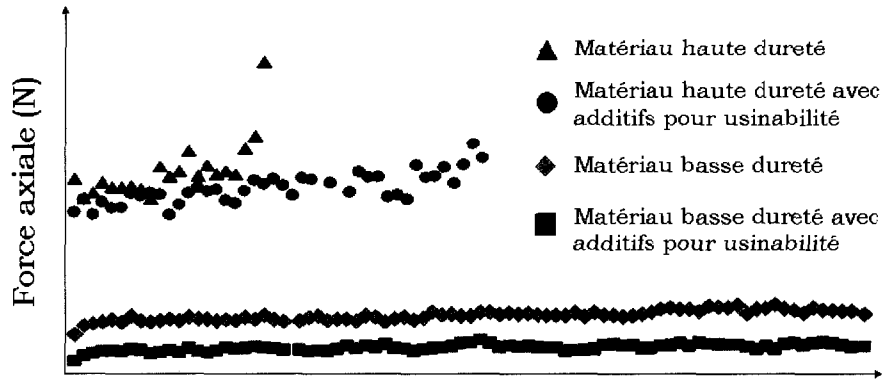


Figure 5.8 : Courbes d'usinabilité

La force moyenne est ensuite calculée selon le nombre de trous usinés. Sauf exception (par exemple, en cas de rupture de l'outil), tous les trous sont inclus dans le calcul.

La pente de la région linéaire d'une courbe d'usinabilité peut également être mesurée. Dans la région linéaire (dont l'intervalle varie selon l'étendue des essais), l'usure se fait de façon continue et progressive, et l'évolution de l'usure (donc la pente, ($\Delta F/\Delta N$)) est une mesure de l'usinabilité du matériau.

La caractérisation de l'usure des outils est plus longue et plus fastidieuse à réaliser que l'évaluation des autres critères susmentionnés. Elle est toutefois d'une grande importance puisqu'elle seule indique réellement l'usure de l'outil, alors que les autres critères sont considérés comme étant des indicateurs de celle-ci.

La mesure de l'usure de l'outil se fait donc en mesurant la surface enlevée de l'outil au cours de l'essai d'usinabilité. Pour ce faire, on doit tout d'abord mesurer la surface initiale de l'outil avant l'essai, et ensuite mesurer la surface restante de l'outil après l'essai.

La première étape consiste donc à prendre une image au microscope électronique à balayage de la mèche neuve et d'en tirer un profil qui servira de référence pour la mesure de l'usure, tel qu'il est montré à la figure 5.9.

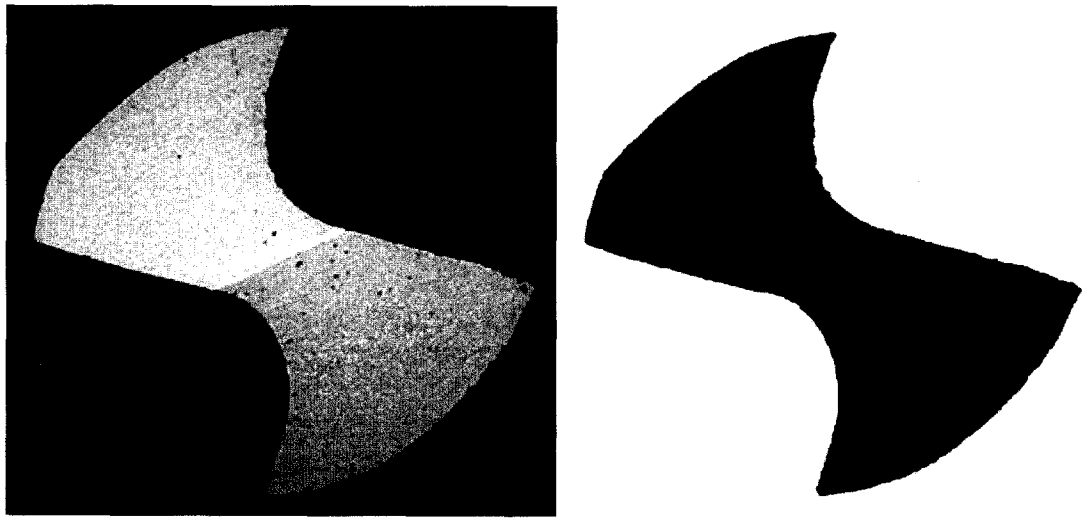


Figure 5.9 : Mèche neuve et profil initial

Ensuite, on procède à l'essai d'usinabilité au cours duquel on perce un certain nombre de trous. Après l'essai, une image est à nouveau prise au MEB et cette image est ensuite traitée à l'aide d'un logiciel style Photoshop. Le traitement de l'image consiste au découpage de l'arête de coupe et à l'enlèvement des régions où des arêtes rapportées (« built-up edges ») sont présentes, notamment le centre de l'image. Un exemple de mèche obtenue après un essai d'usinabilité et après traitement de l'image est montré à la figure 5.10.

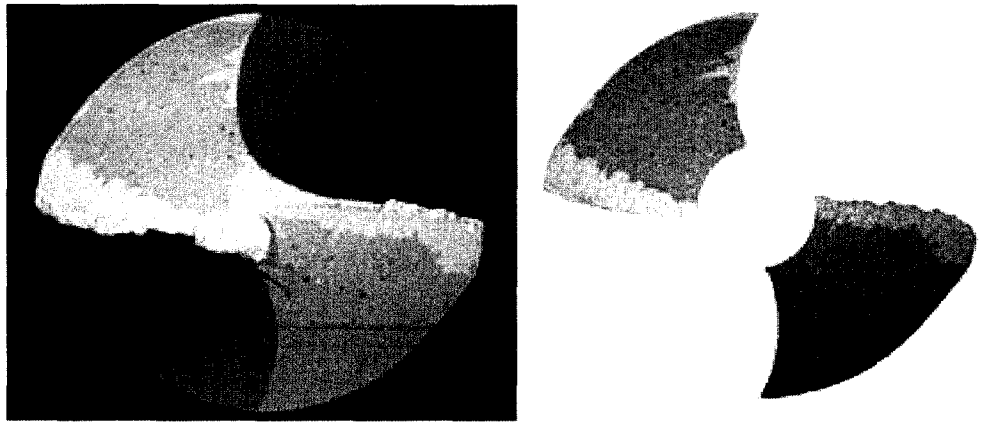


Figure 5.10 : Mèche usée avant et après traitement de l'image

La superposition subséquente du profil initial et de celui de la mèche usée après traitement de l'image permet de trouver la surface ayant été enlevée au cours de l'essai d'usinabilité, tel qu'il est montré à la figure 5.11.

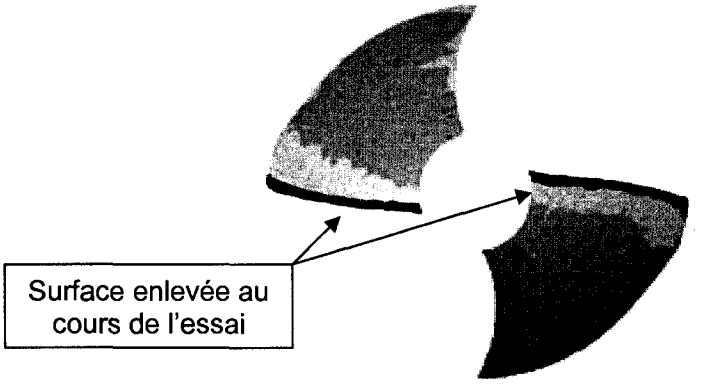


Figure 5.11 : Superposition du profil initial et de la mèche usée après traitement de l'image

Par la suite, en utilisant le logiciel d'analyse d'images Clemex Vision, on mesure l'aire de la région usée enlevée au cours de l'essai. À l'aide de la figure 5.11, on obtient pour cet exemple les valeurs suivantes :

Surface usée :	146388 μm^2 = 0,146 mm^2
Surface restante de l'outil :	2527923 μm^2 = 2,528 mm^2
Surface totale :	2674311 μm^2 = 2,674 mm^2

L'usure est estimée à : 146388/2674311 = 0,0547 $\approx$ 5,5 %

Afin de mesurer l'exactitude de la superposition des images, il est possible de comparer l'aire du profil initial (sans le centre) avec la somme des surfaces usée et restante. Sur la figure 5.9, on trouve que l'aire du profil initial (sans le centre) est égale à environ 2684360 μm^2. En comparant ces deux valeurs, on trouve une différence d'environ 10000 μm^2, donc de 0,01 mm^2. Il s'agit d'une différence de 0,4 % sur la mesure de l'usure. On identifie cette valeur comme étant l'erreur associée au

calcul présenté plus haut, donc que l'usure de l'outil dans cet exemple est d'environ 5,5 ± 0,4 %.

5.11 Outils de coupe

Deux types d'outils de coupe ont été utilisés afin de réaliser les essais de perçage. Dans la plupart des cas, des mèches d'acier haute vitesse (« high speed steel », HSS) de type A150 produites par Dormer et d'un diamètre de 3,175 mm (0,125 po.) ont été utilisées.

Lors de l'usinage de matériaux de plus haute dureté (telles des pièces élaborées à partir de poudres autotrempantes), des mèches de carbures de type K222A01250 produites par Kennametal et d'un diamètre de 3,175 mm (0,125 po.) avec un revêtement de TiAlN ont été utilisées.

5.12 Standardisation des outils

Afin de s'assurer de l'équivalence des outils utilisés lors des essais d'usinabilité, une étape de standardisation de mèches est effectuée. En effet, comme on désire comparer différents mélanges de poudres entre eux, on doit utiliser des outils donnant des forces de coupe équivalentes lors de l'usinage d'un matériel de référence.

Ainsi, pour chaque mèche, on doit d'abord percer trois trous dans une rondelle d'acier doux corroyé de dimensions semblables à celles des rondelles présentées à la figure 5.2. On choisit un acier doux car celui-ci possède une très bonne usinabilité lorsque comparé à l'usinabilité de pièces élaborées par métallurgie des poudres. Pour la standardisation, la vitesse d'avance est fixée à 1,5 mm/s et la vitesse de rotation de la mèche est fixée à 1500 rév/min.

Pour toutes les mèches, on mesure la force moyenne requise pour percer trois trous, que l'on rapporte sur un graphique, tel qu'il est montré à la figure 5.12.

On calcule ensuite la moyenne globale obtenue ainsi que l'écart type obtenu pour toutes les mèches standardisées (au minimum 30 mèches doivent être standardisées pour obtenir une valeur statistiquement acceptable). Il devient ainsi possible de discriminer les bonnes mèches des mauvaises en choisissant seulement celles qui se situent à l'intérieur d'un écart type par rapport à la moyenne globale.

Un second classement peut être effectué avant de choisir les mèches pour une série d'essais. Si la force moyenne pour une mèche donne des valeurs supérieures ou inférieures à la moyenne globale, le qualificatif « + » ou « - » lui est attribué. Lors de la sélection de mèches pour une série d'essais, les mèches choisies doivent avoir environ le même écart par rapport à la moyenne globale et être de même signe.

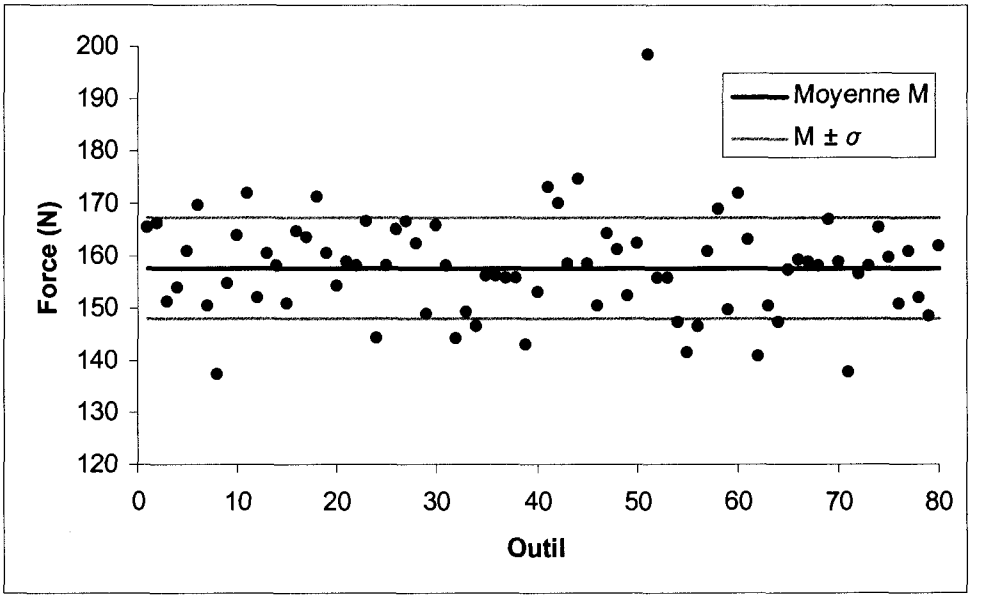


Figure 5.12 : Standardisation de mèches

CHAPITRE 6 : EFFET DE PARAMÈTRES OPÉRATIONNELS SUR LA CARACTÉRISATION DE L'USINABILITÉ

6.1 Introduction

Plusieurs paramètres influencent la caractérisation de l'usinabilité, en raison notamment de l'utilisation de différents critères d'usinabilité. Au cours des travaux, plusieurs études ont été entreprises afin de comprendre et d'améliorer la caractérisation de l'usinabilité.

Ainsi, la première étude d'importance a porté sur l'optimisation des paramètres de coupe en perçage à l'aide de la méthode du plan d'expériences. Par la suite, des travaux ont été effectués afin de caractériser l'effet du taux d'enlèvement de matière sur la détermination de l'usinabilité.

Des travaux portant sur la détermination de la pente de la région linéaire ont également été effectués, de même qu'une étude de l'effet du diamètre de la mèche sur la caractérisation de l'usinabilité. Les résultats de ces travaux sont présentés ici.

6.2 Optimisation des paramètres de coupe

La méthode du plan d'expériences est une méthode expérimentale qui permet de réduire le nombre d'expériences requises afin d'évaluer l'influence de divers paramètres sur la qualité d'un procédé ou d'un produit. Cette méthode permet de cibler efficacement l'impact des divers paramètres du procédé sur la qualité du produit fini. Il devient ainsi possible de procéder à l'optimisation du procédé en minimisant l'impact négatif de certains paramètres et en mettant en valeur l'impact positif d'autres paramètres.

L'optimisation des paramètres de coupe (vitesse de rotation et vitesse d'avance de l'outil), de même que la vérification de l'effet du positionnement de la mèche sur l'usinabilité en perçage d'un mélange de poudre standard FC-0208 (MP37 + 2 %Cu + 0,8 %C) ont été étudiées. La vérification de l'effet du positionnement de la mèche dans le mors sert à mesurer l'effet des vibrations sur les critères d'usinabilité étudiés, car plus la mèche est insérée profondément dans le mors, plus elle est supportée lors de l'usinage, menant possiblement à une réduction des vibrations.

Comme trois paramètres sont à l'étude et qu'on fixe pour chacun trois niveaux, une matrice de type L_9 doit être utilisée. Les paramètres A, B et C sont respectivement attribués à la vitesse de rotation de l'outil (en rév/min), la vitesse d'avance (en mm/sec) et le positionnement de la mèche (en mm, voir figure 6.1).

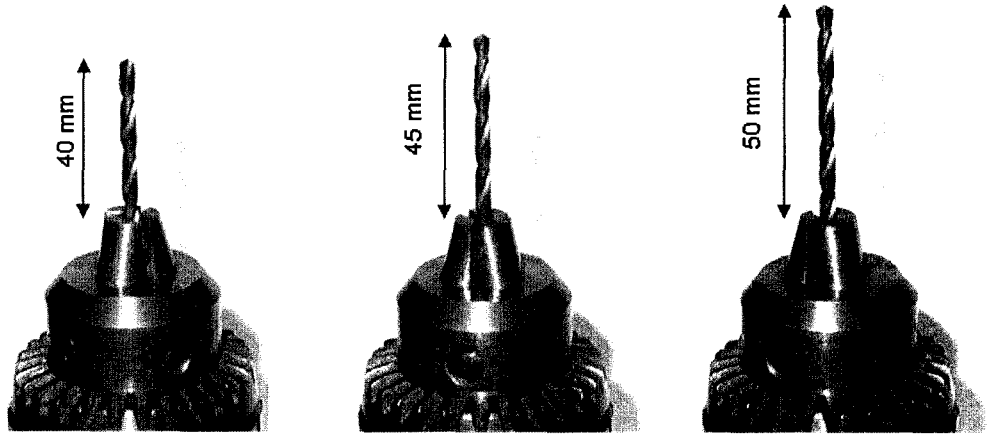


Figure 6.1 : Positionnement de la mèche

Pour la vitesse de rotation (paramètre A), les valeurs 1, 2 et 3 sont attribuées à 1000, 1500 et 2000 rév/min. Pour la vitesse d'avance (paramètre B), les valeurs 1, 2 et 3 sont attribuées à 1, 1,5 et 2 mm/sec. Pour la position de la mèche (paramètre C), les valeurs 1, 2 et 3 sont attribuées à 40, 45 et 50 mm. En considérant une longueur totale de mèche de 55 mm, ceci implique que la longueur de mèche dans le mors était de 15, 10 et 5 mm respectivement.

Les valeurs de vitesses d'avance et de vitesse de rotation sont établies en fonction des capacités du montage d'usinabilité utilisé (voir figure 5.7). Ces conditions se rapprochent toutefois de valeurs recommandées pour l'usinage en perçage de pièces de cette dureté (voir Höganäs AB, 1998).

Le tableau 6.1 montre la matrice orthogonale L_9 utilisée dans la cadre de la méthode du plan d'expériences avec les différents paramètres et leurs différents niveaux respectifs.

Tableau 6.1 : Matrice orthogonale utilisée

Nom	Paramètre A	Paramètre B	Paramètre C	Vitesse de rotation (rév/min)	Vitesse d'avance (mm/s)	Hauteur (mm)
DOE1	1	1	1	1000	1,0	40
DOE2	1	2	2		1,5	45
DOE3	1	3	3		2,0	50
DOE4	2	1	2	1500	1,0	45
DOE5	2	2	3		1,5	50
DOE6	2	3	1		2,0	40
DOE7	3	1	3	2000	1,0	50
DOE8	3	2	1		1,5	40
DOE9	3	3	2		2,0	45

Les essais sont effectués avec des mèches HSS ayant un diamètre de 3,175 mm (0,125 po) préalablement standardisées. Les échantillons utilisés sont des rondelles pressées à 6,6 g/cm³ et frittées à 1120 °C dans un four industriel. La dureté après frittage de ces échantillons est de 73,2 ± 2,0 HRB et le carbone après frittage est de 0,67 %C. La microstructure est majoritairement constituée de perlite et elle contient un peu de ferrite. Des sulfures de manganèse (MnS) sont également présents.

Pour chaque expérience, les différents critères d'usinabilité suivants sont évalués :

- Force moyenne ;
- Pente de la courbe ;
- Usure de l'outil.

Les courbes d'usinabilité obtenues pour les essais DOE1 à 9 sont montrées aux figures 6.2, 6.3 et 6.4. Les résultats obtenus sont résumés au tableau 6.2.

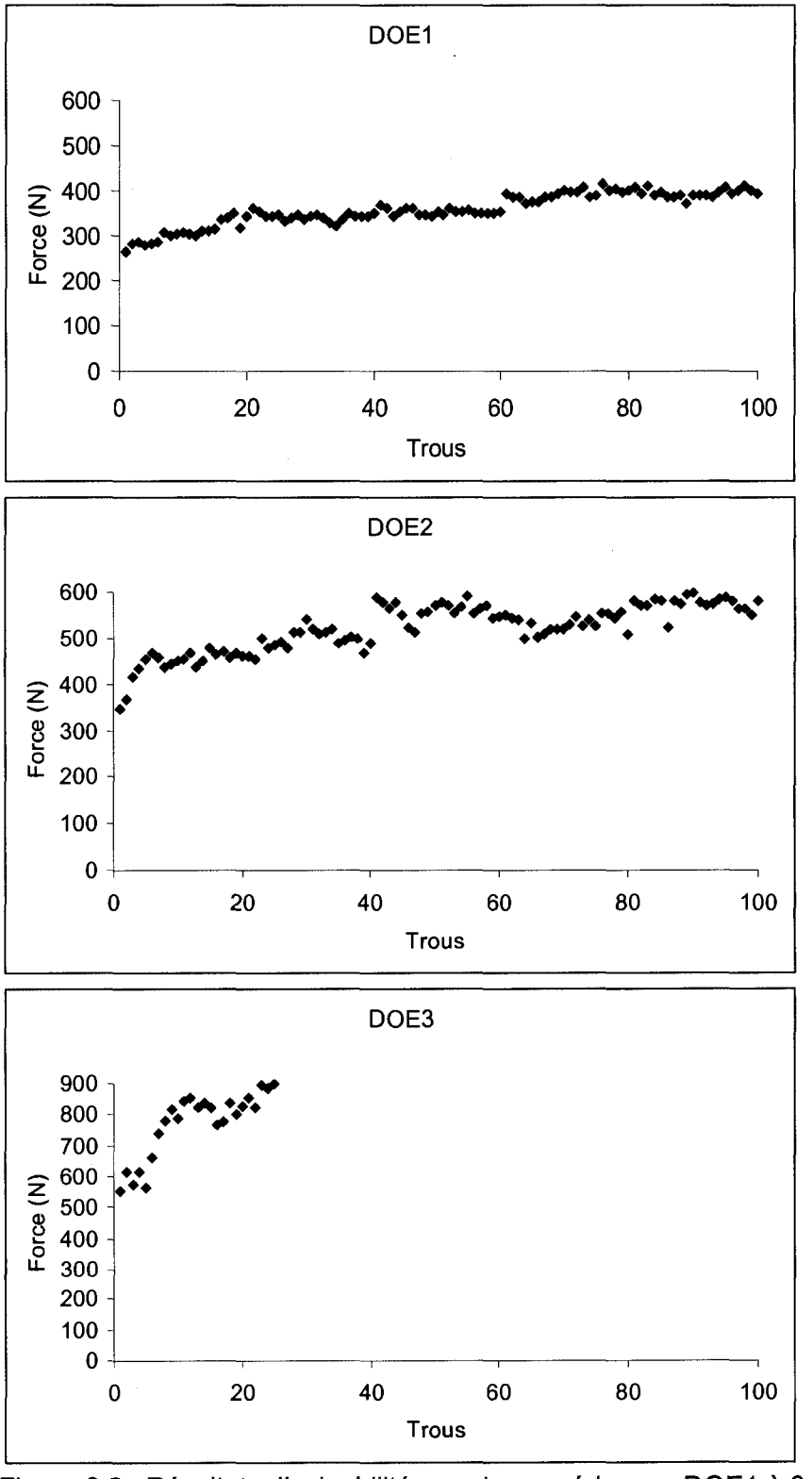


Figure 6.2 : Résultats d'usinabilité pour les expériences DOE1 à 3

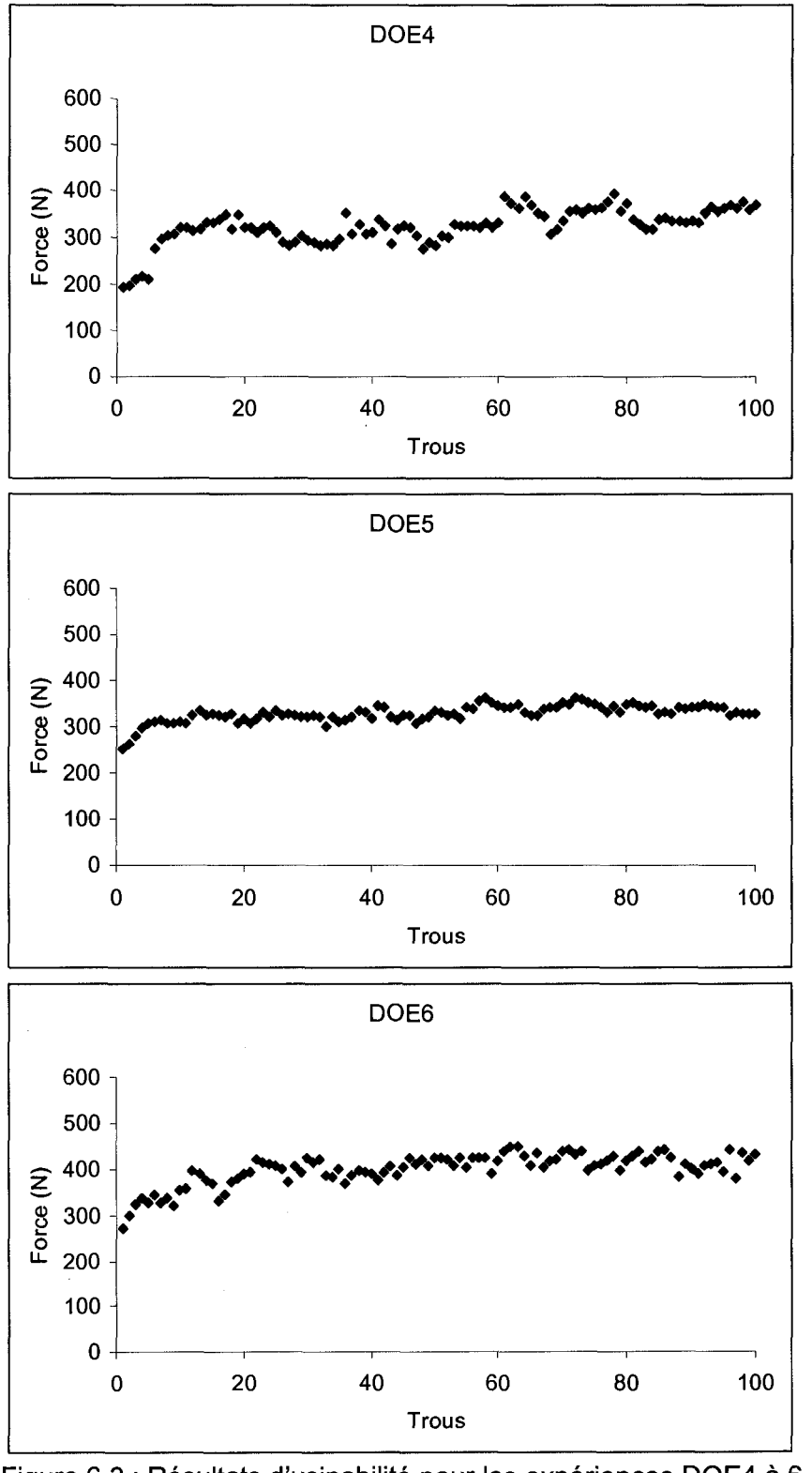


Figure 6.3 : Résultats d'usinabilité pour les expériences DOE4 à 6

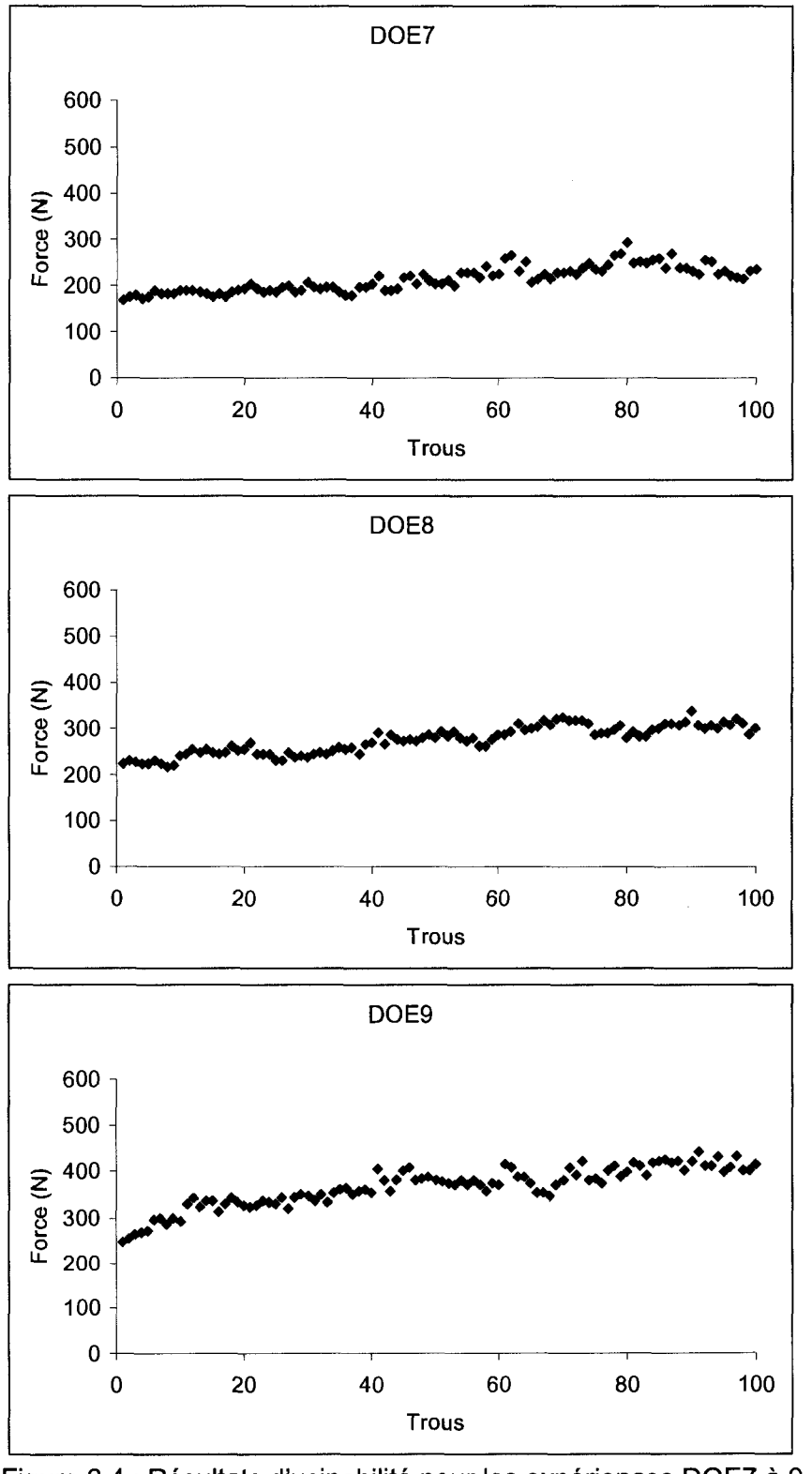


Figure 6.4 : Résultats d'usinabilité pour les expériences DOE7 à 9

Tableau 6.2 : Résultats d'usinabilité pour les expériences DOE

Nom	Force moyenne (N)	Pente de la région linéaire ($\Delta F/\Delta N$)	Usure (%)
DOE1	357,3	1,11	9,1
DOE2	522,3	1,31	10,9
DOE3	770,2	12,33	Rupture de l'outil
DOE4	323,0	0,61	10,4
DOE5	328,1	0,33	7,9
DOE6	399,1	0,69	9,4
DOE7	213,8	0,79	11,1
DOE8	285,1	0,91	9,6
DOE9	365,7	1,17	10,6

Pour les trois critères d'usinabilité mesurés (force moyenne, pente et usure), on désire obtenir des valeurs les plus basses possibles afin de maximiser l'usinabilité. On se trouve donc dans une situation où le ratio signal sur bruit doit être minimisé. Dans ce cas, le ratio doit être calculé selon l'équation 12 (Phadke, 1989).

$$Ratio\ (S/B) = -10\log_{10}\left(\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} y_i^2\right) \qquad \text{(Équation 12)}$$

où n est le nombre de résultats de la même expérience

y est le résultat de l'expérience

Le traitement mathématique des résultats peut être effectué pour chaque critère d'usinabilité, avec n = 1 dans notre cas. Les résultats pour l'expérience 3 où il y a eu rupture de la mèche viennent compromettre la mesure de l'usure pour cette expérience. Ainsi, après avoir considéré plusieurs possibilités, une valeur d'usure de 20 % a été attribuée à cet essai, ce qui est considéré comme étant une valeur raisonnable de l'usure à la rupture. En effet, au cours de tous les travaux effectués dans le cadre de ce doctorat, les valeurs maximales d'usure trouvées avant la rupture approchaient les 15 – 16 %, sans jamais atteindre 20 %. Cette valeur est donc considérée comme étant sensiblement près de la valeur réelle de l'usure de l'outil lors de la rupture de celui-ci.

Les ratios S/B obtenus avec les valeurs de force moyenne, de pente et d'usure pour les neuf expériences réalisées sont donnés au tableau 6.3, de même que les moyennes m des ratios S/B obtenus pour toutes les expériences de la matrice pour chaque critère.

Tableau 6.3 : Ratios S/B pour les neuf expériences

Nom	S/B - Force	S/B - Pente	S/B - Usure
DOE1	-51,06	-20,94	-19,18
DOE2	-54,35	-22,37	-20,75
DOE3	-57,73	-41,82	-26,02
DOE4	-50,18	-15,71	-20,34
DOE5	-50,31	-10,44	-17,95
DOE6	-52,02	-16,77	-19,46
DOE7	-46,60	-17,90	-20,91
DOE8	-49,10	-19,18	-19,65
DOE9	-51,27	-21,38	-20,51
Moyenne m	-51,40	-20,73	-20,53

La moyenne des ratios S/B doit être calculée pour chaque niveau de chaque paramètre. Par exemple, le niveau 1 du paramètre A est rencontré dans les expériences 1, 2 et 3. Ainsi, on obtient la moyenne des ratios S/B pour ce niveau avec l'équation :

$$\frac{(S/B)_1 + (S/B)_2 + (S/B)_3}{3} \qquad \text{(Équation 13)}$$

Les moyennes des ratios S/B pour les différents niveaux de chaque paramètre et de chaque critère d'usinabilité sont données aux tableaux 6.4, 6.5 et 6.6.

Tableau 6.4 : Moyennes des ratios S/B pour les différents niveaux des paramètres pour la force moyenne

Paramètre		Niveau			Moyenne m
		1	2	3	
A	Vitesse de rotation	-54,38	-50,84	-48,99	-51,40
B	Vitesse d'avance	-49,28	-51,26	-53,68	
C	Position de la mèche	-50,73	-51,94	-51,55	

Tableau 6.5 : Moyennes des ratios S/B pour les différents niveaux des paramètres pour la pente

Paramètre		Niveau			Moyenne m
		1	2	3	
A	Vitesse de rotation	-28,38	-26,64	-22,66	-20,73
B	Vitesse d'avance	-14,31	-15,04	-17,95	
C	Position de la mèche	-19,49	-20,43	-21,05	

Pour la pente, le traitement mathématique a été effectué avec des valeurs multipliées par 10 afin d'obtenir des valeurs supérieures à l'unité. Des valeurs inférieures à l'unité donnaient des résultats positifs à cause de la présence du logarithme.

Tableau 6.6 : Moyennes des ratios S/B pour les différents niveaux des paramètres pour l'usure

Paramètre		Niveau			Moyenne m
		1	2	3	
A	Vitesse de rotation	-21,98	-19,25	-20,35	-20,53
B	Vitesse d'avance	-20,14	-19,45	-22,00	
C	Position de la mèche	-19,43	-20,53	-21,63	

Le niveau optimal pour chaque paramètre en fonction de chaque critère d'usinabilité étudié est trouvé dans les tableaux respectifs en prenant la valeur la plus près de 0. Les valeurs obtenues sont montrées sous forme graphique aux figures 6.5, 6.6 et 6.7.

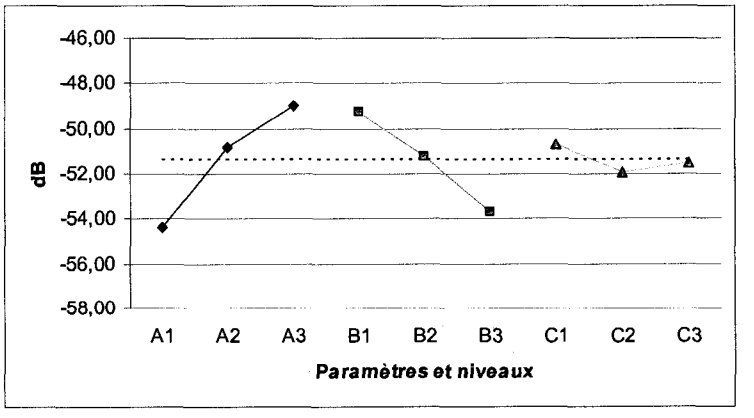


Figure 6.5 : Moyennes des ratios S/B pour la force

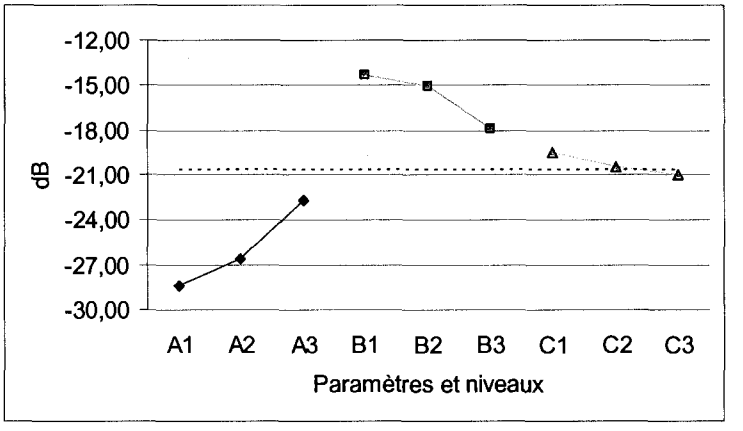


Figure 6.6 : Moyennes des ratios S/B pour la pente

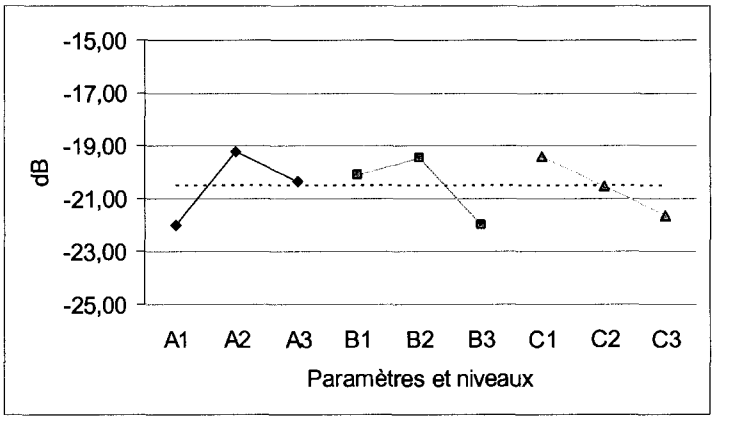


Figure 6.7 : Moyennes des ratios S/B pour l'usure

Ainsi, il est possible de trouver différents résultats selon le critère d'usinabilité choisi. Afin de minimiser les forces de coupe, on trouve que la combinaison 1) grande vitesse de rotation, 2) faible vitesse d'avance et 3) positionnement de la mèche à 40 mm est optimale dans notre cas. La même combinaison de paramètres peut être utilisée afin de minimiser la pente de la région linéaire.

Par ailleurs, l'usure la plus faible est trouvée avec une combinaison 1) vitesse de rotation moyenne, 2) vitesse d'avance moyenne et 3) positionnement de la mèche à 40 mm.

Contributions respectives à la variance totale

La contribution respective de chaque paramètre à la variance totale peut ensuite être mesurée à l'aide de la somme des carrés de chaque niveau de chaque paramètre. Le détail mathématique est effectué ici avec les résultats de force moyenne obtenus pendant les essais.

$$\textit{Somme des carrés attribuable au facteur } A = \sum_{i=1}^{n} n_A (m_{A_i} - m)^2 \qquad \text{(Équation 14)}$$

Pour le paramètre A (vitesse de rotation) pour la force moyenne, on a :

$$\sum_{i=1}^{n} n_A (m_{A_i} - m)^2 = 3 \times (-54{,}38+51{,}40)^2 + 3 \times (-50{,}84+51{,}40)^2 + 3 \times (-48{,}99+51{,}40)^2 = 45{,}02$$

Pour le paramètre B (vitesse d'avance) pour la force moyenne, on a :

$$\sum_{i=1}^{n} n_B (m_{B_i} - m)^2 = 3 \times (-49{,}28+51{,}40)^2 + 3 \times (-51{,}26+51{,}40)^2 + 3 \times (-53{,}68+51{,}40)^2 = 29{,}07$$

Pour le paramètre C (position de la mèche) pour la force moyenne, on a :

$$\sum_{i=1}^{n} n_C (m_{C_i} - m)^2 = 3 \times (-50{,}73+51{,}40)^2 + 3 \times (-51{,}94+51{,}40)^2 + 3 \times (-51{,}55+51{,}40)^2 = 2{,}29$$

Les résultats pour les trois critères d'usinabilité sont résumés aux tableaux 6.7, 6.8 et 6.9.

Tableau 6.7 : Contributions respectives pour la force moyenne

Paramètre		Somme des carrés	Contribution respective
A	Vitesse de rotation	45,02	58,9 %
B	Vitesse d'avance	29,07	38,1 %
C	Position de la mèche	2,29	3,0 %
Total		76,38	100 %

Tableau 6.8 : Contributions respectives pour la pente de la région linéaire

Paramètre		Somme des carrés	Contribution respective
A	Vitesse de rotation	291,37	53,9 %
B	Vitesse d'avance	243,94	45,1 %
C	Position de la mèche	5,21	1,0 %
Total		540,52	100 %

Tableau 6.9 : Contributions respectives pour l'usure

Paramètre		Somme des carrés	Contribution respective
A	Vitesse de rotation	11,30	39,0 %
B	Vitesse d'avance	10,44	36,0 %
C	Position de la mèche	7,26	25,0 %
Total		29,00	100 %

En mesurant la contribution respective de chaque paramètre à la variation de la caractéristique mesurée, on s'aperçoit que la vitesse de rotation est le paramètre qui influence le plus la force requise pour percer les trous et la pente de la courbe. De la même façon, on trouve que la position de la mèche influence très peu la force et la pente de la région linéaire, ne comptant que pour 3,0 et 1,0 % de la variance totale. Ceci indique que la position de la mèche influence peu les vibrations pour cette gamme de valeurs.

Le résultat le plus surprenant se situe au niveau de l'usure. On trouve que les contributions respectives des trois paramètres sont réparties plus également, notamment au niveau de l'effet de la position de la mèche. Ce résultat est probablement attribuable à la difficulté associée à la mesure exacte de l'usure de l'outil. En effet, la mesure de l'outil requiert la superposition de deux images qui n'est pas exacte et absolue pour chaque outil. De plus, le logiciel utilisé pour mesurer l'usure fonctionne à l'aide de niveaux de couleur « seuils » qui, encore ici, ne sont pas exacts et absolus.

Par ailleurs, il a déjà été montré dans le passé que lors de l'usinage de matériaux semblables, les critères d'usinabilité peuvent indiquer des résultats ambigus ou mêmes

contradictoires. Ici, le même matériau a été utilisé tout au long de l'essai, ce sont seulement les paramètres d'usinage qui ont été changés. Cette situation peut avoir mené à des résultats semblables au niveau de l'usure, rendant difficile l'évaluation de la contribution respective de chaque paramètre sur l'usure de l'outil.

Prédiction et diagnostic

L'obtention de la valeur optimale de chaque critère d'usinabilité (force moyenne, pente de la région linéaire et usure de l'outil) est par la suite effectuée en trouvant tout d'abord la variance optimale de la caractéristique étudiée (force, pente et usure). Cette variance est dite optimale puisqu'elle est trouvée à l'aide des valeurs optimales trouvées précédemment.

Ainsi, on trouve la variance optimale grâce à l'équation 15.

$$\eta_{OPT} = m + (m_{A_{OPT}} - m) + (m_{B_{OPT}} - m) + (m_{C_{OPT}} - m) \qquad \text{(Équation 15)}$$

où η_{OPT} est la variance optimale de la caractéristique (force, pente et usure)
m est la moyenne des ratios S/B obtenus pour toutes les expériences de la matrice
$m_{A_{OPT}}$ est la valeur optimale trouvée pour le paramètre A
$m_{B_{OPT}}$ est la valeur optimale trouvée pour le paramètre B
$m_{C_{OPT}}$ est la valeur optimale trouvée pour le paramètre C

Par la suite, on se sert de cette variance optimale pour trouver la valeur optimale de la caractéristique grâce à l'équation 16.

$$y_{OPT} = \left(10^{-\frac{\eta_{OPT}}{10}} \right)^{1/2} \qquad \text{(Équation 16)}$$

où y_{OPT} est la valeur optimale de la caractéristique

Cette valeur optimale est donc la valeur qui serait obtenue si tous les paramètres étaient fixés selon leurs niveaux optimaux tels que trouvés par l'analyse des ratios S/B.

Il est maintenant possible de prédire les valeurs optimales pour les différents critères d'usinabilité en utilisant les niveaux optimaux des paramètres A, B et C (vitesse de rotation, vitesse d'avance et position de l'outil, respectivement). Il faut d'abord trouver les variances optimales pour chaque critère, tel qu'il est montré ici :

$$\eta_{OPT-Force\,moyenne} = -51{,}40 + (-48{,}99 + 51{,}40) + (-49{,}28 + 51{,}40) + (-50{,}73 + 51{,}40) = -46{,}20$$

$$\eta_{OPT-Pente} = -20{,}73 + (-22{,}66 + 20{,}73) + (-14{,}31 + 20{,}73) + (-19{,}49 + 20{,}73) = -15{,}00$$

$$\eta_{OPT-Usure} = -20{,}53 + (-19{,}25 + 20{,}53) + (-19{,}45 + 20{,}53) + (-19{,}43 + 20{,}53) = -18{,}86$$

La valeur optimale de chaque caractéristique est ensuite obtenue selon :

$$y_{OPT-Force\,moyenne} = \left(10^{-\frac{-46{,}20}{10}}\right)^{1/2} = 204{,}2$$

$$y_{OPT-Pente} = \left(10^{-\frac{-15{,}00}{10}}\right)^{1/2} = 5{,}6$$

$$y_{OPT-Usure} = \left(10^{-\frac{-18{,}66}{10}}\right)^{1/2} = 8{,}8$$

Rappelons que les valeurs de pente ont été multipliées par un facteur 10 pour avoir des valeurs supérieures à l'unité étant donné que le logarithme d'une valeur inférieure à 1 renvoie un résultat positif. On trouve alors que la véritable valeur obtenue avec les paramètres optimaux est de 0,56.

La réalisation d'expériences de vérification n'est pas nécessaire dans notre cas puisque toutes les possibilités de combinaison vitesse de rotation/vitesse d'avance ont

été étudiées (pour différentes positions de la mèche, mais il a été montré que ce paramètre a très peu d'influence par rapport aux deux autres).

Pour la force moyenne, la valeur obtenue avec les paramètres optimaux serait de 204,2 N, ce qui est très semblable à la valeur de 213,8 N obtenue lors de l'expérience 7 (vitesse de rotation : 2000 rév/min et vitesse d'avance : 1 mm/s).

Pour la pente, la valeur obtenue avec les paramètres optimaux serait de 0,56, ce qui est légèrement inférieur à la valeur de 0,78 obtenue lors de l'expérience 7 (vitesse de rotation : 2000 rév/min et vitesse d'avance : 1 mm/s).

Pour l'usure, la valeur obtenue avec les paramètres optimaux serait de 8,8 %, ce qui est très semblable à la valeur de 7,9 % obtenue lors de l'expérience 5 (vitesse de rotation : 1500 rév/min et vitesse d'avance : 1,5 mm/s).

Comme les résultats sont en accord avec les valeurs optimales prévues pour chaque caractéristique, on peut donc conclure que l'effet des paramètres est bel et bien indépendant pour notre étude, donc qu'il n'y a pas d'interactions entre les paramètres, ce qui est désiré. De plus, la détermination de contributions respectives des différents paramètres est d'une grande importance, sans compter que les résultats obtenus lors de l'optimisation des paramètres permettent d'obtenir les valeurs optimales des critères d'usinabilité étudiés.

Il est possible de comparer ces résultats avec ceux générés par Campbell-Tremblay, Blais, L'Espérance et Boilard (2005) portant sur l'optimisation des paramètres de coupe en tournage afin de maximiser la durée de vie de l'outil sur des pièces de composition chimique semblable. Les résultats de ces travaux montraient que les conditions optimales pour la coupe en tournage étaient une basse vitesse de rotation (121 m/min) et une basse vitesse d'avance (0,15 mm/rév). L'analyse des contributions respectives indiquait que la vitesse de rotation était le paramètre le plus important à optimiser (96 %) afin de maximiser la vie de l'outil et qu'une variation de la vitesse d'avance a peu d'effet sur la vie d'outil (4 %).

Ces résultats sont partiellement en accord avec les résultats obtenus en perçage, en particulier au niveau de la vitesse de rotation qui est toujours le paramètre le plus important par rapport à la vitesse d'avance, mais pas de façon aussi significative que dans le cas du tournage.

Dans les deux cas (perçage et tournage), on trouve qu'une faible vitesse d'avance est préférable afin de maximiser la durée de vie de l'outil et de diminuer les valeurs des critères d'usinabilité étudiés. Par contre, on trouve qu'en perçage une vitesse de rotation plus élevée est généralement souhaitable afin de minimiser les critères d'usinabilité étudiés, alors qu'une vitesse de rotation faible était préférable en tournage.

Somme toute, la réalisation d'un plan d'expériences lors de l'optimisation des paramètres de coupe nous a permis d'observer qu'une vitesse de rotation élevée couplée avec une basse vitesse d'avance mènent aux plus faibles forces de coupe et pentes de la région linéaire. Par ailleurs, la combinaison de ces deux paramètres (vitesse de rotation et vitesse d'avance) mène à une notion de taux d'enlèvement de matière, qui a également fait l'objet de travaux.

6.3 Effet du taux d'enlèvement de matière en perçage

Le taux d'enlèvement de matière correspond à la quantité de matière enlevée (en mm^3) pendant un certain laps de temps (en secondes) ou pour une révolution de l'outil ; il peut donc s'exprimer en mm^3/seconde ou en mm^3/révolution.

Dans le cas du perçage, un taux d'enlèvement de matière exprimé en mm^3/sec ne veut rien dire si on ne tient pas en compte la vitesse de rotation. Un outil de coupe peut ôter un mm^3 de matière à chaque seconde mais il importe de savoir en combien de rotations de l'outil ce mm^3 a été ôté.

Par ailleurs, un taux d'enlèvement de matière exprimé en mm^3/rév doit tenir compte du temps pris pour faire une révolution. Pour un même taux d'enlèvement de matière, l'outil ôte le même volume de matière à chaque révolution mais il peut le faire en différents laps de temps.

Pour un essai d'usinabilité en perçage, le taux d'enlèvement de matière est donc défini par la vitesse de rotation et la vitesse d'avance de l'outil.

Des essais ont été entrepris afin d'évaluer l'usinabilité d'un mélange de poudres pour divers taux d'enlèvement de matière qu'il est possible d'évaluer pour diverses vitesses de rotation. Les différents taux d'enlèvement de matière ont été choisis de façon à illustrer l'effet de taux d'enlèvement de matière faible (0,151 mm^3/rév), moyen (0,227 mm^3/rév) et élevé (0,259 mm^3/rév). Les paramètres des essais sont donnés au tableau 6.10.

Tableau 6.10 : Paramètres des essais de taux d'enlèvement (TE)

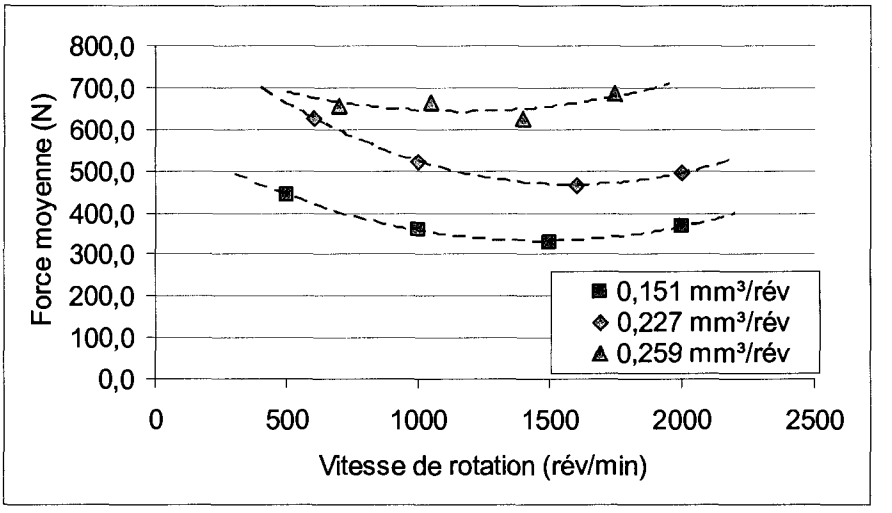
Nom	Taux d'enlèvement de matière	Vitesse de rotation (rév/min)	Vitesse d'avance (mm/sec)
TE1	0,151 mm^3/rév	500	0,5
TE2		1000	1,0
TE3		1500	1,5
TE4		2000	2,0
TE5	0,227 mm^3/rév	600	0,9
TE6		1000	1,5
TE7		1600	2,4
TE8		2000	3,0
TE9	0,259 mm^3/rév	700	1,2
TE10		1050	1,8
TE11		1400	2,4
TE12		1750	3,0

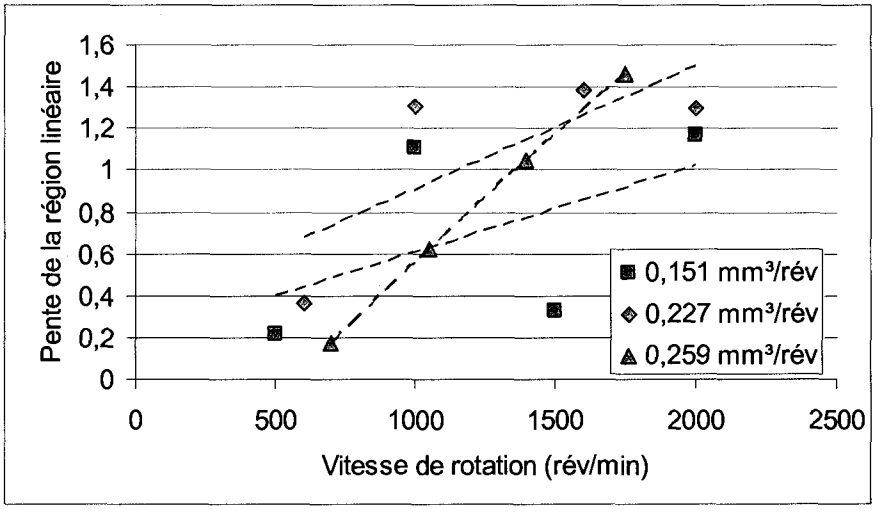
Les échantillons utilisés sont les mêmes que ceux utilisés pour l'optimisation des paramètres de coupe (mélange FC-0208, rondelles pressées à 6,6 g/cm^3 et frittées à 1120 °C dans un four industriel). Le sommaire des résultats obtenus lors des essais d'usinabilité est donné au tableau 6.11.

Tableau 6.11 : Résultats – Essais de taux d'enlèvement (TE)

Nom	Force moyenne (N)	Pente de la région linéaire ($\Delta F/\Delta N$)	Usure (%)
TE1	439,7	0,22	9,9
TE2	357,3	1,11	9,1
TE3	328,1	0,33	7,9
TE4	365,7	1,17	10,6
TE5	624,5	0,36	13,4
TE6	522,3	1,31	10,9
TE7	462,4	1,38	9,6
TE8	493,4	1,30	11,1
TE9	655,4	0,17	11,2
TE10	665,1	0,62	19,7
TE11	623,0	1,05	Rupture de l'outil
TE12	685,1	1,46	Rupture de l'outil

À partir de ces résultats, il est possible d'illustrer à l'aide de graphiques la variation de la force moyenne, de la pente de la région linéaire et de l'usure en fonction de la vitesse de rotation pour différents taux d'enlèvement de matière, ce qui est fait à la figure 6.8.





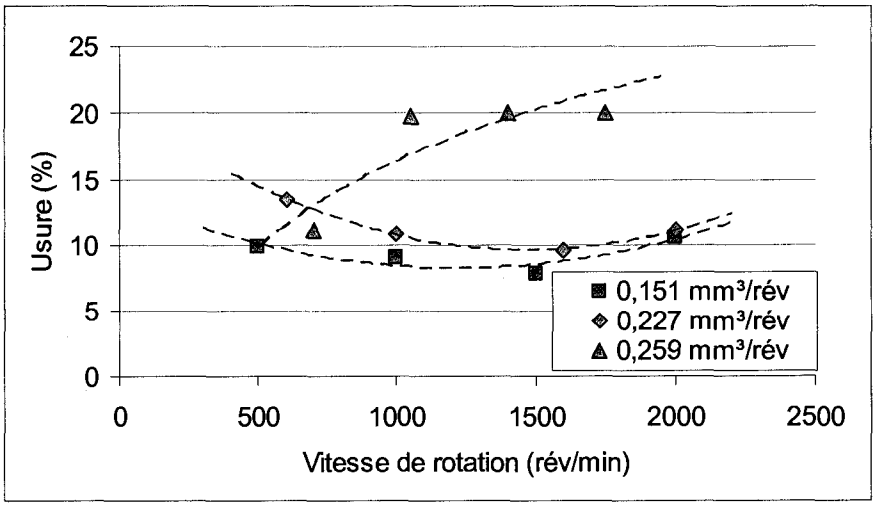


Figure 6.8 : Critères d'usinabilité pour différents taux d'enlèvement de matière

Dans le cas des essais TE11 et 12 où il y a eu rupture de l'outil, des valeurs d'usure de 20 % ont été attribuées à ces essais dans la figure 6.8. Tel qu'il a été expliqué précédemment, cette valeur d'usure avant la rupture est considérée comme étant raisonnable.

Les résultats obtenus sont intéressants pour les trois critères d'usinabilité étudiés. Tout d'abord, pour la force moyenne, on trouve qu'un taux d'enlèvement de matière plus élevé mène à des forces moyennes plus élevées, ce qui est prévisible. En effet, plus l'outil doit enlever un volume important de matière par révolution, plus les forces de coupes doivent être élevées. Toutefois, on remarque que pour un même taux d'enlèvement de matière, les valeurs de forces moyennes semblent atteindre des valeurs minimales pour des vitesses de rotation comprises entre 1250 et 1750 rév/min. Ces vitesses intermédiaires semblent donc optimales pour l'amélioration de l'usinabilité en termes de forces moyennes, peu importe le taux d'enlèvement de matière.

La présence des telles valeurs minimales à des vitesses intermédiaires peut possiblement être expliquée à l'aide de divers mécanismes, notamment liés à la température. En effet, il est connu que la température à l'interface copeau/outil dépend en partie des paramètres d'usinage (Trent, 1977), et donc que plus le taux d'enlèvement et la vitesse de rotation augmentent, plus les températures augmentent également.

Ainsi, il est possible de supposer que, pour un même taux d'enlèvement, cette augmentation de température aux basses vitesses de rotation est favorable pour la diminution des forces de coupe car on peut généralement observer une diminution des forces de cisaillement dans la zone de déformation primaire avec une augmentation de la température (Trent, 1977). Par la suite, aux plus hautes vitesses de rotation, l'augmentation progressive des températures mène à une usure accélérée de l'outil et une augmentation des forces de coupe, tel qu'il est observé.

Par ailleurs, pour la pente de la région linéaire, on trouve sur la figure 6.8 que la pente augmente généralement avec la vitesse de rotation, sans être directement liée au taux d'enlèvement de matière. En effet, une faible vitesse de rotation semble mener à une faible pente de la région linéaire alors qu'une vitesse de rotation élevée mène à des pentes plus élevées. Ce résultat est surprenant mais il illustre bien les difficultés rencontrées lorsque la pente est utilisée comme critère d'usinabilité (voir section 6.4). Néanmoins, comme les valeurs de pente les plus élevées sont reliées aux plus hautes vitesses de rotation (pour un même taux d'enlèvement) on suppose que les valeurs trouvées représentent d'une certaine façon l'évolution de l'usure et non la valeur de l'usure proprement dite. Ceci signifie qu'une valeur de pente plus élevée indique que l'usure, pour un intervalle déterminé, progresse plus rapidement, non pas qu'elle est plus élevée.

Pour ce qui est des valeurs d'usure, on trouve des résultats différents en fonction du taux d'enlèvement de matière. Ainsi, les résultats obtenus pour les taux d'enlèvement de matière faible et moyen (0,151 et 0,227 mm^3/rév respectivement) sont semblables à ceux obtenus pour la force moyenne, c'est-à-dire qu'un taux d'enlèvement de matière plus élevé mène à des valeurs d'usure généralement plus élevées, et que pour un même taux d'enlèvement de matière, l'usure semble atteindre des valeurs minimales pour des vitesses de rotation comprises entre 1250 et 1750 rév/min. Pour ce qui est du taux d'enlèvement de matière plus élevé, les résultats sont plus difficiles à interpréter compte tenu du fait que les essais à vitesses de rotation plus élevées ont mené à la rupture des outils (essais TE11 et 12). Néanmoins, on peut penser que pour ces conditions, les températures rencontrées augmentaient rapidement, menant à une usure accélérée et une rupture des outils de coupe.

Somme toute, ces travaux doivent être considérés comme complémentaires aux travaux effectués lors de l'optimisation des paramètres de coupe. Ils ont permis de montrer l'importance du taux d'enlèvement de matière sur la caractérisation de l'usinabilité, notamment au niveau des forces de coupe. De plus, ces travaux ont illustré l'effet favorable de vitesses de rotation intermédiaires sur l'usinabilité en perçage.

6.4 *Détermination de la pente de la région linéaire*

Au cours des travaux effectués, la pente de la région linéaire de la courbe d'usinabilité a été utilisée comme critère d'évaluation de l'usinabilité conjointement avec la force moyenne et l'usure. Toutefois, il a été remarqué à plusieurs reprises que la détermination de la pente de la région linéaire n'était pas toujours chose facile.

La plupart des travaux ont été réalisés sur des séries de 100 trous percés. Une telle courbe obtenue lors de l'usinage d'un mélange standard FC-0208 est montrée à la figure 6.9.

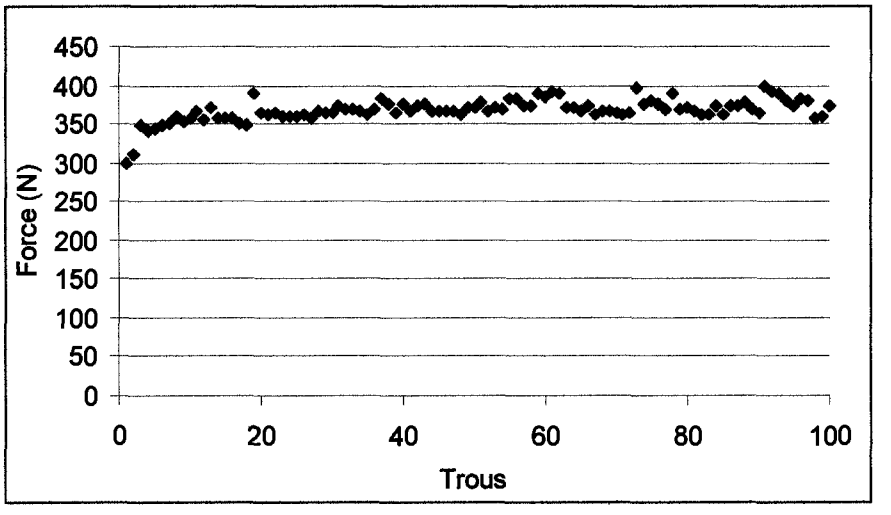


Figure 6.9 : Courbe d'usinabilité – Trous 1 à 100

Afin de déterminer la pente de la région linéaire de cette courbe, on doit d'abord identifier cette région linéaire. Les pentes obtenues pour différents intervalles de régions linéaires sont données au tableau 6.12.

Tableau 6.12 : Pente de la région linéaire selon l'intervalle #1

Intervalle	Pente ($\Delta F/\Delta N$)
1 – 100	0,285
3 – 100	0,221
21 – 100	0,141

Tel qu'il est montré au tableau 6.12, les pentes trouvées varient de façon considérable selon les différents intervalles identifiés. Considérer l'intervalle [21-100] au lieu de l'intervalle [3-100] mène à une réduction de 36 % de la valeur de la pente, ce qui est majeur lorsqu'on espère caractériser l'usinabilité avec ce critère. Il a donc été décidé de poursuivre cet essai pour un plus grand nombre de trous. Les résultats de cet essai prolongé sont montrés à la figure 6.10.

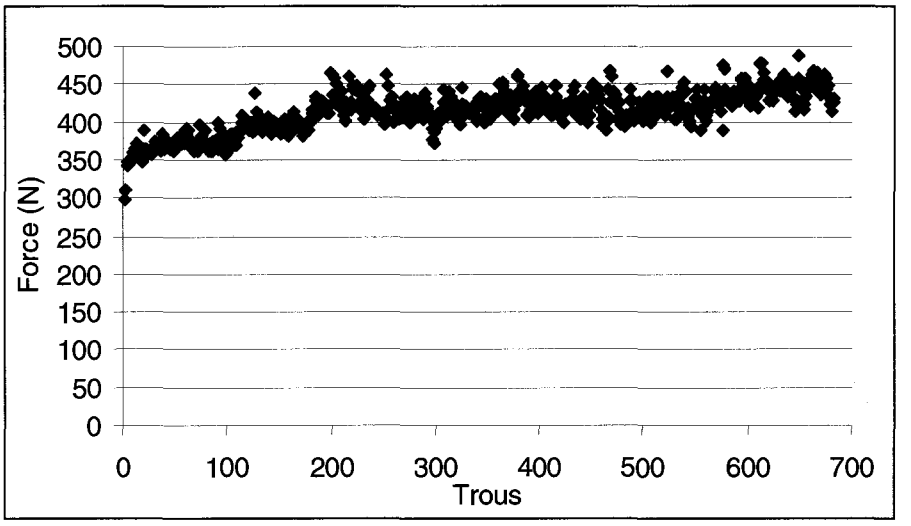


Figure 6.10 : Courbe d'usinabilité – Trous 1 à 684

Encore ici, les pentes obtenues pour différents intervalles de régions linéaires sont données au tableau 6.13.

Tableau 6.13 : Pente de la région linéaire selon l'intervalle #2

Intervalle	Pente ($\Delta F/\Delta N$)
1 – 684	0,103
3 – 684	0,100
113 – 684	0,062
187 – 684	0,045

On s'aperçoit que les pentes obtenues pour cet essai prolongé sont significativement plus basses que celles obtenues alors que l'essai était arrêté après 100 trous percés. De plus, les différences trouvées sont encore considérables pour les divers intervalles

étudiés. Par ailleurs, on remarque que parmi les intervalles considérés, plus l'intervalle est petit, plus la pente prend une valeur faible.

La variation de la pente en fonction de l'intervalle choisi est illustrée à la figure 6.11. Sur cette figure, l'axe des x représente le premier point de l'intervalle choisi pour évaluer la pente (donc l'intervalle est de type [x, 684]). Cette courbe a été obtenue pour les intervalles variant de [1, 684] à [601, 684]. Après le point 601, la variation de la pente d'un intervalle à l'autre était trop importante, menant même à des valeurs négatives ; elles ne sont donc pas incluses dans la figure.

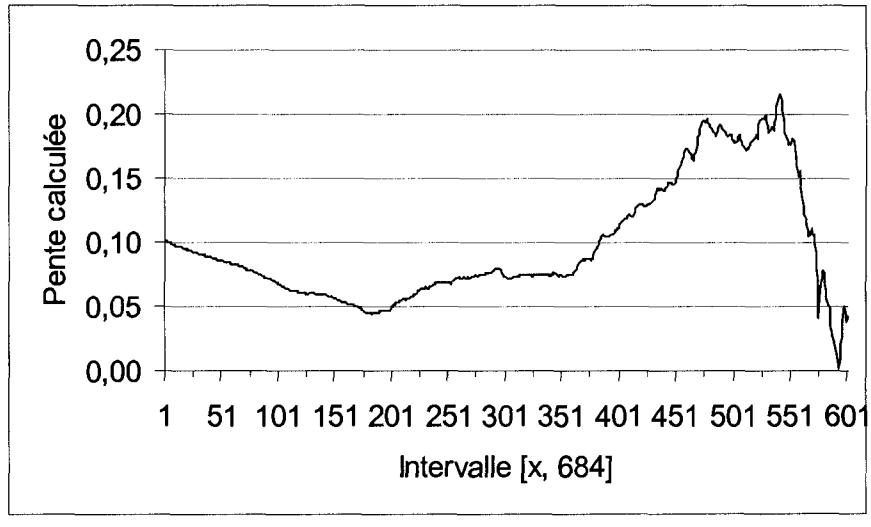


Figure 6.11 : Variation de la pente en fonction de l'intervalle [x, 684]

Tel qu'il est montré à la figure 6.11 et rapporté au tableau 6.13, la pente diminue graduellement en fonction de l'intervalle choisi avant de remonter légèrement et de se stabiliser. Par la suite, la pente augmente jusqu'à une valeur maximale avant de redescendre brusquement jusqu'à une valeur presque nulle.

Il n'est pas possible d'être assuré que le point 684 est bel et bien situé à l'intérieur de la région linéaire. En effet, si ce point est situé à l'extérieur de la région linéaire, alors la variation de la pente en fonction de l'intervalle choisi [x, 684] n'est pas pertinente. Le même exercice a donc été effectué en choisissant un autre point final, le trou 564 qui,

selon la figure 6.10, se trouve sans aucun doute dans la région linéaire. Les résultats obtenus sont montrés à la figure 6.12.

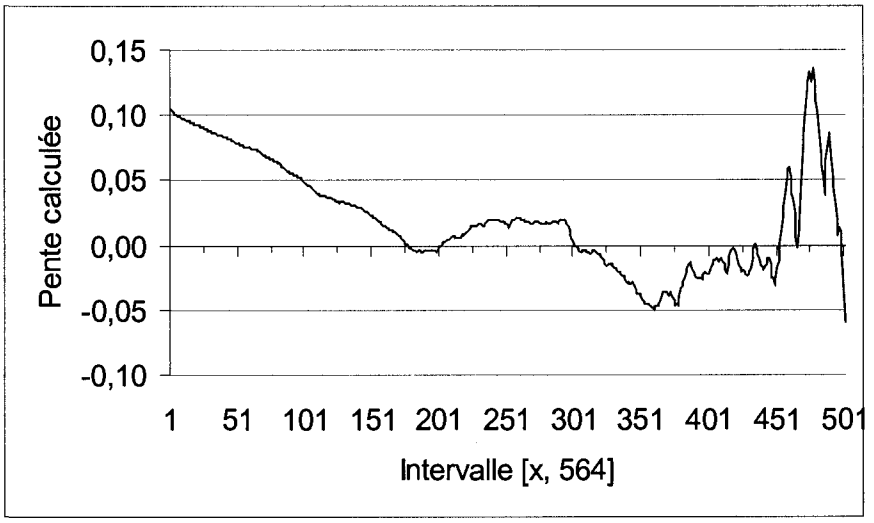


Figure 6.12 : Variation de la pente en fonction de l'intervalle [x, 564]

Encore ici, la pente diminue graduellement en fonction de l'intervalle choisi avant de remonter légèrement et de se stabiliser. Par la suite, la pente diminue à nouveau avant d'augmenter et de redescendre brusquement.

Certaines caractéristiques des courbes sont communes aux intervalles étudiés, notamment la diminution initiale de la pente, suivie par le plateau situé entre les points 225 et 350 pour les intervalles [x, 684] et les points 225 et 300 pour les intervalles [x, 564]. Ces caractéristiques sont semblables mais elles ne possèdent pas les mêmes valeurs dans les deux cas. Par exemple, le plateau se situe à une valeur de pente d'environ 0,075 dans le premier cas alors qu'il se situe à une valeur de pente d'environ 0,025 dans le second cas, ce qui semble majeur comme écart.

La question reste entière ; lors de l'essai précédent, quelle valeur de la pente de la région linéaire doit être considérée comme exacte ? Il ne semble pas possible de tirer de conclusions claires dans ce cas-ci, ni dans les cas où l'on désire comparer l'usinabilité de matériaux semblables.

Ces observations illustrent bien les difficultés reliées à l'utilisation de la pente de la région linéaire comme critère d'usinabilité. Dans certains cas, la détermination de la pente de la région linéaire semble facile alors qu'une analyse plus poussée des intervalles (et des bornes de ces intervalles) laisse perplexe quant aux conclusions à tirer. De plus, les essais prolongés requis afin de parfaire l'analyse dans certains cas ne sont pas si utiles en bout du compte, mais ils illustrent bien la variabilité présente à l'intérieur d'une seule et même courbe.

Qui plus est, si on désire utiliser la pente de la région linéaire comme critère d'usinabilité afin de comparer les résultats d'usinabilité de plusieurs mélanges différents, ceci implique que l'on doive se poser les mêmes questions (à savoir quel intervalle utiliser, quelles bornes utiliser, l'essai doit-il être prolongé, etc.) pour chaque mélange étudié, ce qui complique la tâche considérablement, sans pour autant amener de réponses claires, si les mélanges possèdent une usinabilité semblable.

Force moyenne vs Usure

Parallèlement à cet essai prolongé, l'évolution de l'usure a été caractérisée en mesurant l'usure à intervalle régulier au cours de l'essai. Les résultats sont donnés au tableau 6.14 et montrés sous forme graphique (parallèlement à la l'évolution de la force moyenne) à la figure 6.13.

Tableau 6.14 : Évolution de l'usure

Nombre de trous	Usure (%)
36	5,5 ± 0,4
72	6,3 ± 1,1
108	5,6 ± 1,2
144	6,4 ± 0,5
180	5,7 ± 0,8
216	6,6 ± 1,3
252	6,5 ± 0,5
288	7,4 ± 1,0
324	6,7 ± 1,1
360	6,2 ± 1,1
396	7,7 ± 1,0
432	7,4 ± 0,8
468	7,3 ± 0,7
504	8,3 ± 0,7
540	9,6 ± 0,4
576	9,6 ± 0,1
612	9,8 ± 1,2
648	9,3 ± 0,8
684	9,4 ± 0,4

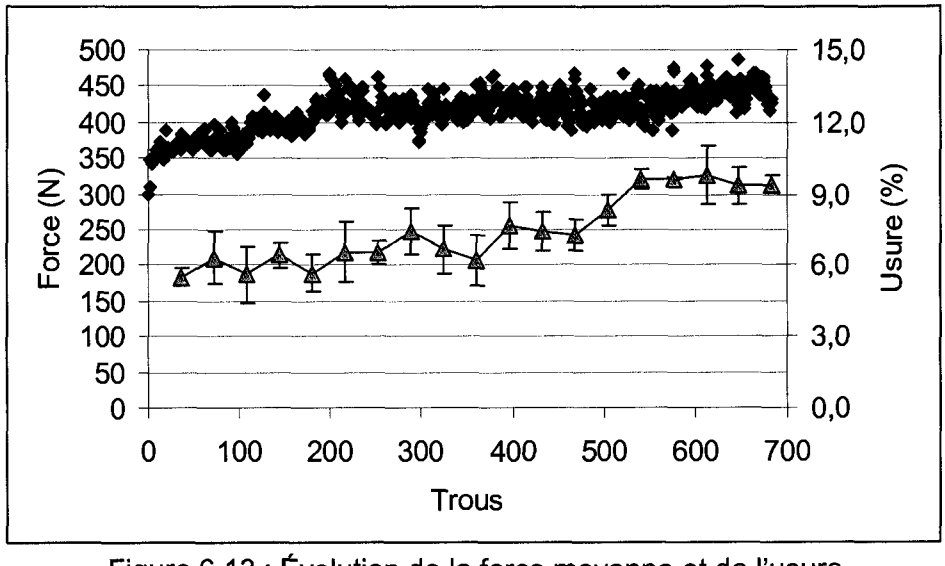


Figure 6.13 : Évolution de la force moyenne et de l'usure

L'évolution de l'usure suit relativement bien l'évolution de la force moyenne lors de cet essai prolongé. La corrélation entre la force moyenne calculée à divers intervalles et l'usure mesurée est montrée à la figure 6.14, montrant un coefficient de corrélation de 0,67.

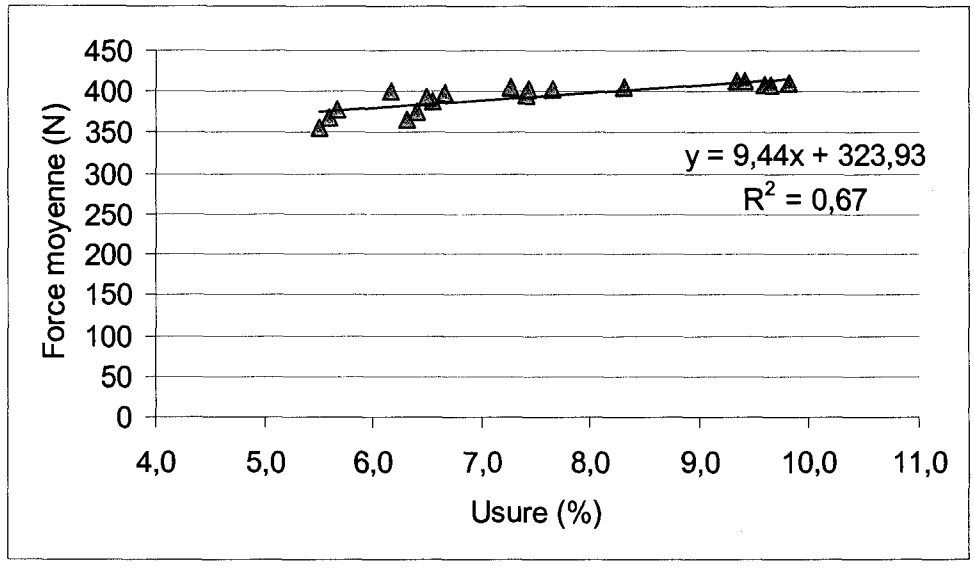


Figure 6.14 : Corrélation entre la force moyenne et l'usure

Ces résultats montrent bien que les forces de coupe augmentent à mesure que l'usure de l'outil augmente. Ces observations permettent d'affirmer que, pour des courbes semblables à celle obtenue lors de ces essais, les forces de coupe sont un bon indicateur de l'usure de l'outil.

Par ailleurs, il n'est pas possible de corréler la pente de la région linéaire avec l'usure pour cet essai, pour les raisons décrites précédemment. En effet, les valeurs de pentes calculées varient de façon considérable selon les différents intervalles choisis, ce qui rend difficile la détermination exacte de la pente de la région linéaire pour une usure donnée.

Au mieux, il semble que l'on doive utiliser la pente comme indicateur de l'évolution de l'usure, c'est-à-dire qu'une valeur de pente plus élevée indique que l'usure, pour un intervalle déterminé, progresse plus rapidement. Cependant, le choix des bornes inférieure et supérieure de l'intervalle est critique. Il faut à tout prix que ces bornes

soient toutes deux à l'intérieur de la région linéaire, et que cette région linéaire soit assez grande. Dans la plupart des cas expérimentaux (tels ceux rencontrés au cours de ce doctorat), la détermination exacte de cette région linéaire n'est pas chose facile, ce qui diminue la pertinence d'utiliser la pente de la région linéaire comme critère d'usinabilité.

Bien que l'usure de l'outil demeure un bon critère d'évaluation de l'usinabilité, elle est difficile à mesurer car elle requiert, entre autres, l'utilisation d'un microscope électronique à balayage. De plus, l'étape de superposition des images de l'outil à l'état neuf et à l'état usé est assez critique, sans compter que cette superposition n'est jamais parfaite dans la pratique. Somme toute, tel qu'il a été montré, puisqu'on observe une bonne corrélation entre les forces de coupe et l'usure, il semble donc que la force représente bien l'usure de l'outil et qu'elle soit le critère le plus facile à mesurer.

6.5 *Effet du diamètre de l'outil*

Au cours des travaux de perçage réalisés, des mèches ayant un diamètre de 3,175 mm (0,125 po) ont constamment été utilisées principalement en raison des dimensions limités des échantillons disponibles afin d'évaluer l'usinabilité. Afin de vérifier la validité des résultats générés avec de tels outils, des essais d'usinabilité ont été réalisés avec des outils de plus grand diamètre, soit 6,35 mm (0,25 po).

Deux mélanges différents ont été choisis pour cette étude comparative, soit les mélanges GRL1 (dont la composition est donnée au tableau 6.21) et R2 qui est un mélange dont la composition ne peut être divulguée pour des raisons de confidentialité. Pour ces deux mélanges, des échantillons aux dimensions plus importantes étant disponibles.

Les résultats des essais de perçage sont montrés à la figure 6.15. Mentionnons que les résultats ont été tracés en fonction de la quantité de matière enlevée et non en fonction du nombre de trous percés, afin de tenir compte des différents diamètres des outils utilisés. Les résultats sont résumés au tableau 6.15. Les paramètres de coupe étaient 1) vitesse de rotation : 1500 rév/min et 2) vitesse d'avance : 1,5 mm/sec.

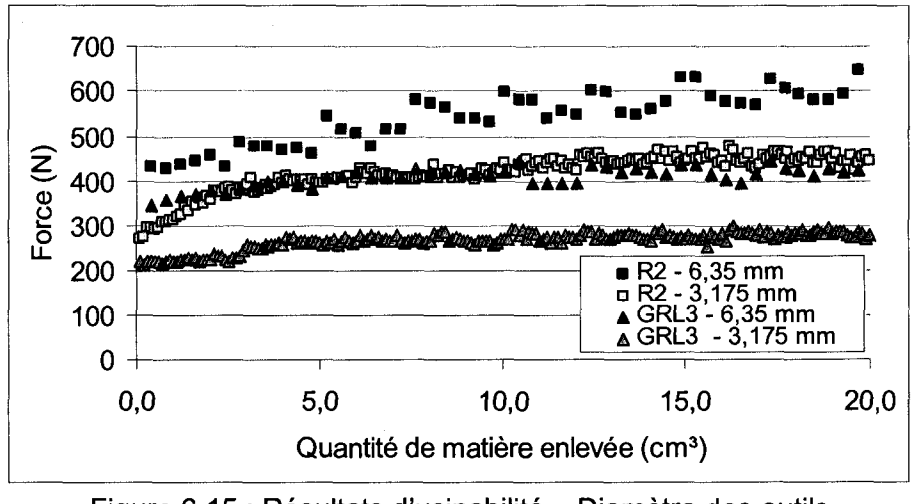


Figure 6.15 : Résultats d'usinabilité – Diamètre des outils

Tableau 6.15 : Propriétés – Diamètre des outils

Identification	Dureté (HRB)	Force moyenne (N)	Pente de la région linéaire ($\Delta F/\Delta N$)	Usure (%)
R2 – 3,175 mm	75,5 ± 0,6	417,4	3,9	9,8 ± 0,9
R2 – 6,35 mm		553,2	7,6	N/D
GRL3 – 3,175 mm	77,6 ± 1,4	268,3	1,3	11,7 ± 1,1
GRL3 – 6,35 mm		412,4	2,3	N/D

Bien que les résultats soient différents pour les deux types de diamètre (ce qui est logique compte tenu des plus grandes forces pouvant être supportées par les plus gros outils), il est possible d'établir les comparaisons suivantes :

- Les écarts (en N) entre la force moyenne obtenue pour les deux diamètres d'outil pour un même mélange sont semblables :

Pour R2 :

Force moyenne pour outil 6,35 mm – Force moyenne pour outil 3,175 mm =

$$553,2 - 417,4 = 135,8\,N$$

Pour GRL3 :

Force moyenne pour outil 6,35 mm – Force moyenne pour outil 3,175 mm=

$$412,4 - 268,3 = 144,1\,N$$

- Le ratio de la force moyenne est semblable pour les deux matériaux :

Pour R2 : $$\frac{\text{Force moyenne pour outil 6,35 mm}}{\text{Force moyenne pour outil 3,175 mm}} = \frac{553,2}{417,4} = 1,3$$

Pour GRL3 : $$\frac{\text{Force moyenne pour outil 6,35 mm}}{\text{Force moyenne pour outil 3,175 mm}} = \frac{412,4}{268,3} = 1,5$$

- Le ratio de la pente de la région linéaire est semblable pour les deux matériaux :

Pour R2 : $$\frac{\text{Pente de la région linéaire pour outil 6,35 mm}}{\text{Pente de la région linéaire pour outil 3,175 mm}} = \frac{7,6}{3,9} = 1,9$$

Pour GRL3 : $$\frac{\text{Pente de la région linéaire pour outil 6,35 mm}}{\text{Pente de la région linéaire pour outil 3,175 mm}} = \frac{2,3}{1,3} = 1,8$$

Ces travaux montrent donc une équivalence suffisante des résultats pour les deux critères d'usinabilité étudiés, soit la force moyenne et la pente de la région linéaire.

Ces observations sont importantes puisqu'elles indiquent que les résultats obtenus avec les outils de petits diamètres peuvent être transposés à de plus gros outils, signifiant par le fait même que les travaux effectués à petite échelle en laboratoire sont transposables à plus grande échelle, en usine par exemple. Les résultats pertinents générés en laboratoire resteront tout aussi pertinents en usine ou dans l'industrie, pour la gamme de diamètres étudiés.

6.6 Conclusions

L'optimisation des paramètres de coupe et la caractérisation de l'effet du taux d'enlèvement sont deux études qui revêtent une importance particulière dans ce doctorat. En effet, l'optimisation des paramètres de coupe est primordiale car elle permet de s'assurer que les paramètres utilisés mènent à une usure normale et lente des outils de coupe, ce qui permet une certaine maîtrise du déroulement et de la progression des essais. Les travaux ont ainsi montré qu'une vitesse de rotation élevée couplée avec une basse vitesse d'avance mènent aux plus faibles forces de coupe et pentes de la région linéaire pour des opérations de perçage. Ces travaux ont aussi montré que la vitesse de rotation était le paramètre le plus important pour le comportement en usinage, alors que la position de la mèche dans le mors avait peu d'importance.

Par ailleurs, l'étude portant sur l'effet du taux d'enlèvement de matière illustre bien la variation des indicateurs d'usinabilité en fonction des paramètres de coupe. De plus, cette étude illustre la sensibilité des indicateurs d'usinabilité et semble indiquer que la force moyenne montre un comportement plus régulier que l'usure de l'outil et la pente de la région linéaire dans la caractérisation de l'usinabilité. On trouve également que des vitesses de rotation intermédiaires (1250 – 1750 rév/min) semblent optimales pour l'amélioration de l'usinabilité, peu importe le taux d'enlèvement de matière.

La pente de la région linéaire de la courbe d'usinabilité a fait l'objet d'une caractérisation poussée en raison des difficultés d'utilisation de celle-ci comme indicateur de l'usinabilité. L'analyse de ces résultats illustre la grande variabilité de cet outil en raison des difficultés liées à la détermination de l'intervalle de la région linéaire. Somme toute, il semble que la force moyenne soit le critère le plus facile à utiliser dans la caractérisation de l'usinabilité de pièces élaborées par M/P parmi les trois critères étudiés ici (force moyenne, pente de la région linéaire et usure de l'outil).

Finalement, les travaux portant sur l'effet du diamètre de l'outil ont permis de montrer que les travaux effectués à petite échelle en laboratoire seraient transposables à plus grande échelle, pour la gamme de diamètres étudiés (3,175 – 6,35 mm). Cet aspect revêt une importance particulière car les travaux effectués au cours de ce doctorat sont réalisés dans une optique d'application industrielle.

CHAPITRE 7 : EFFET DE DIVERS ADDITIFS SUR L'USINABILITÉ

7.1 Introduction

Tel qu'il a été décrit précédemment, la méthode d'amélioration de l'usinabilité la plus courante consiste à ajouter certains additifs au mélange de poudre qui améliorent l'usinabilité de diverses façons.

Plusieurs de ces additifs ont été étudiés au cours des travaux. Les principaux résultats sont montrés ici pour les études portant sur le bisulfure de molybdène, l'enstatite, le sulfure de manganèse, le graphite ajouté et le graphite libre.

7.2 Bisulfure de molybdène

Le bisulfure de molybdène (MoS_2) est un additif qui est reconnu pour améliorer de façon significative l'usinabilité de pièces élaborées par M/P. Les mécanismes selon lesquels le MoS_2 améliore l'usinabilité sont semblables à ceux qui prévalent lors de l'utilisation de MnS. Toutefois, Engström (1983) note une tendance à la dissociation du MoS_2 lors du frittage.

L'utilisation du MoS_2 est toutefois moins répandue que le sulfure de manganèse, notamment en raison de son coût plus élevé (lié au coût du molybdène) et de son influence négative sur le contrôle dimensionnel des pièces lors du frittage. En effet, le MoS_2 est reconnu comme étant responsable d'importants changements dimensionnels positifs des pièces lors du frittage (gonflement) (Causton & Cimino, 1998), ce qui est indésirable en raison de la nature même de la métallurgie des poudres qui se veut un procédé près des cotes finales. Pour ces raisons, des travaux ont été entrepris afin

d'élaborer des mélanges de poudre pouvant éventuellement remplacer un mélange déjà existant utilisant du MoS_2.

Les objectifs de ce travail étaient donc d'élaborer, par rapport à un mélange de référence, un ou des mélanges de poudre possédant 1) un changement dimensionnel inférieur, 2) un coût égal ou inférieur 3) une dureté équivalente et 4) une usinabilité égale ou supérieure.

Les travaux ont été entrepris par rapport à un mélange de référence. Ce mélange est à base d'une poudre faiblement alliée (MP35, voir tableau 2.1 pour composition chimique typique) ne contenant pas de particules de MnS préalliées. Des mélanges possédant différentes teneurs en MoS_2 ont donc été élaborés. D'emblée, une poudre de base contenant des particules de MnS préalliées a été utilisée (MP37HD, voir tableau 2.1 pour composition chimique typique). La description des mélanges incluant deux mélanges de référence (Mo1 étant la référence de base et FC-0208 étant une référence plus générale) est donnée au tableau 7.1. Les échantillons des mélanges Mo ont été frittés dans un four industriel où la température de frittage était inférieure à la température typique (1120 °C). Les échantillons du mélange de référence FC-0208 ont été frittés dans des conditions conventionnelles (30 minutes à 1120 °C).

Tableau 7.1 : Description des mélanges Mo1 à 5

Mélange	Poudre de base	Cuivre (%)	Graphite (%)	MoS_2 (%)	Lubrifiant (%)
Mo1 (réf)	MP35	2,0	1,0	3,0	0,9
Mo2	MP37HD			3,0	
Mo3	MP37HD			2,0	
Mo4	MP37HD			1,0	
Mo5	MP37HD			0,0	
FC-0208	MP35			0,0	0,75

Les duretés, les changements dimensionnels et le sommaire des résultats obtenus lors des essais d'usinabilité sont donnés au tableau 7.2 et montrés à la figure 7.1. Les résultats obtenus pour un mélange de référence FC-0208 (à base de MP35) sont également inclus pour fins de comparaison.

Tableau 7.2 : Propriétés des mélanges Mo

Mélange	Dureté (HRB)	Changement dimensionnel (%)	Force moyenne (N)	Pente de la région linéaire ($\Delta F/\Delta N$)
Mo1 (réf)	68,8 ± 3,5	0,99	389,1	1,11
Mo2	66,6 ± 3,4	1,01	372,4	0,57
Mo3	66,4 ± 3,4	0,85	359,6	0,79
Mo4	54,0 ± 5,1	0,58	245,8	0,02
Mo5	55,1 ± 1,2	0,34	277,2	0,08
FC-0208	80,4 ± 1,6	0,56	423,0	0,49

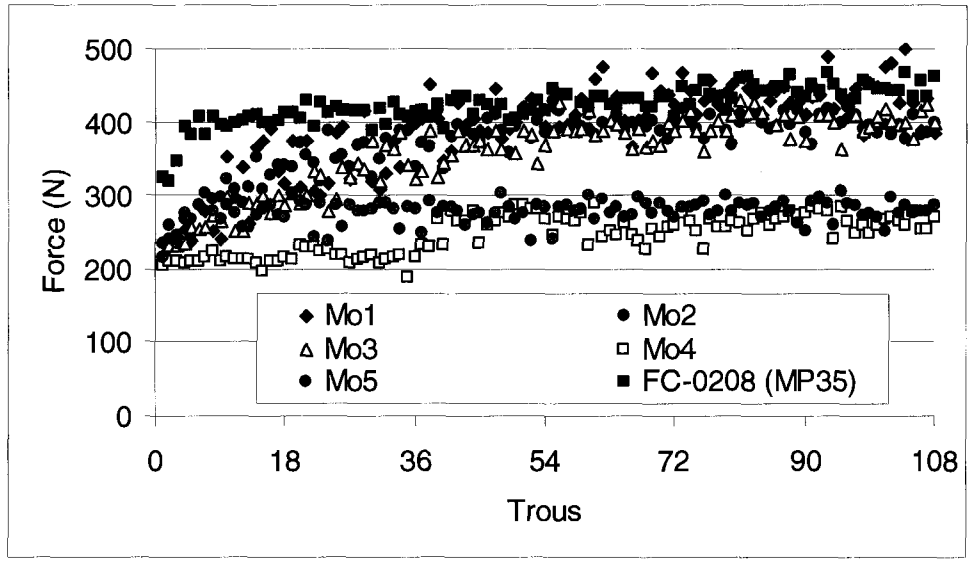


Figure 7.1 : Résultats d'usinabilité – Mélanges Mo

Plusieurs informations peuvent être obtenues à partir de ces résultats, notamment au niveau de la dureté et du changement dimensionnel. Tel qu'observé, la dureté et le changement dimensionnel augmentent avec une addition de MoS_2, ce qui est illustré à la figure 7.2.

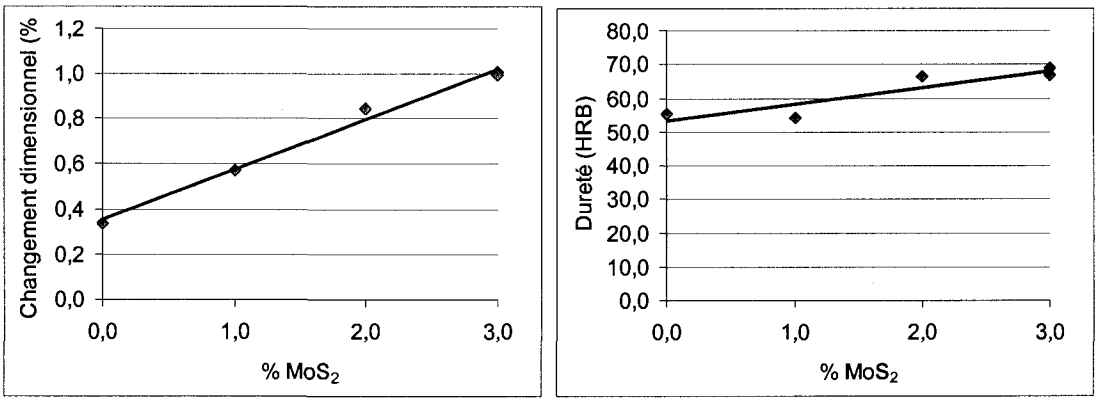


Figure 7.2 : Duretés et changements dimensionnels – Mélanges Mo

On s'aperçoit que, pour une même quantité de MoS_2, l'utilisation d'une poudre de base préalliée aux MnS permet d'améliorer l'usinabilité sans toutefois influencer significativement les autres objectifs fixés (mélange Mo2 vs Mo1). Ainsi, le changement dimensionnel reste trop grand et il n'y a pas de réduction substantielle de coût par un simple changement de la poudre de base. À la lueur de ces résultats initiaux, ces objectifs ne peuvent être rencontrés qu'à condition d'une réduction de la teneur en MoS_2 du mélange. Toutefois, une réduction de la teneur en MoS_2 s'accompagne d'une diminution de la dureté, ce qui n'est pas souhaité.

L'analyse microstructurale révèle plusieurs informations intéressantes sur les mécanismes microstructuraux lors du frittage en présence de MoS_2. Ainsi, le tableau 7.3 résume l'évaluation qualitative de la microstructure en fonction des constituants en présence, de même que la qualité du frittage des différents mélanges Mo.

Tableau 7.3 : Évaluation qualitative de la microstructure – Mélanges Mo

Mélange	Microstructure			Qualité du frittage
	Zones riches en Cu	Sulfures métalliques (MnS, Cu_xS, ...)	Zones riches en Mo	
Mo1 (réf)	- -	+	+	Très bonne
Mo2	- -	+ +	+	Très bonne
Mo3	-	+ +	-	Bonne
Mo4	+	+	- -	Passable
Mo5	+ +	-	- -	Mauvaise

Légende : + + : Très grande présence
+ : Grande présence
- : Faible présence
- - : Très faible présence

Lorsque la teneur en MoS_2 diminue, la quantité de zones riches en cuivre (cuivre libre) augmente et la quantité de sulfures métalliques diminue. De même, on trouve un nombre important de zones riches en Mo (molybdène libre, possiblement pur) et de sulfures métalliques pour de grandes teneurs en MoS_2. Ces régions sont montrées à la figure 7.3 prise au MEB en électrons rétrodiffusés.

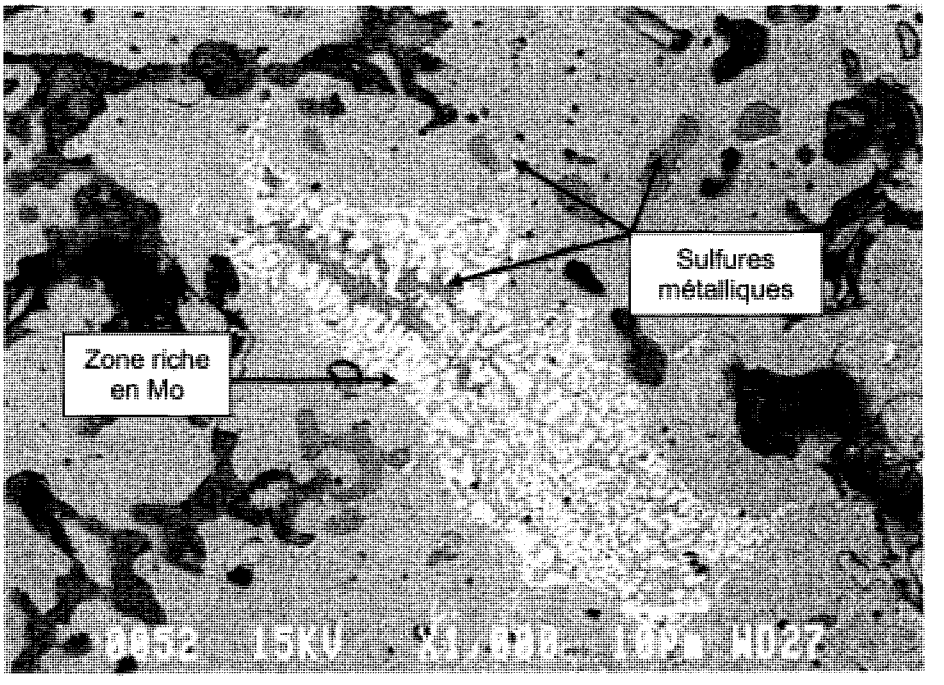


Figure 7.3 : Zones riches en Mo et en sulfures – Mélanges Mo

Ces observations suggèrent l'existence d'une réaction entre le MoS_2 et le cuivre lors du frittage du type :

$$MoS_2 + Cu \rightarrow Mo + Cu_xS \qquad \text{(Équation 17)}$$

Une telle réaction explique la présence de zones riches en Mo pour une grande teneur en MoS_2 et des zones riches en Cu pour de faibles teneurs en MoS_2. En effet, comme la température de frittage est située sous la température de fusion du cuivre, celui-ci ne fond pas et ne réagit pas lorsqu'il n'y a pas ou peu de MoS_2 dans le mélange, d'où les zones riches en Cu.

La réduction de la quantité de MoS_2 est essentielle à la rencontre des objectifs fixés. Toutefois, cette réduction est accompagnée d'une diminution de la dureté et de la qualité du frittage. En effet, une chaque diminution de 1 %MoS_2 mène à une diminution d'environ 5 HRB. Afin de pallier cette diminution de dureté, nous avons envisagé d'ajouter de faibles quantités de phosphore (sous forme de ferro-phosphore (Fe_3P)), cet additif étant reconnu comme étant favorable pour la dureté et l'amélioration de la qualité du frittage. Du carbonate de calcium ($CaCO_3$) a également été ajouté dans certains mélanges, cet additif étant considéré comme favorable pour la qualité du frittage et l'usinabilité (Purnell, Mahmoud & Brownlie, 1996), bien que peu utilisé en métallurgie des poudres.

Plusieurs mélanges ont été préparés en faisant varier les différents additifs mentionnés. Encore ici, des poudres de base contenant des particules de MnS préalliées ont été utilisées (MP37HD et MP37RS, voir tableau 2.1 pour composition chimique typique). Parmi les mélanges élaborés, les échantillons montrant les résultats les plus prometteurs par rapport aux objectifs fixés sont décrits au tableau 7.4.

Tableau 7.4 : Description des mélanges Mo6 à 8A

Mélange	Poudre de base	MoS_2 (%)	$CaCO_3$ (%)	Cuivre (%)	P (%)	Graphite (%)	Lubrifiant (%)
Mo6	MP37HD	1,0	0,0	2,0	0,1	1,0	0,9
Mo7	MP37HD	1,0	0,25				
Mo8	MP37HD	0,5	0,25				
Mo8A	MP37RS	0,5	0,25				

Les duretés, les teneurs en carbone après frittage, les changements dimensionnels et le sommaire des résultats obtenus lors des essais d'usinabilité sont donnés au tableau 7.5 et montrés à la figure 7.4. L'usinabilité a été évaluée à l'aide de rondelles frittées dans un four industriel. Les propriétés de mélanges de référence (Mo1 et FC-0208) sont également incluses.

Tableau 7.5 : Propriétés des mélanges Mo6 à 8A

Mélange	Dureté (HRB)	%C après frittage	Changement dimensionnel (%)	Force moyenne (N)	Pente de la région linéaire ($\Delta F/\Delta N$)	Usure (%)
Mo6	63,4 ± 3,3	0,81	0,60	242,4	0,23	7,1 ± 0,7
Mo7	70,3 ± 1,8	0,78	0,57	338,4	0,40	9,5 ± 1,2
Mo8	61,5 ± 2,3	0,75	0,42	216,6	0,01	4,4 ± 0,5
Mo8A	69,8 ± 1,4	0,87	0,42	270,7	0,21	7,8 ± 0,7
Mo1 (réf)	72,5 ± 2,1	0,90	0,92	327,8	0,37	N/D
FC-0208	80,4 ± 1,6	0,70	0,56	423,0	0,49	14,7 ± 0,6

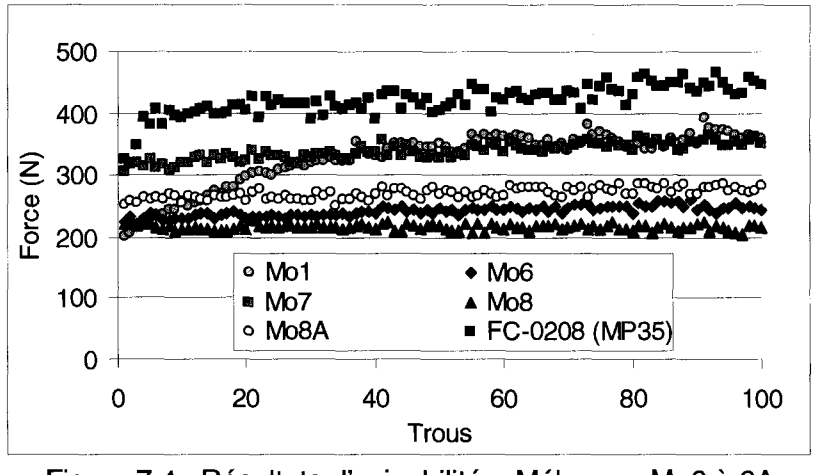


Figure 7.4 : Résultats d'usinabilité – Mélanges Mo6 à 8A

La diminution de la quantité de MoS_2 permet de rencontrer le premier objectif qui était de diminuer le changement dimensionnel. Les diminutions sont significatives et appréciables, allant même jusqu'à une diminution de 0,5 % lorsqu'on compare les résultats des mélanges Mo8 et Mo8A avec ceux du mélange de référence (Mo1). De plus, les mélanges élaborés rencontrent également le deuxième objectif qui était de diminuer les coûts. La diminution importante de la quantité de MoS_2 (remplacé par des additifs moins coûteux) est en grande partie responsable de la diminution de coûts.

Au niveau de la dureté, les duretés des mélanges Mo7 et Mo8A sont acceptables par rapport à la dureté du mélange de référence (environ 70 HRB vs 72 HRB). Les autres mélanges montrent une dureté plus faible que celle du mélange de référence, mais la dureté du mélange Mo8 aurait sans doute été plus élevée si la teneur en carbone après frittage avait été augmentée.

En observant les résultats d'usinabilité, on s'aperçoit que l'usinabilité des mélanges élaborés peut être considérée égale ou supérieure à celle du mélange de référence Mo1, ce qui était le quatrième objectif fixé au départ. De plus, tous les mélanges élaborés montrent une usinabilité largement supérieure à celle du mélange de référence FC-0208, bien que les valeurs de dureté soient inférieures à celles du mélange de référence (70 HRB et moins vs 80 HRB pour le mélange FC-0208).

Parmi les mélanges montrant une dureté semblable à celle du mélange de référence (Mo1), le mélange Mo7 montre une usinabilité très semblable alors que le mélange Mo8A montre une usinabilité supérieure à celle du mélange de référence. On conclut donc que le mélange Mo8A, élaboré pour remplacer le mélange Mo1, montre :

- Une réduction de 0,5 % du changement dimensionnel (0,42 vs 0,92 %) ;
- Une réduction de coûts liée à la teneur en MoS_2 (0,5 vs 3,0 %) ;
- Une dureté équivalente (69,8 vs 72,5 HRB) ;
- Une usinabilité supérieure (Force moyenne : 270,7 vs 327,8 N).

Ce dernier mélange rencontre donc largement tous les objectifs fixés au départ et est donc visiblement supérieur en tout point au mélange de référence.

Les résultats générés, ainsi que certains autres résultats obtenus sur des travaux effectués parallèlement, ont de plus permis de comprendre les mécanismes de fonctionnement du MoS_2 comme additif d'amélioration de l'usinabilité. Ces résultats sont présentés dans les prochains paragraphes.

Lorsqu'utilisé conjointement avec le cuivre, le MoS_2 se dissocie afin de former des zones riches en Mo (possiblement Mo pur) et des sulfures métalliques (Cu_xS, MnS, etc.). Ces sulfures métalliques améliorent l'usinabilité de la même façon que les MnS, en facilitant la formation de copeaux dans la zone de déformation primaire en agissant comme concentrateurs de contrainte.

La réaction entre le MoS_2 et le Cu génère une quantité importante de sulfures métalliques, tel qu'il est montré à la figure 7.3. Tout indique que la somme des sulfures métalliques créés par cette réaction et des sulfures de manganèse présents dans les poudres de base étudiées est en grande partie responsable de l'amélioration de l'usinabilité rapportée.

De plus, la taille des sulfures métalliques créés peut atteindre 10 µm, ce qui est également favorable à l'augmentation de la durée de vie des outils lors de la coupe lorsque l'on compare avec les particules de MnS préalliées dont la taille est habituellement inférieure à 5 µm (voir figure 3.12 pour l'effet de la taille des particules de MnS sur la durée de vie des outils de coupe).

Par ailleurs, des mesures de microdureté effectuées sur les zones riches en Mo ont montré des valeurs de l'ordre de 250 à 300 HV. Linteau (1990) rapporte la dureté du molybdène pur en fonction de la température, tel qu'il est montré à la figure 7.5.

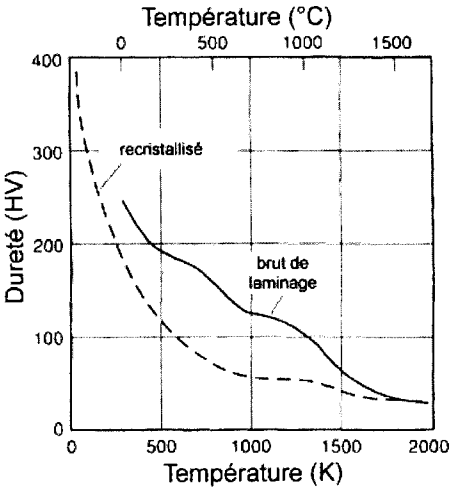


Figure 7.5 : Dureté du molybdène pur en fonction de la température (d'après Linteau, 1990)

Les valeurs de dureté trouvées, pour une température de 25°C, se rapprochent de celles trouvées dans la littérature. Par ailleurs, il est facile d'imaginer que lors de l'usinage, les zones riches en Mo possèdent des valeurs de dureté encore plus faibles, et sont donc facilement usinables. La présence de ces zones riches en Mo dépend toutefois de la température de frittage, qui s'avère être très importante.

En effet, des essais de frittage effectués à deux températures différentes (T2 > T1) ont montré une diffusion beaucoup plus prononcée du Mo dans la matrice, tel qu'il est montré à la figure 7.6 (images prises en électrons rétrodiffusés au MEB).

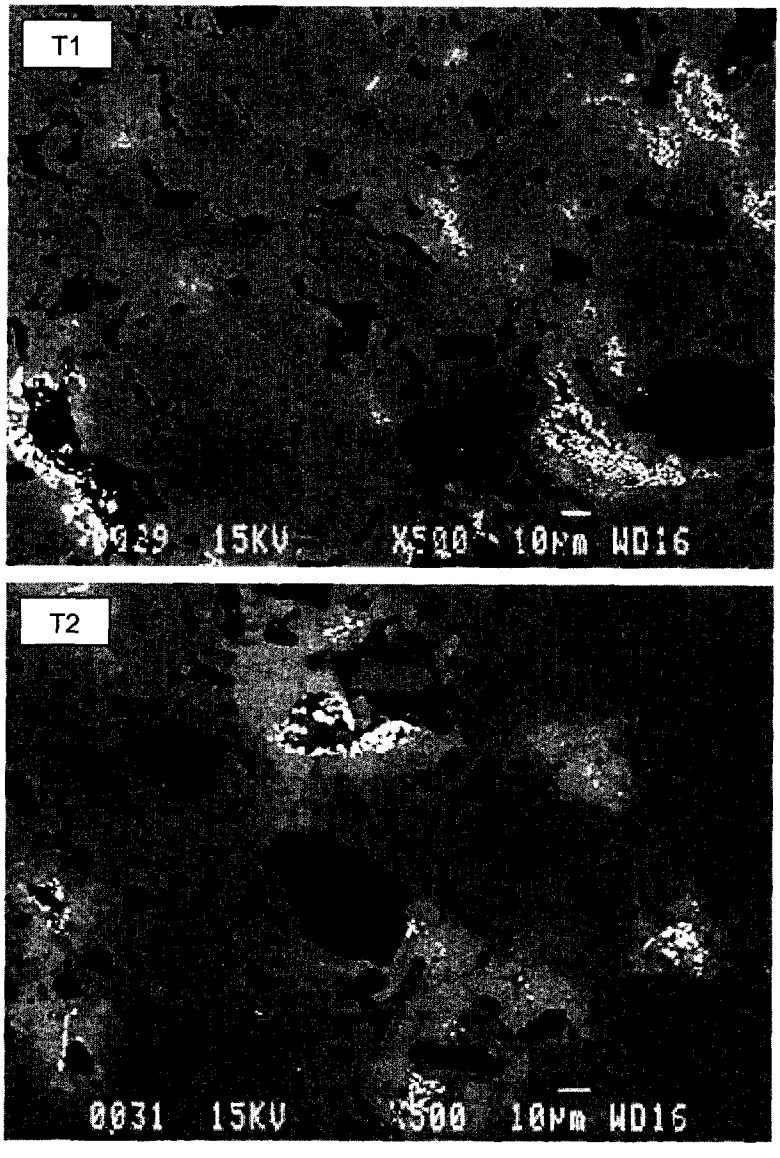


Figure 7.6 : Diffusion du Mo à différentes températures de frittage, T2 > T1

La diffusion plus prononcée du Mo dans la matrice aux plus hautes températures de frittage amène un durcissement de la matrice et donc une augmentation locale de la microdureté, ce qui n'est pas souhaitable dans l'optique d'amélioration de l'usinabilité.

Ainsi, on trouve que l'ajout de MoS_2 est donc favorable à l'amélioration de l'usinabilité, mais son utilisation adéquate est notamment régie par la composition du mélange et la maîtrise du procédé de frittage.

En conclusion, au cours des travaux effectués sur le bisulfure de molybdène, il a été possible d'élaborer un mélange à usinabilité améliorée (Mo8A) ayant la composition suivante : MP37RS (1 % MnS préalliés) + 0,5 %MoS_2 + 0,25 %$CaCO_3$ + 0,1 %P + 2,0 %Cu + 1,0 %Graphite + 0,9 %Lubrifiant.

Ce mélange a permis de rencontrer tous les objectifs fixés au départ, notamment une réduction du changement dimensionnel (0,42 vs 0,92 %), une réduction de coûts liée à la teneur en MoS_2 (0,5 vs 3,0 %) et une usinabilité supérieure (Force moyenne : 270,7 vs 327,8 N) par rapport à un mélange de référence (Mo1). De plus, les travaux effectués ont permis de comprendre les mécanismes microstructuraux impliqués lors de l'utilisation de MoS_2, notamment la création de sulfures métalliques en présence de cuivre lors du frittage.

7.3 *Enstatite*

L'enstatite ($MgO \cdot SiO_2$) est un additif peu utilisé en métallurgie des poudres mais qui est néanmoins reconnu comme étant favorable à l'amélioration de l'usinabilité (Salak, Selecka & Danninger, 2005). Toutefois, les mécanismes associés à cette amélioration de l'usinabilité lors de l'utilisation d'enstatite ne sont pas entièrement compris et expliqués. Ainsi, plusieurs travaux ont été entrepris afin de mieux cerner l'effet de l'enstatite sur la microstructure et l'usinabilité. De plus, une attention particulière a été portée aux interactions entre le cuivre et l'enstatite lors du frittage.

La première étape de la caractérisation de l'effet d'enstatite a été d'identifier l'effet sur la dureté, la microstructure et l'usinabilité de différentes teneurs en enstatite. Ainsi, des mélanges ont été élaborés où la teneur en enstatite était le seul paramètre variable. Ces mélanges sont décrits au tableau 7.6.

Tableau 7.6 : Description des mélanges TC

Mélange	Poudre de base	Cuivre (%)	Graphite (%)	Enstatite (%)	Lubrifiant (%)
TC1	MP37HD	2,0	0,925	1,0	0,75
TC2				2,0	
TC3				3,0	
TC4				4,0	

Les duretés, les teneurs en carbone après frittage et le sommaire des résultats obtenus lors des essais d'usinabilité sont donnés au tableau 7.7 et montrés à la figure 7.7. Les résultats obtenus pour un mélange de référence FC-0208 (à base de MP35) sont également inclus pour fins de comparaison.

Tableau 7.7 : Propriétés des mélanges TC

Mélange	Dureté (HRB)	%C après frittage	Force moyenne (N)	Pente de la région linéaire ($\Delta F/\Delta N$)
TC1	69,3 ± 1,3	0,68	289,4	0,27
TC2	64,3 ± 2,1	0,67	280,0	0,15
TC3	60,6 ± 2,0	0,67	257,5	0,08
TC4	46,3 ± 2,6	0,69	192,4	0,06
FC-0208	80,4 ± 1,6	0,70	423,0	0,49

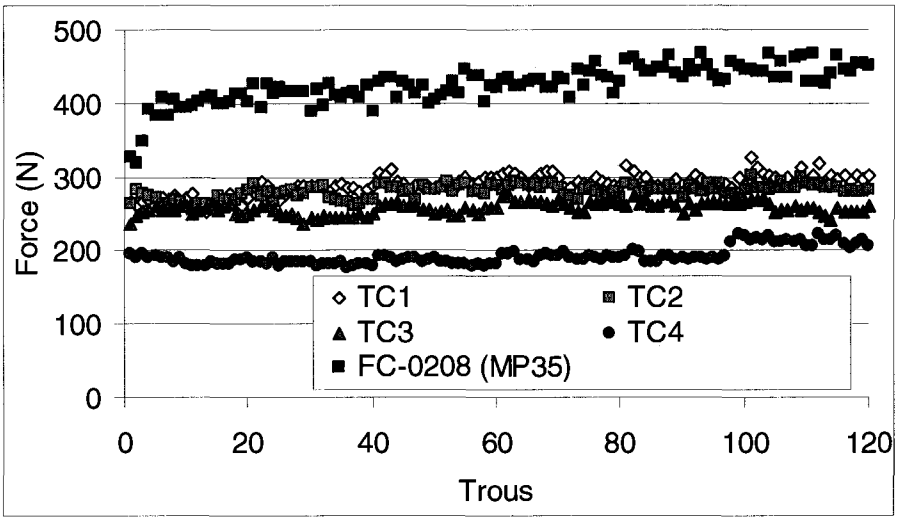


Figure 7.7 : Résultats d'usinabilité – Mélanges TC

Le premier constat qui doit être fait concerne les valeurs de dureté et de carbone après frittage. En effet, bien que les valeurs de carbone après frittage soient équivalentes, on constate clairement qu'une augmentation de la quantité d'enstatite mène à une diminution de la dureté (de 69,3 HRB pour le mélange contenant 1 % enstatite vs 46,3 HRB pour le mélange contenant 4 % enstatite).

Cette diminution de la dureté a un effet marqué sur le comportement en usinage, les critères d'usinabilité étudiés (force de coupe et pente de la région linéaire) étant graduellement plus bas à mesure que la teneur en enstatite augmente.

Ainsi, plus les duretés sont faibles, plus les forces de coupe sont faibles. L'analyse des courbes présentées à la figure 7.7 indique que le mélange TC1 est celui qui possède la

moins bonne usinabilité, alors que le mélange TC4 est celui qui possède la meilleure usinabilité. Tous les mélanges TC étudiés ici possèdent une usinabilité supérieure à celle du mélange de référence FC-0208, possiblement en raison des valeurs de dureté plus faibles de ces mélanges (< 70 HRB) par rapport à la dureté de la référence (80 HRB).

Afin de comprendre et d'expliquer les faibles valeurs de dureté obtenues pour de telles valeurs de carbone après frittage, l'analyse microstructurale des échantillons à l'état poli a tout d'abord été effectuée et les microstructures obtenues sont montrées à la figure 7.8.

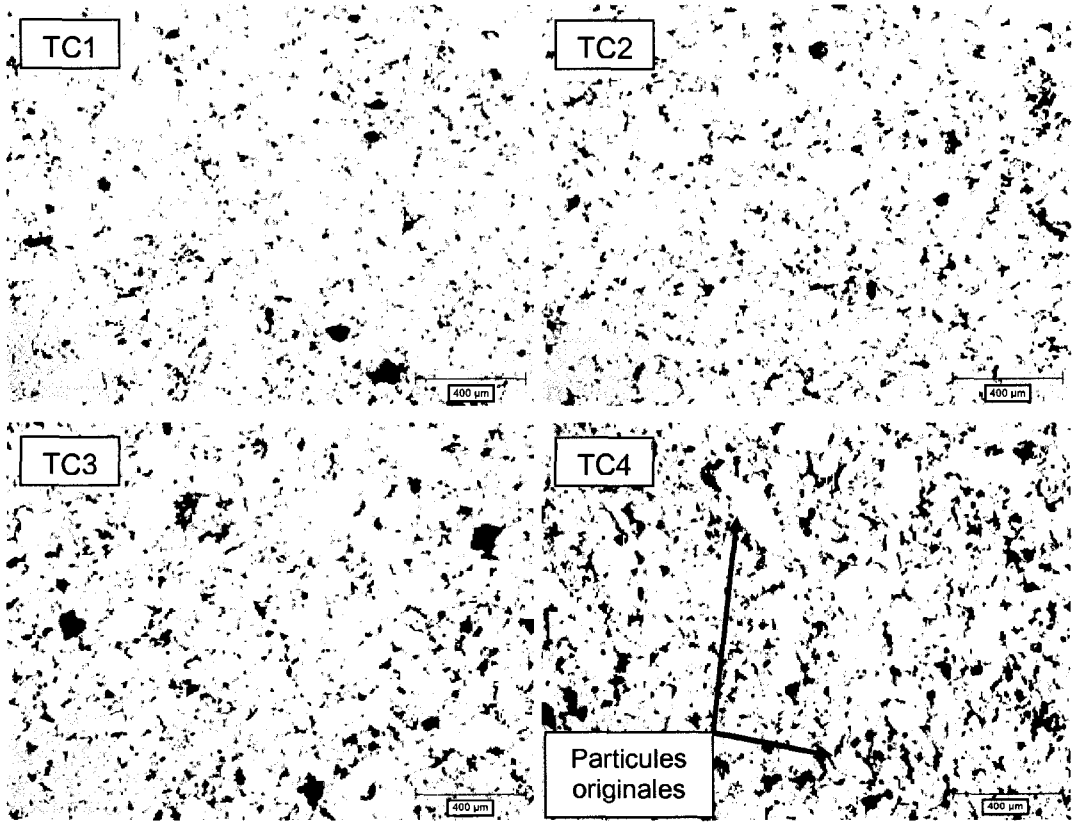


Figure 7.8 : Mélanges TC à l'état poli

Tel qu'observé à la figure 7.8, la qualité du frittage diminue avec une augmentation de la quantité d'enstatite. En effet, on remarque une augmentation du nombre et de la

taille des pores en fonction de la quantité d'enstatite ajoutée. De plus, certaines particules originales peuvent être distinguées pour le mélange contenant 4 % enstatite (TC4), ce qui montre la faible qualité du frittage.

Par ailleurs, l'enstatite étant stable lors du cycle de frittage, on la retrouve principalement localisée dans les pores entre les particules sur les microstructures montrées.

Par la suite, l'analyse microstructurale des échantillons après attaque chimique a été effectuée. Les microstructures obtenues sont montrées à la figure 7.9.

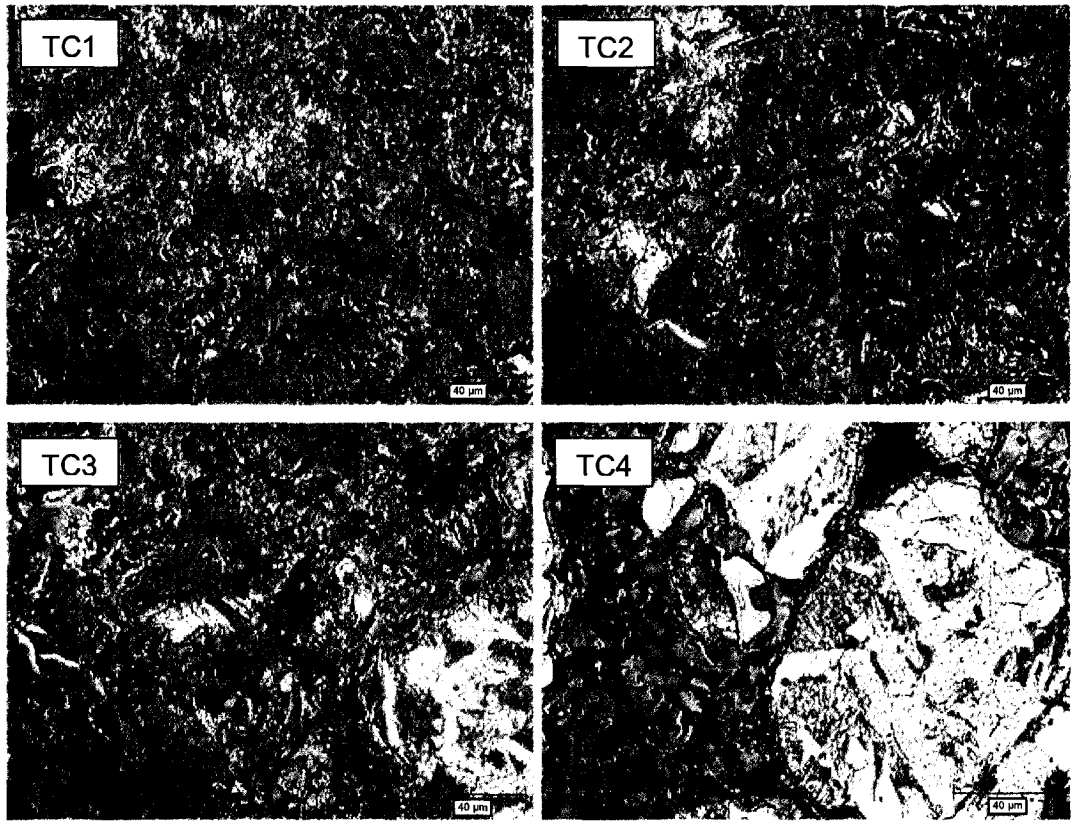


Figure 7.9 : Mélanges TC à l'état attaqué

Sur la figure 7.9, on remarque que le mélange contenant 1 % enstatite (TC1) montre une microstructure entièrement perlitique alors que le mélange contenant 4 % enstatite (TC4) montre une microstructure contenant une quantité importante de ferrite, et ce

pour des teneurs en carbone après frittage équivalentes. Cette présence de ferrite nous indique que la diffusion du carbone ne s'est pas déroulée de la même façon en présence d'une quantité importante d'enstatite. Des analyses EDS effectuées sur ces échantillons ont révélé la présence de graphite dans les pores lorsque l'enstatite était également présente dans les pores, tel qu'il est montré à la figure 7.10. La présence de graphite dans les pores explique donc la présence de ferrite dans la microstructure.

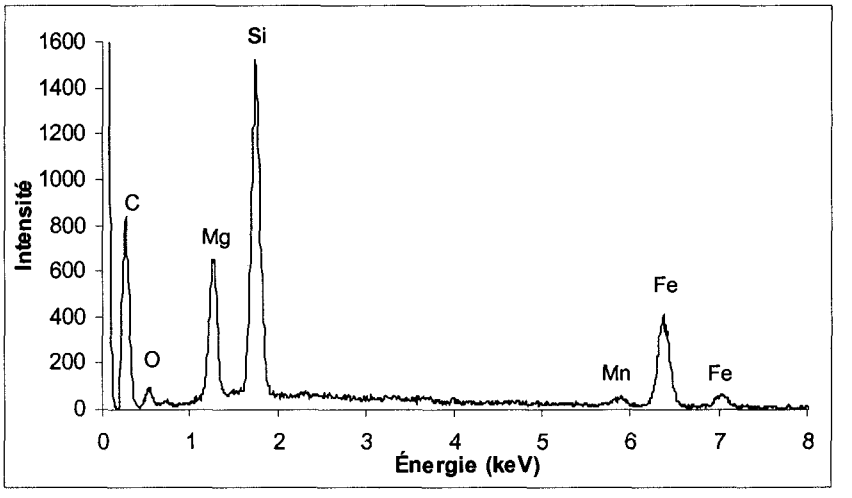


Figure 7.10 : Spectre EDS montrant la présence de graphite (C) avec l'enstatite ($MgSiO_3$)

Ces observations indiquent que l'enstatite agit comme une barrière à la diffusion du graphite. En limitant la diffusion du graphite, celui-ci se retrouve dans les pores et ne peut diffuser dans l'austénite afin de créer de la perlite, tel qu'il est prédit par le diagramme d'équilibre. Ce phénomène est donc responsable de la diminution de la dureté en fonction de la quantité d'enstatite ajoutée.

Ainsi, l'amélioration de l'usinabilité (baisses des forces de coupe et de la pente de la région linéaire) à l'aide d'ajout d'enstatite s'explique à l'aide de plusieurs facteurs. La présence d'enstatite limite la diffusion du graphite, ce qui :

- Diminue la qualité du frittage menant à des liens métallurgiques plus faibles ;
- Diminue la quantité de perlite et diminue de la dureté ;
- Laisse du graphite libre dans les pores.

Afin d'améliorer la diffusion du graphite en présence d'enstatite, nous nous sommes proposés d'ajouter une plus grande quantité de cuivre au mélange, ce qui pourrait mener à une plus grande quantité de phase liquide lors du frittage. Divers travaux ont donc été entrepris afin d'étudier les interactions entre le cuivre et l'enstatite lors du frittage.

Tout d'abord, l'effet du cuivre et de l'enstatite sur le changement dimensionnel, la dureté et la microstructure a été étudié à l'aide des mélanges CD1 à CD9 décrits au tableau 7.8.

Tableau 7.8 : Description des mélanges CD

<table>
<tr><th>Mélange</th><th>Poudre de base</th><th>Graphite (%)</th><th>Cuivre (%)</th><th>Enstatite (%)</th><th>Lubrifiant (%)</th></tr>
<tr><td>CD1</td><td rowspan="9">MP37R</td><td rowspan="9">0,95</td><td>0,0</td><td rowspan="3">0,0</td><td rowspan="9">0,6</td></tr>
<tr><td>CD2</td><td>2,0</td></tr>
<tr><td>CD3</td><td>4,5</td></tr>
<tr><td>CD4</td><td>0,0</td><td rowspan="3">1,5</td></tr>
<tr><td>CD5</td><td>2,0</td></tr>
<tr><td>CD6</td><td>4,5</td></tr>
<tr><td>CD7</td><td>0,0</td><td rowspan="3">3,0</td></tr>
<tr><td>CD8</td><td>2,0</td></tr>
<tr><td>CD9</td><td>4,5</td></tr>
</table>

Les résultats de dureté et de changement dimensionnel sont donnés au tableau 7.9.

Tableau 7.9 : Propriétés des mélanges CD

Mélange	Dureté (HRB)	Changement Dimensionnel (%)
CD1	61,4 ± 0,7	-0,065
CD2	77,4 ± 2,3	0,053
CD3	77,8 ± 1,0	0,140
CD4	45,1 ± 2,1	-0,065
CD5	67,8 ± 1,7	0,431
CD6	73,0 ± 2,5	0,635
CD7	22,4 ± 1,4	-0,057
CD8	61,9 ± 1,4	0,517
CD9	67,3 ± 3,0	1,005

Ces résultats sont montrés sous forme graphique aux figures 7.11 et 7.12.

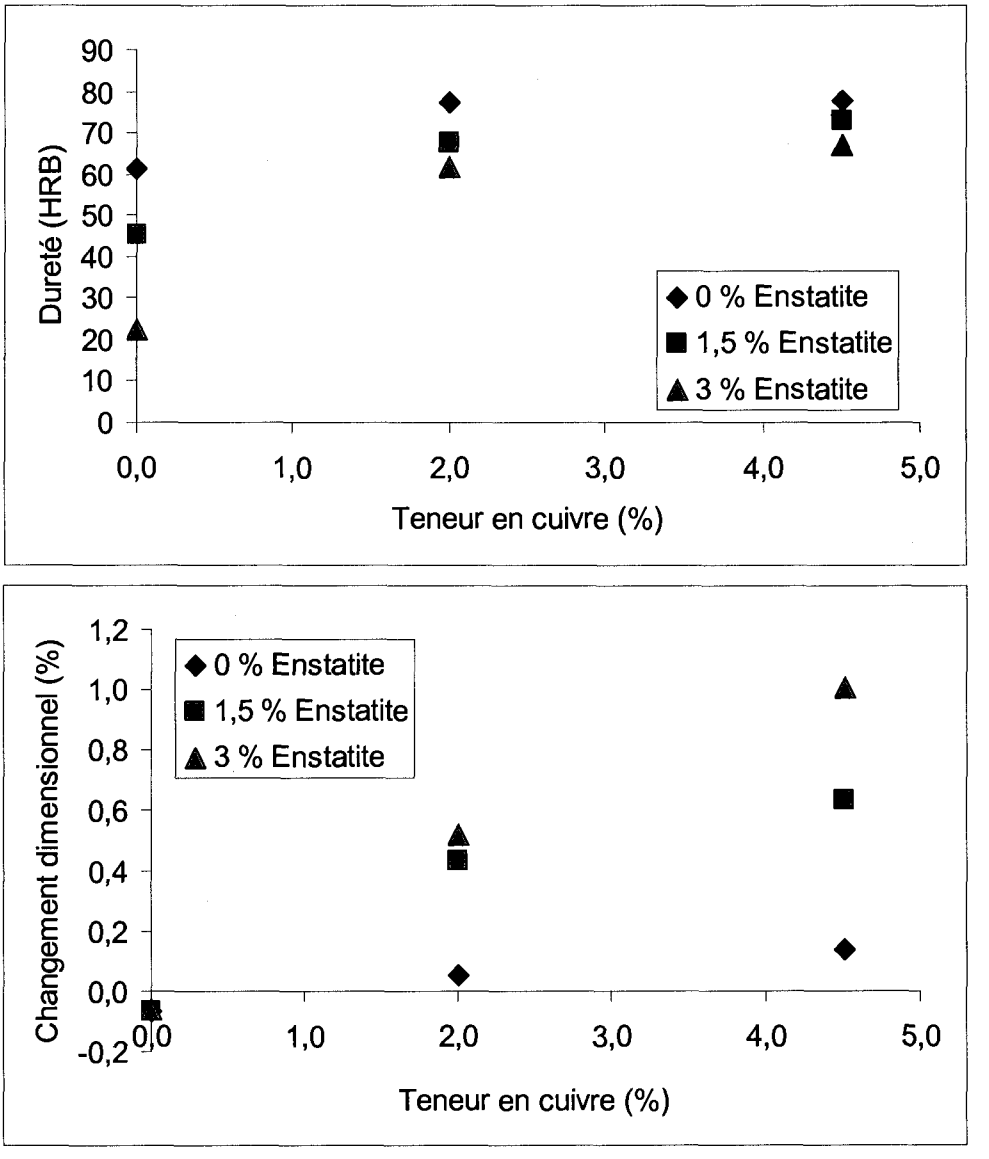


Figure 7.11 : Propriétés des mélanges CD en fonction de la teneur en cuivre

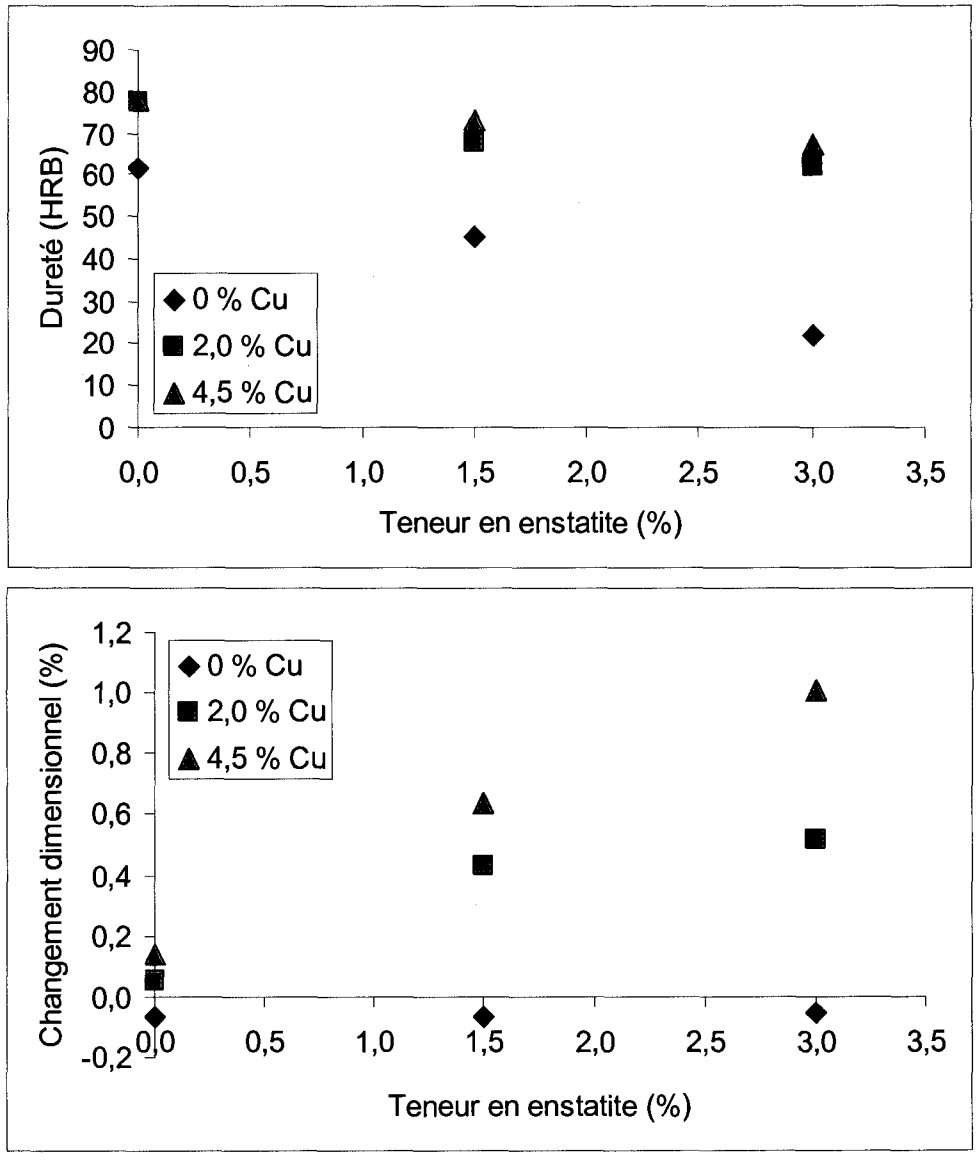


Figure 7.12 : Propriétés des mélanges CD en fonction de la teneur en enstatite

Plusieurs éléments peuvent être tirés de ces résultats. Tout d'abord, la dureté augmente avec l'addition de cuivre, ce qui est prévisible. En effet, les mélanges contenant 4,5 %Cu sont ceux qui montrent les plus hautes valeurs de dureté pour toutes les teneurs en enstatite (entre 67 et 78 HRB). À l'opposé, les mélanges contenant 0 %Cu sont ceux qui possèdent les plus faibles valeurs de dureté, entre 22 et 61 HRB. De plus, on remarque une diminution des valeurs de dureté à mesure que

la teneur en enstatite augmente, diminution qui est plus marquée pour les mélanges contenant 0 %Cu.

Par ailleurs, le changement dimensionnel augmente avec l'addition de cuivre, ce qui est également prévisible. En effet, l'expansion du comprimé en présence de cuivre est causé par la pénétration du cuivre aux joints de grains des particules de fer (Lenel & Pecanha, 1973; Kaysser, Huppmann & Petzow ,1980), phénomène qui a été étudié de façon extensive en M/P. Toutefois, on remarque dans nos résultats que l'augmentation du changement dimensionnel est plus marquée pour de plus grandes teneurs en enstatite. Ce résultat s'explique par la contribution du graphite aux changements dimensionnels lors du frittage.

Ainsi, des travaux ont montré que la présence de carbone dans le système Fe-Cu-C augmente l'angle dièdre, ce qui a comme conséquence de limiter la pénétration du cuivre aux joints de grains (Phadke & Davies, 1977). Tel qu'il est montré à la figure 7.13, en limitant la pénétration aux joints de grains, on observe une diminution du changement dimensionnel positif généralement associé au cuivre.

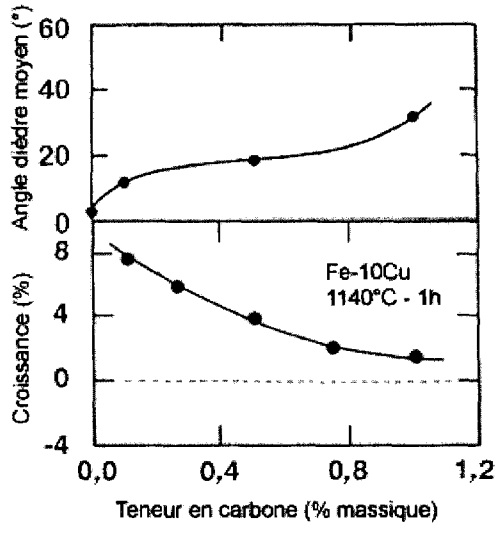


Figure 7.13 : Effet de la teneur en carbone sur l'angle dièdre et le changement dimensionnel (d'après German, 1985)

Ainsi, dans nos observations, une plus grande quantité d'enstatite limite la diffusion du graphite qui se retrouve dans les pores. Si le graphite est dans les pores, son effet sur l'angle dièdre est diminué et l'expansion du comprimé est donc augmentée. C'est pourquoi l'augmentation du changement dimensionnel est plus marquée pour de plus grandes teneurs en enstatite.

Mentionnons également qu'à 0 %Cu, la présence d'enstatite n'a pas d'effet notable sur le changement dimensionnel. En effet, l'enstatite étant stable aux températures de frittage, elle ne fait intervenir aucun mécanisme influençant la densité du comprimé. L'enstatite a par contre un effet important sur la dureté, tel qu'observé précédemment (une augmentation de la quantité d'enstatite mène à une diminution de dureté), en raison de son interaction avec le graphite.

Les microstructures des échantillons CD à l'état attaqué sont montrées à la figure 7.14.

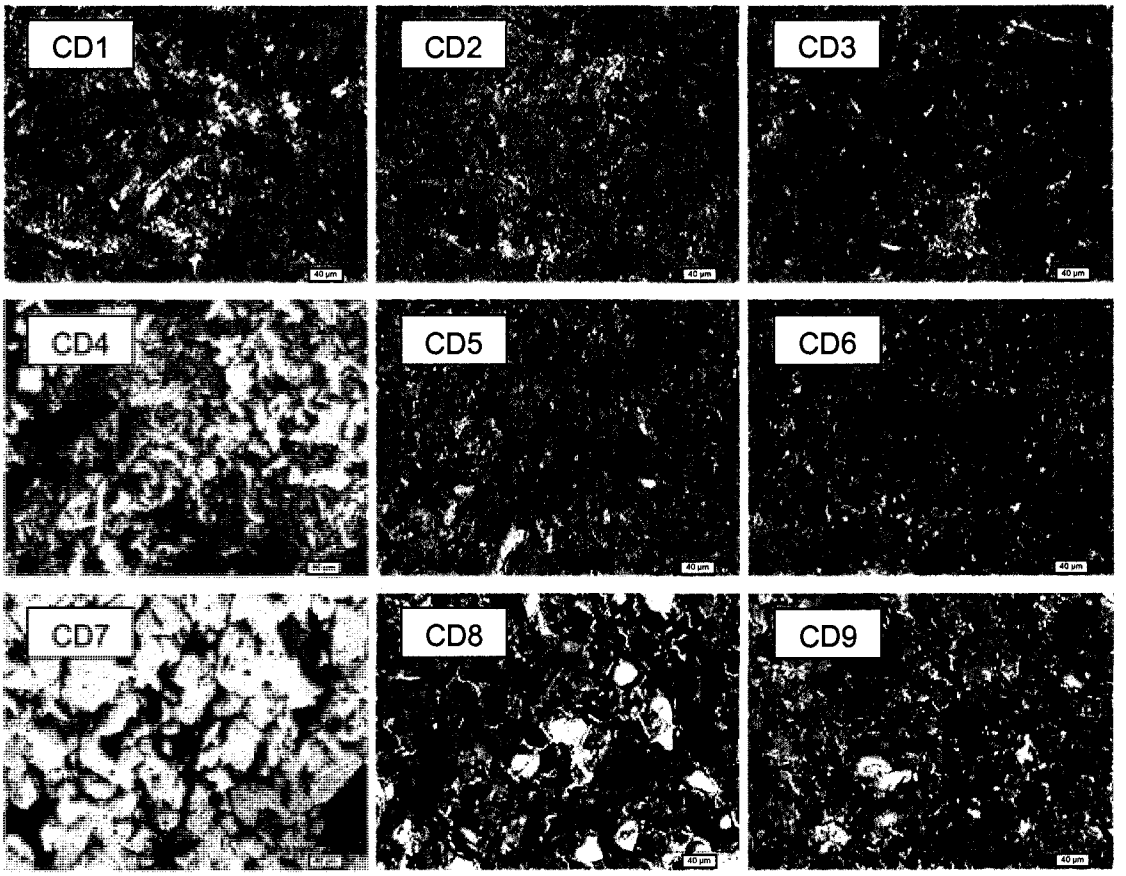


Figure 7.14 : Microstructures des mélanges CD

L'analyse microstructurale montre encore une fois qu'une augmentation de la teneur en enstatite mène à une plus grande proportion de ferrite dans la microstructure. Ceci est surtout mis en évidence lorsqu'il n'y a pas de cuivre présent (CD1, CD4 et CD7). La microstructure de l'échantillon CD7 (0 %Cu et 3 % enstatite) est très majoritairement ferritique malgré son carbone après frittage d'environ 0,7 %C. Ceci illustre clairement la grande capacité de l'enstatite à limiter la diffusion du graphite.

Lorsqu'il n'y a pas d'enstatite présente (mélanges CD1 à 3), on note peu d'effet de l'augmentation de la quantité de cuivre sur la microstructure sinon que l'échantillon CD3 montre la présence d'une faible quantité de cuivre libre par rapport aux deux autres échantillons (CD1 et 2). Toutefois, en présence d'enstatite (mélanges CD4 à 9), une augmentation de la teneur en cuivre diminue significativement la quantité de ferrite

présente dans les microstructures. Mentionnons toutefois que même pour un ajout de 4,5 % cuivre, une certaine proportion de ferrite reste néanmoins présente dans les mélanges contenant 3 % enstatite (CD9).

Les observations microstructurales sont en accord avec les duretés obtenues ; plus il y a de ferrite présente dans la microstructure, plus la dureté est basse. Ces diminutions des valeurs de dureté correspondent à une plus grande teneur en enstatite et/ou une diminution de la teneur en cuivre.

En résumé, ces observations confirment que l'enstatite agit comme une barrière à la diffusion du graphite. De même, on confirme qu'une plus grande quantité de cuivre permet une plus grande diffusion du graphite en présence d'enstatite, en raison de la phase liquide formée par la fusion du cuivre lors du frittage.

Les effets de l'utilisation conjointe de ces deux additifs sur différentes propriétés sont donnés dans le tableau 7.10.

Tableau 7.10 : Effets du cuivre et de l'enstatite sur différentes propriétés

Propriété	Si on diminue la quantité de :	
	Cuivre	Enstatite
Changement dimensionnel (%)	↓	Sans Cu = Pas d'effet Avec Cu = ↓
Dureté (HRB)	↓	↑
Compressibilité	↓	↑
Présence de ferrite	↑	↓
Présence de graphite dans les pores	↑	↓

Une série d'essais d'usinabilité a par la suite été effectuée sur des mélanges contenant diverses quantités de cuivre et d'enstatite. Cette série d'essais a été effectuée sur des échantillons nommés FER1 à FER4. La description de ces mélanges est donnée au tableau 7.11.

Tableau 7.11 : Description des mélanges FER1 à FER4

Mélange	Poudre de base	Cuivre (%)	Enstatite (%)	Graphite (%)	Lubrifiant (%)
FER1	MP37R	4,5	3,0	1,05	0,6
FER2			0,0		
FER3		0,0	3,0		
FER4			0,0		

Les duretés, les teneurs en carbone après frittage et le sommaire des résultats obtenus lors des essais d'usinabilité sont donnés au tableau 7.12 montrés à la figure 7.15. Les résultats obtenus pour un mélange de référence FC-0208 (à base de MP35) sont également inclus pour fins de comparaison.

Tableau 7.12 : Propriétés des mélanges FER1 à FER4

Mélange	Dureté (HRB)	%C après frittage	Force moyenne (N)	Pente de la région linéaire ($\Delta F/\Delta N$)	Usure (%)
FER1	76,7 ± 1,1	0,78	309,6	0,06	8,7 ± 1,3
FER2	75,2 ± 1,8	0,80	345,1	0,14	7,2 ± 1,9
FER3	31,7 ± 2,2	0,78	128,7	0,01	2,3 ± 1,3
FER4	58,7 ± 3,1	0,77	313,5	0,10	8,3 ± 1,2
FC-0208	80,4 ± 1,6	0,70	443,4	0,49	14,7 ± 0,6

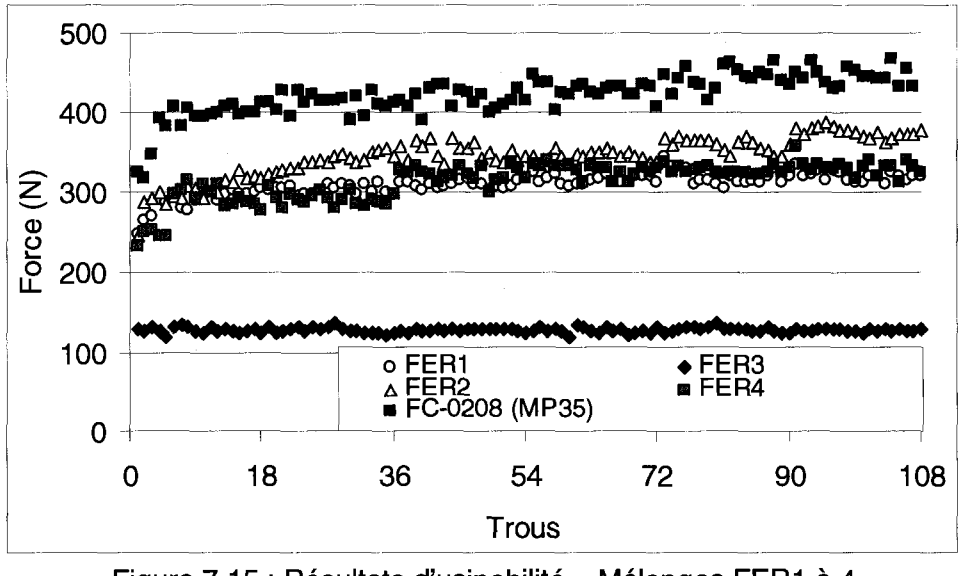


Figure 7.15 : Résultats d'usinabilité – Mélanges FER1 à 4

Les microstructures des échantillons FER1 à 4 sont montrées à la figure 7.16.

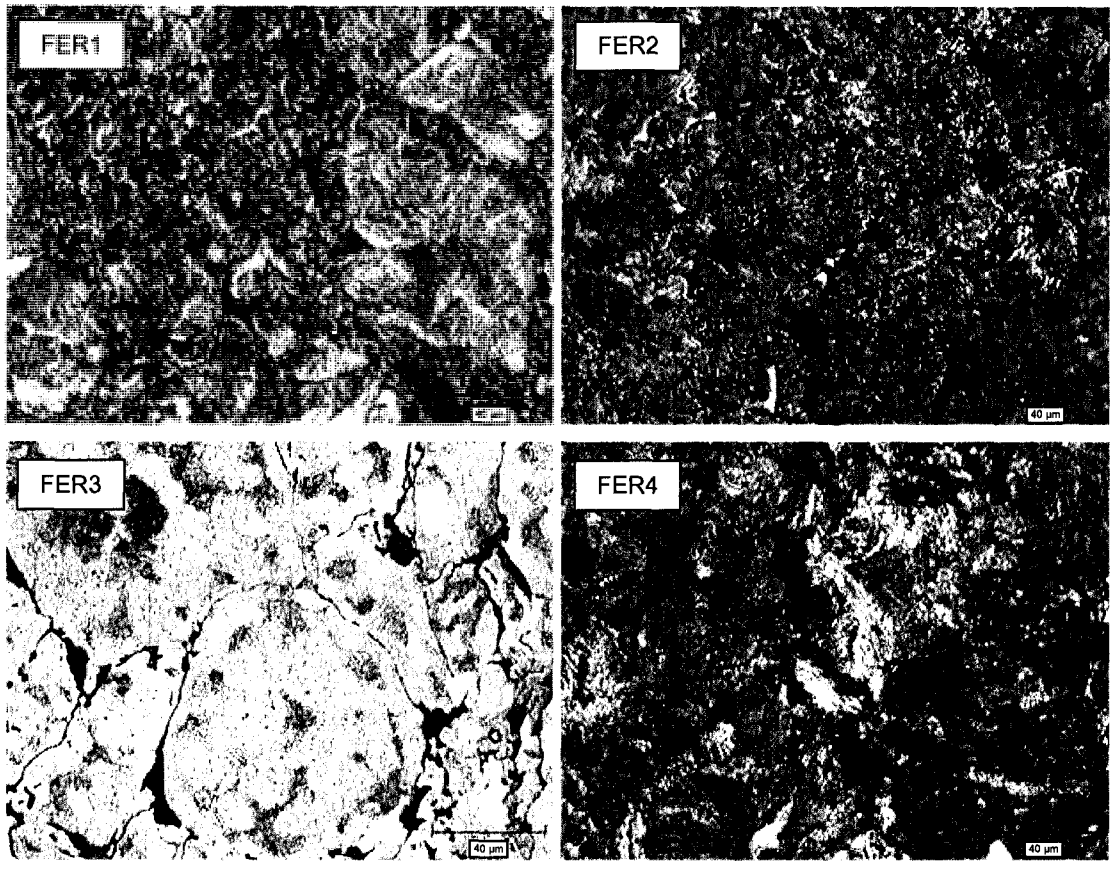


Figure 7.16 : Microstructures des mélanges FER

Plusieurs informations peuvent être tirées de ces résultats. Tout d'abord, on perçoit clairement l'impact majeur de la présence d'enstatite combiné à l'absence de cuivre sur l'usinabilité. En effet, le mélange FER3 (0 %Cu et 3 % enstatite) montre des valeurs de dureté et des forces de coupe très faibles. La microstructure majoritairement ferritique est la principale cause de ces résultats. Cette observation illustre à nouveau le fait que l'enstatite limite la diffusion du graphite dans la matrice de fer en gardant une quantité importante de graphite dans les pores. Lorsqu'il n'y a pas de cuivre présent dans le mélange, il n'y a pas de phase liquide créée lors du frittage et donc aucun véhicule important à la diffusion du graphite en présence d'enstatite.

Les mélanges FER1 et FER2 possèdent des valeurs de dureté équivalentes et satisfaisantes (77 et 75 HRB), mais l'usinabilité du mélange FER1 est légèrement supérieure, notamment en raison des forces de coupe et de la pente de la région linéaire qui sont légèrement inférieures. Ceci est attribuable à la présence d'enstatite qui conserve une portion du graphite libre dans les pores, qui est favorable à l'usinabilité. Sur la microstructure, on remarque la présence majoritaire de perlite dans les deux cas, expliquant les valeurs de dureté semblables.

Finalement, dans le cas où il n'y a ni cuivre ni d'enstatite (FER4), on remarque une dureté plus basse que pour les mélanges contenant du cuivre. La microstructure est toutefois perlitique comme pour les mélanges FER1 et 2, mais la différence de dureté s'explique par l'absence de cuivre en solution solide dans les particules, contrairement aux mélanges FER1 et 2.

L'usinabilité du mélange FER4 semble se situer entre l'usinabilité des mélanges FER1 et FER2. C'est donc dire que sans enstatite, l'usinabilité est meilleure s'il n'y a pas de cuivre (ce qui est attribuable aux valeurs de dureté plus faibles). Toutefois, un mélange contenant du cuivre et de l'enstatite possède une meilleure usinabilité et une dureté plus élevée, deux propriétés appréciées et recherchées par les producteurs de pièces.

En conclusion, les mécanismes microstructuraux menant à l'amélioration de l'usinabilité par l'ajout d'enstatite ont été étudiés et expliqués dans le détail à l'aide de divers exemples. À la lueur des résultats, on constate que l'enstatite est un additif qui améliore l'usinabilité de manière complètement différente par rapport aux additifs plus communs tels les MnS ou le MoS_2. L'enstatite n'en demeure pas moins un additif très intéressant pour certaines applications en M/P.

Ainsi, les travaux ont permis de constater qu'une augmentation de la quantité d'enstatite mène à une diminution de la dureté (de 69,3 HRB pour le mélange contenant 1 % enstatite vs 46,3 HRB pour le mélange contenant 4 % enstatite). Cette diminution de la dureté a un effet marqué sur le comportement en usinage, les critères

d'usinabilité étudiés (force de coupe et pente de la région linéaire) étant graduellement plus bas à mesure que la teneur en enstatite augmente.

Les observations effectuées indiquent que l'enstatite agit comme une barrière à la diffusion du graphite. En effet, la qualité du frittage diminue avec une augmentation de la quantité d'enstatite, et on trouve que le mélange contenant 1 % enstatite (TC1) montre une microstructure entièrement perlitique alors que le mélange le mélange contenant 4 % enstatite (TC4) montre une microstructure contenant une quantité importante de ferrite, pour des teneurs en carbone après frittage équivalentes. Des analyses EDS effectuées sur ces échantillons ont révélé la présence de graphite dans les pores lorsque l'enstatite était également présente dans les pores.

Toutefois, il est possible d'améliorer la diffusion du graphite en présence d'enstatite par l'utilisation de diverses quantités de cuivre, en raison de la phase liquide formée par la fusion du cuivre lors du frittage. De plus, en termes d'usinabilité, on trouve qu'un mélange contenant à la fois du cuivre et de l'enstatite (FER1 – MP37R + 3 % enstatite + 4,5 %Cu), possède une meilleure usinabilité et une dureté plus élevée qu'un mélange ne contenant ni cuivre, ni enstatite (FER4 – MP37R + 0 % enstatite + 0 %Cu).

7.4 Sulfure de manganèse

L'ajout de particules de sulfure de manganèse (MnS) est très répandu dans l'industrie de la métallurgie des poudres en raison de son faible coût et de son efficacité prouvée sur l'amélioration de l'usinabilité.

Il a déjà été mentionné que les particules de MnS peuvent être ajoutées au mélange de poudre ou préalliées dans le bain liquide à l'atomisation (voir section 3.9.1). Par ailleurs, il a déjà été montré que la méthode du préalliage est celle qui est la plus favorable à l'amélioration de l'usinabilité de pièces élaborées par M/P.

Dans le cadre de ce doctorat, l'effet de particules de MnS sur l'usinabilité a été étudié à travers diverses études. L'étude la plus importante a porté sur l'effet de la teneur en MnS préalliés sur les propriétés mécaniques et l'usinabilité en tournage et en perçage. Cette étude a été publiée dans l'édition mars/avril 2008 de l'*International Journal of Powder Metallurgy*, texte qui est présenté en annexe.

Par ailleurs, l'effet des particules de MnS a également fait l'objet d'une présentation et d'un compte rendu de conférence présentés dans le cadre de la conférence internationale sur la métallurgie des poudres *PM²TEC 2005* tenue à Montréal. L'étude portait sur le comportement en fatigue (travaux de Fabrice Bernier) et l'usinabilité en perçage de mélanges à base de poudres autotrempantes, certaines poudres étant préalliées aux particules de MnS.

Les détails pertinents à la réalisation de ces deux études, de même que les résultats et les conclusions importantes sont décrits ici.

7.4.1 Effet de la teneur en MnS préalliés sur les propriétés mécaniques et l'usinabilité en perçage et en tournage

Quatre poudres de base différentes contenant diverses quantités de MnS préalliés ont été utilisées pour l'élaboration de mélanges de type FC-0208. Les teneurs en MnS préalliés étaient de 0,0 % (MP35), 0,35 % (XP37HD), 0,65 % (MP37R) et 1,0 % (MP37RS) pour les quatre poudres de base choisies. Pour obtenir des mélanges de type FC-0208, les quantités de graphite ajouté ont dû être ajustées de façon à tenir compte des teneurs en oxygène différentes pour les poudres de base. Ceci est effectué afin d'obtenir des valeurs de dureté apparente semblables afin de permettre une comparaison plus directe des résultats obtenus lors de l'évaluation de l'usinabilité.

Des mélanges ont donc été élaborés dans un mélangeur double-cône et des échantillons ont été pressés à deux différentes densités, soit 6,7 et 7,0 g/cm^3 afin d'étudier l'effet de la densité sur l'usinabilité et les propriétés mécaniques. Seuls les échantillons pour l'évaluation de la résistance à l'impact n'ont été pressés qu'à une seule densité (6,7 g/cm^3). Tous les échantillons ont été frittés à 1120 °C dans un four industriel.

Comme des essais de tournage étaient prévus, les échantillons utilisés afin d'évaluer l'usinabilité possédaient une hauteur de 50,8 mm (2 po) et un diamètre de 28,6 mm (1,5 po). Les échantillons utilisés pour caractériser les propriétés mécaniques étaient conformes aux normes MPIF respectives.

Les propriétés mécaniques obtenues sur les échantillons sont présentées au tableau 7.13. Des valeurs obtenues selon la norme MPIF 35 (Metal Powder Industries Federation, 2003) pour un mélange FC-0208 sont également présentées.

Tableau 7.13 : Propriétés mécaniques des échantillons contenant diverses teneurs en MnS

Poudre de base	Densité (g/cm^3)	Dureté apparente (HRB)	Résistance à la rupture (MPa)	Résistance à la traction (MPa)	Résistance à l'impact (J)
MP35	6,7	80,4 ± 1,6	833,9	346,5	9,0
XP37HD		82,0 ± 2,1	893,9	390,1	8,8
MP37R		82,0 ± 1,7	832,5	386,7	7,5
MP37RS		77,8 ± 2,4	799,4	322,5	7,5
FC-0208	6,7	73	862	414	6,8
MP35	7,0	87,2 ± 2,1	1066,5	455,2	---
XP37HD		88,9 ± 1,4	1043,3	475,7	---
MP37R		89,8 ± 2,0	1065,1	463,0	---
MP37RS		88,4 ± 0,6	979,0	387,7	---
FC-0208	7,2	84	1069	517	9,5

Tout d'abord, il est important de souligner les valeurs de dureté apparente semblables obtenues pour tous les échantillons de même densité, ce qui était évidemment désiré. De plus, les valeurs obtenues sont légèrement supérieures aux valeurs de la norme MPIF 35 pour un mélange FC-0208, ce qui peut-être entre autres attribué aux larges spécifications de cette norme (%C entre 0,6 et 0,9 %, %Cu entre 1,0 et 3,0 %, etc.).

Pour ce qui est des valeurs de résistance à la rupture des échantillons pressés à 6,7 g/cm^3, on trouve que seuls les échantillons faits à base de MP37RS montrent une valeur inférieure à celle donnée dans la norme MPIF 35 (7 % plus basse), les valeurs des autres échantillons étant semblables. Pour les échantillons pressés à 7,0 g/cm^3, on trouve à nouveau une valeur légèrement inférieure (de 8 %) à celle fournie par le standard, pour une densité légèrement inférieure, (7,0 vs 7,2 g/cm^3). Les échantillons contenant entre 0,0 et 0,65 % MnS montrent à nouveau des valeurs semblables à celle fournie par la norme, même en considérant que la valeur donnée dans la norme a été obtenue pour une densité de 7,2 g/cm^3.

Des remarques semblables peuvent être faites pour les valeurs de résistance à la traction obtenues. En effet, pour les deux densités étudiées, les mélanges contenant 1,0 % MnS montrent des valeurs plus faibles que les valeurs obtenues pour les autres mélanges et pour le mélange standard FC-0208. Les valeurs sont 17 et 20 % plus

faibles pour le MP37RS par rapport au mélange ayant donné les meilleurs résultats (MP35), pour les deux densités étudiées. Pour les mélanges contenant entre 0,0 et 0,65 % MnS, les valeurs sont semblables entre elles, comme précédemment.

La résistance à l'impact des échantillons pressés à 6,7 g/cm^3 diminue légèrement avec une augmentation de la teneur en particules de MnS préalliées. Ainsi, les échantillons contenant 1,0 % MnS préalliés montrent une résistance à l'impact de 7,5 J vs 9,0 J pour les échantillons contenant 0,0 % MnS préalliés. Malgré cette diminution, les valeurs obtenues sont semblables à la valeur fournie par la norme (6,8 J).

En résumé, ces travaux montrent peu d'influence des particules de MnS préalliées sur les propriétés mécaniques, pour des teneurs comprises entre 0,0 et 0,65 %. Toutefois, les échantillons faits à partir de MP37RS (1,0 % MnS préalliés) montrent de plus faibles propriétés mécaniques, notamment au niveau de la résistance à la traction et de la résistance à la rupture.

Suite à l'évaluation des propriétés mécaniques, l'usinabilité a été évaluée pour des opérations de perçage et de tournage. En perçage, une vitesse de rotation de 1500 rév/min et une vitesse d'avance de 1,5 mm/s ont été utilisées. Les mêmes outils HSS que précédemment ont été utilisés. Au total, 200 trous ont été percés pour chaque densité de chaque série de mélanges. Les trous percés étaient d'une profondeur de 12,7 mm (0,5 po) et étaient non-débouchants.

Les essais de tournage ont été réalisés sur un tour Mazak Nexus 100 situé dans les laboratoires du Laboratoire de métallurgie des poudres de l'université Laval (LAMPOUL). La vitesse d'avance a été fixée à 0,15 mm/rév, la vitesse de rotation à 121 m/min (400 pi/min) et la profondeur de coupe à 0,25 mm (0,01 po). En théorie, les essais de tournage sont poursuivis jusqu'à ce que l'usure mesurée sur les outils de coupe atteigne une valeur de 0,37 mm (0,015 po). Toutefois, comme les mélanges étudiés ici possèdent un très bon comportement en usinage, il a été décidé d'interrompre les travaux après avoir usiné un volume de matière avoisinant les 1100 cm^3. La progression de l'usure était mesurée au stéréoscope de façon successive

après l'usinage de séries de cinq pièces. Les résultats obtenus après les essais de perçage sont montrés aux figures 7.17 et 7.18 et au tableau 7.14.

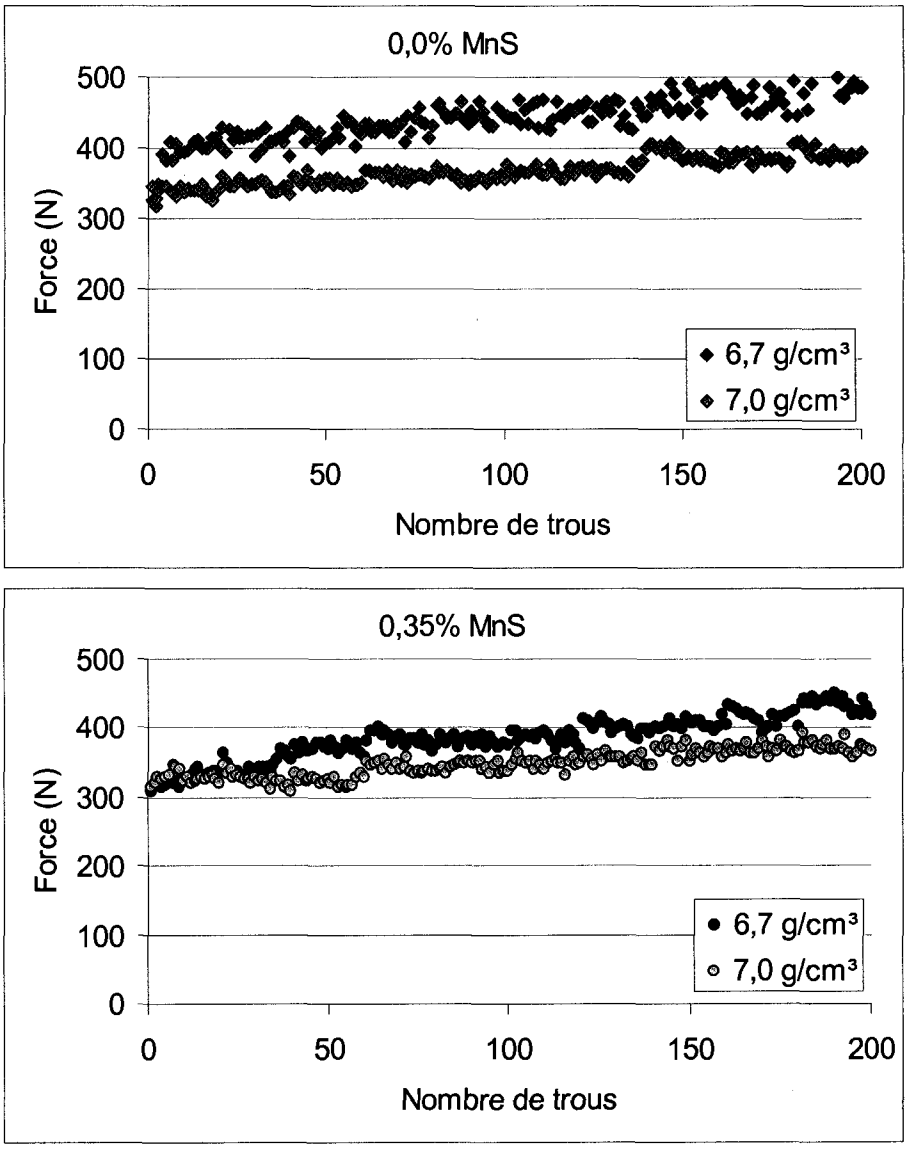


Figure 7.17 : Résultats d'usinabilité – MP35 et XP37HD

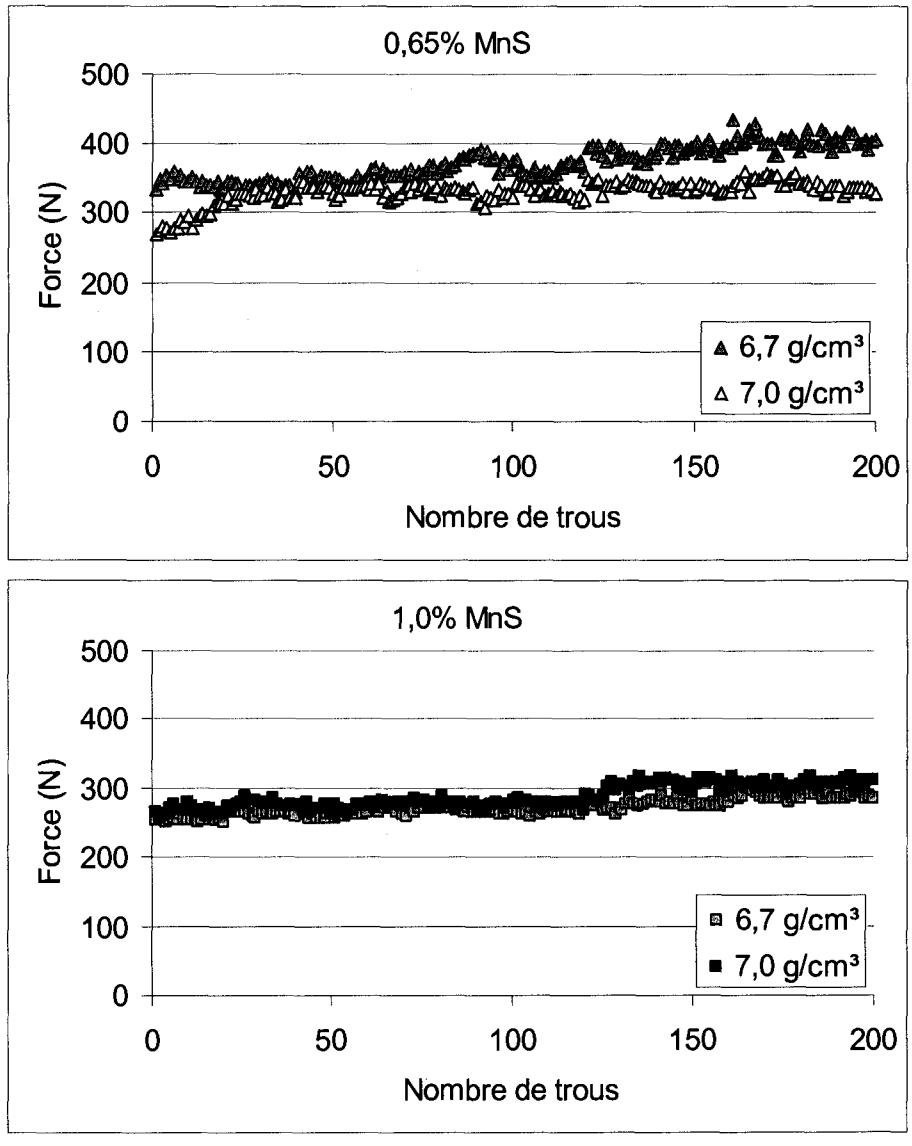


Figure 7.18 : Résultats d'usinabilité – MP37R et MP37RS

Tableau 7.14 : Résultats d'usinabilité en perçage

Poudre de base	Densité (g/cm^3)	Force moyenne (N)	Pente de la région linéaire ($\Delta F/\Delta N$)	Usure (%)
MP35	6,7	443,4	0,49	14,7 ± 0,6
XP37HD		385,0	0,50	7,0 ± 0,5
MP37R		370,7	0,38	7,8 ± 0,3
MP37RS		271,4	0,09	6,4 ± 0,1
MP35	7,0	366,9	0,29	10,7 ± 1,0
XP37HD		347,7	0,29	7,3 ± 0,4
MP37R		328,7	0,11	7,2 ± 0,7
MP37RS		286,3	0,24	5,8 ± 0,2

Pour tous les mélanges étudiés, on observe une diminution des forces moyennes avec une augmentation de la quantité de MnS préalliés. Tel qu'il est montré à la figure 7.19, cette diminution est observée pour les deux densités étudiées. L'effet favorable de la présence de particules de MnS préalliées est notamment visible lorsque l'on compare les forces moyennes obtenues pour les échantillons contenant 1,0 % MnS (MP37RS) par rapport aux échantillons n'en contenant pas (MP35). On observe des réductions de l'ordre de 20 et de 40 % pour des densités de 7,0 et 6,7 g/cm^3.

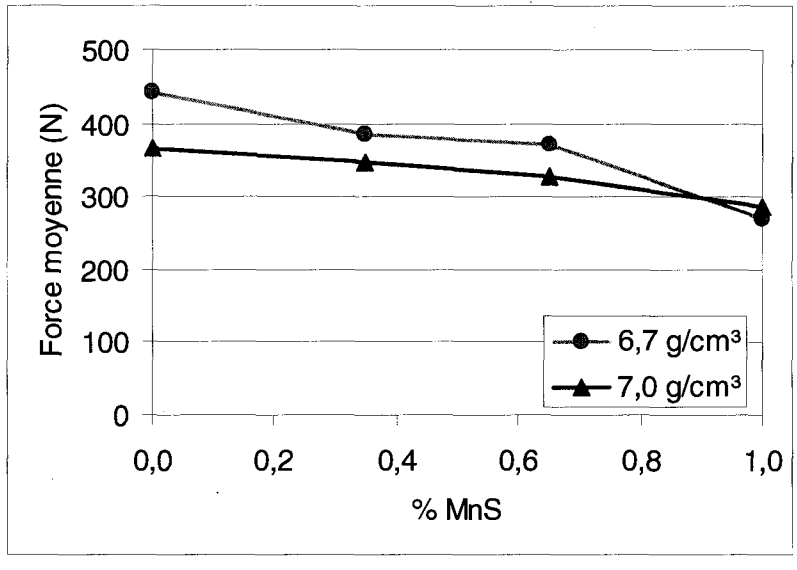


Figure 7.19 : Variation de la force moyenne en fonction de la teneur en MnS préalliés

Il est également possible d'observer l'effet de la densité sur ces résultats. En effet, on observe qu'une augmentation de la densité mène à une réduction des forces de coupe

pour des mélanges contenant entre 0,0 et 0,65 % MnS préalliés. Cette diminution des forces de coupe survient même si les valeurs de dureté apparente sont plus élevées pour les échantillons pressés à plus haute densité, ce qui est intéressant. Il appert ainsi que la quantité de porosité a un effet dominant par rapport à la dureté apparente pour des teneurs en MnS préalliés entre 0,0 et 0,65 %. Une explication à ceci est avancée par Agapiou (1988) qui indique qu'une plus grande quantité de déformation est associée aux échantillons de plus faible densité, menant à une augmentation des forces de coupe et de l'usure.

Pour les échantillons contenant 1,0 % MnS préalliés, les forces de coupe sont significativement plus basses que celles obtenues pour les autres échantillons, mais la densité a peu d'effet sur le comportement en perçage. Ceci indique que la présence de cette teneur en MnS préalliés (1,0 %) est un facteur dominant par rapport à la densité dans l'amélioration de l'usinabilité.

Pour ce qui est de l'usure des outils, la figure 7.20 montre une diminution de celle-ci avec une augmentation de la teneur en MnS préalliés. Bien que la tendance ne soit pas aussi nette que pour les forces moyennes, il faut mentionner que la mesure de l'usure n'est pas aussi facile que la mesure des forces de coupe.

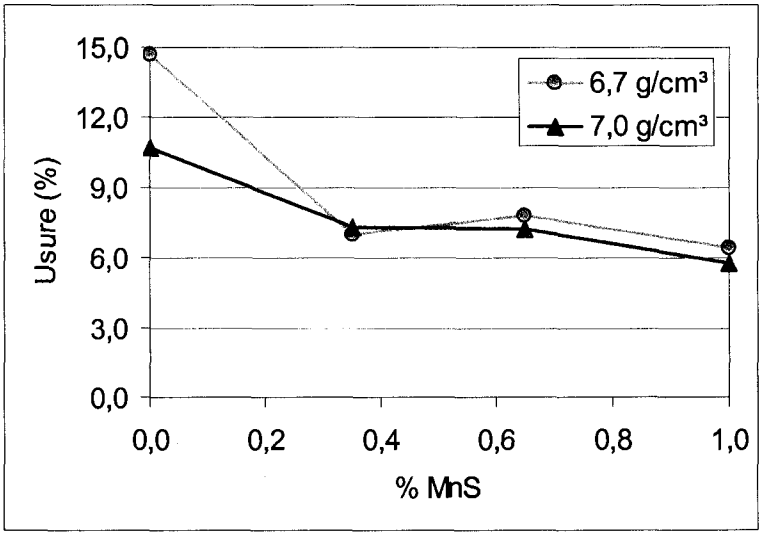


Figure 7.20 : Usure de l'outil en fonction de la teneur en MnS préalliés

La diminution la plus importante d'usure de l'outil est observée lorsque la teneur en MnS passe de 0,0 à 0,35 %. Ceci illustre clairement l'effet favorable d'une faible quantité de MnS sur l'usinabilité en perçage. De plus, les plus faibles valeurs d'usure sont obtenues pour les mélanges contenant 1,0 % MnS, ce qui confirme les résultats obtenus pour les forces moyennes indiquant que cette teneur en particules de MnS mène à une usinabilité supérieure à celle des mélanges contenant une teneur inférieure en MnS. L'effet de la densité sur l'usure est peu important pour les mélanges contenant de 0,35 à 1,0 % MnS. Toutefois, on observe une importante réduction de l'usure de l'outil avec une augmentation de la densité pour les mélanges contenant 0,0 % MnS.

Les valeurs de pente de la région linéaire sont généralement plus basses avec une augmentation de la quantité de MnS préalliés, bien que la relation ne soit pas aussi linéaire que celle trouvée avec les valeurs de force moyenne. On trouve également que les valeurs de pente sont généralement plus élevées pour les échantillons pressés à une densité de 6,7 g/cm³. Cette observation correspond bien avec une quantité plus importante de porosité obtenue à plus faible densité. En effet, une plus grande quantité de porosité est associée à un taux plus élevé d'usure, menant ainsi à une plus de la région linéaire plus élevée. Une exception est toutefois observée pour les échantillons contenant 1,0% MnS pour lesquels les courbes sont très similaires. Comme c'était le cas pour les forces moyennes, on trouve ici que la présence de particules de MnS préalliées (pour cette teneur élevée) est un facteur dominant dans la détermination de l'usinabilité par rapport à la densité.

En somme, ces résultats indiquent que la présence de particules de MnS préalliées améliore de façon significative l'usinabilité, même en faible quantité (0,35 %). De plus, l'usinabilité en perçage de pièces contenant 1,0 % MnS préalliés est de loin supérieure à celle d'autres mélanges contenant de plus faible quantité de MnS préalliés, pour un mélange de type FC-0208. En effet, pour ces mélanges contenant 1,0 % MnS préalliés, tous les critères d'usinabilité étudiés (force moyenne, usure et pente de la région linéaire) sont plus faibles que pour les autres mélanges.

Par ailleurs, une augmentation de la densité mène généralement à une amélioration de l'usinabilité. Par rapport aux différents critères d'usinabilité, on trouve que c'est avec les forces moyennes que ceci est le plus évident. Il appert donc que ce critère est le plus sensible à la caractérisation de l'usinabilité, possiblement parce que l'usure et la pente de la région linéaire sont plus difficiles à évaluer et à mesurer (voir section 6.4).

Les résultats d'usinabilité en tournage sont montrés aux figures 7.21 et 7.22 pour les quatre mélanges et les deux densités étudiées. Les valeurs d'usure à la fin des essais sont résumées au tableau 7.15.

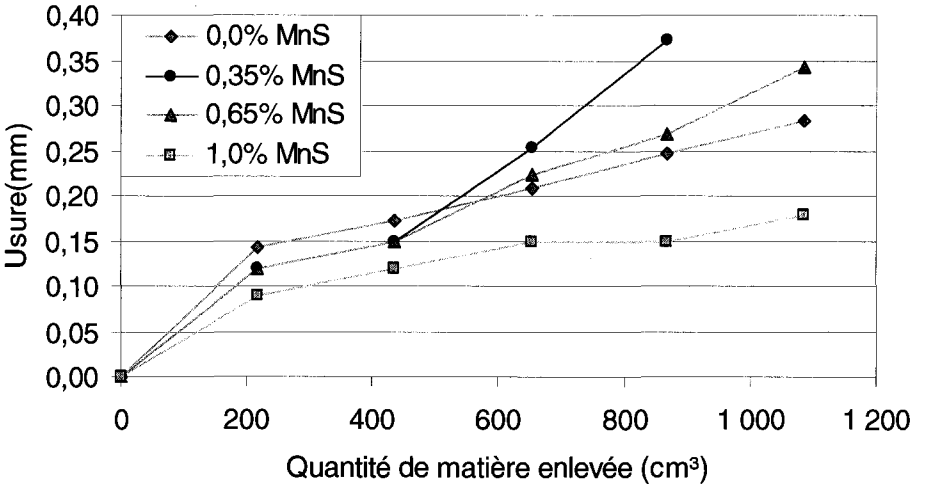


Figure 7.21 : Usure en fonction de la quantité de matière enlevée – 6,7 g/cm³

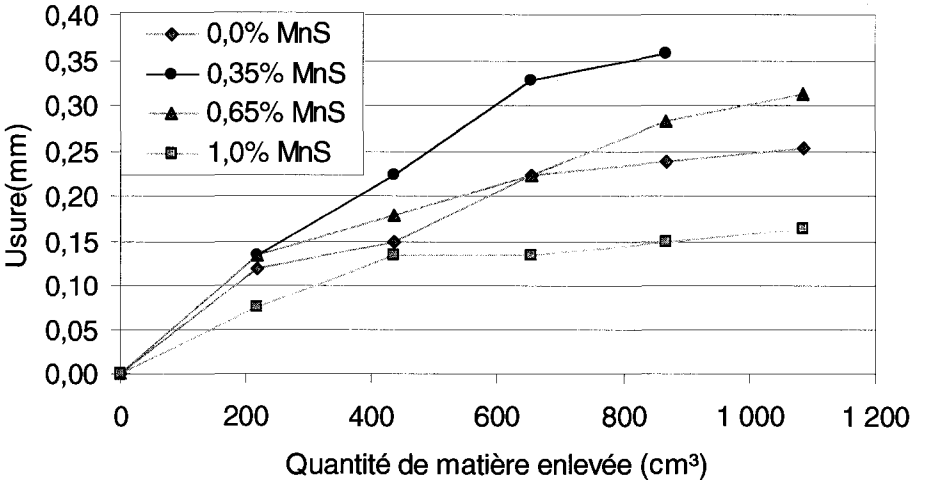


Figure 7.22 : Usure en fonction de la quantité de matière enlevée – 7,0 g/cm³

Tableau 7.15 : Usure à la fin des essais de tournage

MnS préalliés (%)	Densité	Usure - V_{Bmax} (mm)
0,0	6,7 g/cm³	0,28
0,35		0,37
0,65		0,34
1,0		0,18
0,0	7,0 g/cm³	0,25
0,35		0,36
0,65		0,31
1,0		0,16

Pour les deux densités étudiées, l'usinabilité augmente graduellement pour des teneurs en MnS préalliés entre 0,35 et 1,0 %. De plus, les résultats montrent que l'usinabilité en tournage des mélanges contenant 1,0 % MnS préalliés est de loin supérieure à celle des autres mélanges, comme c'était le cas en perçage. En effet, pour des quantités de matière enlevée semblables, les valeurs d'usure sont 37 et 35 % plus basses par rapport aux mélanges possédant la deuxième meilleure usinabilité, pour des densités de 6,7 et 7,0 g/cm³ respectivement.

Pour tous les mélanges, l'usure des outils est légèrement inférieure à la fin des essais pour les échantillons pressés à 7,0 g/cm³. Bien que les différences soient faibles, ceci indique néanmoins une amélioration de l'usinabilité avec une augmentation de la densité, ce qui est en accord avec les résultats obtenus en perçage.

Un résultat surprenant est trouvé pour les échantillons contenant 0,0 % MnS qui montrent des valeurs d'usure inférieures à celles trouvées pour les échantillons contenant 0,35 et 0,65 % MnS préalliés. Une explication possible peut être trouvée dans les valeurs de résistance à la traction. Comme les matériaux élaborés par M/P de type FC-0208 possèdent de très faibles valeurs d'allongement à la rupture (< 1,0 % selon la norme MPIF 35 (Metal Powder Industries Federation, 2003)), les valeurs de résistance à la traction sont sensiblement les mêmes que les valeurs de limite d'élasticité qui représentent la contrainte à laquelle une première déformation plastique survient.

En comparant les valeurs de résistance à la traction obtenues avec les valeurs d'usure, on obtient de très bonnes corrélations, tel qu'il est montré à la figure 7.23.

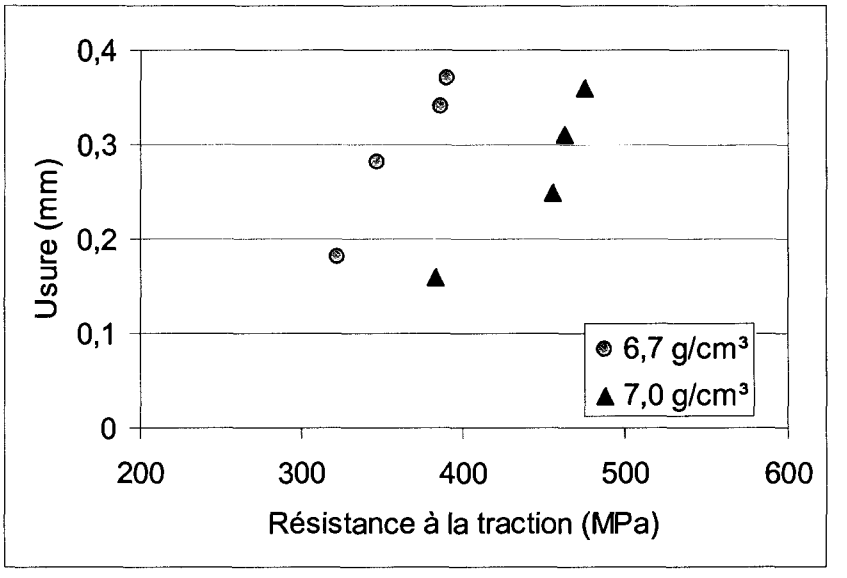


Figure 7.23 : Corrélation entre l'usure en tournage et la résistance à la traction

Les valeurs d'usure sont plus faibles pour les matériaux possédant de plus faibles valeurs de résistance à la traction, notamment pour les mélanges contenant 0,0 % MnS par rapport aux mélanges contenant 0,35 et 0,65 % MnS préalliés.

Il semble donc qu'en tournage, l'usinabilité est influencée par les propriétés mécaniques des matériaux. Les différences entre les valeurs de résistance à la traction obtenues pour les échantillons contenant des particules de MnS préalliées (de 0,35 à 1,0 %) et les échantillons ne contenant pas de particules de MnS préalliées peuvent être expliquées par les différences existantes dans l'élaboration de ces poudres de base. En effet, tel qu'il a été décrit dans la section 2.1.1, les poudres produites par le procédé Domfer proviennent d'un mélange entre de la poudre de fonte et une poudre d'oxydes de fer. Les caractéristiques de poudres de fonte atomisées varient en fonction des caractéristiques finales désirées pour l'une ou l'autre des poudres de fer produites. Ainsi, les poudres de fer préalliées aux MnS (de type MP37 par exemple) contiennent des teneurs en manganèse plus élevées que les poudres qui n'en contiennent pas (de

type MP35). Le manganèse présent dans les poudres de type MP37 est toutefois majoritairement lié sous forme de MnS, ce qui fait que la quantité de Mn en solution solide est généralement plus grande pour les poudres de type MP35 (Plamondon, 2001).

Par ailleurs, des mesures de microdureté de la perlite trouvée dans les échantillons ont été effectuées. Les résultats sont montrés au tableau 7.16.

Tableau 7.16 : Résultats de microdureté – Mélanges MnS

MnS préalliés (%)	Microdureté (HV)
0,0	246,1 ± 33,0
0,35	272,0 ± 31,0
0,65	269,2 ± 22,9
1,0	264,0 ± 40,9

Tel qu'il est montré au tableau 7.16, les valeurs de microdureté de la perlite du mélange contenant 0,0 % MnS préalliés sont plus faibles que celles des autres mélanges. Cette différence pourrait être due à la teneur en carbone totale qui est légèrement inférieure pour ce mélange.

À cause de ces différences (procédé d'élaboration et microdureté de la perlite), il devient impossible de comparer directement le comportement en tournage des échantillons avec et sans particules de MnS préalliées. Toutefois, il est possible d'affirmer qu'on observe bel et bien une amélioration de l'usinabilité avec une augmentation de la quantité de particules MnS préalliées pour des teneurs entre 0,35 et 1,0 %.

En conclusion, ces travaux ont permis de montrer l'effet favorable de la densité et des particules de MnS préalliées sur l'usinabilité en perçage et en tournage. On observe qu'une augmentation de la densité mène à une réduction des forces de coupe pour des mélanges contenant entre 0,0 et 0,65 % MnS préalliés. Pour les échantillons contenant 1,0 % MnS préalliés, la densité a peu d'effet sur le comportement en perçage. Ceci

indique que la présence de cette teneur en MnS préalliés (1,0 %) est un facteur dominant par rapport à la densité dans l'amélioration de l'usinabilité.

De plus, l'usinabilité en perçage de pièces contenant 1,0 % MnS préalliés est de loin supérieure à celle d'autres mélanges contenant de plus faible quantité de MnS préalliés, pour un mélange de type FC-0208. Pour ces mélanges contenant 1,0 % MnS préalliés, tous les critères d'usinabilité étudiés sont plus faibles que pour les autres mélanges, en perçage comme en tournage.

Il a également été observé que l'usinabilité pouvait être différente selon le procédé d'usinage, et que les résultats en tournage semblaient être plus sensibles aux propriétés mécaniques que les résultats en perçage.

7.4.2 Effet de la présence de particules de MnS préalliées sur l'usinabilité de mélanges faits à partir de poudres autotrempantes

Dans le cadre d'une étude de plus grande envergure étudiant entre autres l'effet de la composition chimique de la poudre de base et de la taille des particules de nickel ajoutées au mélange sur la fatigue et l'usinabilité, des mélanges de poudres faits à base de MP52 et MP52FM (contenant 0,65 % MnS préalliés) ont été étudiés.

La composition chimique des différents mélanges est donnée dans le tableau 7.17. Des mélanges de type FLC-4205 ont été réalisés ; la teneur en cuivre était de 1,5 % pour les deux mélanges et les teneurs en graphite ont été ajustées en tenant compte des pourcentages d'oxygène différents des deux poudres de base. Dans les deux cas, le carbone après frittage était de 0,65 %.

Tableau 7.17 : Composition des mélanges MTL1 et 3

Mélange	Poudre de base	Préallié (%)			Ajouté (%)	
		Mo	Ni	MnS	Cu	Graphite
MTL1	MP52	0,7	0,45	-	1,5	0,8
MTL3	MP52FM	0,7	0,45	0,65	1,5	0,82

L'ajout d'additifs améliorant l'usinabilité est souhaitable lors de l'usinage de pièces faites à partir de poudres de base autotrempantes. En effet, lorsque des opérations d'usinage doivent être effectuées sur ces pièces, la présence de constituants durs telle la martensite rend les opérations d'usinage beaucoup plus difficiles que sur des pièces faites à partir de poudres de base peu ou pas alliées. La présence de particules de MnS est donc favorable à l'usinage.

Un four équipé d'un système de refroidissement de type Varicool a été utilisé pour fritter les échantillons à 1135°C dans une atmosphère contenant 90 % d'azote et 10 % d'hydrogène. Le taux de refroidissement est estimé entre 75°C/min et 140°C/min dans

la gamme de températures de 550 à 350 °C. Tous les échantillons ont par la suite subi un revenu à 250 °C pendant une heure dans une atmosphère d'azote.

Des outils en carbure avec un revêtement de TiAlN ayant un diamètre de 3,18 mm (1,8 po) et une pointe à angle de 130° ont été utilisés pour les essais. Les essais ont été effectués à une vitesse de rotation de 2000 rév/min et avec une vitesse d'avance de 0,10 mm/rév. Les trous étaient débouchants.

Les résultats d'usinabilité obtenus sont montrés à la figure 7.24 et les critères d'usinabilité utilisés sont présentés au tableau 7.18, de même que les valeurs de dureté apparente.

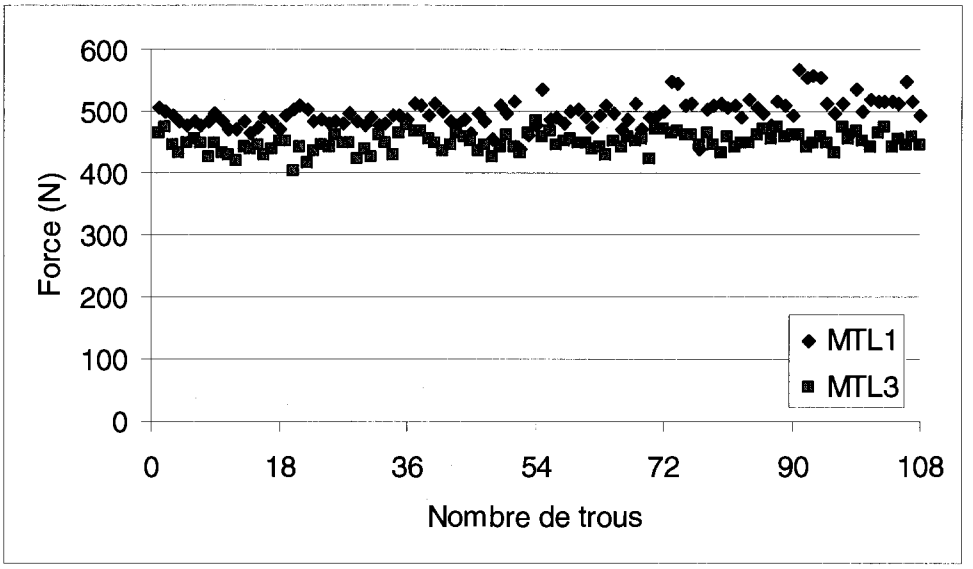


Figure 7.24 : Courbes d'usinabilité – Mélanges MTL

Tableau 7.18 : Résultats d'usinabilité – Mélanges MTL

Mélange	Dureté (HRC)	Force moyenne (N)	Pente de la région linéaire ($\Delta F/\Delta N$)	Usure (%)
MTL1	28,8 ± 1,5	497	0,34	3,6 ± 1,3
MTL3	29,3 ± 1,2	449	0,15	2,1 ± 0,7

Ces résultats montrent que, pour des valeurs de dureté apparente semblables (29 HRC), la présence de particules de MnS préalliées est favorable pour l'usinabilité de pièces faites à partir de poudres autotrempantes. En effet, les critères d'usinabilité étudiés, soit la force moyenne, la pente de la région linéaire de la courbe et l'usure de l'outil, sont significativement plus faibles pour le mélange MTL3 par rapport au mélange MTL1. On observe ainsi une réduction des forces de coupe moyennes de l'ordre de 10 % et une diminution de près du tiers de l'usure de l'outil grâce à la présence de 0,65 % MnS préalliés.

7.5 Graphite ajouté

L'effet du carbone après frittage sur la dureté et sur l'usinabilité a également été étudié en élaborant des mélanges contenant diverses teneurs en graphite ajouté. De plus, certains des mélanges élaborés contenaient une certaine proportion de graphite de granulométrie plus grossière (qui reste dans les pores et est donc considéré comme étant favorable pour l'usinabilité). Les mélanges ont été nommés GR et sont décrits au tableau 7.19.

Tableau 7.19 : Description des mélanges GR

Mélange	Poudre de base	Graphite (%)	Cuivre (%)	Lubrifiant (%)
GR1	MP37HD	0,65	2,0	0,75
GR2		0,75		
GR3		0,85		
GR4		0,95		
GR5		1,05		
GR6		0,55 rég. + 0,1 gros.		
GR7		0,65 rég. + 0,1 gros.		
GR8		0,75 rég. + 0,1 gros.		
GR9		0,85 rég. + 0,1 gros.		
GR10		0,95 rég. + 0,1 gros.		

Les duretés, teneurs en carbone après frittage et le sommaire des résultats d'usinabilité sont donnés au tableau 7.20 et à la figure 7.25.

Tableau 7.20 : Propriétés des mélanges GR

Mélange	Graphite (%)	Dureté (HRB)	%C après frittage	Force moyenne (N)	Pente de la région linéaire ($\Delta F/\Delta N$)
GR1	0,65	61,4 ± 2,4	0,50	194,9	0,15
GR2	0,75	68,6 ± 2,5	0,60	240,9	0,09
GR3	0,85	72,0 ± 2,8	0,67	290,1	0,16
GR4	0,95	76,2 ± 1,8	0,77	295,1	0,41
GR5	1,05	77,0 ± 2,0	0,84	N/D	N/D
GR6	0,55 rég. 0,1 gros.	67,5 ± 3,0	0,51	176,1	0,04
GR7	0,65 rég. 0,1 gros.	69,3 ± 1,6	0,57	222,6	0,15
GR8	0,75 rég. 0,1 gros.	71,9 ± 1,3	0,68	234,8	0,19
GR9	0,85 rég. 0,1 gros.	73,6 ± 2,4	0,77	258,9	0,25
GR10	0,95 rég. 0,1 gros.	76,8 ± 2,2	0,85	312,4	0,96

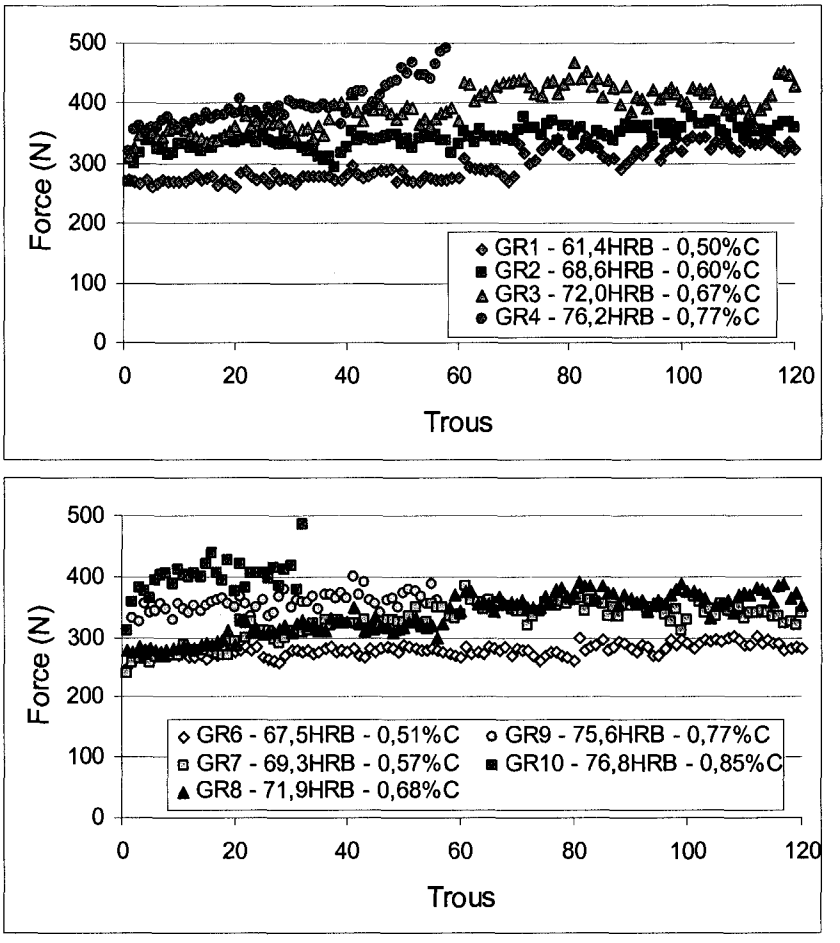


Figure 7.25 : Résultats d'usinabilité – Mélanges GR

Les mélanges contenant les plus grandes teneurs en carbone après frittage (et donc les plus hautes valeurs de dureté) montrent les forces de coupe les plus élevées, et même la rupture des outils de coupe pour les mélanges contenant 0,77 %C après frittage et plus. Les mélanges contenant entre 0,6 et 0,7 %C après frittage montrent un comportement en usinage semblables, alors que les mélanges contenant 0,5 %C après frittage montrent une usinabilité significativement supérieure.

Ainsi, on constate qu'en général, l'usinabilité (notamment en se basant sur les forces de coupe) diminue avec une augmentation du carbone après frittage, qui est directement relié à la dureté. Ceci est illustré à la figure 7.26 qui montre la relation

entre la force, la dureté et le carbone après frittage (pour un carbone après frittage entre 0,5 et 0,85 %C).

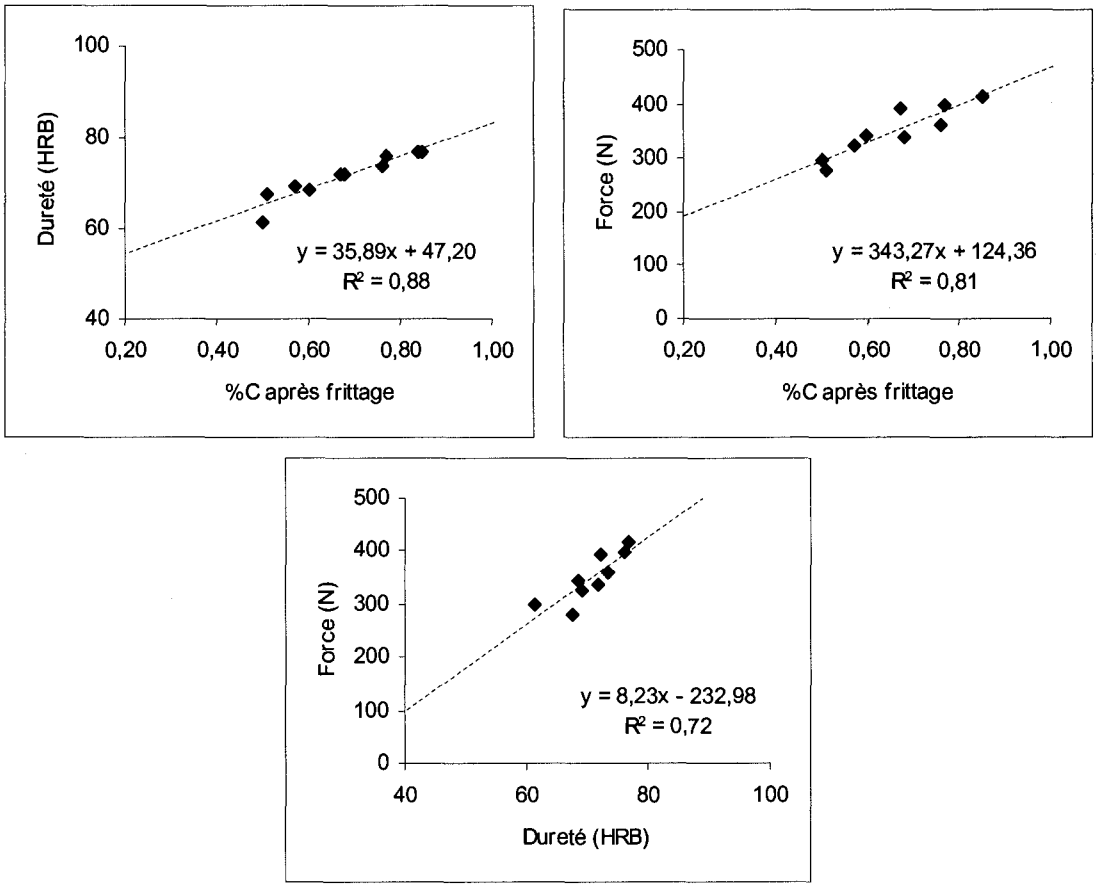


Figure 7.26 : Corrélations entre la dureté, le carbone après frittage et la force moyenne

Évidemment, la corrélation entre le carbone après frittage et la dureté est prévisible. Plus le carbone après frittage augmente, plus la microstructure contient de perlite et plus la dureté augmente. Il est également prévisible que les forces de coupe augmentent puisque la dureté augmente. Néanmoins, ces travaux ont été effectués afin d'illustrer l'importance de la maîtrise du carbone après frittage dans l'élaboration de mélanges de poudre à usinabilité améliorée. Tel qu'il est montré à la figure 7.26, l'usinabilité peut être significativement différente pour des différences de l'ordre de 0,2 %C (ou 8 – 10 HRB).

Par ailleurs, les mélanges contenant 0,1 % de graphite grossier montrent des valeurs de carbone après frittage et de dureté semblables aux mélanges ne contenant que du graphite régulier. Ceci semble indiquer que tout le graphite est présent sous forme combinée et il ne devrait pas y avoir de différence de comportement en usinage. L'analyse microstructurale confirme toutefois la présence de graphite libre dans les pores, soulignant la tendance du graphite grossier à rester dans les pores lors du frittage. La quantité de graphite libre est toutefois faible (< 0,5 % volumique) et donc difficile à caractériser de façon quantitative. Les résultats en usinage indiquent que l'ajout de 0,1 % de graphite grossier améliore légèrement l'usinabilité, notamment car les forces de coupe sont légèrement inférieures (de quelques N dans chaque cas ; GR6 vs GR1, GR7 vs GR2, etc.) pour des valeurs de dureté et de carbone après frittage semblables. Il semble donc que la présence de graphite libre (même en faibles quantités) est favorable pour l'amélioration de l'usinabilité, sans affecter de façon significative les valeurs de carbone après frittage et de dureté.

En conclusion, ces travaux mettent en évidence l'importance de la maîtrise du carbone après frittage et de son effet sur les valeurs de dureté et sur l'usinabilité. Ainsi, on trouve que l'usinabilité peut être significativement différente pour des différences de l'ordre de 0,2 %C (ou 8 – 10 HRB).

Par ailleurs, le graphite grossier se révèle un additif intéressant car il permet de générer une certaine quantité de graphite libre favorable pour l'usinabilité sans affecter d'autres caractéristiques essentielles telle la dureté des pièces. Finalement, ces travaux soulignent que, dans la mesure où l'on recherche souvent des pièces de dureté relativement élevée, il est impératif d'optimiser le pourcentage de carbone permettant l'obtention du meilleur compromis entre la dureté et l'usinabilité.

7.6 Graphite libre

Au cours de travaux portant sur l'effet de la présence de la poudre de fonte, il a été trouvé qu'une certaine quantité de graphite libre était présente dans la microstructure pour un frittage à une température inférieure à la température conventionnelle de 1120 °C. Des travaux ont donc été entrepris afin d'évaluer l'usinabilité de mélanges contenant diverses quantités de graphite libre, et de comparer l'usinabilité de tels mélanges à celle d'un mélange standard FC-0208 (à base de MP35). Les mélanges ont été nommés GRL et sont décrits au tableau 7.21.

Tableau 7.21 : Description des mélanges GRL

Mélange	Poudre de base	Poudre de fonte (4,4 %C)	Graphite (%)	Carbone total (%)	Phosphore (%)	Lubrifiant (%)
GRL1	MP39HC	10 %	0,7	1,6	0,2	0,9
GRL2			1,0	1,9		
GRL3			1,6	2,5		

La pertinence et la qualité des résultats est en grande partie tributaire de la caractérisation de la microstructure de ces échantillons. En effet, la détermination de l'effet du graphite libre sur l'usinabilité repose en partie sur la quantification de la teneur de graphite libre présente dans ces échantillons, ce qui n'est pas chose facile. Ainsi, l'observation de graphite libre n'est possible que si la préparation des échantillons est adéquate. Un temps de polissage trop court ne permet pas l'ouverture des pores où le graphite est logé, alors qu'un temps de polissage trop long mène à un arrachement du graphite présent dans ces mêmes pores.

Les teneurs en graphite libre ont donc été mesurées par analyse d'images pour ces mélanges GRL et les valeurs obtenues sont données au tableau 7.22.

Tableau 7.22 : Graphite libre des mélanges GRL

Mélange	Pourcentage volumique de graphite libre (%)	Quantité massique de graphite libre (%)
GRL1	1,6 ± 0,3	~ 0,5
GRL2	2,4 ± 0,4	~ 0,7
GRL3	3,9 ± 0,6	~ 1,1

L'usinabilité des mélanges GRL a par la suite été évaluée à l'aide de rondelles frittées dans un four industriel dans des conditions particulières (< 30 minutes à T < 1120 °C) alors que les échantillons de référence FC-0208 ont été frittés dans des conditions conventionnelles (30 minutes à 1120 °C). Les duretés, les teneurs en carbone après frittage, les changements dimensionnels et le sommaire des résultats obtenus lors des essais d'usinabilité sont résumés au tableau 7.23 et montrés à la figure 7.27 pour les mélanges GRL et la référence (FC-0208 à base de MP35).

Tableau 7.23 : Propriétés des mélanges GRL

Mélange	Dureté (HRB)	%C après frittage	Changement dimensionnel (%)	Force moyenne (N)	Pente de la région linéaire ($\Delta F/\Delta N$)	Usure (%)
GRL1	73,4 ± 1,7	1,30	-0,11	364,0	0,41	11,4 ± 0,9
GRL2	72,8 ± 2,1	1,60	-0,02	315,8	0,30	8,3 ± 0,3
GRL3	77,6 ± 1,4	2,32	0,16	268,3	0,26	11,7 ± 1,1
FC-0208	80,4 ± 1,6	0,70	0,56	443,4	0,49	14,7 ± 0,6

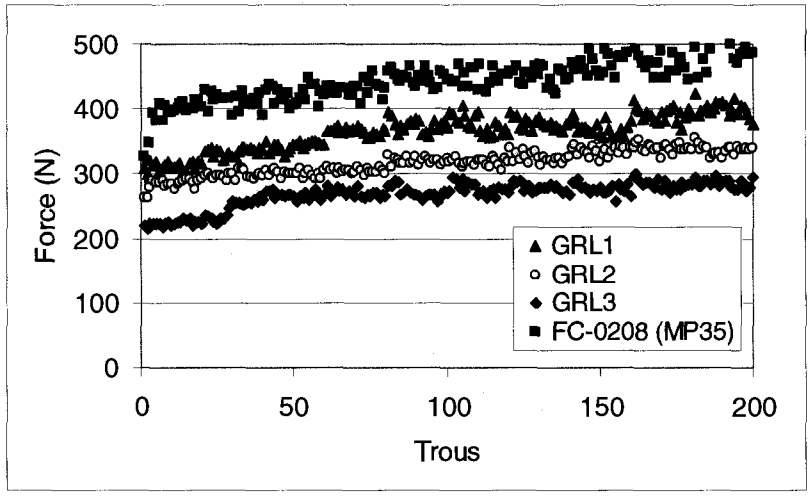


Figure 7.27 : Résultats d'usinabilité – Mélanges GRL

Ces résultats montrent que l'usinabilité de pièces possédant une grande quantité de graphite libre est significativement meilleure que celle du mélange de référence FC-0208, notamment en raison des forces de coupe et de la pente de la région linéaire significativement plus basses.

De plus, on trouve que plus la quantité de graphite libre est élevée, plus les forces de coupe sont basses pour des valeurs de dureté sensiblement équivalentes. En effet, le mélange GRL3 (78 HRB) montre une force moyenne de 268 N comparativement à 316 et 364 N pour les mélanges GRL2 et GRL1 respectivement (73 HRB). Ces observations confirment l'effet favorable du graphite libre à l'amélioration de l'usinabilité, par son faible coefficient de friction à l'état solide.

Ces résultats sont très intéressants car ils montrent que pour une bonne dureté (75 – 80 HRB), il est possible, en contrôlant le cycle thermique, de générer une quantité importante de graphite libre qui est très favorable pour l'amélioration de l'usinabilité.

L'usure des outils utilisés lors des essais pour les mélanges GRL est parfois élevée (> 10 %) bien que toujours inférieure à celle obtenue pour le mélange de référence. Une explication possible peut être avancée en regardant la microstructure d'un échantillon du mélange GRL3, tel qu'il est montré à la figure 7.28.

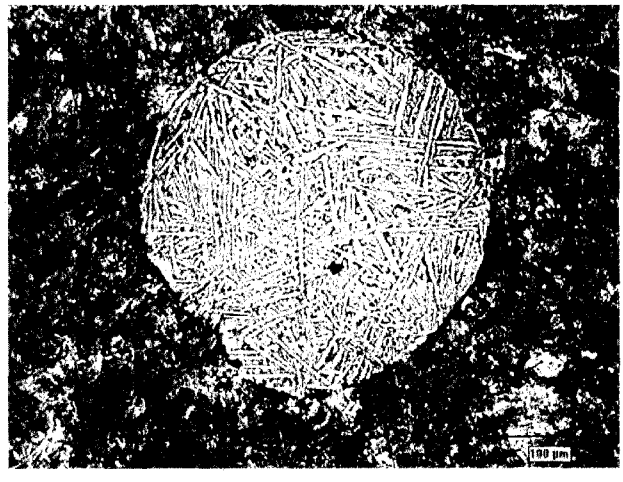


Figure 7.28 : Microstructure – Mélange GRL3

Alors que la microstructure de l'échantillon est principalement constituée de perlite, certaines particules de poudre de fonte sont encore présentes et elles sont principalement constituées de cémentite. Bien que relativement peu nombreuses, ces particules dures pourraient être responsables du niveau plus élevé d'usure malgré les forces de coupe plus basses.

Le seul inconvénient inhérent aux mélanges contenant une si grande quantité de graphite libre est la grande quantité de graphite qu'il faut ajouter lors de l'élaboration du mélange (1,6 %). Selon l'opinion d'industriels, une telle quantité de graphite est difficile à insérer en production, en raison notamment du poussiérage et de la ségrégation. De tels problèmes pourraient possiblement être résolus par une étape de liantage qui limiterait le poussiérage et diminuerait l'ampleur du phénomène de ségrégation.

Somme toute, ces travaux restent très prometteurs, en raison des excellents résultats d'usinabilité générés. En comparaison avec un mélange standard FC-0208 obtenu à l'aide d'une poudre de base standard (MP35), on trouve que les forces de coupe sont significativement plus basses (268 N pour le mélange GRL3 vs 443 N pour le mélange FC-0208). De plus, les faibles changements dimensionnels obtenus pour ces mélanges (< 0,2 %) seraient appréciés par les producteurs de pièces pour des raisons de respect des dimensions et des tolérances.

7.7 Comparaison de différents mélanges à usinabilité améliorée

Considérant la grande quantité de résultats obtenus suite à ces essais, il n'est pas facile d'affirmer hors de tout doute quel mélange possède la meilleure usinabilité parmi tous ceux étudiés. En raison des différences microstructurales et des cycles thermiques particuliers utilisés pour la production de ces échantillons, il est difficile de comparer directement les mélanges entre eux. De plus, certains mélanges ont été élaborés dans une optique industrielle, ce qui fait que bien que l'usinabilité était certes importante, d'autres caractéristiques (changement dimensionnel, propriétés mécaniques, etc.) sont possiblement plus importantes.

Ainsi, parmi tous les mélanges étudiés dans cette section, le tableau 7.24 fait la compilation des mélanges donnant les meilleurs résultats lors de l'élaboration de mélanges à usinabilité améliorée à l'aide de divers additifs. Les résultats obtenus pour ces mélanges sont montrés au tableau 7.25 et à la figure 7.29. Ainsi, en plus du mélange de référence FC-0208 à base de MP35, on trouve les résultats obtenus sur un mélange avec addition de MoS_2 (Mo8A), un mélange avec addition d'enstatite (FER1), un mélange contenant 1,0 % MnS préalliés (MP37RS) et un mélange contenant du graphite libre (GRL3).

Tableau 7.24 : Compilation des mélanges montrant les meilleurs résultats d'usinabilité

Mélange	Poudre de base	Graphite (%)	Cuivre (%)	Autres additifs	Lubrifiant (%)
FC-0208	MP35	1,0	2,0	---	0,75
FER1	MP37R	1,05	4,5	3,0 % Enstatite	0,6
Mo8A	MP37RS	1,0	2,0	0,5 % MoS_2 0,25 % $CaCO_3$ 0,1 % P	0,9
MP37RS	MP37RS	1,0	2,0	---	0,75
GRL3	MP39HC	1,6	---	10 % Poudre de fonte (4,4 %C) 0,2 % P	0,9

Tableau 7.25 : Résultats d'usinabilité des meilleurs mélanges élaborés

Mélange	Dureté (HRB)	%C après frittage	Changement dimensionnel (%)	Force moyenne (N)	Pente de la région linéaire ($\Delta F/\Delta N$)	Usure (%)
FC-0208	80,4 ± 1,6	0,70	0,56	423,0	0,49	14,7 ± 0,6
FER1	76,7 ± 1,1	0,78	1,00	309,6	0,06	8,7 ± 1,3
Mo8A	69,8 ± 1,4	0,87	0,42	270,7	0,21	7,8 ± 0,7
MP37RS	77,8 ± 2,4	0,70	0,66	271,4	0,09	6,4 ± 0,1
GRL3	77,6 ± 1,4	2,32	0,16	268,3	0,26	11,7 ± 1,1

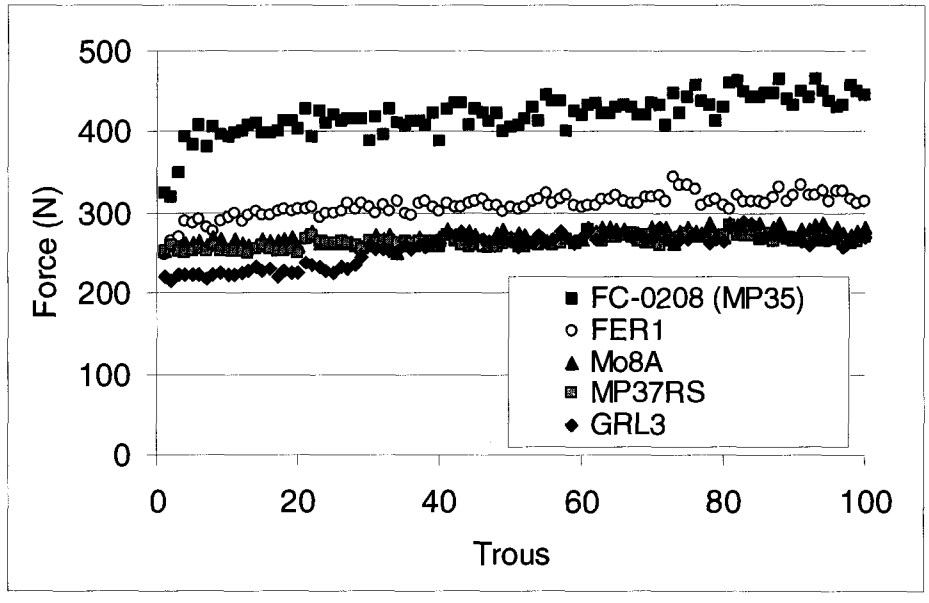


Figure 7.29 : Compilation des meilleurs résultats d'usinabilité

Clairement, tous ces mélanges possèdent une usinabilité supérieure à celle du mélange de référence FC-0208 à base de MP35. Dans la plupart des cas, les valeurs de dureté sont semblables à celle du mélange de référence (entre 77 et 80 HRB), à l'exception du mélange Mo8A qui possède une dureté inférieure (70 HRB). Rappelons toutefois que ce mélange a été élaboré pour remplacer un mélange existant (Mo1) qui possédait une dureté d'environ 72 HRB.

Parmi les mélanges à usinabilité améliorée élaborés pour des valeurs de dureté d'environ 80 HRB, le mélange FER1 (contenant 3 % enstatite et 4,5 %Cu) montre les forces de coupe les plus élevées. D'un point de vue strictement usinabilité, il semble

donc être le moins bon des mélanges élaborés. Les deux mélanges élaborés montrant les plus basses forces de coupe sont le mélange GRL3 (possédant ~ 1,1 % graphite libre) et le mélange à base de MP37RS (possédant 1,0 % MnS préalliés). En raison de l'usure plus grande du mélange GRL3 (possiblement attribuable à la présence de particules de poudre de fonte dures), on doit considérer que le mélange à base de MP37RS est celui qui possède la meilleure usinabilité de tous les mélanges élaborés. La présence d'une grande quantité (1,0 %) de particules de MnS préalliées est donc très favorable à l'usinabilité de pièces élaborées par M/P.

7.8 Conclusions

L'ajout d'additifs afin d'améliorer l'usinabilité est très répandu dans le domaine de la M/P, il s'agit en fait de la méthode d'amélioration de l'usinabilité la plus commune. Les travaux rapportés dans ce chapitre ont abordé plusieurs aspects de l'utilisation de tels additifs, notamment les mécanismes impliqués, les interactions entre les constituants du mélange, etc.

Ainsi, on trouve que l'ajout de MoS_2 est favorable à l'amélioration de l'usinabilité, mais son utilisation adéquate est notamment régie par la composition du mélange et la maîtrise du procédé de frittage. Il a été possible au cours des travaux d'élaborer un mélange à usinabilité améliorée (Mo8A) ayant la composition suivante : MP37RS (1 % MnS préalliés) + 0,5 %MoS_2 + 0,25 %$CaCO_3$ + 0,1 %P + 2,0 %Cu + 1,0 % graphite + 0,9 % lubrifiant.

Ce mélange a permis de rencontrer tous les objectifs fixés par rapport à un mélange de référence, notamment une réduction du changement dimensionnel (0,42 vs 0,92 %), une réduction de coûts liée à la teneur en MoS_2 (0,5 vs 3,0 %) et une usinabilité supérieure (Force moyenne : 270,7 vs 327,8 N) par rapport à un mélange de référence (Mo1).

À propos des mécanismes impliqués lors de l'utilisation de MoS_2, il a été démontré que l'amélioration de l'usinabilité par l'ajout de MoS_2 est principalement liée à la création de divers sulfures métalliques, entre autres par l'interaction entre le MoS_2 et le cuivre lors du frittage. La présence de sulfures métalliques lors de l'usinage est favorable à la formation des copeaux, ce qui mène à une réduction des forces de coupe et de l'usure de l'outil.

Parallèlement à ces travaux, les travaux effectués sur l'enstatite ont permis d'en apprendre beaucoup sur cet additif utilisé de façon moins courante dans l'industrie de la M/P. Ainsi, les travaux ont montré que la grande stabilité de l'enstatite aux

températures conventionnelles de frittage limite la diffusion du graphite, dont une certaine proportion reste ainsi libre dans les pores des échantillons. La présence de cuivre lors du frittage se montre particulièrement utile afin d'aider à la diffusion du graphite, ayant toutefois d'importants effets sur les autres propriétés des comprimés, notamment sur la dureté et sur le changement dimensionnel. En termes d'usinabilité, on trouve qu'un mélange contenant à la fois du cuivre et de l'enstatite (FER1 – MP37R + 3 % enstatite + 4,5 %Cu), possède une meilleure usinabilité et une dureté plus élevée qu'un mélange ne contenant ni cuivre, ni enstatite (FER4 – MP37R + 0 % enstatite + 0 %Cu).

L'effet des particules de sulfures de manganèse sur l'amélioration de l'usinabilité a été étudié dans le cadre de ce doctorat et les travaux ont permis de montrer l'effet favorable de la densité et de la haute teneur en MnS préalliés sur l'usinabilité en perçage et en tournage. Une augmentation de la densité mène à une réduction des forces de coupe pour des mélanges contenant entre 0,0 et 0,65 % MnS préalliés, alors que pour les échantillons contenant 1,0 % MnS préalliés, la densité a peu d'effet sur le comportement en perçage. Ceci indique que la présence de cette teneur en MnS préalliés (1,0 %) est un facteur dominant par rapport à la densité dans l'amélioration de l'usinabilité.

De plus, l'usinabilité de pièces contenant 1,0 % MnS préalliés est de loin supérieure à celle d'autres mélanges contenant de plus faible quantité de MnS préalliés, pour un mélange de type FC-0208. Pour ces mélanges contenant 1,0 % MnS préalliés, tous les critères d'usinabilité étudiés sont plus faibles que pour les autres mélanges, en perçage comme en tournage. L'effet favorable de la présence de particules de MnS préalliées est notamment visible en perçage lorsque l'on compare les forces moyennes obtenues pour les échantillons contenant 1,0 % MnS (MP37RS) par rapport aux échantillons n'en contenant pas (MP35). On observe des réductions de l'ordre de 20 et de 40 % pour des densités de 7,0 et 6,7 g/cm^3.

Nous avons ainsi observé que l'usinabilité pouvait être différente selon le procédé d'usinage, et que les résultats en tournage semblaient être plus sensibles aux propriétés mécaniques que les résultats en perçage.

L'étude portant sur l'effet du graphite ajouté tentait surtout de mettre en évidence la corrélation entre le carbone après frittage, la dureté et l'usinabilité (notamment les forces de coupe). Ces travaux ont permis d'illustrer l'importance de la maîtrise du carbone et de la dureté dans la caractérisation de l'usinabilité alors qu'il a été trouvé que l'usinabilité peut être significativement différente pour des différences de l'ordre de 0,2 %C (ou 8 – 10 HRB). Par ailleurs, l'effet favorable du graphite grossier sur l'usinabilité a été montré ici, alors que les forces de coupe sont légèrement inférieures (de quelques N dans chaque cas) pour un ajout de 0,1 % de graphite grossier. Le graphite grossier se révèle un additif intéressant car il permet de générer une certaine quantité de graphite libre favorable pour l'usinabilité sans affecter d'autres caractéristiques essentielles telle que la dureté des pièces.

Des travaux ont par la suite été entrepris sur la présence de graphite libre en raison des résultats favorables obtenus précédemment. En M/P, le principal problème lié à la présence de graphite libre repose sur la difficulté à en conserver une quantité importante lors du frittage. Grâce au mélange élaboré (GRL3 : MP39HC + 10 % poudre de fonte (4,4%C) + 1,6 % graphite + 0,2 %P + 0,9 % lubrifiant) et au cycle thermique utilisé, il a été possible de conserver une importante quantité de graphite libre dans la microstructure de pièces frittées (~ 1,1 % massique). La présence de graphite libre s'est ainsi avérée très favorable pour l'usinabilité, les forces de coupe étant graduellement plus basses avec une augmentation de la quantité de graphite libre.

Les mélanges élaborés ont par la suite été comparés entre eux et les résultats ont montré que les mélanges possédant la meilleure usinabilité contenaient soit des particules de MnS préalliées (1,0 % – MP37RS) ou soit du graphite libre (~ 1,1 % – GRL3). Ces mélanges possèdent une usinabilité de loin supérieure à celle du mélange de référence (FC-0208) pour des valeurs de dureté équivalentes (78 – 80 HRB).

CHAPITRE 8 : ÉLABORATION ET CARACTÉRISATION DE PIÈCES HAUTE DENSITÉ OBTENUES PAR FRITTAGE EN PHASE LIQUIDE

8.1 Introduction

Tel qu'il a été décrit dans la section 3.8.2, la présence de porosité intrinsèque au procédé de la M/P est souvent considéré comme étant partiellement responsable du comportement en usinage de pièces élaborées par M/P. On peut donc facilement convenir qu'une des méthodes d'amélioration de l'usinabilité repose sur le remplissage ou même l'élimination de cette porosité. Alors que certaines avenues relativement coûteuses (l'infiltration au cuivre, par exemple) sont disponibles à la réduction de cette porosité, le frittage en phase liquide peut être considéré comme un moyen économique d'augmenter la densité et de diminuer la porosité.

Tel qu'il a été mentionné dans la section 4.1, le frittage en phase liquide menant à d'importantes densifications ne s'applique pas à tous les systèmes. Le système Fe-C-P se prête bien au frittage en phase liquide, et divers essais ont été entrepris après avoir obtenu certains résultats initiaux intéressants à partir de ce système. Ainsi s'est amorcé un travail d'élaboration d'un procédé de densification basé sur le système Fe-C-P. Plusieurs travaux ont donc été entrepris afin d'optimiser ce système menant à l'obtention de pièces haute densité, notamment au niveau de la détermination des mécanismes responsables de la densification. Par la maîtrise du cycle thermique, plusieurs microstructures ont été générées et certaines propriétés mécaniques ont par la suite été étudiées. Les résultats d'essais d'usinabilité sont également présentés.

Parallèlement aux travaux sur le système Fe-C-P, l'élaboration d'un procédé de densification par frittage supersolidus pour le système Fe-C-Si a été réalisée. Ce

système permet l'obtention de diverses microstructures dont certaines ont été testées pour l'usinabilité et les propriétés mécaniques. Ces résultats sont présentés ici en fin de chapitre.

8.2 Système Fe-C-P

Au cours de la réalisation de travaux effectués sur un projet de recherche connexe, il a été trouvé qu'il était possible d'obtenir des densifications importantes lors du frittage conventionnel à 1120 °C pour des échantillons à base de MP39HC (dont la composition chimique typique est donnée au tableau 2.1). Ces échantillons à base de MP39HC contenaient également une certaine quantité de phosphore (ajouté sous forme de ferro-phosphore, Fe_3P), de poudre de fonte (%C $\approx$ 4,4 %) et de graphite. La teneur en carbone totale était d'environ 2,7 %.

Ainsi, pour certains échantillons contenant ces divers additifs, des densités finales de l'ordre d'environ 7,3 g/cm³ ont été obtenues alors que la densité initiale était de l'ordre de 6,6 g/cm³. Compte tenu de l'importance de la densité sur les propriétés mécaniques en métallurgie des poudres, il s'agit d'un résultat très intéressant. Quant à l'usinabilité, il semble évident que des densités supérieures à 7,3 g/cm³ devraient également être favorables. En effet, une plus haute densité mène à un pourcentage de porosité plus faible, ce qui diminue le nombre de micro-impacts tel qu'il est décrit dans la théorie de la coupe interrompue et augmente la conductibilité thermique, ce qui est favorable en usinage.

La microstructure obtenue initialement est montrée à la figure 8.1. Il s'agit d'une microstructure constituée d'îlots perlitiques entourée d'un réseau majoritairement constitué de Fe_3C avec la présence de Fe_3P. De la cémentite est également présente à l'intérieur des îlots perlitiques. De plus, il y a présence de très peu de graphite libre (pas montré sur la figure 8.1). Les pores sont très circulaires et peuvent exceptionnellement atteindre 200 µm tel qu'il est montré sur la figure 8.1.

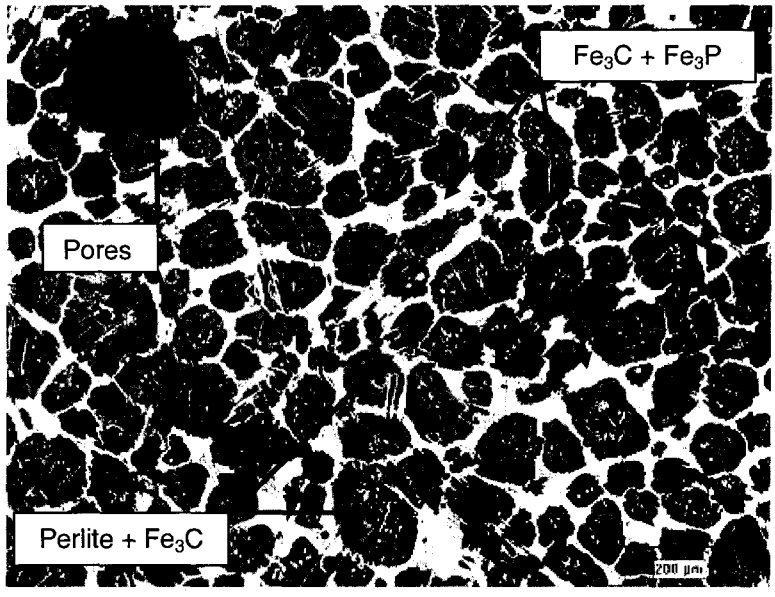


Figure 8.1 : Microstructure initiale des essais de densification, $\rho \approx 7{,}3$ g/cm³

La teneur en carbone totale élevée explique la grande proportion de cémentite présente dans la microstructure. Une telle teneur en carbone n'est évidemment pas typique de pièces élaborées par M/P. En fait, on trouve que de telles teneurs en carbone sont plus typiques de pièces de fonte, qui contiennent toutefois une certaine quantité de silicium, quantité qui varie selon le type de fonte élaboré. Toutefois, à l'inverse des pièces de fonte possédant généralement une excellente usinabilité grâce à la présence, entre autres, de graphite libre, les pièces élaborées ici contiennent une grande quantité de cémentite qui n'est évidemment pas optimale dans une optique d'élaboration de pièces à usinabilité améliorée.

Des travaux ont donc été entrepris avec comme objectifs la génération d'une quantité importante de graphite libre dans la microstructure (afin de maximiser l'usinabilité), tout en conservant l'importante densification observée.

Au départ, la génération de graphite libre à partir de cémentite n'est pas chose facile. Pour ce faire, le système requiert la présence d'éléments graphitisants, tel le silicium dans les fontes. À priori, les ingrédients du mélange élaboré ici ne contiennent pas de silicium. Toutefois, on découvre que d'un point de vue strictement thermodynamique, le

phosphore est considéré comme possédant un potentiel de graphitisation très positif, même supérieur à celui du silicium, tel qu'il est montré au tableau 8.1.

Tableau 8.1 : Potentiel de graphitisation (d'après Stefanescu, 1990)

Potentiel de graphitisation positif (ordre décroissant)
Étain
Phosphore
Silicium
Aluminium
Copper
Nickel
Potentiel de graphitisation neutre
Fer
Potentiel de graphitisation négatif (ordre croissant)
Manganèse
Chrome
Molybdène
Vanadium

La détermination du potentiel de graphitisation d'un point de vue thermodynamique est basée sur l'influence d'un élément X sur la solubilité du carbone d'un système Fe-C-X (Stefanescu, 1990).

Par ailleurs, il est également possible d'obtenir une indication de l'effet d'un élément X sur la graphitisation du système Fe-C-X en observant l'écart entre la température eutectique stable (T_{st}) et la température eutectique métastable (T_{met}). En général, on considère que les éléments qui augmentent l'écart T_{st} - T_{met} promeuvent la formation du graphite lors du refroidissement alors que les éléments qui diminuent l'écart T_{st} - T_{met} promeuvent la formation de carbures. L'effet de différents éléments sur l'écart T_{st} - T_{met} est illustré à la figure 8.2.

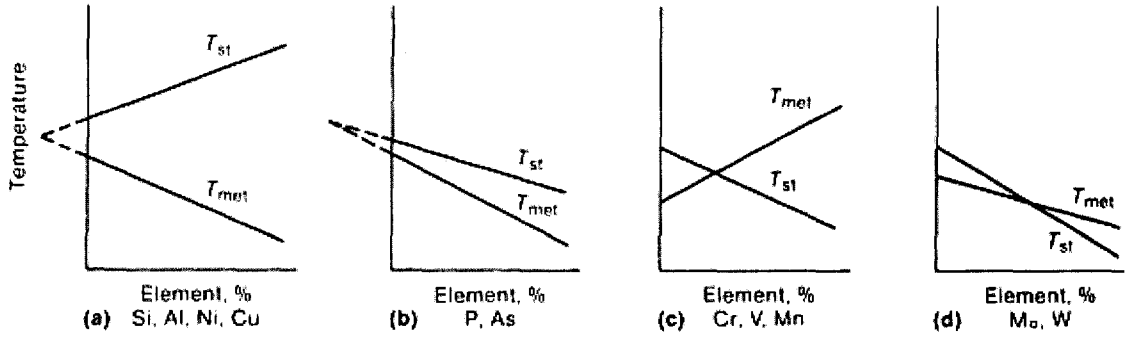


Figure 8.2 : Influence d'un élément X du système Fe-C-X sur le potentiel de graphitisation ou de formation de carbures (a) Fort potentiel de graphitisation, (b) Faible potentiel de graphitisation, (c) Fort potentiel de formation de carbures et (d) Faible potentiel de formation de carbures (Stefanescu, 1988)

Cette analyse nous indique que le potentiel de graphitisation du phosphore est ici inférieur à celui du silicium, contrairement au résultat prédit par la thermodynamique. Dès lors, on doit considérer que le phosphore possède un certain potentiel de graphitisation, bien que celui-ci soit moins prononcé que celui du silicium, pouvant éventuellement générer une certaine quantité de graphite libre par graphitisation de la cémentite.

Mis à part le potentiel de graphitisation du phosphore, plusieurs approches ont été considérées afin de rencontrer les deux objectifs mentionnés précédemment, soit 1) la génération d'une quantité importante de graphite libre et 2) atteinte et conservation de la haute densité générée lors du frittage.

Parmi les approches étudiées, mentionnons :

- Ajout d'enstatite afin de limiter la diffusion du graphite ;
- Ajout de BN afin de limiter la diffusion du graphite ;
- Ajout de graphite de granulométrie plus grossière ;
- Augmentation de la densité initiale ;
- Variation de la quantité totale de carbone.

Le tableau 8.2 résume quelques-uns des essais effectués.

Tableau 8.2 : Essais initiaux CIPU

Mélange	Poudre de fonte (4,3 %C)	Phosphore (%)	Graphite	Autre(s) additif(s)	Carbone total
CIPU26	15 %	0,2	1,6 % rég.	---	2,7 %
CIPU27	15 %		1,6 % rég.	2,0% Enstatite	2,7 %
CIPU28	15 %		1,0 % rég. 0,6 % gros.	2,0% Enstatite	2,7 %
CIPU29	15 %		1,2 % rég.	---	2,3 %
CIPU30	15 %		1,2 % rég.	2,0% Enstatite	2,3 %
CIPU31	15 %		0,6 % rég. 0,6 % gros.	2,0% Enstatite	2,3 %
CIPU33	15 %		1,6 % rég.	0,5% Enstatite	2,7 %
CIPU34	15 %		1,6 % rég.	1,0% Enstatite	2,7 %
CIPU35	15 %		1,6 % rég.	0,05% BN	2,7 %
CIPU36	15 %		1,6 % rég.	0,1% BN	2,7 %
CIPU37	15 %		1,6 % rég.	0,5% Enstatite 0,05% BN	2,7 %
CIPU40	15 %		1,4 % rég.	---	2,5 %
CIPU41	15 %		1,2 % rég.	---	2,3 %
CIPU42	10 %		1,6 % rég.	---	2,5 %
CIPU43	20 %		1,6 % rég.	---	2,9 %

Le tableau 8.3 donne les densités frittées obtenues pour ces essais.

Tableau 8.3 : Densités obtenues lors des essais initiaux CIPU

Mélange	Densité frittée (g/cm^3)
CIPU26	7,27
CIPU27	6,37
CIPU28	6,00
CIPU29	6,63
CIPU30	6,09
CIPU31	5,95
CIPU33	6,77
CIPU34	6,75
CIPU35	6,93
CIPU36	6,76
CIPU37	6,52
CIPU40	6,78
CIPU41	6,69
CIPU42	6,67
CIPU43	6,48

Tous ces essais initiaux ont montré que les échantillons montrant les plus importantes densifications ne possédaient pas de graphite libre dans la microstructure. À l'opposé, tous les mélanges qui montraient une importante quantité de graphite libre ne montraient pas de densification importante.

L'étude de ces mélanges a révélé qu'il ne semble pas être possible d'obtenir à la fois une densification importante des pièces lors du frittage et la présence d'une importante quantité de graphite libre dans les pièces après frittage.

Par ailleurs, il a été observé au cours des travaux que la densité finale des échantillons semblait dépendre du cycle thermique lors du frittage, soit de la température de frittage et des taux de chauffe et de refroidissement. D'importantes variations de densités finales étaient présentes, ce qui est évidemment indésirable dans l'élaboration d'un procédé densification robuste.

Dès lors, des travaux ont été entrepris afin de caractériser la robustesse du procédé de densification. Afin d'illustrer la variabilité mentionnée précédemment, six échantillons de composition et de densité initiale identiques (identifiés ρ5-1 à ρ5-6) ont été frittés en

même temps dans le four de laboratoire de Domfer. Les échantillons frittés et le schéma des densités frittées obtenues en fonction de leur position durant le frittage sont montrés à la figure 8.3.

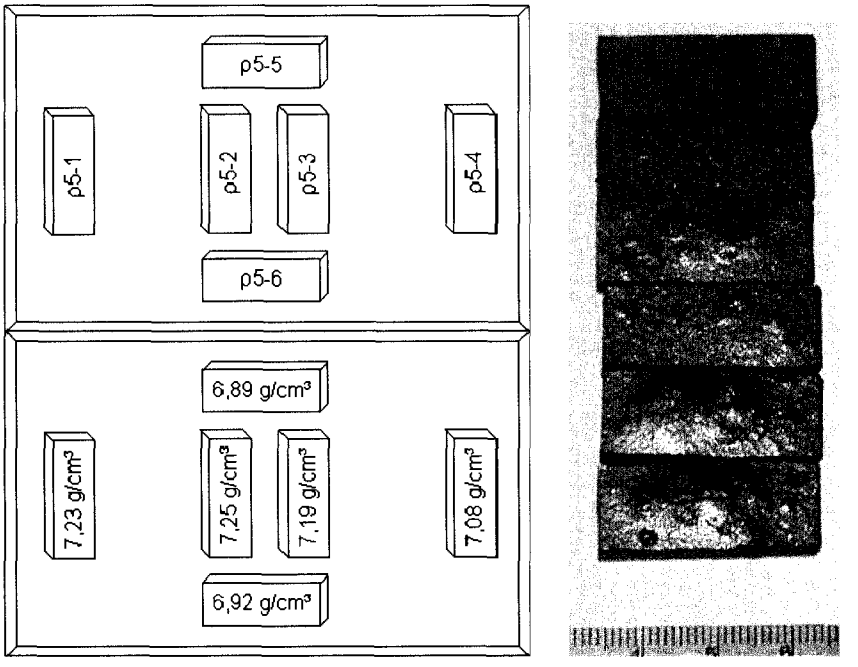


Figure 8.3 : Densités obtenues en fonction de la position pour échantillons identiques

Tel qu'il est montré à la figure 8.3, les densités frittées varient de 6,89 à 7,25 g/cm³, ce qui est considérable. Les échantillons possédant les plus faibles densités sont ceux qui présentaient les plus importantes boursouflures, rendant la mesure exacte de la densité frittée plus difficile. Les plus importantes boursouflures sont trouvées sur les échantillons situés en haut et en bas sur le schéma de la figure 8.3, donc vers les parois du four de laboratoire, alors que les échantillons au centre présentent de plus petites boursouflures, qui vont en augmentant en se déplaçant vers la droite sur le schéma. Ces boursouflures semblent indiquer la présence d'une trop grande quantité de phase liquide lors du frittage, ce qui est surprenant compte tenu du fait que les échantillons sont identiques et que la quantité de phase liquide devrait être la même pour tous les échantillons. Cet essai illustre donc que le cycle thermique du four de laboratoire de Domfer présentait une variabilité trop importante (possiblement liée à la

non-uniformité de la température dans la zone chaude et aux taux de chauffe et de refroidissement) pour l'élaboration d'un procédé de densification robuste.

Par ailleurs, en plus de l'importance de la constance du cycle thermique du four utilisé, ces travaux démontrent également une grande sensibilité du système Fe-C-P étudié. L'élaboration d'un procédé de densification robuste doit donc tenir compte de cette grande sensibilité au cycle thermique, ce qui a mené à des travaux plus poussés portant sur l'effet des différentes caractéristiques du procédé.

8.3 Effet de la température de frittage

Un des objectifs de ces travaux est d'élaborer un procédé de densification pour une température de frittage près des valeurs conventionnelles. Les travaux initiaux réalisés dans le four de laboratoire de Domfer ont montré que la constance du cycle thermique (écarts de température dans la zone chaude et taux de chauffe et de refroidissement possiblement différents en fonction de la position) de celui-ci n'était pas acceptable pour un procédé si sensible. Les travaux subséquents ont donc été faits de manière plus contrôlée dans des fours de laboratoire de l'École Polytechnique. Les travaux effectués dans ces fours tubulaires ont toujours été faits sous atmosphère d'azote à débit contrôlé.

Le premier paramètre étudié a été la température de frittage. Des essais ont été réalisés à 1110 et 1125 °C sur le mélange menant aux plus hautes densités à ce moment, soit le mélange CIPU ρ9 contenant 1,6 % graphite, 15 % poudre de fonte G52FM (contenant environ 4,4 %C, 0,8 %Mo et 0,5 %Ni) et 0,5 % phosphore (sous forme de Fe_3P) ajoutés à une poudre de base préalliée à 0,55 %C (MP39HC), pour une teneur en carbone totale d'environ 2,7 %C. Les profils thermiques utilisés pour étudier l'effet de la température de frittage sont montrés à la figure 8.4.

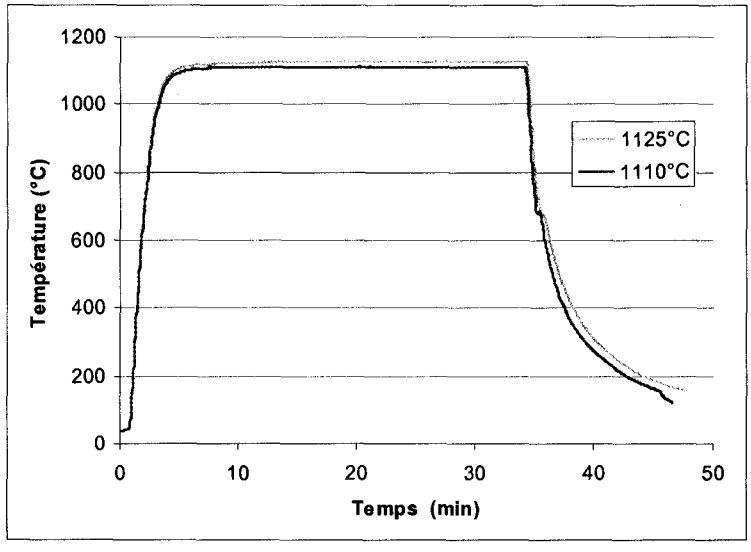


Figure 8.4 : Effet de la température de frittage – Cycles thermiques utilisés dans le four de laboratoire de Polytechnique

Tel qu'il est montré à la figure 8.4, les taux de chauffe et de refroidissement étaient élevés et très semblables. Le taux de refroidissement est évalué à plus de 100 °C/min entre la température de frittage (1125 ou 1110 °C) et 925 °C, température à laquelle la phase liquide n'est plus présente (voir section 4.6). Le temps passé à haute température était presque identique dans les deux cas, soit environ 30 minutes.

La densité initiale (pour une pression de 414 MPa) et les densités finales obtenues pour ces échantillons frittés à différentes températures sont montrées au tableau 8.4. Les microstructures obtenues sont montrées à la figure 8.5.

Tableau 8.4 : Densités obtenues pour des échantillons CIPU ρ9 frittés à différentes températures

Identification	Température de frittage	Densité initiale	Densité finale
CIPU ρ9-1110	1110 °C	5,9 g/cm^3	7,19 g/cm^3
CIPU ρ9-1125	1125 °C		7,37 g/cm^3

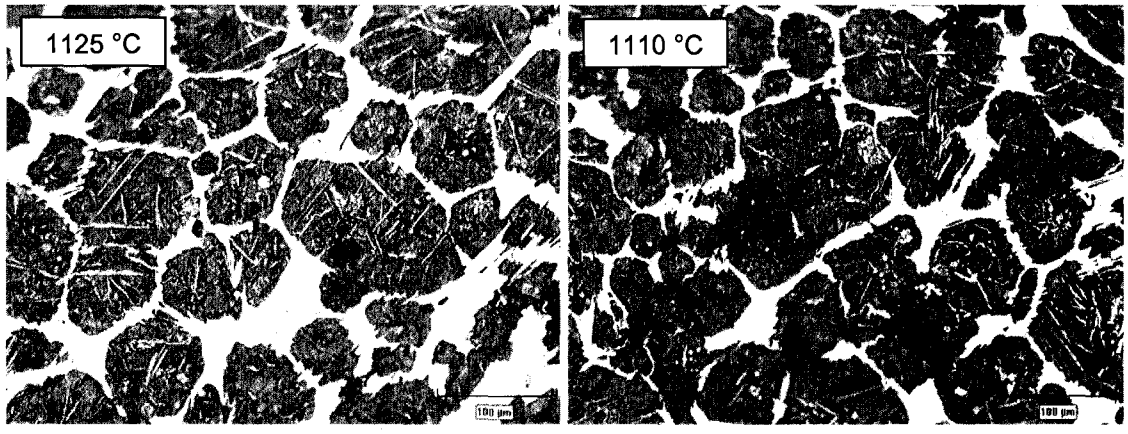


Figure 8.5 : Microstructure des échantillons CIPU ρ9-1110 et 1125

Les microstructures obtenues sont semblables à celle obtenue lors des essais initiaux et elles sont majoritairement composées d'îlots perlitiques entourés de cémentite et de Fe_3P. Bien que semblables entre elles, la principale différence entre ces microstructure repose sur la quantité plus importante de cémentite dans l'échantillon fritté à plus haute température (CIPU ρ9-1125). On associe cette quantité plus importante de cémentite à une plus grande quantité de phase liquide lors du frittage à plus haute température (1125 vs 1110 °C), menant ainsi à une plus grande densité finale de l'échantillon (et donc moins de porosité).

Les essais subséquents ont tenté de mesurer l'effet d'autres paramètres sur la densification et/ou la microstructure d'échantillons de composition semblable.

8.4 *Effet de la densité initiale*

Le mélange CIPU ρ9 (MP39HC + 1,6 % graphite + 15 % poudre de fonte (4,4 %C) + 0,5 % phosphore) a été utilisé afin de caractériser l'effet de la densité initiale sur la densité finale, donc sur le gain en densité qu'il est possible d'obtenir pour un cycle thermique donné.

Des échantillons ont donc été pressés à des pressions variant de 276 à 689 MPa (20 à 50 tsi) pour avoir différentes densités initiales. Les échantillons ont par la suite été frittés pendant 30 minutes à 1125 °C. Deux taux de refroidissement (rapide (>100 °C/min) et lent (~20 °C/min) entre 1125 et 925 °C) ont également été étudiés. Les résultats sont présentés au tableau 8.5.

Tableau 8.5 : Effet de la densité initiale sur la densification

Identification	Pression utilisée (MPa)	Densité initiale (g/cm³)	Densité finale (g/cm³)	
			Refroidissement rapide (>100 °C/min)	Refroidissement lent (~20 °C/min)
CIPU ρ9-20	276	5,6	7,35	6,84
CIPU ρ9-30	414	6,0	7,29	6,85
CIPU ρ9-40	552	6,3	7,37	6,60
CIPU ρ9-50	689	6,5	7,43	6,93

Ces résultats sont montrés sous forme graphique à la figure 8.6.

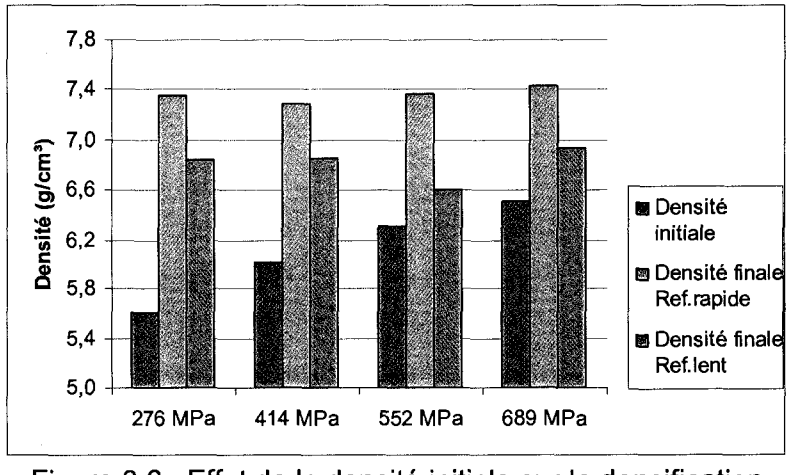


Figure 8.6 : Effet de la densité initiale sur la densification

Tel qu'il est montré à la figure 8.6, la densité initiale ne semble pas influencer de façon significative la densité finale, et ce, pour les deux taux de refroidissement étudiés. Les différences trouvées pour des densités initiales différentes peuvent être partiellement attribuées 1) à la sensibilité du procédé de densification au cycle thermique et 2) aux erreurs de mesure des dimensions de ces échantillons (légères distorsions).

La densité maximale pour ce mélange semble donc plafonner vers les valeurs trouvées (7,3 – 7,4 g/cm^3) pour un refroidissement rapide (>100 °C/min entre 1125 et 925 °C). Il fait toutefois mentionner que, pour une même densité finale, les échantillons partant d'une densité initiale plus élevée montrent une meilleure intégrité géométrique, dont un meilleur fini de surface entre autres, ce qui est appréciable d'un point de vue pratique.

8.5 Effet de la teneur en phosphore

Afin de limiter la formation de l'eutectique ternaire fragile dans le système Fe-C-P, la teneur en phosphore du mélange a jusqu'à maintenant été fixée à 0,5 %. Des essais ont été effectués pour diverses teneurs en phosphore, soit 0, 0,2 et 0,5 %, les teneurs des autres constituants du mélange étant maintenues constantes.

Des échantillons ont donc été pressés à 552 MPa (40 tsi) et la densité initiale était d'environ 6,3 g/cm^3 pour tous les échantillons. Suite au frittage pendant 30 minutes à 1125 °C, les échantillons ont été refroidis à deux taux de refroidissement (rapide et lent, tel que précédemment). Les résultats obtenus lors de ces essais sont montrés au tableau 8.6.

Tableau 8.6 : Effet de la teneur en phosphore sur la densification

Identification	Densité finale (g/cm³)	
	Refroidissement rapide (>100 °C/min)	Refroidissement lent (~20 °C/min)
CIPU ρ9-0	6,55	6,52
CIPU ρ9-0,2	6,60	6,67
CIPU ρ9-0,5	7,37	6,67

Tel qu'il est montré au tableau 8.6, seul l'échantillon contenant 0,5 % phosphore et ayant subi un refroidissement rapide a montré une densification importante. Des teneurs inférieures en phosphore ne permettant pas l'obtention d'une quantité suffisante de phase liquide pouvant amener une densification importante. Il a donc été décidé de conserver 0,5 % phosphore pour la suite des travaux pour lesquels les échantillons doivent être frittés à 1125 °C.

8.6 Effet du taux de refroidissement

Le même mélange CIPU ρ9 (MP39HC + 1,6 % graphite + 15 % poudre de fonte (4,4 %C) + 0,5 % phosphore) a été utilisé afin de caractériser l'effet du taux de refroidissement sur la densité finale et la microstructure.

Des échantillons ont donc été pressés à 552 MPa (40 tsi) et frittés pendant 30 minutes à 1125 °C. La densité initiale était d'environ 6,3 g/cm³ pour tous les échantillons. Divers taux de refroidissement ont été utilisés et ils sont donnés au tableau 8.7 avec les résultats obtenus lors de ces essais.

Tableau 8.7 : Effet du taux de refroidissement sur la densification

Identification	Taux de refroidissement entre 1125 et 925 °C	Densité finale (g/cm^3)	Quantité de Fe_3C (%)	Quantité de graphite libre (%)
CIPU ρ9-R	Rapide (>100 °C/min) : Sortie de la zone chaude et haut débit de gaz	7,37	~ 29,5	~ 1,2
CIPU ρ9-M	Moyen (~45 °C/min): Refroidissement au four et insertion d'une masse thermique	6,95	~ 28,2	~ 1,4
CIPU ρ9-L	Lent (~20 °C/min) : Refroidissement au four	6,77	~ 22,5	~ 1,9
CIPU ρ9-TL	Très lent (2 °C/min) : Refroidissement contrôlé	6,67	~ 8,9	~ 5,6

On trouve que la densité finale varie beaucoup en fonction du taux de refroidissement. Les microstructures obtenues pour ces divers taux de refroidissement sont présentées à la figure 8.7.

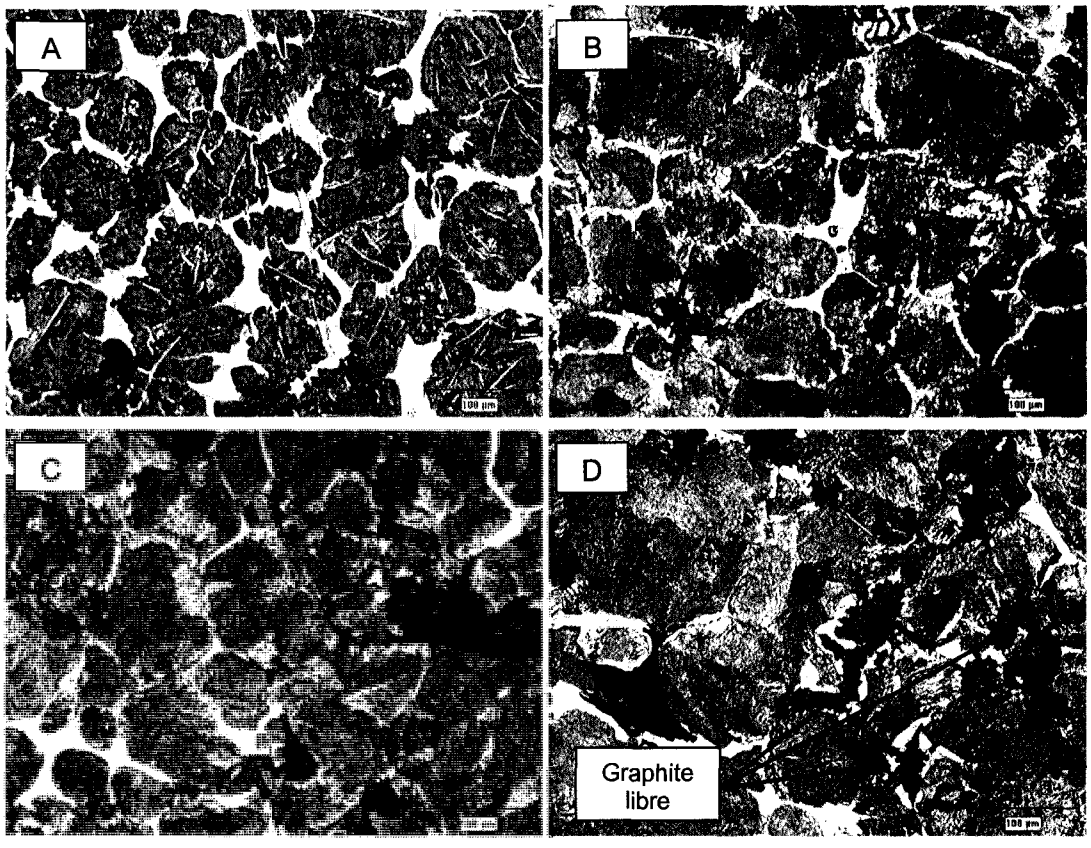


Figure 8.7 : Microstructures obtenues pour divers taux de refroidissement
A : Rapide, B : Moyen, C : Lent et D : Très lent

Les microstructures présentées sont toutes majoritairement perlitiques avec différentes quantités de cémentite. Tel qu'il est montré au tableau 8.7, plus le taux de refroidissement est élevé, plus la densité est élevée et plus la quantité de cémentite est élevée (près de 30 % pour les échantillons refroidis très rapidement vs moins de 10 % pour l'échantillon refroidis très lentement). Pour les échantillons moins denses, on trouve une proportion significativement plus importante de graphite libre dans la microstructure (~ 5,6 %, voir figure 8.7D). On trouve également une certaine quantité de ferrite dans ces échantillons moins denses, indiquant un phénomène de graphitisation plus important lors d'un refroidissement très lent. Le détail de ce phénomène est étudié et expliqué dans l'étude des mécanismes, présentée à la section 8.8.

Il convient ici de faire une distinction entre la densité absolue (en g/cm³) et la densité relative (en %) de nos échantillons. La distinction entre ces deux types de densités n'a pas été faite auparavant puisque la densité théorique était sensiblement la même pour les échantillons étudiés, soit environ 7,8 g/cm³ (densité théorique de l'acier (Shackelford & Alexander, 2001)).

Comme on se retrouve maintenant avec des microstructures présentant d'importantes quantités de graphite libre et que la densité revêt une importance particulière dans ce chapitre, on doit considérer la densité théorique de nos échantillons afin de tenter de rapporter les valeurs obtenues en densité relative.

À ce propos, on trouve que la densité théorique des fontes varie significativement en fonction de la composition chimique, du cycle thermique et donc de la microstructure (Jenkins & Forrest, 1990). À titre d'exemple, on considère que les fontes ductiles possèdent une densité d'environ 7,1 g/cm³, bien que certaines fontes ductiles ferritiques haut carbone puissent avoir une densité de 6,8 g/cm³ et que certaines fontes ductiles perlitiques bas carbone puissent avoir une densité de 7,4 g/cm³ (Jenkins & Forrest, 1990). La différence de densité est principalement attribuée à la présence du carbone sous forme de graphite, celui-ci possédant une densité significativement plus basse (2,25 g/cm³) que les autres constituants des fontes.

Avant de procéder au calcul de la densité théorique de nos échantillons, il a été décidé de procéder à l'optimisation du système (section 8.7). Le calcul de la densité théorique est rapporté dans la section portant sur l'étude des mécanismes impliqués (section 8.8).

8.7 Optimisation du système

Des essais ont été entrepris afin de déterminer la composition optimale du mélange de poudres menant à la densité frittée maximale. Dans une optique industrielle, les résultats initiaux ont été générés pour une température de frittage de 1125 °C. Dans la recherche de la plus haute densité frittée, trois températures de frittage ont été étudiées ici soit 1125, 1150 et 1180 °C. Pour ces trois températures, il a été décidé de fixer la quantité de phosphore et de faire varier la quantité de poudre de fonte (G52FM contenant 4,4 %C) et la quantité de graphite ajouté dans le mélange. Mentionnons également qu'une teneur en phosphore de 0,5 % (sous forme de Fe_3P) a été utilisée pour les mélanges frittés à 1125 °C alors que la teneur en phosphore a été réduite à 0,4 % pour les plus hautes températures de frittage pour éviter une trop grande quantité de phase liquide.

Le tableau 8.8 donne la description des mélanges étudiés pour les diverses températures de frittage. Dans tous les cas, la poudre de base était préalliée à 0,55 % carbone (MP39HC) et tous les mélanges contiennent 0,75 % de lubrifiant.

Tableau 8.8 : Description des mélanges pour l'optimisation du système pour différentes températures

Mélange	Poudre de fonte (4,4 %C)	Phosphore (%)	Graphite (%)	Carbone total (%)	Température de frittage (°C)
CIPUρ12	15 %	0,5	1,6	2,7	1125
CIPUρ15	15 %		1,0	2,1	1125
CIPUρ16	15 %		1,3	2,4	1125
CIPUρ17	10 %		1,6	2,5	1125
CIPUρ18	20 %		1,6	2,9	1125
CIPUρ23	5 %		1,3	2,0	1125
CIPUρ24	5 %		1,6	2,3	1125
CIPUρ25	10 %		1,3	2,2	1125
CIPUρ26	12,5 %		1,45	2,5	1125
CIPUρ27	20 %		1,2	2,5	1125
CIPUρ28	25 %		1,0	2,5	1125
CIPUρ29	10 %	0,4	1,1	2,0	1150 et 1180
CIPUρ30	10 %		1,3	2,2	1150 et 1180
CIPUρ31	10 %		1,5	2,4	1150 et 1180
CIPUρ32	15 %		0,9	2,0	1150 et 1180
CIPUρ33	15 %		1,1	2,2	1150 et 1180
CIPUρ34	15 %		1,3	2,4	1150 et 1180
CIPUρ35	20 %		0,7	2,0	1150 et 1180
CIPUρ36	20 %		0,9	2,2	1150 et 1180
CIPUρ37	20 %		1,1	2,4	1150 et 1180

Dans tous les cas, des échantillons ont été pressés à 552 MPa (40 tsi), ce qui fait que les densités initiales n'étaient pas identiques. En effet, les densités initiales de ces échantillons variaient de 6,25 à 6,45 g/cm^3 selon la composition du mélange. Cette différence affecte toutefois peu les densités frittées comme il a été montré précédemment.

En faisant varier les teneurs en graphite et en poudre de fonte ajoutées, on fait varier la quantité totale de carbone dans le système. Dans tous les cas, les échantillons ont été frittés pendant 30 minutes aux températures indiquées. Les densités obtenues pour chaque essai sont données au tableau 8.9.

Tableau 8.9 : Résultats des essais d'optimisation pour différentes températures

Mélange	Température de frittage	Densité frittée (g/cm³)	
		Refroidissement rapide (>100 °C/min)	Refroidissement lent (~20 °C/min)
CIPUρ12	1125 °C	7,37	6,67
CIPUρ15		7,15	6,98
CIPUρ16		7,51	7,35
CIPUρ17		7,52	7,15
CIPUρ18		7,10	6,80
CIPUρ23		6,88	6,71
CIPUρ24		7,32	7,27
CIPUρ25		7,17	7,12
CIPUρ26		7,48	7,15
CIPUρ27		7,43	7,38
CIPUρ28		7,42	7,32
CIPUρ29	1150 °C	7,11	6,79
CIPUρ30		7,45	7,34
CIPUρ31		7,47	7,45
CIPUρ32		7,12	6,99
CIPUρ33		7,51	7,42
CIPUρ34		7,49	7,38
CIPUρ35		7,17	7,01
CIPUρ36		7,51	7,41
CIPUρ37		7,47	7,45*
CIPUρ29	1180 °C	7,40	7,22
CIPUρ30		7,51*	7,39*
CIPUρ31		6,78**	N/D
CIPUρ32		7,37	7,37
CIPUρ33		7,45*	7,40*
CIPUρ34		6,56**	N/D
CIPUρ35		7,37	7,27
CIPUρ36		7,44*	7,14**
CIPUρ37		5,23**	N/D

Les résultats suivis d'un astérisque (*) indiquent une légère distorsion ou la présence de petites boursouflures. Les résultats suivis de deux astérisques (**) indiquent une distorsion importante ou la présence d'importantes boursouflures.

Comme auparavant, les échantillons refroidis rapidement montrent des densités frittées plus grandes que les échantillons refroidis lentement. Les résultats obtenus pour les

échantillons refroidis rapidement sont illustrés de façon graphique aux figures 8.8, 8.9 et 8.10.

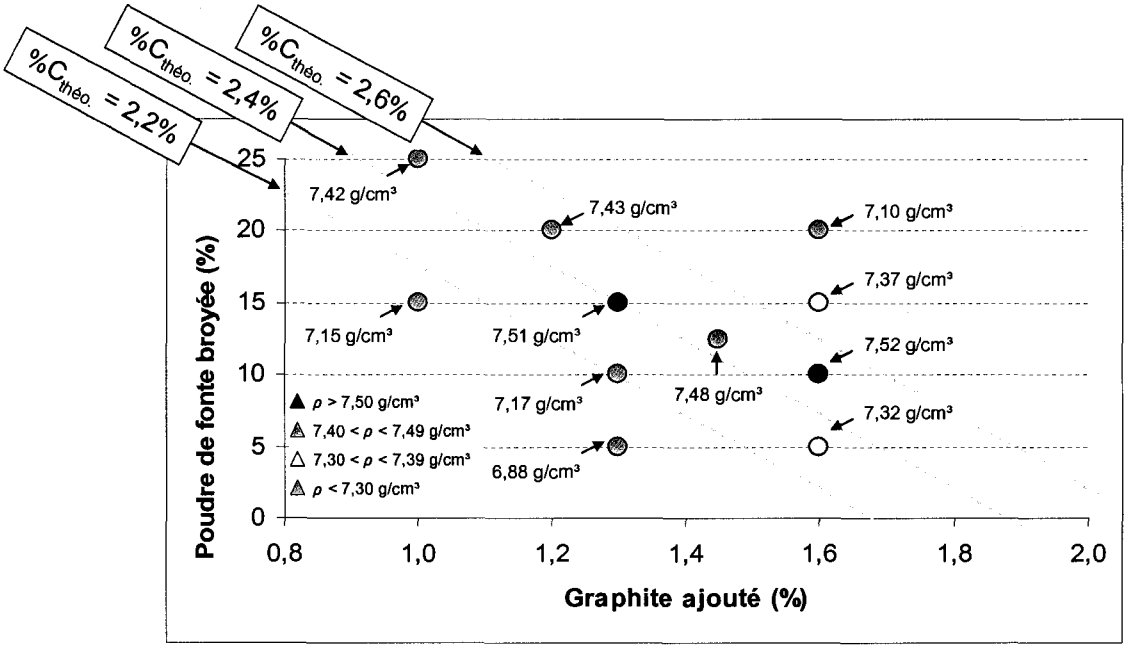


Figure 8.8 : Optimisation à 1125 °C pour refroidissement rapide (>100 °C/min)

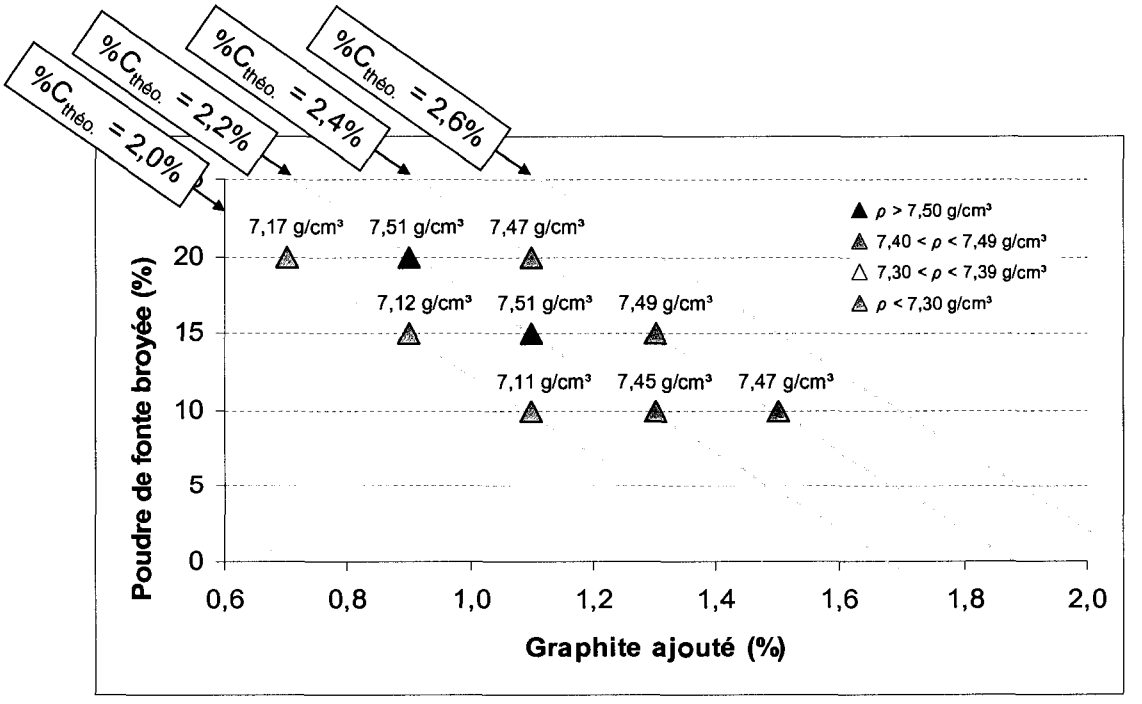


Figure 8.9 : Optimisation à 1150 °C pour refroidissement rapide (>100 °C/min)

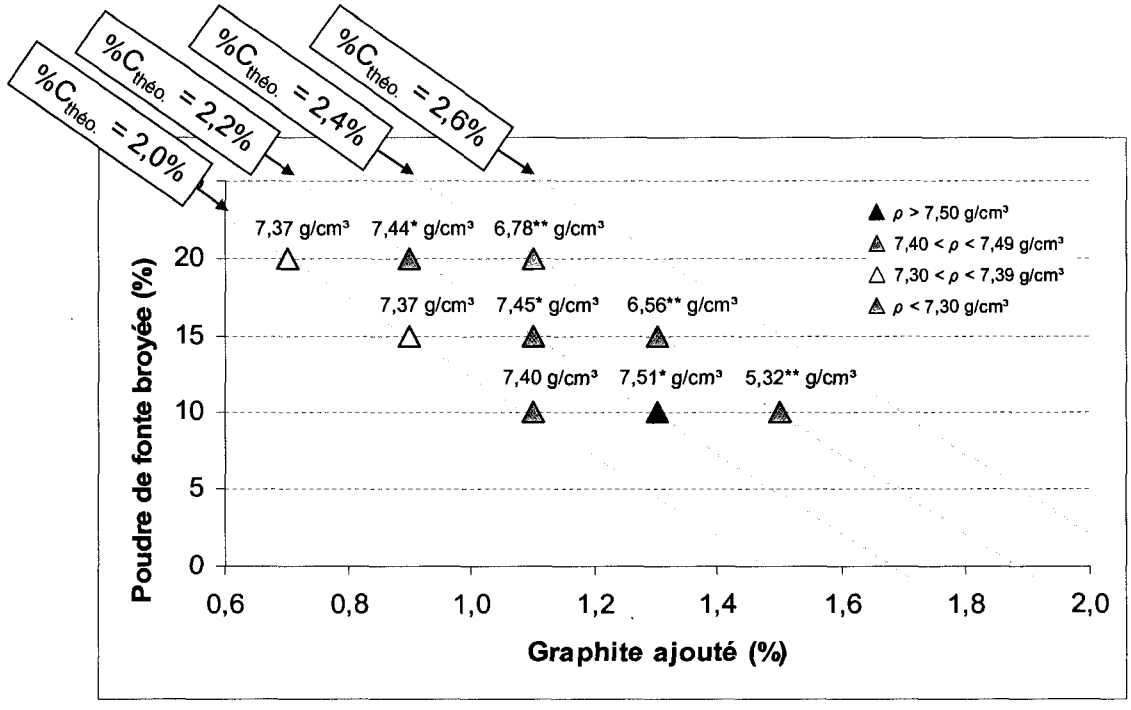


Figure 8.10 : Optimisation à 1180 °C pour refroidissement rapide (>100 °C/min)

À partir de ces résultats, il est possible d'identifier des zones où les densités maximales sont atteintes pour chaque température de frittage. Pour une température de frittage de 1125 °C et une teneur en phosphore de 0,5 %, les plus hautes densités sont atteintes pour une valeur de carbone total entre 2,4 et 2,6 %. Par ailleurs, on trouve que les plus hautes densités sont atteintes pour une valeur de carbone total entre 2,2 et 2,4 % pour une température de frittage de 1150 °C et une teneur en phosphore de 0,4 %. Pour ce qui est des échantillons frittés à 1180 °C avec une teneur en phosphore de 0,4 %, la plupart d'entre eux montrent des distorsions et des boursouflures de plus en plus importantes à mesure que la teneur en carbone augmente. La teneur en carbone optimale pour la densification de ces échantillons semble toutefois se situer près de 2,1 %, alors que les résultats à 2,0 % de carbone total ont montré de hautes densités sans boursouflures et que les échantillons à 2,2 % de carbone total ont montré de faibles boursouflures.

Les distorsions et boursouflures obtenues aux plus hautes températures indiquent la présence d'une trop grande quantité de phase liquide lors du frittage.

Alors que plusieurs échantillons ont donné des densités de l'ordre de 7,5 g/cm³, les densités de 7,51 et 7,52 g/cm³ sont les plus élevées obtenues jusqu'à présent. La composition du mélange optimal retenu pour une température de frittage de 1125 °C est : MP39HC + 15 % poudre de fonte (4,4 %C) + 1,3 % graphite + 0,5 % phosphore.

8.8 Étude des mécanismes

Le système Fe-C-P élaboré donnant d'intéressants résultats de densification, une étude approfondie des mécanismes impliqués dans le phénomène de densification a été réalisée. Ainsi, dans le but d'identifier et de comprendre les mécanismes en jeu, des essais de dilatométrie ainsi que des trempes en fonction du temps ont été effectués sur divers échantillons.

Tel qu'il a été décrit à la section 5.8, une courbe dilatométrique typique donne l'évolution de la longueur de l'échantillon en fonction de la température et/ou du temps. Les changements dimensionnels rapportés sont exprimés en unité de longueur (mm ou µm) et représentent la variation par rapport à la longueur initiale de l'échantillon. Ainsi, une variation négative signifie une contraction de l'échantillon alors qu'une variation positive signifie une expansion de ce même échantillon. Rappelons que les températures rapportées sur les courbes de dilatométrie sont mesurées par un thermocouple situé à l'extérieur de la pièce, ce qui peut faire varier quelque peu l'identification des températures auxquelles un phénomène se produit.

Les essais dilatométriques ont été effectués sur le mélange CIPU1125 (MP39HC + 15 % poudre de fonte (4,4 %C) + 1,3 % graphite + 0,5 % phosphore (ajouté sous forme de Fe_3P)) qui donnait les plus hautes densités, soit environ 7,50 g/cm³. Divers essais ont été effectués dans le but d'étudier le comportement du comprimé selon divers cycles thermiques.

Ainsi, un premier essai dilatométrique a été effectué afin d'étudier l'effet du temps à la température de frittage, soit 1125 °C. Cet essai a été effectué afin de vérifier l'évolution de la densification avec le temps. Les résultats obtenus sont montrés à la figure 8.11. Pour ces essais, les taux de chauffe et de refroidissement étaient de 20 °C/min, ce qui est la limite de l'appareil. Bien qu'inférieurs aux taux de chauffe et de refroidissement utilisés précédemment, ceux-ci sont néanmoins suffisants pour l'étude des mécanismes à partir des courbes dilatométriques.

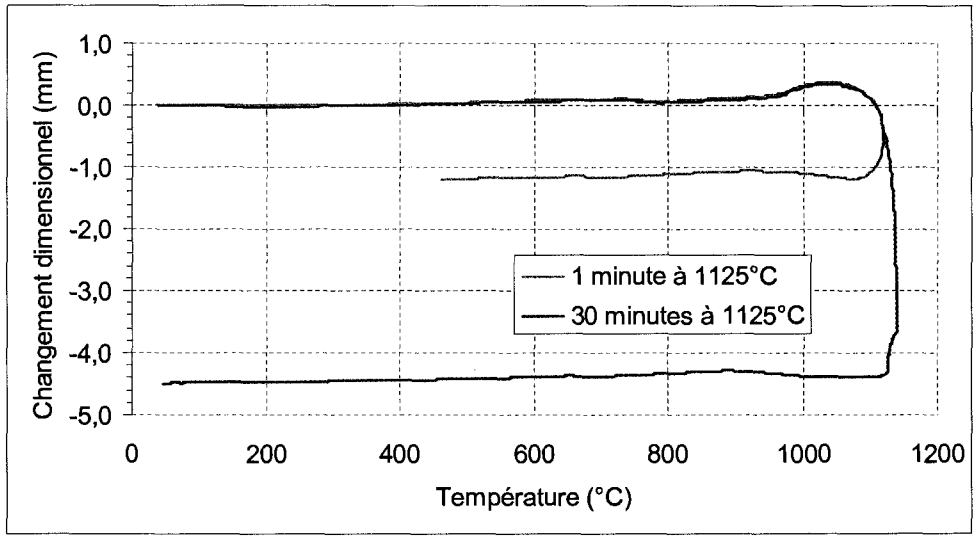


Figure 8.11 : Effet du temps à température lors d'essais de dilatométrie

Ces résultats initiaux montrent une importante différence au niveau de la densification pour différents temps à 1125 °C. Selon la courbe montrée, l'échantillon fritté 30 minutes à 1125 °C aurait rétréci d'environ 4,5 mm pour une longueur initiale d'environ 32 mm, ce qui est énorme. Ce résultat surprenant a vite été expliqué par l'aspect de l'échantillon une fois sorti du dilatomètre. Tel qu'il est montré à la figure 8.12, la différence entre les échantillons après 1 et 30 minutes à 1125 °C vient surtout de la déformation généralisée de la barre b).

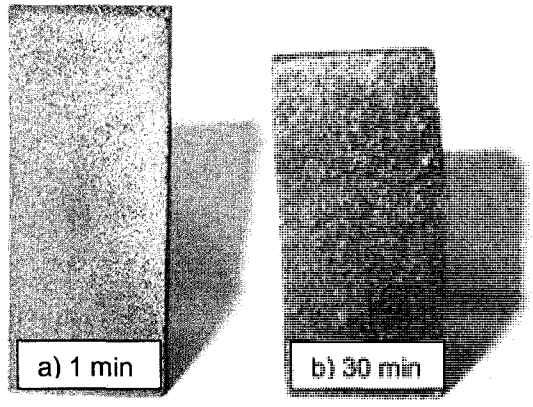


Figure 8.12 : Échantillons après essais dilatométriques

Cette déformation généralisée est entre autres causée par le poids de la tige du dilatomètre en appui sur la barre lors du cycle thermique. Bien que les valeurs rapportées de rétrécissement ne soient pas pertinentes dans ce cas, cette déformation nous en apprend toutefois sur la nature de la phase liquide qui se doit d'être persistante pour permettre cette déformation. En effet, en présence d'une phase liquide persistante, le comprimé adopte un comportement viscoplastique sous l'effet d'une charge, dans ce cas-ci le poids de la tige du dilatomètre. Ceci signifie que plus le temps pour lequel la phase liquide est présente sera long, plus le comprimé se déformera, sans pour autant être plus dense. Ceci indique que les essais de dilatométrie doivent être exécutés de façon très méthodique afin de bien gérer cette déformation tout en obtenant le plus d'information possible pour divers cycles thermiques.

Les mécanismes entourant le phénomène de densification et d'expansion lors du refroidissement ont été étudiés afin de comprendre les interactions entre les différents constituants du mélange initial. La courbe dilatométrique montrée à la figure 8.13 a été obtenue lors d'un essai sur un échantillon CIPU1125 (MP39HC + 15 % poudre de fonte (4,4 %C) + 1,3 % graphite + 0,5 % phosphore) où le taux de refroidissement était faible (2 °C/min). L'échantillon a été laissé seulement deux minutes à 1125 °C pour les raisons décrites précédemment. Elle est identifiée avec des repères (1 à 6) qui indiquent les températures où d'importantes différences dans les dimensions du

comprimé sont observées. Il sera tenté d'expliquer ces changements dimensionnels avec l'identification des mécanismes qui interviennent à ces températures.

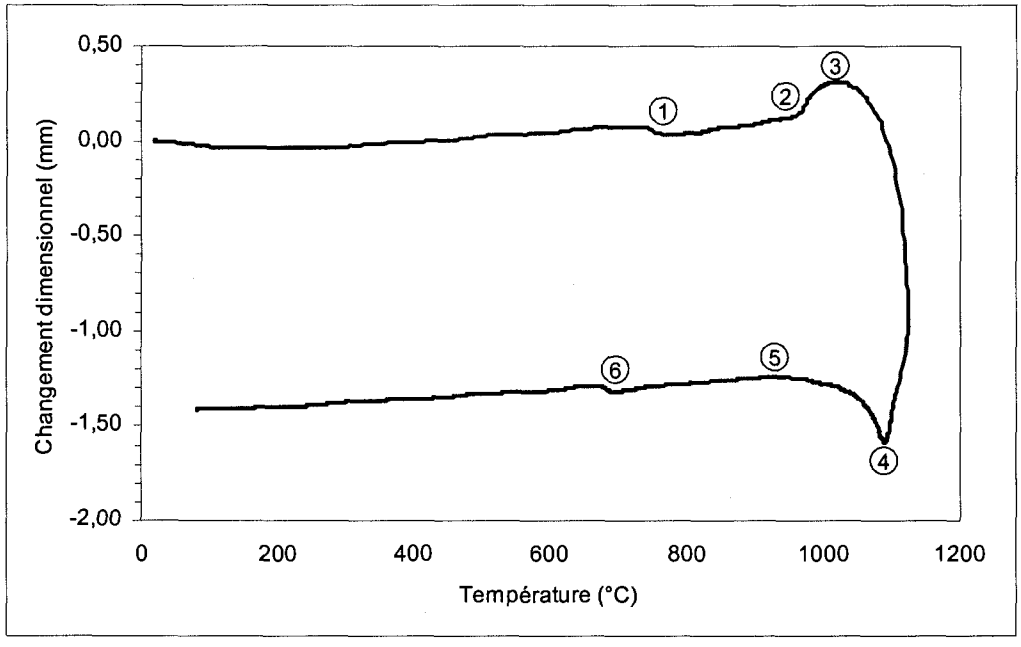


Figure 8.13 : Courbe dilatométrique – Identification des mécanismes

Montée en température

Une première contraction (repère 1) est observée à 730 °C, ce qui correspond à la dissolution de la perlite et à la formation d'austénite (transformation $\alpha + Fe_3C \rightarrow \gamma$). On associe une contraction à cette transformation car la densité de l'austénite est plus élevée que celle de la perlite (7,84 et 7,78 g/cm³ respectivement).

À 970 °C (repère 2), on remarque une expansion plus prononcée du comprimé qui se poursuit jusqu'à environ 1020 °C (repère 3). Afin d'identifier le mécanisme responsable de cette expansion, un essai a été effectué au cours duquel un échantillon a été trempé à partir de 1000 °C lors de la montée en température, donc entre les repères 2 et 3. Tel qu'il est montré à la figure 8.14, la microstructure obtenue est majoritairement constituée de martensite et de particules de poudre de fonte (elles-mêmes majoritairement constituée de cémentite). Toutefois, à certains endroits, la présence

d'un réseau riche en phosphore est observée. En raison de son apparence et de sa concentration riche en phosphore, ce réseau est associé à la présence d'une phase liquide.

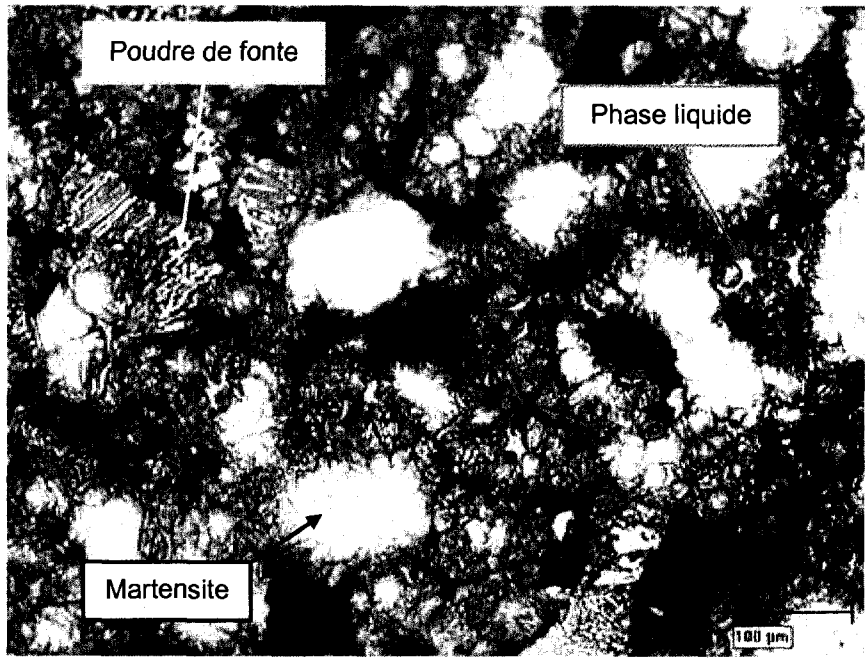


Figure 8.14 : Microstructure après trempe à partir de 1000 °C

En effet, deux transformations eutectiques peuvent expliquer l'apparition de cette phase liquide riche en phosphore. La première est l'eutectique binaire :

$$Fe_3P + Fe_3C \rightarrow \text{ Liquide (à 967 °C)}$$

Et la seconde est l'eutectique ternaire :

$$Fe_3P + Fe_3C + \gamma \rightarrow \text{ Liquide (à 955 °C)}$$

Comme tous ces constituants sont présents dans nos comprimés et que les températures sont près de la température trouvée (970 °C), il est difficile de déterminer avec certitude si une de ces deux réactions survient préférentiellement par rapport à l'autre. Il serait possible de déterminer ceci en analysant avec précision la composition

chimique de la phase liquide, la phase liquide générée par la réaction eutectique ternaire étant plus pauvre en phosphore et en carbone que la phase liquide générée par la réaction eutectique binaire.

Cette phase liquide riche en phosphore est présente aux joints de grains d'une particule, tel qu'il est montré à la figure 8.15.

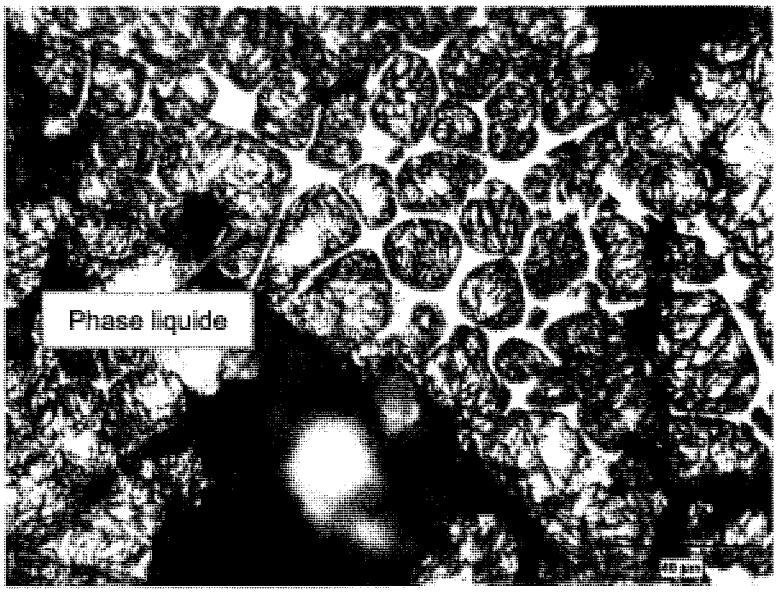


Figure 8.15 : Présence de phase liquide aux joints de grains à 1000 °C

Il est possible d'affirmer que ce sont les particules de poudre de fonte qui fondent pour créer la phase liquide. En effet, ces particules sont celles qui contiennent la cémentite essentielle à la formation de liquide. Afin de prouver que ce sont ces particules qui fondent, la figure 8.16 montre l'apparition de la phase liquide à partir de la cémentite d'une particule de poudre de fonte.

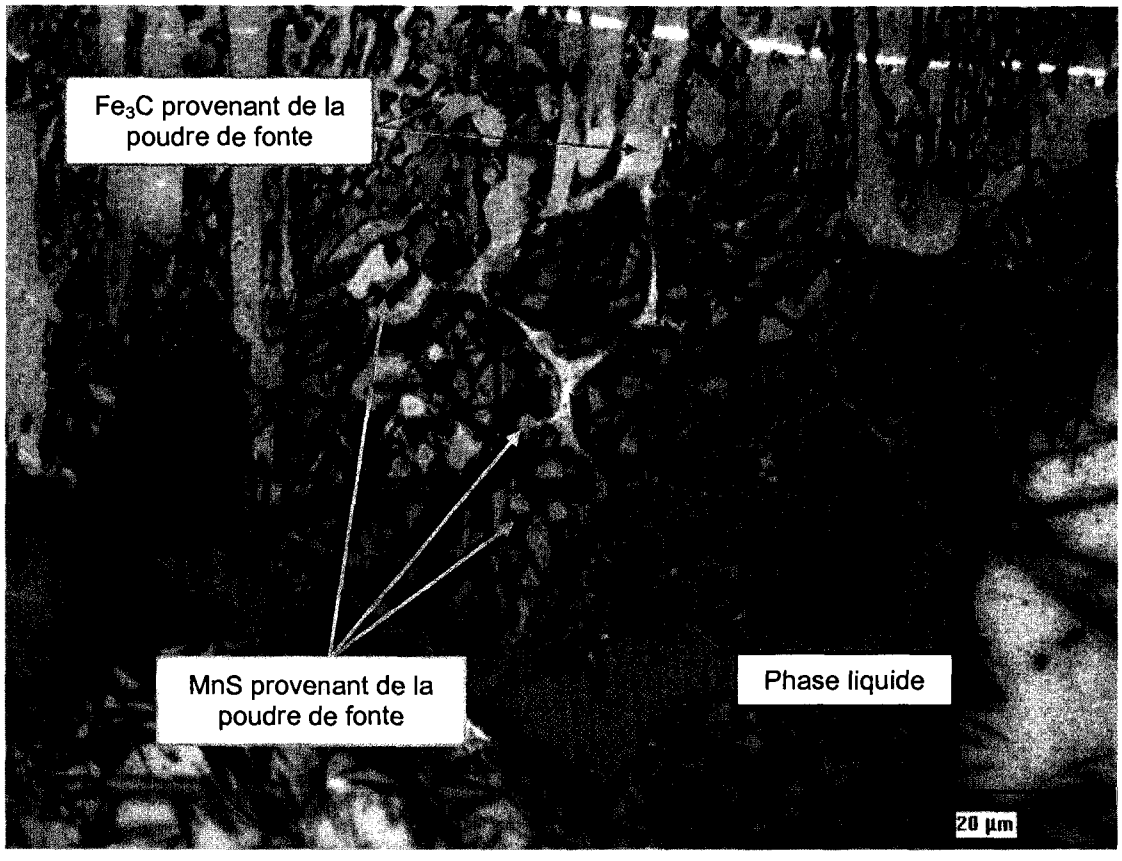


Figure 8.16 : Apparition de la phase liquide à partir de la cémentite à 1000 °C

Sur cette figure, on perçoit une certaine continuité entre la cémentite et la phase liquide, ce qui permet d'affirmer qu'il s'agit bien de la fonte de la particule de poudre de fonte. Qui plus est, on trouve dans la phase liquide créée des sulfures de manganèse qui ne peuvent provenir que de la poudre de fonte.

L'apparition de cette phase liquide aux joints de grains de particules de poudre de fonte est donc associée à une expansion du comprimé. Il appert que c'est la densité de cette phase liquide riche en phosphore qui explique cette expansion du comprimé. En effet, l'eutectique riche en phosphore possède une densité de 7,32 g/cm³ à 20 °C (Jenkins & Forrest, 1990), ce qui est inférieur à la densité de l'austénite et de la cémentite qui sont les autres constituants présents dans la microstructure (7,84 et 7,66 g/cm³ à 20 °C respectivement). Les densités rapportées sont pour une température de 20 °C, mais il

est possible de supposer qu'un écart semblable entre les densités des constituants est présent aux températures étudiées.

Ainsi, suite à cette première expansion associée à l'apparition d'une phase liquide dans le comprimé, on assiste par la suite à une importante contraction à partir d'environ 1020 °C. Selon la théorie présentée à la section 4.3.1, cette observation est conséquente à la répartition de la phase liquide dans le comprimé. En effet, la répartition du liquide dans le comprimé permet le réarrangement des grains et des particules, menant à une densification rapide de la microstructure. La quantité de phase liquide est également plus importante à plus haute température, ce qui contribue également à l'importante contraction rapportée.

Dans la théorie, on explique que le liquide se répartit dans le comprimé et vient mouiller les particules. Afin de vérifier la présence de ce phénomène dans nos comprimés, un échantillon a été trempé à partir de 1100 °C lors du cycle thermique, soit après le début de la contraction sur la courbe présentée à la figure 8.13. La microstructure de cet échantillon trempé à partir de 1100 °C est montrée à la figure 8.17.

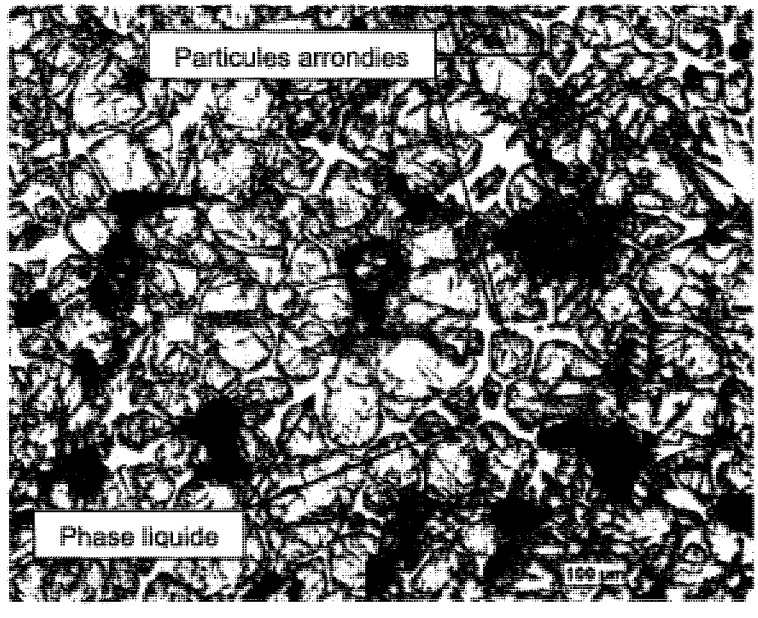


Figure 8.17 : Présence de phase liquide entre les particules à 1100 °C

On voit bien la répartition du liquide entre les particules dans la microstructure présentée. On note également l'aspect arrondi de certaines grains et particules, ce qui implique que les mécanismes de dissolution et précipitation sont présents lors de la densification, tel qu'il est prédit par la théorie. Par ailleurs, on ne retrouve plus de particules de poudre de fonte, ce qui confirme la fusion de celles-ci lors de la montée en température, notamment entre 970 et 1020 °C.

Maintien à haute température

La densification se poursuit lors du cycle thermique lors du maintien à 1125 °C. Au cours de ce maintien, on atteint un équilibre des phases en présence qui persiste jusqu'au refroidissement. Afin d'observer la microstructure de l'échantillon à la fin de la densification, un échantillon a été trempé à partir de 1125 °C. La microstructure est montrée à la figure 8.18.

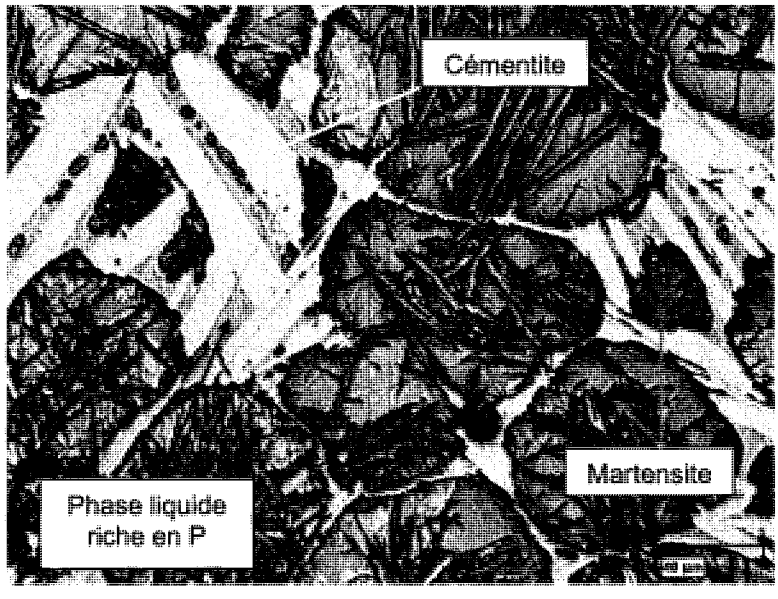


Figure 8.18 : Microstructure obtenue par trempe à partir de 1125 °C

Tel qu'il est montré à la figure 8.18, la microstructure obtenue après 30 minutes de frittage à 1125 °C est constituée d'îlots de martensite entourés d'un réseau principalement constitué de Fe_3C et contenant une phase riche en phosphore associée

à la phase liquide. Les îlots sont très arrondis, ce qui est typique de microstructures obtenues par frittage avec phase liquide. On observe encore dans le réseau de petites particules de martensite. Ces particules sont vraisemblablement en train de participer au mécanisme de dissolution – précipitation décrit dans la théorie.

Il est possible de relier cette microstructure avec les diagrammes d'aires de prédominance présentés à la section 4.6. Notre échantillon contient 0,5 %P et environ 2,4 %C ; à 1125 °C, on se retrouve dans le domaine γ + L + Fe_3C tel qu'indiqué par la figure 4.14A. Ceci est en accord avec la microstructure montrée à la figure 8.18, où la phase liquide permanente riche en phosphore est trouvée avec la cémentite à l'extérieur des îlots martensitiques (austénitiques à 1125 °C).

Par ailleurs, certaines particules de seconde phase peuvent être trouvées dans le réseau de cémentite. C'est le cas entre autres de particules de MnS qui sont trouvées à quelques endroits, tel qu'il est montré à la figure 8.19 qui présente une particule de MnS d'un diamètre supérieur à 10 µm.

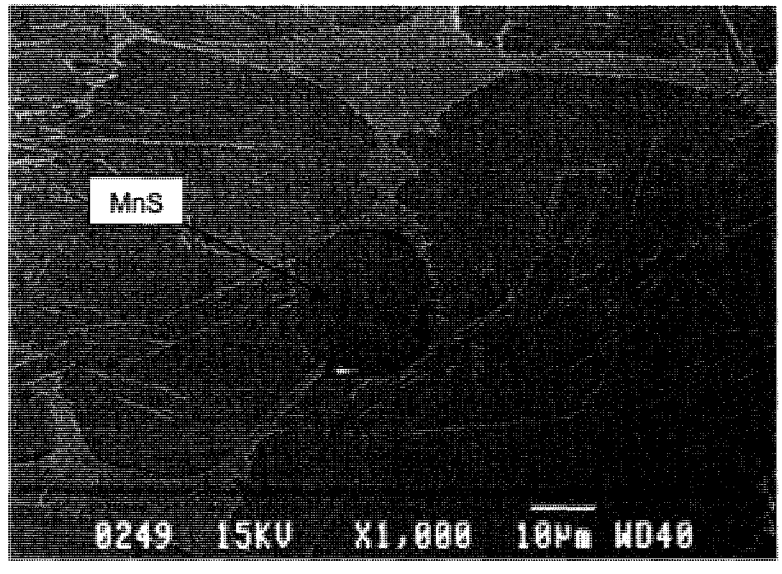


Figure 8.19 : Particule de MnS trouvée dans l'échantillon CIPU1125 après densification

Cette image prise au MEB semble indiquer qu'un phénomène de coalescence de particules de MnS a lieu au cours du cycle thermique. En effet, alors que les particules

de sulfures de manganèse dans la poudre de fonte sont typiquement de l'ordre de 1-2 µm, certaines particules de MnS trouvées ont un diamètre supérieur à 10 µm. Les particules de MnS provenant de la poudre de fonte, elles se retrouvent dans la phase liquide lors de la fusion de celles-ci et semblent donc coalescer dans cette phase liquide.

Ainsi, on conclut donc qu'après 30 minutes à 1125 °C, la densification est presque complète ; une légère contribution du mécanisme de dissolution – précipitation pourrait augmenter la densité finale, mais globalement la microstructure est en équilibre.

Calcul de la densité théorique

Le calcul de la densité théorique du mélange CIPU1125 a été effectué à partir de la microstructure présentée à la figure 8.18. Ce choix a été effectué afin de faciliter le processus d'analyse d'images, puisque des constituants faciles à distinguer (martensite, cémentite et eutectique ternaire) sont présents. Dans les microstructures refroidies rapidement ou lentement, la présence de constituants plus difficiles à quantifier par analyse d'images (perlite et graphite libre) rendaient la détermination de la densité théorique moins aisée.

La densité de cet échantillon trempé à partir de 1125 °C est de 7,37 g/cm^3. La densité théorique de cet échantillon peut être déterminée par calcul et par analyse d'images. En effet, en mesurant les fractions surfaciques des différents constituants, il est possible de mesurer les contributions respectives à la densité totale de l'échantillon. Le tableau 8.10 résume les différentes fractions surfaciques et les densités respectives des différents constituants présents dans notre microstructure.

Tableau 8.10 : Fraction surfacique de différents constituants microstructuraux

Constituant	Fraction surfacique	Densité théorique[1]	Densité calculée
Cémentite	~ 21 %	7,66 g/cm³	1,61 g/cm³
Martensite	~ 70 %	7,63 g/cm³	5,34 g/cm³
Eutectique riche en P	~ 9 %	7,32 g/cm³	0,66 g/cm³
		Somme	7,61 g/cm³

[1] : d'après Jenkins & Forrest, 1990

La densité théorique associée à une telle microstructure serait donc de 7,61 g/cm³. Une densité de 7,37 g/cm³ se situe donc à 96,8 % de la densité théorique. Des mesures de pourcentage de porosité effectuées par analyse d'images indiquent que le pourcentage de porosité est d'environ 3,5 ± 0,5 %, ce qui concorde bien avec les observations faites sur ce matériau.

On considère ainsi que la densité relative maximale qu'il est possible d'atteindre avec le système élaboré est de 96,8 %.

À partir de la fin du maintien en température, on considère que la densité relative ne change plus, c'est-à-dire qu'il n'y a pas de création ni d'élimination de pores. Le niveau de porosité reste constant et il n'y a que la densité absolue qui varie en fonction de la fraction volumique des constituants présents dans la microstructure finale.

Descente en température

Lors de la descente en température, on observe une expansion du comprimé entre 1080 et 930 °C suite à la densification. Les causes de cette expansion ainsi que les mécanismes en jeu lors du refroidissement ont été étudiés.

Ainsi, un premier échantillon a été trempé à partir de 1000 °C lors d'un refroidissement lent après un frittage de 30 minutes à 1125 °C. La microstructure obtenue est montrée à la figure 8.20.



Figure 8.20 : Microstructure de trempe obtenue à partir de 1000 °C

À première vue, la figure 8.20 est sensiblement identique à la figure 8.18. Toutefois, tel qu'indiqué par la courbe dilatométrique, une certaine expansion a déjà eu lieu à cette température (1000 °C). Selon la théorie applicable aux fontes, cette expansion pourrait être associée à la précipitation du carbone sous forme de graphite.

En effet, on trouve que lors de la solidification des fontes, la solubilité du carbone dans l'austénite diminue, ce qui cause un rejet d'atomes de carbone hors de l'austénite. Le carbone peut ainsi précipiter sous forme de cémentite (7,66 g/cm^3) ou de graphite (2,25 g/cm^3), selon le potentiel de graphitisation du système.

Dans les fontes blanches alliées (avec un faible potentiel de graphitisation), la précipitation du carbone se fait sous forme de cémentite lors de la solidification. Dans les fontes contenant du silicium (avec un fort potentiel de graphitisation), la précipitation du carbone se fait sous forme de graphite lors de la solidification. Cette précipitation sous forme de graphite est toujours associée à une expansion lors de la solidification (David 2001), alors que la précipitation sous forme de cémentite n'engendre pas d'expansion notable. L'amplitude de l'expansion lors de la précipitation du graphite

dépend entre autres de la composition chimique, mais on trouve que pour certaines fontes ductiles, cette expansion peut atteindre une valeur d'environ 4 %.

Rappelons que lorsqu'on parle d'une expansion lors de la solidification, la densité absolue change (en g/cm^3) mais la densité relative reste la même (en %).

Des analyses au MEB ont été entreprises afin d'étudier la présence de graphite libre, et la figure 8.21 permet de confirmer la présence de graphite libre dans cet échantillon.

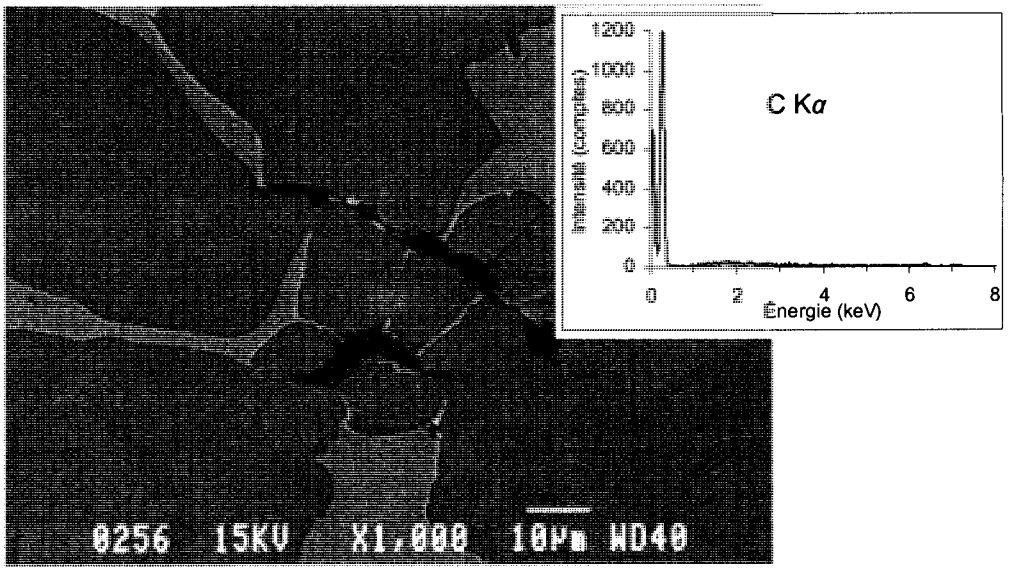


Figure 8.21 : Présence de graphite dans l'échantillon trempé à partir de 1000 °C

Ces observations confirment que la création de graphite libre contribue à l'expansion de l'échantillon, en raison de la faible densité de ce constituant par rapport aux autres.

La quantité de graphite libre généré est toutefois faible, la figure 8.21 n'étant pas représentative de tout l'échantillon. En effet, les régions montrant la présence de graphite libre sont peu nombreuses.

Évidemment, la quantité de carbone qui précipite sous forme de graphite est plus élevée dans certaines fontes ductiles que dans notre échantillon. Toutefois, la

génération d'une faible quantité de graphite pourrait expliquer l'expansion rapportée sur la courbe dilatométrique. Par ailleurs, notre système ne contenant pas de silicium, il a été pensé que le phosphore pourrait être responsable de la graphitisation.

La figure 8.22 présente le diagramme d'équilibre binaire Fe-P pour une teneur en carbone fixée à 2,4 %, ce qui est la même valeur de carbone de notre système. On trouve sur cette figure que la teneur en phosphore dans le liquide augmente à mesure que la température diminue. En effet, la teneur en phosphore de la phase liquide avant sa disparition à 952 °C est d'environ 6,4 %.

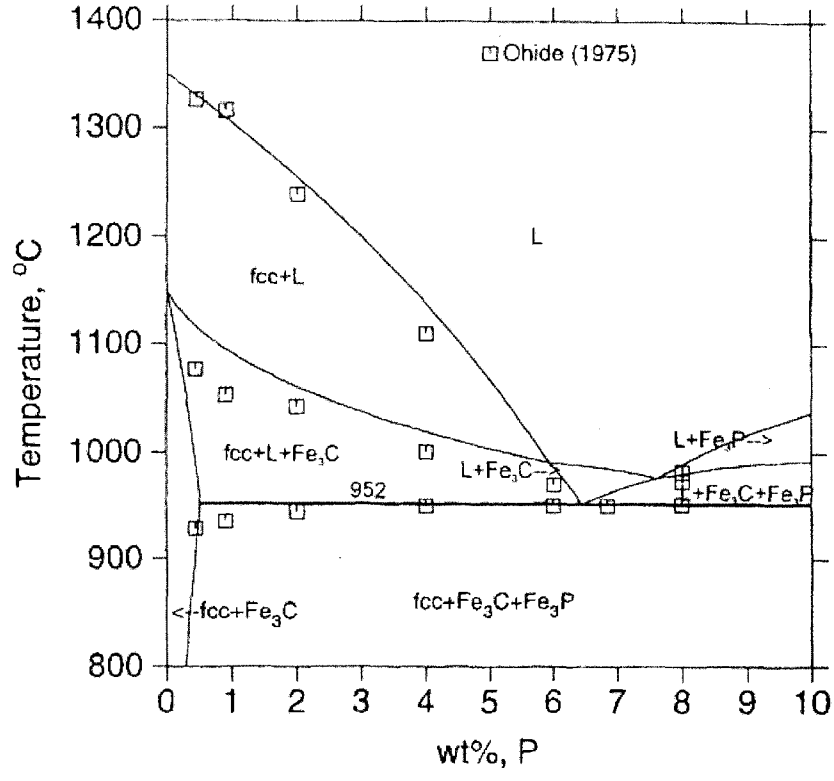


Figure 8.22 : Diagramme d'équilibre Fe-P-2,4C (calculé par Shim, Oh & Lee, 2000)

Bien que le potentiel de graphitisation du phosphore soit limité, il appert qu'une concentration locale élevée en phosphore, jumelée avec le rejet du carbone de l'austénite peut mener à une certaine graphitisation du carbone lors du refroidissement.

Le phénomène d'expansion se poursuit jusqu'à environ 930 °C (repère 5). Cette température est associée à la disparition de la phase liquide riche en phosphore. Ceci indique que le phénomène d'expansion attribué à la formation de graphite n'est significatif qu'en présence de phase liquide riche en phosphore. Sous la température de solidification (952 °C), le phosphore est maintenant présent sous forme de Fe_3P et n'est donc plus disponible pour la graphitisation du carbone. Il en résulte que le phénomène d'expansion cesse et que l'échantillon poursuit sa contraction avec une diminution de la température.

Il faut souligner qu'il est toutefois possible que la graphitisation du carbone se poursuive lors du refroidissement, même sans présence de phase liquide riche en phosphore. En effet, le carbone rejeté hors de l'austénite peut théoriquement précipiter sur les particules de graphite présentes au préalable aux joints de grains. Si tel était le cas, cette précipitation engendrerait une légère expansion continue sur la courbe dilatométrique. Cette expansion serait néanmoins d'autant plus difficile à distinguer que le phénomène est de faible ampleur.

Par la suite, on observe une légère expansion (repère 6) pour une température d'environ 700 °C. Encore ici, cette expansion est associée à la transformation eutectoïde de l'austénite en perlite (transformation $\gamma \rightarrow \alpha + Fe_3C$). La plus faible densité de la perlite par rapport à l'austénite est associée à cette expansion (7,78 et 7,84 g/cm^3 respectivement).

Des échantillons ont été trempés à partir de 750 et 700 °C lors du refroidissement. Les microstructures obtenues sont montrées à la figure 8.23.

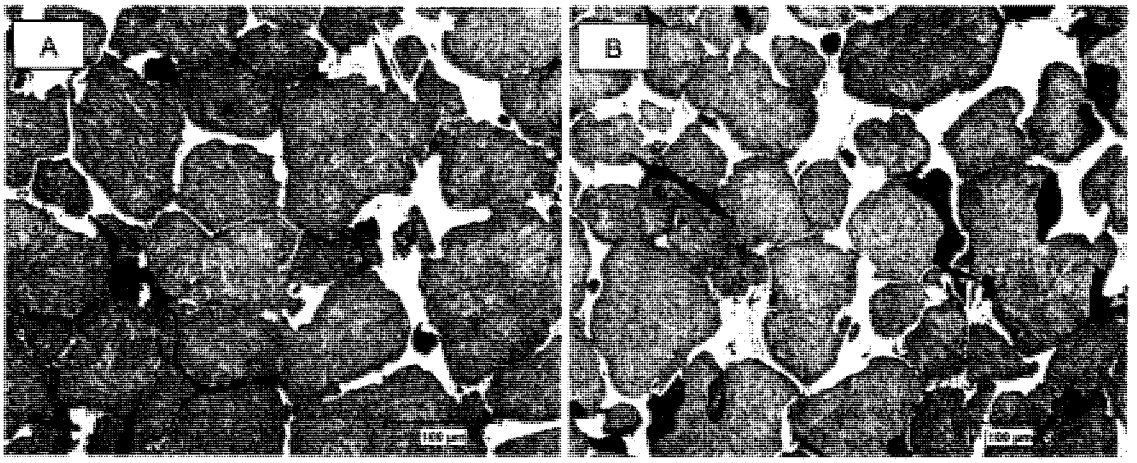


Figure 8.23 : Microstructures obtenues pour des trempes effectuées à partir de A : 750 °C et B : 700 °C

Les échantillons trempés à partir de ces températures montrent des microstructures contenant une quantité beaucoup plus importante de graphite libre par rapport aux microstructures des échantillons trempés à partir de plus hautes températures (1125 et 1100 °C). De plus, on remarque la présence de certaines régions perlitiques à même les îlots martensitiques pour l'échantillon trempé à partir de 700 °C.

La figure 8.24 montre la formation d'une région perlitique bordée par le graphite libre, la martensite et le réseau de cémentite.

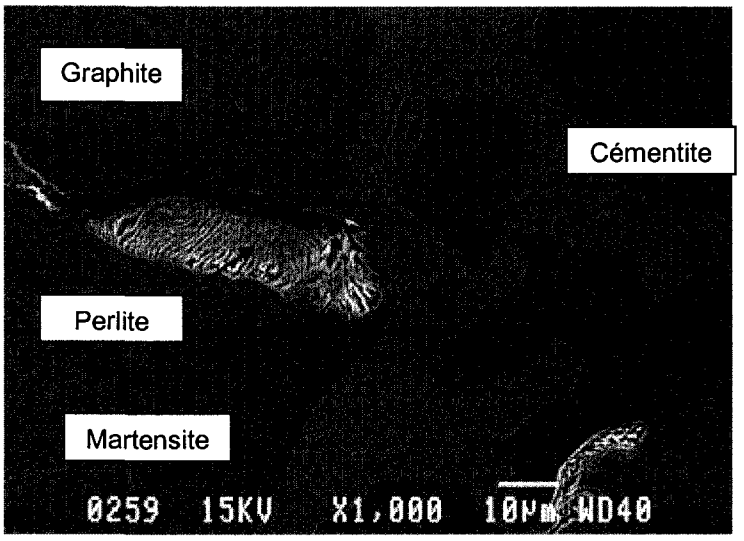


Figure 8.24 : Présence de perlite dans l'échantillon trempé à partir de 700 °C

Ces travaux ont permis d'identifier les mécanismes intervenant dans le procédé de densification lors de la montée en température, lors du maintien à 1125 °C et lors de la descente en température. Les travaux subséquents ont porté sur l'effet du taux de refroidissement au dilatomètre et sur l'effet de traitements thermiques effectués après le frittage d'échantillons densifiés (sections 8.9 et 8.10).

8.9 Effet du taux de refroidissement au dilatomètre

Les travaux précédents ayant montré des différences en densité et en microstructure pour des échantillons ayant été refroidis à divers taux de refroidissement, des essais ont été entrepris afin d'illustrer ces différences à l'aide du dilatomètre.

Des échantillons de composition chimique et de densité initiale identiques ont été insérés au dilatomètre (mélange CIPU1125 : MP39HC + 15 % poudre de fonte (4,4 %C) + 1,3 % graphite + 0,5 % phosphore). Le cycle thermique était identique pour le taux de chauffe (10 °C/min), le temps à 1120 °C (2 min) et le taux de refroidissement final (20 °C/min de 850 °C à 30 °C). Le seul paramètre changeant était le taux de refroidissement entre 1080 °C et 850 °C car cet intervalle a été identifié comme critique au cours des travaux. Des taux de refroidissement très différents (2 et 20 °C/min) ont donc été utilisés afin d'illustrer l'effet du taux de refroidissement sur la densification et la microstructure.

Le changement dimensionnel (en mm) en fonction de la température lors du cycle thermique est montré à la figure 8.25 pour ces échantillons ayant été soumis à des taux de refroidissement différents.

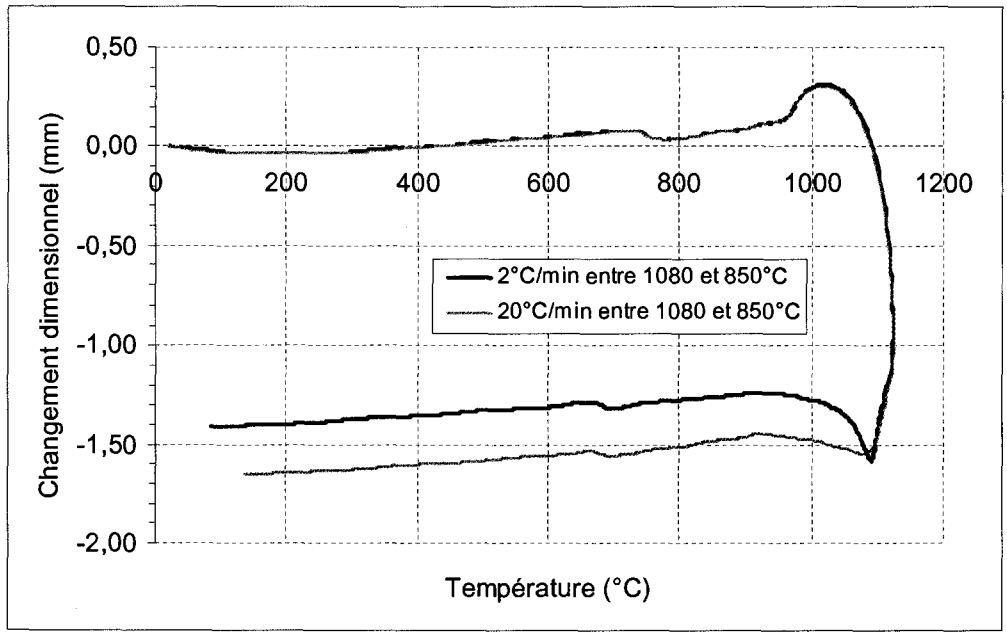


Figure 8.25 : Changement dimensionnel en fonction de la température – Mélange CIPU1125

Ces essais montrent que le comportement des échantillons est sensiblement identique lors de la chauffe et du court laps de temps à 1120 °C. Par la suite, lors du refroidissement, on remarque une différence à partir d'environ 1080 °C alors qu'un phénomène d'expansion de différente intensité survient pour les deux taux de refroidissement étudiés. Ainsi, on constate que cette expansion est nettement plus marquée pour l'échantillon refroidi lentement. Le phénomène d'expansion se produit entre 1080 et 930 °C. Le comportement des échantillons est par la suite très semblable pour des températures inférieures à 900 °C.

Les mécanismes responsables de cette expansion durant le refroidissement ont déjà été traités précédemment. Ainsi, il s'agit de la précipitation du carbone sous forme de graphite, rendue possible par la présence d'une phase liquide riche en phosphore. Il semble donc que des phénomènes de diffusion soient responsables de l'ampleur du phénomène d'expansion par rapport au taux de refroidissement. Ainsi, le phénomène de graphitisation dépend bien sûr de la diffusion des atomes de carbone, mais également de la diffusion des atomes de phosphore afin d'aider à la graphitisation. Un taux de refroidissement moins élevé permet donc une diffusion plus importante des

espèces et tente surtout d'atteindre un équilibre stable (graphite) au lieu d'un équilibre métastable (Fe_3C).

Ainsi, on parvient ici à visualiser que l'amplitude de cette expansion dépend du taux de refroidissement. Des microstructures obtenues pour différents taux de refroidissement ont déjà été présentée à la section 8.9 portant sur l'effet du taux de refroidissement.

Il est possible de mesurer l'expansion sur la courbe montrée à la figure 8.13. En prenant une longueur initiale ($L_{20\,°C}$) de 32 mm, on trouve que la longueur $L_{1080\,°C}$ serait d'environ 30,42 mm (32 mm – 1,58 mm). Au point maximal de l'expansion, la longueur $L_{930\,°C}$ serait d'environ 30,76 mm (32 mm – 1,24 mm). Ceci donne une expansion de :

$$(30{,}76 - 30{,}42)/30{,}42 = 0{,}34 / 30{,}42 \approx 1{,}1\%$$

L'expansion maximale trouvée pour un taux de refroidissement très lent (2 °C/min) est donc de l'ordre de 1,1 %. Par ailleurs, l'expansion trouvée pour un taux de refroidissement plus rapide (20 °C/min) est de l'ordre de 0,3 %.

Il n'a toutefois pas été possible de réaliser ces essais pour des temps de frittage réels (30 minutes) en raison de la présence de la phase liquide permanente. En effet, tel qu'il a été montré précédemment, le comportement viscoplastique du comprimé lors du frittage mène à une déformation généralisée de grande ampleur (rétrécissement de plus de 4 mm) qui ne génèrerait pas de résultat fiable dans la détermination de l'expansion à haute température.

8.10 Cycles thermiques et propriétés

La microstructure obtenue lors de l'optimisation du mélange CIPU1125 (MP39HC + 15 % poudre de fonte (4,4 %C) + 1,3 % graphite + 0,5 % phosphore) est constituée de perlite et d'une portion importante de cémentite, ce qui est loin d'être optimal pour l'usinabilité. Divers traitements thermiques ont été considérés afin de modifier la microstructure de ces échantillons afin d'améliorer l'usinabilité. Comme le taux de refroidissement ($\Delta T/\Delta t$) influence de façon significative la densité finale des échantillons frittés, plusieurs cycles thermiques ont été étudiés afin de bien cibler toutes les possibilités offertes pour ce mélange.

Ainsi, dans les fontes grises, un maintien en température entre 900 et 955 °C est utilisé afin de décomposer les carbures massifs. Il faut toutefois considérer qu'en présence de phosphore, une phase liquide peut être présente à partir d'environ 925 °C (Kovacs, 1991). Pour ces raisons et après l'obtention de résultats négatifs lors d'essais à 950 °C, l'effet d'un maintien de deux heures à 925 °C a été étudié.

Par ailleurs, la vitesse de la transformation perlite → ferrite + graphite est maximale pour une température d'environ 760 °C (Kovacs, 1991). Un maintien de deux heures à 750 °C a donc également été étudié conjointement avec le maintien à 925 °C.

Finalement, il a été pensé d'effectuer une trempe afin d'obtenir une matrice martensitique pour maximiser la dureté, de même que des revenus sur la martensite trempée afin d'améliorer la résistance à la rupture. Ainsi, certains échantillons ont été trempés dans l'eau à partir de 750 °C. Deux températures de revenu ont été étudiées, soit 200 et 600 °C.

Le détail des cycles thermiques étudiés est schématisé à la figure 8.26 et les propriétés obtenues (densité, dureté et résistance à la rupture) sont données au tableau 8.11.

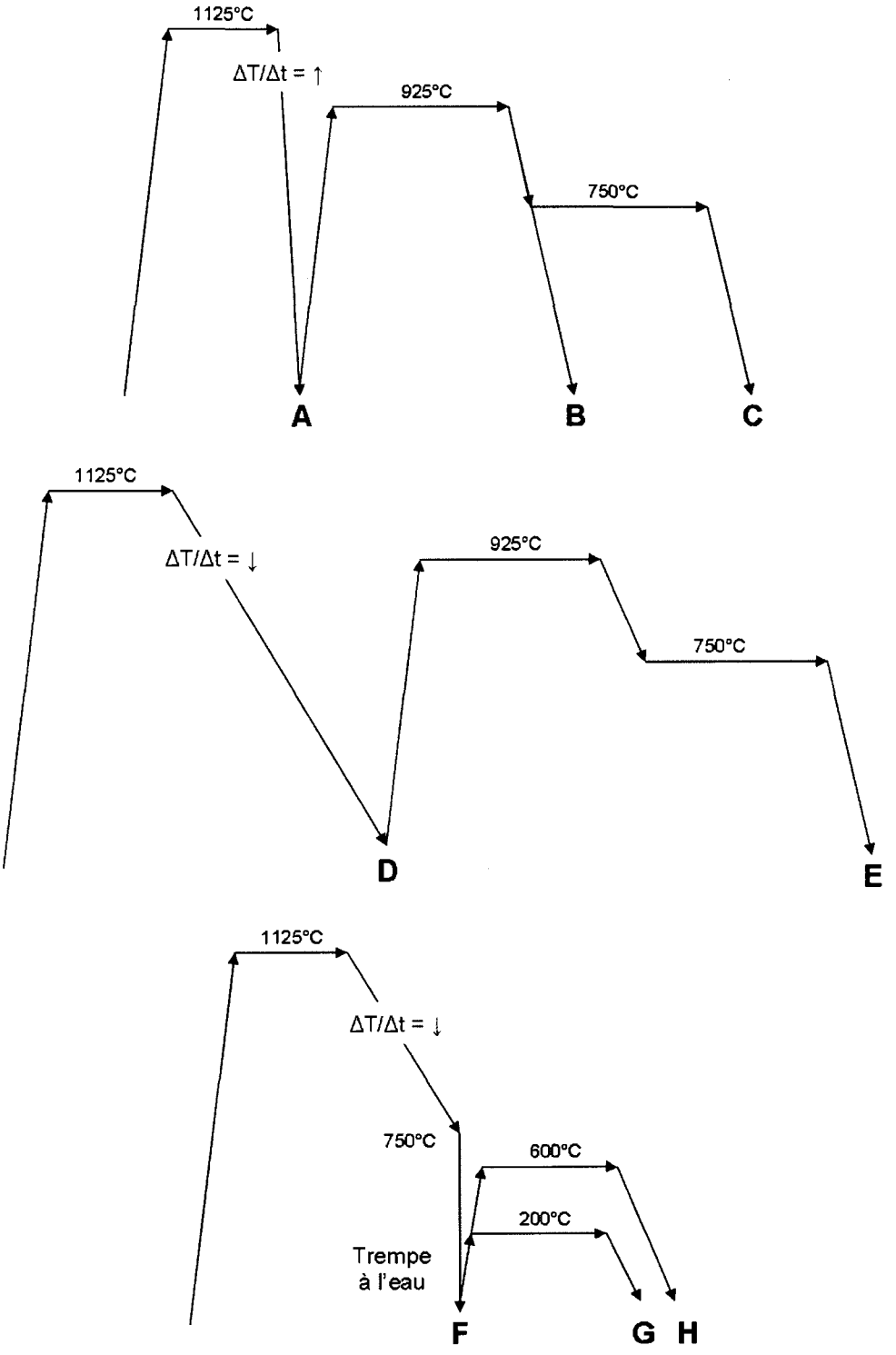


Figure 8.26 : Cycles thermiques étudiés sur le mélange CIPU1125

Tableau 8.11 : Propriétés du mélange CIPU1125 après divers cycles thermiques

Identification	Densité initiale (g/cm^3)	Densité finale (g/cm^3)	Dureté (HRC)	Résistance à la rupture (MPa)
1125A	6,33	7,48	38,1 ± 0,4	548,9
1125B		7,48	32,5 ± 1,7	832,5
1125C		7,47	27,1 ± 0,6	831,3
1125D		7,38	26,9 ± 2,3	481,3
1125E		7,33	15,7 ± 3,2	708,4
1125F		7,34	58,9 ± 3,5	128,0
1125G		7,29	56,5 ± 2,9	138,1
1125H		7,30	30,7 ± 4,7	277,2

Les microstructures obtenues sont montrées aux figures 8.27 et 8.28.

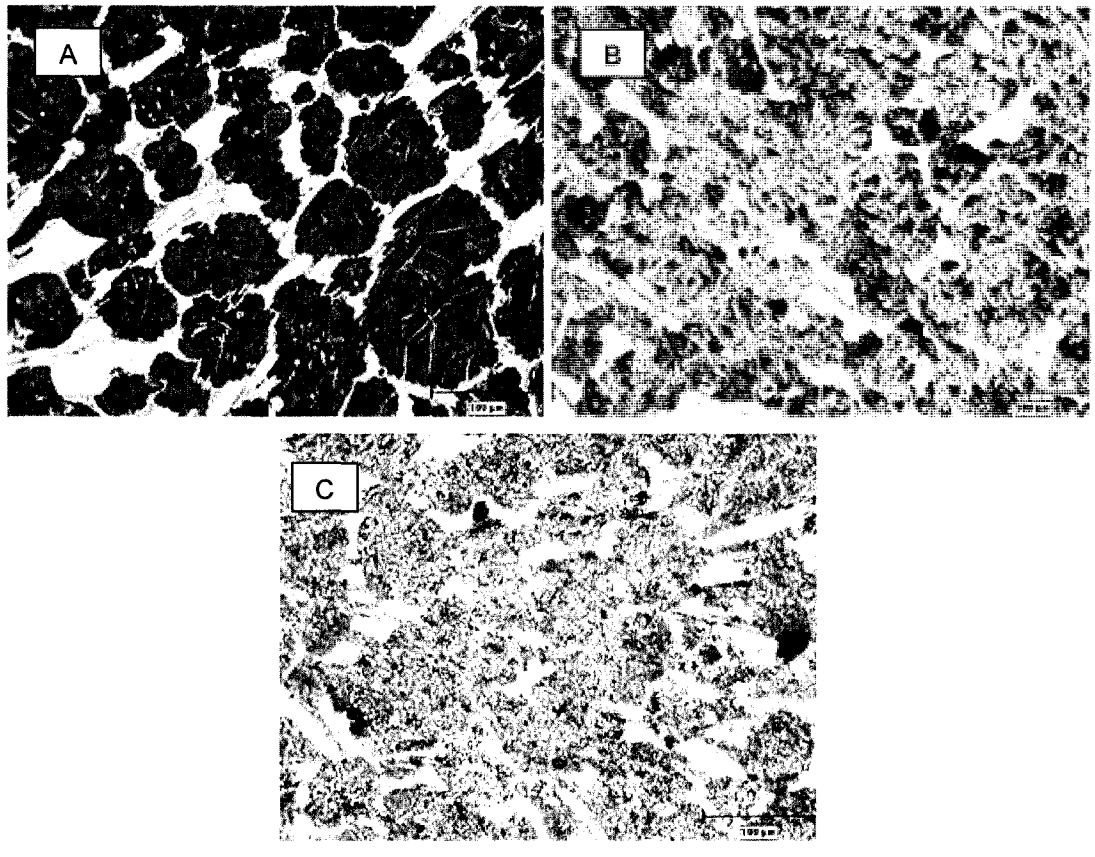


Figure 8.27 : Microstructures 1125A à C

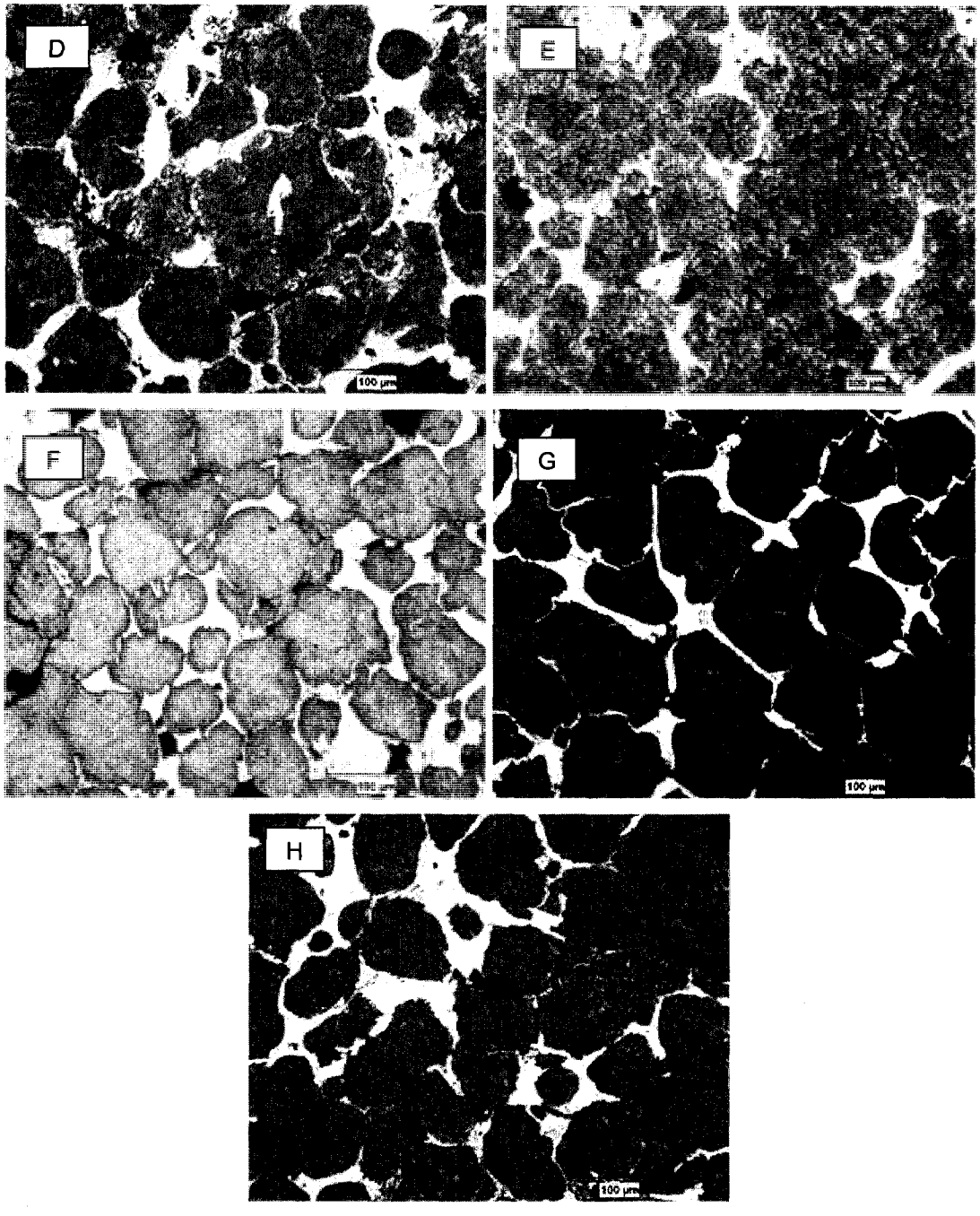


Figure 8.28 : Microstructures 1125D à H

Ces traitements thermiques montrent l'effet de maintiens à différentes températures, jumelé à l'effet du taux de refroidissement, sur la microstructure.

Ainsi, pour la première série d'échantillons (A, B et C), les traitements thermiques visaient à modifier la microstructure initiale obtenue après refroidissement rapide (voir figure 8.27A, identique à celle obtenue précédemment), tout en conservant la haute densité obtenue soit 7,48 g/cm³. Les résultats obtenus sur les échantillons B et C montrent qu'il est effectivement possible de maintenir cette haute densité, tout en modifiant légèrement la microstructure. Le maintien à 925 °C modifie tel qu'il est prévu les carbures massifs (le réseau de cémentite) sans toutefois les décomposer par graphitisation ($Fe_3C \rightarrow \gamma$ + graphite). En fait, tel qu'il a été expliqué précédemment, le potentiel de graphitisation du système sous 925 °C est trop faible pour générer une quantité importante de graphite à partir de la cémentite. Il n'y a donc pas de graphitisation qui se produit, simplement une sphéroïdisation localisée de certaines régions du réseau de cémentite, tel qu'il est montré à la figure 8.29.

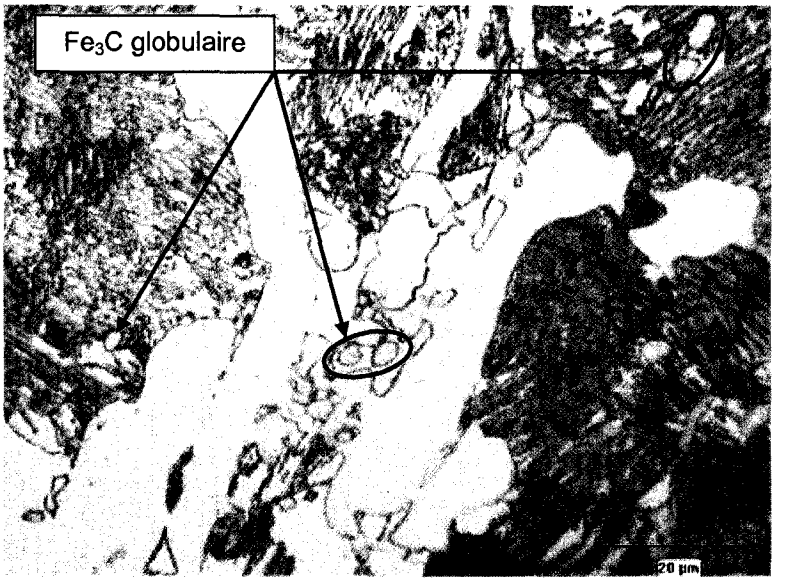


Figure 8.29 : Sphéroïdisation localisée de la cémentite

Le maintien à 750 °C mène quant à lui à une certaine sphéroïdisation de la perlite présente à l'extérieur du réseau de cémentite, sans toutefois générer de quantité importante de graphite libre. Comme précédemment, le potentiel de graphitisation du système est trop faible sous 925 °C, et on ne parvient pas à générer du graphite libre à partir des constituants déjà présents.

Pour ce qui est des valeurs de dureté, les deux maintiens parviennent à modifier la microstructure des échantillons en la rendant plus globulaire. Ceci se traduit par une diminution des valeurs de dureté (38,1, 32,5 et 27,1 HRC pour les échantillons 1125A, B et C respectivement) pour des densités identiques.

Par ailleurs, on remarque que la valeur de la résistance à la rupture de l'échantillon 1125A est relativement basse. En fait, une valeur de 549 MPa est inférieure à la valeur obtenue sur un échantillon typique FC-0208 possédant une densité de 6,3 g/cm^3 (~ 620 MPa (Metal Powder Industries Federation, 2003)). Le réseau de cémentite est fort probablement responsable de cette basse valeur. On observe toutefois une augmentation significative de la résistance à la rupture après le maintien à 925 °C (833 vs 549 MPa), conséquence directe de la modification du réseau de cémentite. En effet, bien que la quantité de cémentite n'ait pas diminué de façon significative, il semble que la sphéroïdisation localisée de la cémentite soit en grande partie responsable de cette augmentation de résistance à la rupture.

Il y a toutefois peu d'amélioration de la résistance à la rupture après le maintien à 750 °C (831 vs 833 MPa). En effet, la majeure partie de la sphéroïdisation de la cémentite ayant déjà eu lieu à 925 °C, le maintien à 750 °C ne modifie pas assez le réseau de cémentite qui est en grande partie responsable du comportement de l'échantillon lors de l'essai de rupture. La sphéroïdisation de la perlite ne semble donc pas pertinente dans l'amélioration des propriétés mécaniques de tels échantillons, notamment en raison de l'effet dominant du réseau de cémentite.

Les valeurs obtenues sont toutefois plus près de valeurs obtenues typiquement sur des échantillons FC-0208 possédant une densité de 6,7 g/cm^3, soit environ 860 MPa (Metal Powder Industries Federation, 2003).

Pour la seconde série d'échantillons (D et E), les densités sont moins élevées que pour la première série d'échantillons en raison du taux de refroidissement plus lent. Les valeurs de dureté sont également plus faibles, d'environ 10 HRC par rapport aux

échantillons refroidis rapidement. De même, les valeurs de résistance à la rupture sont également plus faibles, de 70 à 130 MPa de moins que les échantillons refroidis rapidement. La raison pour laquelle les valeurs de résistance à la rupture sont plus faibles est d'abord reliée à la densité, mais surtout à la présence de graphite libre dans la microstructure. Tel qu'il a été expliqué précédemment, le graphite généré lors du refroidissement est généralement situé aux joints de grains et non au centre des grains. La présence d'un tel constituant aux joints de grains ne peut évidemment pas améliorer les propriétés de résistance à la rupture. De même pour la dureté, ce constituant possède une dureté bien inférieure à celles des autres constituants, expliquant partiellement la baisse de dureté, tout en considérant également la baisse de densité.

Pour la troisième série d'échantillons (F, G et H), la microstructure obtenue est composée d'îlots martensitiques entourés du réseau de cémentite contenant du Fe_3P. La martensite a été revenue à deux températures afin d'améliorer la résistance à la rupture. Pour ces échantillons, les valeurs de duretés obtenues sont très élevées mais les valeurs de résistance à la rupture sont très faibles. La continuité du réseau de cémentite semble être en grande partie responsable de ces valeurs. Les revenus effectués sur la martensite n'ont que peu amélioré les valeurs de résistance à la rupture et diminué les valeurs de dureté.

Suite à l'obtention de ces échantillons, des essais d'usinabilité ont été effectués sur les échantillons montrant les microstructures les plus pertinentes.

8.11 Résultats d'usinabilité – Système Fe-C-P

Les premiers essais d'usinabilité ont été effectués sur les échantillons 1125A et 1125C possédant tous deux des densités de l'ordre de 7,5 g/cm³. Rappelons que l'échantillon 1125C a subi des recuits de 2h à 925 °C et 2h à 750 °C alors que l'échantillon 1125A a seulement été refroidi rapidement après le frittage. Les valeurs de dureté de ces échantillons sont respectivement de 38,1 et 27,1 HRC pour les échantillons 1125A et 1125C.

Les essais d'usinabilité effectués sur ces échantillons à l'aide de mèches HSS ont été très décevants. Il n'a été possible d'usiner qu'un nombre très faible de trous (1 et 2 trous respectivement) avant la rupture des outils. Pourtant, bien que la dureté des échantillons soit élevée, on aurait pu s'attendre à mieux en raison de la très haute densité de ces échantillons. La présence de cémentite très dure semble donc dominer sur la densité et la microstructure majoritairement perlitique, même sphéroïdisée.

Des essais d'usinabilité ont également été effectués sur les échantillons 1125D et 1125E possédant tous deux des densités de l'ordre de 7,35 g/cm³. Les valeurs de dureté de ces échantillons sont respectivement de 26,9 et 15,7 HRC pour les échantillons 1125D et 1125E.

Les résultats d'usinabilité sont supérieurs, alors qu'un total de 6 trous a été réalisé sur l'échantillon 1125D et 7 trous sur l'échantillon 1125E.

Par ailleurs, compte tenu des faibles propriétés mécaniques et des résultats initiaux obtenus sur les autres mélanges, l'usinabilité des échantillons possédant une microstructure martensitique (échantillons 1125F, G et H), n'a pas été évaluée. En plus de la cémentite, la martensite présente dans les microstructures de ces échantillons contribue à augmenter les valeurs de dureté, ce qui fait de ces échantillons des candidats peu disposés à l'usinage.

En somme, le tableau 8.12 résume les résultats d'usinabilité obtenus sur les mélanges caractérisés.

Tableau 8.12 : Résultats d'usinabilité – Mélanges CIPU1125

Identification	Densité (g/cm^3)	Dureté (HRC)	Nombre de trous avant rupture de l'outil
1125A	7,48	38,1 ± 0,4	1
1125C	7,47	27,1 ± 0,6	2
1125D	7,38	26,9 ± 2,3	6
1125E	7,33	15,7 ± 3,2	7

Face à ces résultats, nous sommes obligés de constater que dans une optique d'amélioration de l'usinabilité, les résultats sont décevants. Un tel nombre de trous percés avant rupture de l'outil est largement en deçà de nos attentes. Il était espéré que les traitements thermiques parviennent à modifier de façon plus significative le réseau de cémentite, ou que l'effet de la densité soit dominant dans la détermination de l'usinabilité.

8.12 Mélange CIPU1125, refroidissement très lent

Un dernier traitement thermique a été effectué afin de tenter d'obtenir des échantillons possédant une bonne usinabilité à partir du système Fe-C-P. Ainsi, en se basant sur les résultats présentés précédemment (voir section 8.6), il a été envisagé d'utiliser un taux de refroidissement très lent (2 °C/min entre 1125 et 925 °C) afin de diminuer grandement la quantité de cémentite et d'augmenter la présence de graphite libre à partir du mélange CIPU1125, avec comme conséquence envisagée une diminution importante de la dureté. Bien que le taux de refroidissement étudié soit inférieur à ceux couramment utilisés dans l'industrie de la M/P (taux de refroidissement supérieurs à 20 °C/min entre 1120 et 900 °C), il serait toutefois envisageable d'obtenir de tels taux de refroidissement en modifiant les paramètres des fours utilisés.

Des échantillons ont été pressés à 552 MPa (40 tsi), menant à des densités initiales de l'ordre de 6,3 g/cm^3. La microstructure obtenue suite au refroidissement très lent

(2 °C/min) est montrée à la figure 8.30. Les propriétés obtenues (densité, dureté, résistance à la rupture et quantité de cémentite) sont données au tableau 8.13.

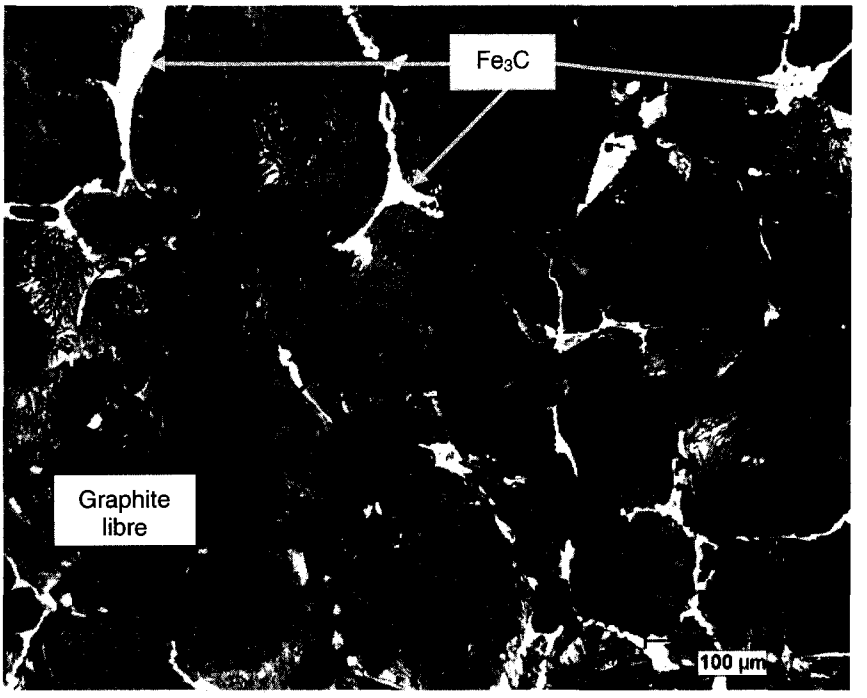


Figure 8.30 : Microstructure de l'échantillon 1125TL

Tableau 8.13 : Propriétés de l'échantillon 1125TL

Nom	Densité initiale (g/cm^3)	Densité finale (g/cm^3)	Dureté (HRB)	Résistance à la rupture (MPa)	Quantité de Fe_3C (%)	Quantité de graphite libre (%)
1125TL	6,32	6,91	90,4 ± 2,4	421,4	~ 7,7	~ 5,2

Tel que prévu, il s'agit d'une microstructure principalement perlitique avec présence d'un peu de cémentite (~ 7,7 %) et de graphite libre (~ 5,2 %). La dureté est effectivement plus faible que celles des échantillons refroidis plus rapidement (dureté ≥ 15 HRC). La valeur de résistance à la rupture est inférieure à celles obtenues précédemment pour les mélanges CIPU1125 n'ayant pas de microstructure majoritairement martensitique (par exemple, échantillon 1125C – 831,3 MPa ; voir tableau 8.11). Encore ici, cette valeur de résistance à la rupture est attribuée à la

présence de cémentite, mais surtout à la présence de graphite libre, notamment localisé entre les particules à cause de la graphitisation du carbone de la cémentite.

La quantité de graphite libre générée est intéressante, et elle explique la diminution de dureté et de densité (absolue) trouvée. Tel qu'il est décrit à la section 8.8, le changement de densité rapporté n'influence pas la densité relative de notre échantillon, qui est d'environ 96,8 %.

Afin de comparer la microstructure de ces échantillons avec les autres générées précédemment, l'usinabilité a été évaluée en perçage avec des outils HSS et les paramètres habituels (1500 rév/min et 1,5 mm/s). La courbe d'usinabilité obtenue est montrée à la figure 8.31 avec le mélange de référence FC-0208 (à base de MP35, pour une densité de 7,0 g/cm^3), et les résultats sont résumés au tableau 8.14.

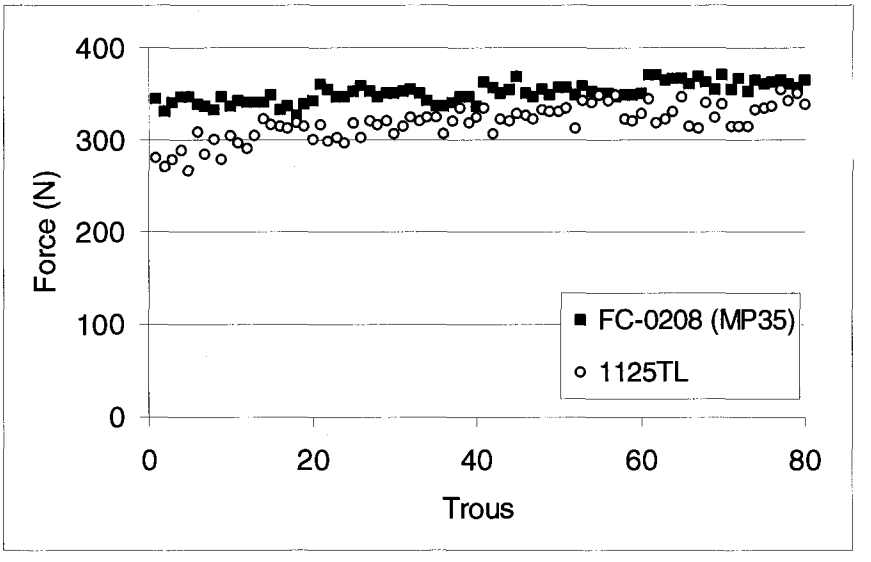


Figure 8.31 : Résultats d'usinabilité en perçage – 1125TL

Tableau 8.14 : Résultats d'usinabilité en perçage – 1125TL

Identification	Dureté (HRB)	Densité (g/cm^3)	Force moyenne (N)	Pente de la région linéaire ($\Delta F/\Delta N$)	Usure (%)
1125TL	90,4 ± 2,4	6,91	318,1	0,61	11,1 ± 0,7
FC-0208	87,2 ± 2,1	7,0	366,9	0,29	10,7 ± 1,0

Les résultats d'usinabilité obtenus sont bons, significativement supérieurs à ceux obtenus pour les autres mélanges CIPU1125 ayant subi divers traitements thermiques (1 à 7 trous percés avant rupture de l'outil). Cette amélioration de l'usinabilité est rendue possible grâce à la transformation du carbone sous forme de graphite lors du refroidissement lent. Cette transformation est responsable de l'amélioration de l'usinabilité par 1) à une diminution de la dureté, 2) à une lubrification de l'outil lors de la coupe et 3) à une diminution de la résistance des liens métallurgiques due aux faibles propriétés du graphite situé entre les particules.

En se basant sur les valeurs de force moyenne, on peut affirmer que l'usinabilité est légèrement supérieure à celle du mélange de référence. On note par contre une valeur élevée de la pente de la région linéaire (0,61) et de l'usure (11,1 %) par rapport au mélange standard. Ces valeurs élevées sont probablement attribuables à la présence d'une certaine quantité de cémentite dans la microstructure, en raison de la dureté plus élevée de ce constituant par rapport aux autres constituants présents dans la microstructure.

À propos de la présence de cémentite, il est possible de se demander s'il est possible de réduire encore plus la quantité de Fe_3C dans la microstructure finale de façon à améliorer davantage l'usinabilité de telles pièces. En considérant les résultats présentés à la section 8.10 (portant sur l'effet de divers cycles thermiques), on trouve que divers maintiens en température peuvent sphéroïdiser localement la cémentite, sans toutefois parvenir à affecter les carbures massifs. Dans ce cas-ci toutefois, les carbures ne sont plus aussi massifs, et un maintien à 950 °C pourrait possiblement être bénéfique.

Par ailleurs, il serait probablement possible de réduire la quantité de cémentite en diminuant la quantité de carbone totale du système, ce qui aurait toutefois comme conséquence une diminution de la densité absolue (voir section 8.7 sur l'optimisation du système) et donc de la densité relative.

Somme toute, l'élaboration de mélanges à partir du système Fe-C-P s'est révélée particulièrement intéressante quant à la quantité d'information qu'il a été possible d'obtenir relativement à l'effet des paramètres sur la densification et la microstructure. Il est possible que les microstructures élaborées soient appropriées pour des applications requérant une bonne résistance à l'usure, sans toutefois nécessiter des propriétés mécaniques élevées. En effet, les valeurs maximales de résistance à la rupture obtenues sont légèrement inférieures à celles obtenues sur des échantillons FC-0208 possédant une densité de 6,7 g/cm^3 (830 vs 860 MPa).

8.13 Travaux sur la poudre FGS1625

La poudre FGS1625 est une poudre de fonte qui a été élaborée dans le but d'obtenir des pièces haute densité par frittage supersolidus. Elle contient notamment 2,5 %Si et 1,55 % C après un cycle de ferritisation effectué afin d'améliorer sa compressibilité. Grâce à la maîtrise du cycle thermique, il est possible d'obtenir diverses microstructures à partir de cette poudre de base, microstructures pouvant contenir diverses quantités de ferrite, de perlite et de graphite libre.

Le but des travaux effectués sur des échantillons préparés à partir de la poudre FGS1625 est d'évaluer les propriétés et l'usinabilité de trois microstructures distinctes obtenues à partir de la même poudre de base à l'aide de divers cycles thermiques.

Les trois microstructures désirées sont identifiées :

- F : matrice ferritique et présence de graphite libre
- P : matrice largement perlitique avec présence de ferrite et graphite libre
- F / P : microstructure hybride contenant environ 50 % ferrite et 50 % perlite avec présence de graphite libre

Après le cycle de ferritisation effectué sur la poudre de base, des échantillons ont été pressés à 552 MPa (40 tsi), menant à des densités initiales de l'ordre de 6,2 g/cm^3. Les densités finales des échantillons varient légèrement selon le cycle thermique utilisé, se situant néanmoins entre 7,0 et 7,1 g/cm^3.

La figure 8.32 montre les trois microstructures obtenues par divers cycles thermiques effectués sur des échantillons obtenus avec la poudre FGS1625.

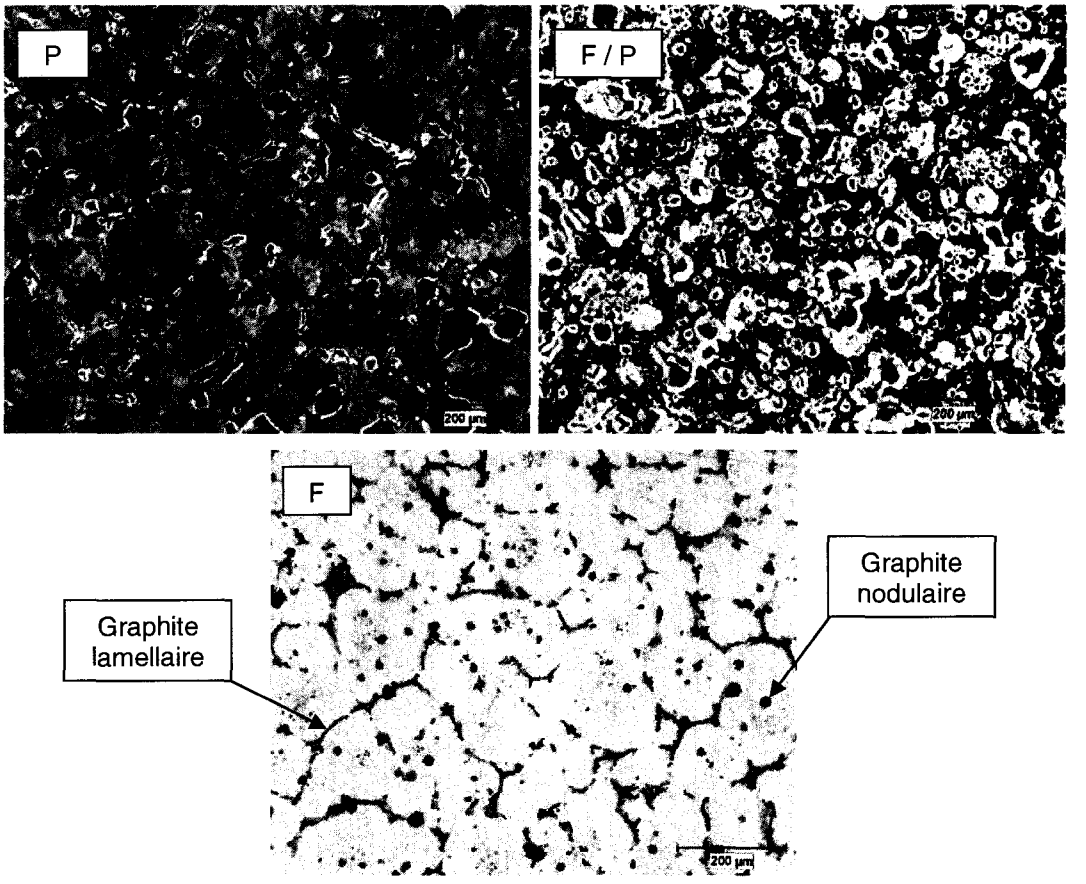


Figure 8.32 : Microstructures obtenues par divers cycles thermiques sur la poudre FGS1625

Les microstructures sont conformes aux attentes en raison de la maîtrise du cycle thermique. Ainsi, l'échantillon P est majoritairement perlitique mais il contient néanmoins une faible quantité de ferrite, principalement situé près du graphite libre. La perlite de cet échantillon est par ailleurs très fine tel qu'il est montré à la figure 8.33 par rapport à une référence obtenue sur un échantillon FC-0208 standard.

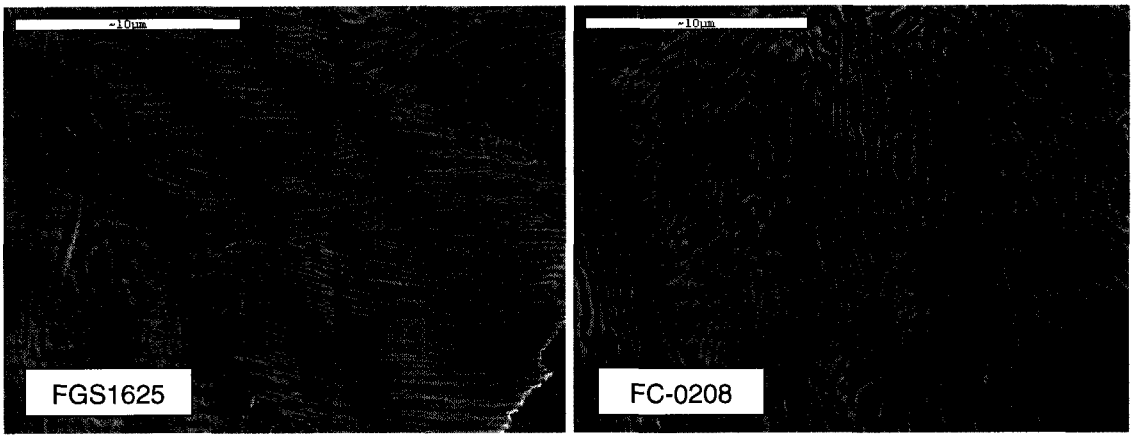


Figure 8.33 : Finesse de la perlite FGS1625

Par ailleurs, dans l'échantillon F qui est largement ferritique, le graphite libre est à la fois situé entre les particules et à l'intérieur de celles-ci. La morphologie du graphite situé entre les particules est plutôt lamellaire alors que la morphologie du graphite situé à l'intérieur des particules est plutôt nodulaire, tel qu'identifié sur la figure 8.32. Il est possible d'avancer que la présence de graphite sous forme nodulaire est conséquente au traitement de ferritisation effectué au préalable sur la poudre de base. Lors du frittage, ces nodules perdent une partie de leur carbone mais restent tout de même présents lors de la densification. Puis, lors du refroidissement, le carbone présent dans l'austénite peut précipiter à cet endroit, reformant les nodules initiaux.

Quant à la présence du graphite lamellaire situé entre les particules, sa morphologie est conséquente au frittage supersolidus alors que le liquide riche en carbone et en silicium est présent aux joints de grains et entre les particules. La précipitation du graphite à cet endroit est donc très fortement favorisée lors du refroidissement.

La dureté et la résistance à la rupture d'échantillons possédant ces diverses microstructures ont été mesurées. Les résultats obtenus sont comparés à des mélanges standards F-0000 et FC-0208 montrant des matrices semblables, sans la présence de graphite libre. Ces résultats sont montrés au tableau 8.15.

Tableau 8.15 : Propriétés d'échantillons obtenus à partir de la poudre FGS1625 après divers cycles thermiques

Identification	Densité initiale (g/cm^3)	Densité finale (g/cm^3)	Dureté (HRB)	Résistance à la rupture (MPa)
F	6,21	7,0	77,4 ± 2,4	400
F / P		7,0	90,1 ± 2,4	564
P		7,1	105,7 ± 2,7	1610
FC-0208	N/A	7,2	84	1069
F-0000	N/A	7,3	80	655

Les valeurs de dureté obtenues sur les échantillons à base de FGS1625 augmentent graduellement avec une augmentation de la teneur en perlite, ce qui est logique. Par ailleurs, ces valeurs sont élevées par rapport aux valeurs des mélanges standards respectifs. Cette différence est possiblement due à la présence de Si dans la ferrite et à la finesse des lamelles de perlite, ce qui contribue à l'augmentation de la dureté. En effet, pour une même composition chimique, la perlite ayant une plus faible distance interlamellaire aura une plus grande dureté (Dorlot, Baïlon & Masounave, 1986).

Les valeurs de résistance à la rupture de l'échantillon P sont significativement supérieures à celles du mélange standard FC-0208, pour des densités semblables. Encore ici, ceci est possiblement dû à la présence de Si dans la ferrite et à la finesse des lamelles de perlite de cet échantillon.

Par ailleurs, les valeurs de résistance à la rupture de l'échantillon F et de l'échantillon F / P sont inférieures au mélange standard F-0000, pour des densités légèrement inférieures. Ceci peut être dû à la présence de graphite libre localisé entre les particules. En effet, le graphite libre n'est pas principalement situé au centre des particules, mais bien entre celles-ci. Ainsi, la présence de graphite entre les particules peut diminuer la résistance à la rupture 1) en diminuant la cohésion entre les particules en raison des faibles propriétés mécaniques du graphite libre et 2) en agissant comme concentrateur de contrainte lorsque présent sous forme allongée et non globulaire.

8.14 Résultats d'usinabilité – FGS1625

L'usinabilité d'échantillons possédant les trois microstructures présentées a été évaluée en perçage. Des outils HSS ont été utilisés et les paramètres étaient les mêmes que ceux utilisés habituellement (1500 rév/min et 1,5 mm/s). Les courbes d'usinabilité obtenues, de même que les résultats obtenus sur un mélange de référence FC-0208 (à base de MP35), sont montrées à la figure 8.34 et les résultats sont résumés au tableau 8.16.

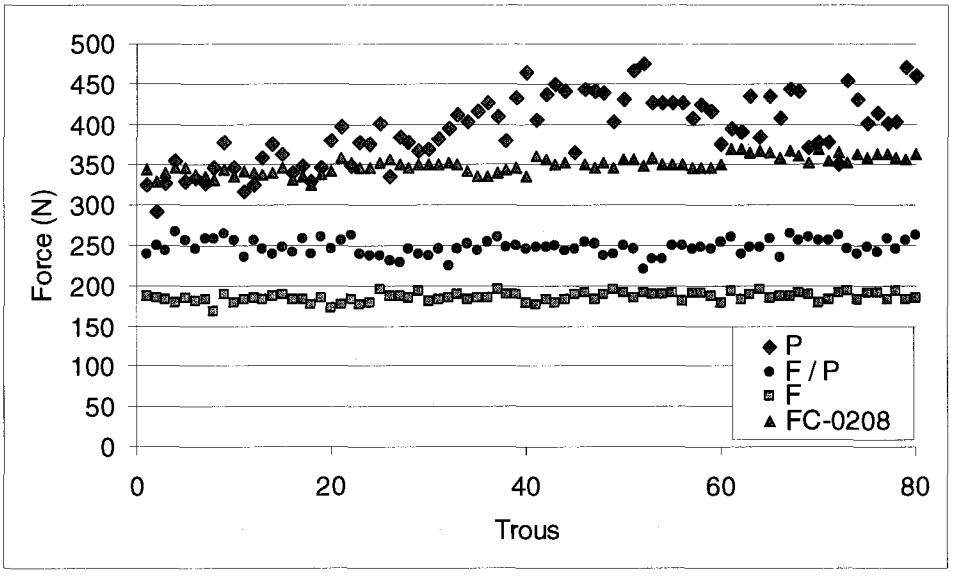


Figure 8.34 : Résultats d'usinabilité en perçage – FGS1625

Tableau 8.16 : Résultats d'usinabilité en perçage – FGS1625

Identification	Dureté (HRB)	Densité (g/cm³)	Force moyenne (N)	Pente de la région linéaire ($\Delta F/\Delta N$)	Usure (%)
F	77,4 ± 2,4	7,0	185,5	0,09	< 1,0
F / P	90,1 ± 2,4	7,0	247,9	0,03	1,8 ± 0,3
P	105,7 ± 2,7	7,1	393,5	1,23	13,2 ± 1,8
FC-0208	87,2 ± 2,1	7,0	350,4	0,29	10,7 ± 1,0

Les résultats d'usinabilité des échantillons F et F / P sont excellents, de loin supérieurs à tous les mélanges caractérisés depuis plusieurs années pour de telles duretés.

L'usure des outils est en particulier très basse. Cette excellente usinabilité semble être attribuable 1) à la présence de graphite libre, 2) à la haute densité et 3) aux faibles valeurs de résistance à la rupture de ces échantillons.

Ne serait-ce de ces faibles valeurs de résistance à la rupture, ces échantillons posséderaient toutes les caractéristiques pour être considérés comme étant optimisés pour l'usinabilité en raison de 1) leur valeurs de dureté très acceptables, 2) la présence de graphite libre et 3) la haute densité.

L'usinabilité des échantillons P est moyenne. En fait, tous les critères d'usinabilité étudiés indiquent qu'elle est inférieure à l'usinabilité d'un mélange FC-0208 standard de densité semblable. Il faut toutefois souligner que la dureté des échantillons P est significativement plus élevée que celle des échantillons FC-0208, soit 106 HRB vs environ 87 HRB.

Ces travaux illustrent bien le potentiel de la poudre FGS1625 qui permet d'obtenir d'une part d'excellents résultats en usinage et d'autre part d'excellentes valeurs de dureté et de résistance à la rupture. Bien qu'il soit toutefois difficile d'optimiser ces deux aspects à la fois, il semble que cette poudre se prête néanmoins à une multitude d'applications. En effet, en contrôlant le cycle thermique, il est possible d'optimiser soit la résistance à la rupture ou soit l'usinabilité, ou de trouver un compromis qui satisfait le mieux les exigences de l'application sélectionnée.

8.15 Comparaison de différents mélanges à usinabilité améliorée

Compte tenu des différentes approches utilisées dans cette thèse pour améliorer l'usinabilité, une compilation des meilleurs résultats obtenus est justifiée et nécessaire. Il faut toutefois se rappeler qu'il existe d'importantes différences microstructurales entre ces différents échantillons, et il est donc difficile de comparer directement les mélanges entre eux.

Ainsi, parmi tous les mélanges élaborés, le tableau 8.17 fait la compilation des mélanges donnant les meilleurs résultats lors de l'élaboration de mélanges à usinabilité améliorée. Les résultats obtenus pour ces mélanges sont montrés au tableau 8.18 et à la figure 8.35. Ainsi, en plus du mélange de référence FC-0208 (à base de MP35 pour une densité de 7,0 g/cm³), on trouve les résultats obtenus sur un mélange contenant 1,0 % MnS préalliés (MP37RS) et un mélange contenant du graphite libre (GRL3), un mélange obtenu à partir du système Fe-C-P (1125TL) et deux mélanges obtenus à partir de poudre FGS1625 (F et F / P).

Tableau 8.17 : Compilation des mélanges montrant les meilleurs résultats d'usinabilité

Mélange	Poudre de base	Graphite (%)	Additifs	Lubrifiant (%)
FC-0208	MP35	1,0	2,0 % Cu	0,75
MP37RS	MP37RS	1,0	2,0 % Cu	0,75
GRL3	MP39HC	1,6	10 % Poudre de fonte (4,4 %C) 0,2 % P	0,9
1125TL	MP39HC	1,3	15 % Poudre de fonte (4,4 %C) 0,5 %P	0,75
F	FGS1625	---	---	0,75
F / P	FGS1625	---	---	0,75

Tableau 8.18 : Résultats d'usinabilité des meilleurs mélanges élaborés

Mélange	Dureté (HRB)	Densité (g/cm³)	Force moyenne (N)	Pente de la région linéaire ($\Delta F/\Delta N$)	Usure (%)
FC-0208	87,2 ± 2,1	7,0	366,9	0,29	10,7 ± 1,0
MP37RS	77,8 ± 2,4	7,0	271,4	0,09	6,4 ± 0,1
GRL3	77,6 ± 1,4	6,8	268,3	0,26	11,7 ± 1,1
1125TL	90,4 ± 2,4	6,9	318,1	0,61	11,1 ± 0,7
F	77,4 ± 2,4	7,0	185,5	0,09	< 1,0
F / P	90,1 ± 2,4	7,0	247,9	0,03	1,8 ± 0,3

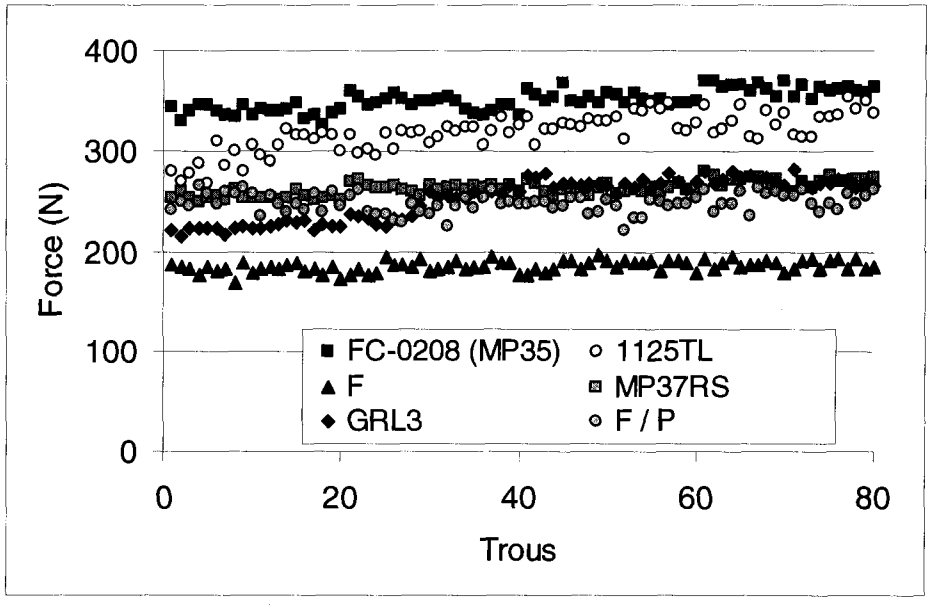


Figure 8.35 : Compilation des meilleurs résultats d'usinabilité

Ces mélanges possèdent tous une usinabilité supérieure à celle du mélange de référence FC-0208 à base de MP35, pour des densités similaires. Les valeurs de dureté sont toutefois inférieures pour les mélanges MP37RS, GRL3 et F (environ 78 HRB vs 87 HRB pour le mélange de référence). Ces valeurs de dureté sont toutefois très acceptables.

L'usinabilité du mélange F à base de FGS1625 est significativement supérieure à celle des autres mélanges, notamment en raison de sa microstructure (ferrite et graphite). L'usinabilité du mélange F / P est semblable à celle des deux mélanges ayant montré les plus basses forces de coupe lors de la comparaison de mélanges avec additifs, soit le mélange GRL3 (possédant ~ 1,1 % graphite libre) et le mélange à base de MP37RS (possédant 1,0 % MnS préalliés). L'usure de l'outil est toutefois significativement inférieure, tout comme les forces de coupe et la pente de la région linéaire, pour une dureté plus élevée (environ 90 vs 78 HRB). Ceci permet d'affirmer que, en exerçant une maîtrise du cycle thermique, les mélanges à base de poudre FGS1625 possèdent une usinabilité supérieure aux mélanges élaborés à l'aide d'additifs améliorant l'usinabilité.

Pour ce qui est du mélange 1125TL, il est intéressant de voir que celui-ci possède une usinabilité supérieure à celle du mélange de référence FC-0208, pour une valeur semblable de dureté (environ 90 HRB). Ce résultat est très encourageant compte tenu des résultats initiaux obtenus sur les mélanges CIPU1125. L'usinabilité est toutefois inférieure à celle des autres mélanges élaborés, probablement en raison de la présence de cémentite dans la microstructure.

En somme, plusieurs résultats de qualité, d'un point de vue usinabilité, ont été générés au cours des travaux effectués dans le cadre de ce doctorat. Parmi les systèmes étudiés, on découvre que la microstructure a un effet dominant dans la détermination de l'usinabilité, significativement plus important que la densité. Ceci étant dit, il est possible de considérer que les mélanges à base de FGS1625 (mélanges F et F / P) sont ceux qui possèdent la meilleure usinabilité pour les gammes de dureté étudiées, soit d'environ 80 à 90 HRB (F : 77,4 HRB et F / P : 90,1 HRB). Cette affirmation se base entre autres sur les faibles valeurs de force moyenne lors de la coupe, mais surtout sur les très faibles valeurs d'usure de l'outil (< 1,0 % pour le mélange F et 1,8 % pour le mélange F / P).

8.16 Conclusions

Les résultats présentés dans ce chapitre illustrent la somme des travaux effectués sur deux systèmes élaborés pour le frittage en phase liquide de pièces élaborées par M/P, dans une optique d'amélioration de l'usinabilité par une augmentation de la densité due à un important phénomène de densification.

Dans un premier temps, les travaux effectués sur le système Fe-C-P ont permis d'étudier l'effet de plusieurs paramètres sur la densification, tout en illustrant clairement la sensibilité du procédé au cycle thermique. Ces travaux ont ainsi permis l'atteinte de densités de l'ordre de 7,5 g/cm^3 ($\rho_{théorique} \approx 97$ %) pour plusieurs mélanges, notamment le mélange CIPU1125 (MP39HC + 15 % poudre de fonte (4,4 %C) + 1,3 % graphite +

0,5 %P + 0,75 % lubrifiant), générant des échantillons de haute dureté possédant des propriétés mécaniques et une usinabilité faible.

Des travaux portant sur l'optimisation du système ont permis de cerner une valeur en carbone total optimale pour diverses températures de frittage. Ainsi, pour une température de frittage de 1125 °C et une teneur en phosphore de 0,5 %, les plus hautes densités sont atteintes pour une valeur de carbone total entre 2,4 et 2,6 %. Par ailleurs, on trouve que les plus hautes densités sont atteintes pour une valeur de carbone total entre 2,2 et 2,4 % pour une température de frittage de 1150 °C et une teneur en phosphore de 0,4 %. Pour ce qui est des échantillons frittés à 1180 °C avec une teneur en phosphore de 0,4 %, la teneur en carbone optimale pour la densification de ces échantillons semble toutefois se situer près de 2,1 %.

Divers traitements thermiques ont réussi à modifier légèrement la microstructure et d'améliorer de façon significative la résistance à la rupture et l'usinabilité. Le traitement thermique optimal est un maintien 2h à 925 °C, suivi d'un maintien 2h à 750 °C.

Le fait saillant de ce chapitre est toutefois lié à l'étude et à la compréhension des phénomènes microstructuraux impliqués lors du procédé de densification. Les travaux ont entre autres montré l'effet significatif du taux de refroidissement sur la microstructure, notamment la présence de graphite libre, et conséquemment sur la densité. Ainsi, en présence d'un taux de refroidissement plus lent, la précipitation du carbone sous forme de graphite est rendue possible par la présence d'une phase liquide riche en phosphore, ce qui mène à une diminution de la densité absolue, sans pour autant affecter la densité relative. Ces travaux ont ainsi validé les observations initiales montrant qu'il ne semble pas possible d'obtenir à la fois une densification importante des pièces lors du frittage ($\rho_{absolue} > 7{,}5$ g/cm^3, $\rho_{théorique} > 97$ %) et la présence d'une importante quantité de graphite libre dans les pièces après frittage.

Dans un second temps, les travaux effectués à partir de la poudre FGS1625 ont illustré le potentiel très intéressant de cette poudre, notamment en raison de l'éventail de

microstructures et de propriétés qu'il est possible d'obtenir par la maîtrise du cycle thermique.

Ainsi, des densités de l'ordre de 7,0 et 7,1 g/cm^3 ont été obtenues, pour des microstructures contenant diverses quantités de ferrite, de perlite et de graphite libre. La perlite de ces échantillons est caractérisée par une très faible distance interlamellaire et le graphite libre est trouvé sous forme lamellaire et sous forme nodulaire. Ces aspects microstructuraux sont en partie responsables des valeurs de résistance à la rupture obtenues.

Pour tous les échantillons, on trouve des résultats d'usinabilité et des valeurs de dureté intéressants lorsque comparées à un mélange de référence FC-0208. Les résultats d'usinabilité obtenus pour le mélange F sont excellents, montrant des valeurs de force moyenne d'environ 185 N (en deçà des valeurs obtenues sur le mélange de référence (347 N)) et une usure négligeable de l'outil (< 1,0 %). Ces échantillons possèdent néanmoins une faible résistance à la rupture (400 MPa), notamment en raison de la présence de graphite lamellaire entre les particules. À l'opposé, les résultats obtenus sur les échantillons P ne sont pas aussi intéressants d'un point de vue usinabilité, mais les valeurs de résistance à la rupture sont élevées, 1610 MPa comparativement à 1069 MPa pour le mélange de référence FC-0208.

Somme toute, on trouve que l'amélioration de l'usinabilité par une augmentation significative de la densité est limitée par la microstructure de l'échantillon. En effet, parmi les systèmes étudiés, on découvre que la microstructure a un effet dominant dans la détermination de l'usinabilité, significativement plus important que la densité. L'élaboration de pièces à haute densité reste néanmoins d'intérêt en raison des bonnes propriétés mécaniques obtenues, et les travaux effectués rappellent la pertinence de l'effet du procédé sur la microstructure, et conséquemment sur les propriétés.

CHAPITRE 9 : CONCLUSIONS

Les travaux effectués dans le cadre de ce doctorat ont été dédiés à l'étude et à la compréhension de différents aspects entourant l'amélioration de l'usinabilité de pièces élaborées par métallurgie des poudres. Les travaux réalisés ont été séparés en trois chapitres majeurs et plusieurs résultats intéressants peuvent être tirés de chacun de ces trois chapitres.

Dans un premier temps, des travaux ont été réalisés concernant certains paramètres opérationnels reliés aux essais d'usinabilité. Ainsi, la vitesse de rotation de l'outil, la vitesse d'avance, la position de l'outil et le diamètre de l'outil sont tous des paramètres qui influencent les résultats obtenus lors des essais d'usinabilité et qui ont été étudiés. Les principaux résultats de ce chapitre sont résumés ici :

- Tout d'abord, au niveau de l'optimisation des paramètres de coupe, les travaux ont montré qu'une vitesse de rotation élevée couplée avec une basse vitesse d'avance mènent aux plus faibles forces de coupe et pentes de la région linéaire pour des opérations de perçage.

- La vitesse de rotation est le paramètre le plus important pour la détermination du comportement en usinage, alors que la position de la mèche dans le mors a peu d'importance.

- L'étude portant sur l'effet du taux d'enlèvement de matière illustre bien la variation des indicateurs d'usinabilité en fonction des paramètres de coupe. Cette étude illustre la sensibilité des indicateurs d'usinabilité et semble indiquer que la force moyenne montre un comportement plus régulier que l'usure de l'outil et la pente de la région linéaire dans la caractérisation de l'usinabilité.

- Des vitesses de rotation intermédiaires (1250 – 1750 rév/min) semblent optimales pour l'amélioration de l'usinabilité, peu importe le taux d'enlèvement de matière.

- La pente de la région linéaire de la courbe d'usinabilité a fait l'objet d'une caractérisation poussée en raison des difficultés d'utilisation de celle-ci comme indicateur de l'usinabilité. L'analyse de ces résultats illustre la grande variabilité de cet outil en raison des difficultés liées à la détermination de l'intervalle de la région linéaire.

- La force moyenne semble être le critère le plus facile à utiliser dans la caractérisation de l'usinabilité de pièces élaborées par M/P parmi les trois critères étudiés ici (force moyenne, pente de la région linéaire et usure de l'outil).

- Les travaux portant sur l'effet du diamètre de l'outil ont permis de montrer que les travaux effectués à petite échelle en laboratoire seraient transposables à plus grande échelle, pour la gamme de diamètres étudiés (3,175 – 6,35 mm).

Dans un second temps, l'effet de divers additifs sur l'usinabilité a été étudié, notamment à l'aide d'essais d'usinage et de caractérisation microstructurale. Les principaux résultats de ce chapitre sont résumés dans les points suivants :

- L'ajout de MoS_2 est favorable à l'amélioration de l'usinabilité et son utilisation adéquate est notamment régie par la composition du mélange et la maîtrise du procédé de frittage.

- Il a été possible au cours des travaux d'élaborer un mélange à usinabilité améliorée (Mo8A) ayant la composition suivante : MP37RS (1 % MnS préalliés) + 0,5 %MoS_2 + 0,25 %$CaCO_3$ + 0,1 %P + 2,0 %Cu + 1,0 % graphite + 0,9 % lubrifiant. Ce mélange a permis de rencontrer tous les objectifs fixés par rapport à un mélange de référence, notamment une réduction du changement

dimensionnel (0,42 vs 0,92 %), une réduction de coûts liée à la teneur en MoS_2 (0,5 vs 3,0 %) et une usinabilité supérieure (Force moyenne : 270,7 vs 327,8 N) par rapport à un mélange de référence (Mo1).

- Il a été démontré que l'amélioration de l'usinabilité par l'ajout de MoS_2 est principalement liée à la création de divers sulfures métalliques, entre autres par l'interaction entre le MoS_2 et le cuivre lors du frittage. La présence de sulfures métalliques lors de l'usinage est favorable à la formation des copeaux, ce qui mène à une réduction des forces de coupe et de l'usure de l'outil.

- Les travaux effectués sur l'enstatite ont montré que sa grande stabilité aux températures conventionnelles de frittage limite la diffusion du graphite, dont une certaine proportion reste ainsi libre dans les pores des échantillons. La présence de cuivre lors du frittage se montre particulièrement utile afin d'aider à la diffusion du graphite, ayant toutefois d'importants effets sur les autres propriétés des comprimés, notamment sur la dureté et sur le changement dimensionnel.

- En termes d'usinabilité, on trouve qu'un mélange contenant à la fois du cuivre et de l'enstatite (FER1 – MP37R + 3 % enstatite + 4,5 %Cu), possède une meilleure usinabilité et une dureté plus élevée qu'un mélange ne contenant ni cuivre, ni enstatite (FER4 – MP37R + 0 % enstatite + 0 %Cu).

- Les travaux portant sur l'effet des particules de sulfures de manganèse ont permis de montrer l'effet favorable de la densité et de la haute teneur en MnS préalliés sur l'usinabilité en perçage et en tournage. On trouve qu'une augmentation de la densité mène à une réduction des forces de coupe pour des mélanges contenant entre 0,0 et 0,65 % MnS préalliés, alors que pour les échantillons contenant 1,0 % MnS préalliés, la densité a peu d'effet sur le comportement en perçage. Ceci indique que la présence de cette teneur en MnS préalliés (1,0 %) est un facteur dominant par rapport à la densité dans l'amélioration de l'usinabilité.

- L'usinabilité de pièces contenant 1,0 % MnS préalliés est de loin supérieure à celle d'autres mélanges contenant de plus faibles quantités de MnS préalliés, pour un mélange de type FC-0208. Pour ces mélanges contenant 1,0 % MnS préalliés, tous les critères d'usinabilité étudiés sont plus faibles que pour les autres mélanges, en perçage comme en tournage. L'effet favorable de la présence de particules de MnS préalliées est notamment visible en perçage lorsque l'on compare les forces moyennes obtenues pour les échantillons contenant 1,0 % MnS (MP37RS) par rapport aux échantillons n'en contenant pas (MP35). On observe des réductions de l'ordre de 20 et de 40 % pour des densités de 7,0 et 6,7 g/cm^3.

- Les travaux portant sur l'effet du graphite ajouté ont permis d'illustrer l'importance de la maîtrise du carbone et de la dureté dans la caractérisation de l'usinabilité. Il a été trouvé que l'usinabilité peut être significativement différente pour des différences de l'ordre de 0,2 %C (ou 8 – 10 HRB).

- L'effet favorable du graphite grossier sur l'usinabilité a également été montré, alors que les forces de coupe sont légèrement inférieures (de quelques N dans chaque cas) pour un ajout de 0,1 % de graphite grossier.

- En M/P, le principal problème lié à la présence de graphite libre repose sur la difficulté à en conserver une quantité importante lors du frittage. Grâce au mélange élaboré (GRL3 : MP39HC + 10 % poudre de fonte (4,4%C) + 1,6 % graphite + 0,2 %P + 0,9 % lubrifiant) et au cycle thermique utilisé, il a été possible de conserver une importante quantité de graphite libre dans la microstructure de pièces frittées (~ 1,1 % massique). La présence de graphite libre s'est ainsi avérée très favorable pour l'usinabilité, les forces de coupe étant graduellement plus basses avec une augmentation de la quantité de graphite libre.

- Les mélanges élaborés ont par la suite été comparés entre eux et les résultats ont montré que les mélanges possédant la meilleure usinabilité contenaient soit des particules de MnS préalliées (1,0 % – MP37RS) ou soit du graphite libre (~ 1,1 % – GRL3). Ces mélanges possèdent une usinabilité de loin supérieure à celle du mélange de référence (FC-0208) pour des valeurs de dureté équivalentes (78 – 80 HRB).

Par la suite, les travaux se sont orientés vers l'élaboration et la caractérisation de systèmes menant à de hautes densités lors du frittage. Les travaux ont été réalisés dans une optique d'amélioration de l'usinabilité par une augmentation de la densité due à un important phénomène de densification. Les principaux résultats de ces travaux sont :

- Les travaux effectués sur le système Fe-C-P ont permis d'étudier l'effet de plusieurs paramètres sur la densification, tout en illustrant clairement la sensibilité du procédé au cycle thermique. Ces travaux ont ainsi permis l'atteinte de densités de l'ordre de 7,5 g/cm^3 ($\rho_{théorique} \approx 97$ %) pour plusieurs mélanges, notamment le mélange CIPU1125 (MP39HC + 15 % poudre de fonte (4,4 %C) + 1,3 % graphite + 0,5 %P + 0,75 % lubrifiant), générant des échantillons de haute dureté possédant des propriétés mécaniques et une usinabilité faible.

- Pour une température de frittage de 1125 °C et une teneur en phosphore de 0,5 %, les plus hautes densités sont atteintes pour une valeur de carbone total entre 2,4 et 2,6 %. Les plus hautes densités sont atteintes pour une valeur de carbone total entre 2,2 et 2,4 % pour une température de frittage de 1150 °C et une teneur en phosphore de 0,4 %. Pour ce qui est des échantillons frittés à 1180 °C avec une teneur en phosphore de 0,4 %, la teneur en carbone optimale pour la densification de ces échantillons semble toutefois se situer près de 2,1 %.

- Divers traitements thermiques ont modifié légèrement la microstructure et amélioré de façon significative la résistance à la rupture et l'usinabilité. Le traitement thermique optimal est un maintien 2h à 925 °C, suivi d'un maintien 2h à 750 °C.

- Les travaux liés à l'étude et à la compréhension des phénomènes microstructuraux impliqués lors du procédé de densification ont montré l'effet significatif du taux de refroidissement sur la microstructure, notamment la présence de graphite libre, et conséquemment sur la densité. En présence d'un taux de refroidissement plus lent, la précipitation du carbone sous forme de graphite est rendue possible par la présence d'une phase liquide riche en phosphore, ce qui mène à une diminution de la densité absolue, sans pour autant affecter la densité relative.

- Il ne semble pas possible d'obtenir à la fois une densification importante des pièces lors du frittage ($\rho_{absolue} > 7,5$ g/cm^3, $\rho_{théorique} > 97$ %) et la présence d'une importante quantité de graphite libre dans les pièces après frittage pour des mélanges semblables en composition à ceux élaborés.

- Les travaux effectués à partir de la poudre FGS1625 ont illustré le potentiel très intéressant de cette poudre en raison de l'éventail de microstructures et de propriétés qu'il est possible d'obtenir par la maîtrise du cycle thermique.

- Des densités de l'ordre de 7,0 et 7,1 g/cm^3 ont été obtenues pour des microstructures contenant diverses quantités de ferrite, de perlite et de graphite libre.

- La perlite de ces échantillons est caractérisée par une très faible distance interlamellaire et le graphite libre est trouvé sous forme lamellaire et sous forme nodulaire. Ces aspects microstructuraux sont en partie responsables des valeurs de résistance à la rupture obtenues.

- Les résultats d'usinabilité obtenus pour le mélange F sont excellents, montrant des valeurs de force moyenne d'environ 185 N (en deçà des valeurs obtenues sur le mélange de référence (347 N)) et une usure négligeable de l'outil (< 1,0 %). Ces échantillons possèdent néanmoins une faible résistance à la rupture (400 MPa), notamment en raison de la présence de graphite lamellaire entre les particules.

- Les résultats obtenus sur les échantillons P ne sont pas aussi intéressants d'un point de vue usinabilité, mais les valeurs de résistance à la rupture sont élevées, 1610 MPa comparativement à 1069 MPa pour le mélange de référence FC-0208.

- L'amélioration de l'usinabilité par une augmentation significative de la densité est limitée par la microstructure de l'échantillon. Parmi les systèmes étudiés, on découvre que la microstructure a un effet dominant dans la détermination de l'usinabilité, significativement plus important que la densité.

RÉFÉRENCES

[1] Abbasi, H.R., Bazdar, M. Halvaee, A. (2007). Effect of phosphorus as an alloying element on microstructure and mechanical properties of pearlitic gray cast iron. *Materials Science and Engineering A, 444*(1-2), 314–317.

[2] Abbott, A.G., Ball, W.G., Wartman, H., Akpan, E. (1995). Machining – A discussion of some variables. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1995*, (Vol. 2, pp. 69-89). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[3] Adda, Y., Philibert, J. (1966). *La diffusion dans les solides*. Saclay: Institut national des sciences et techniques nucléaires.

[4] Agapiou, J.S., DeVries, M.F. (1988). Machinability of powder metallurgy materials. *The International Journal of Powder Metallurgy, 24*(1), 47-57.

[5] Agapiou, J.S., Halldin, G.W., DeVries, M.F. (1989). Effect of porosity on the machinability of P/M 304L stainless steel. *The International Journal of Powder Metallurgy, 25*(2), 127-139.

[6] Akagi, N., Haas, M., Sato, M., Seki, Y. (2001). Tensile, machinability, and fatigue properties of pre-alloyed free cutting steel powder. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 2001*, (Vol. 6, pp. 40-49). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[7] Andersen, P.J., Hirschhorn, J.S. (1975). The influence of some metallurgical variables on the machinability of sintered steels. *Influence of Metallurgy on Machinability – Proceedings from an international symposium*, (pp. 143-158). Metals Park, OH: ASM.

[8] Andersen, P.J., Hirschhorn, J.S. (1976). Use of additives to improve the machinability of sintered steels. *Modern developments in powder metallurgy*, (Vol. 10, pp. 477-489). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[9] ASM International. (1989). Traditional Machining Processes. In *Machining*, (Vol. 16, pp. 133-417) Materials Park, OH: ASM International.

[10] Bagur, F. (1999). Matériaux pour outils de coupe. In *Génie Mécanique* (Vol. BM 7080, pp. 1-16). Paris: Techniques de l'ingénieur. Consulté le 18 décembre 2006, tiré de Techniques de l'ingénieur.

[11] Banerjee, S., Gemenetzis, V., Thümmler, F. (1980). Liquid phase formation during sintering of low-alloy steels with carbide-base master alloy additions. *Powder Metallurgy, 23*(3), 126-129.

[12] Beiss, P. (1989). Finishing processes in powder metallurgy. *Powder Metallurgy, 32*(4), 277-284.

[13] Beiss, P., Kutsch, U. (1996). Machinability of stainless steel 430LHC. *Powder Metallurgy, 39*(1), 66-70.

[14] Bellot, J. (1980). Steels with improved machinability. *Metal science and heat treatment, 22(*11), 794-799.

[15] Berg, S. (1997). Machinability of sintered steels. Guidelines for turning, drilling and tapping. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials - 1997*, (Vol. 2, pp.145-154). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[16] Berg, S., Mars, O. (2001). Investigating the relationship between machinability additives and machining parameters. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials - 2001*, (Vol. 6, pp. 50-55). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[17] Bernache-Assollant, D. (1993). *Chimie-physique du frittage.* Paris: Éditions Hermès.

[18] Bernache-Assollant, D., Bonnet J.-P. (2005). Frittage: aspects physico-chimiques, Partie 2: frittage en phase liquide. In *Physique Chimie*, (Vol. AF 6621, pp. 1-12). Paris: Techniques de l'Ingénieur. Consulté le 18 décembre 2006, tiré de Techniques de l'ingénieur.

[19] Berner, D., Exner, H.E., Petzow, G. (1973). Swelling of iron-copper mixtures during sintering and infiltration. *Modern Developments in Powder Metallurgy*, (Vol. 6, pp. 237-249). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[20] Bhattacharya, D. (1987). Machinability of steel. *Journal of metals, 39*(3), 32-35.

[21] Billington, J.C., Fletcher, C., Smith, P. (1973). Iron-Copper-Tin sintered compacts. *Powder Metallurgy, 16*(32), 327-350.

[22] Blais, C., Lapointe, P., L'Espérance, G., Boilard, P., Boisvert, M. (2006). Effect of microstructure on the machinability of sintered P/M parts for turning and drilling operations. *PowderMet 2006*. San Diego, CA.

[23] Blais, C., Serafini, R.E., L'Espérance, G. (2005). Effect of hydrogen concentration in cooling zone on sinter hardening. *The International Journal of Powder Metallurgy, 41*(4), 33-41.

[24] Blais, C., Young, B., L'Espérance, G. (2002). Hard Turning of Parts Made From Sinter Hardenable Powders. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials - 2002*, (vol. 12, pp. 1-13). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[25] Boilard, P. (2002). *Étude de paramètres influençant le changement dimensionnel en métallurgie des poudres*. Projet de fin d'études en génie des matériaux, École Polytechnique de Montréal, Québec, Canada.

[26] Bolton, J.D., Baah, H.O. (1991). Liquid Phase Sintering of Various High Speed Steels with Copper - Phosphorus Addition. *Powder Metallurgy, 34*(4), 273-279.

[27] Bono, M., Ni, J. (2002). A Method for Measuring the Temperature Distribution Along the Cutting Edges of a Drill. *Journal of Manufacturing Science and Engineering, 124*(4), 921-923.

[28] Boulger, F.W. (1990). Machinability of Steels. In *Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys*, (Vol. 1, pp. 591-602). Materials Park, OH: ASM International.

[29] Bouvard, D. (2002). *Métallurgie des poudres*. Paris: Hermès Sciences Publications.

[30] Breitzig, R.W. (1989). Machining of Nickel and Nickel Alloys. In *Machining*, (Vol. 16, pp. 835-843). Materials Park, OH: ASM International.

[31] Cadle, T., Bopp, F., Landgraf, C. (1998). Why sintered powder metal standard machinability tests don't work and an alternative approach that does. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1998*, (Vol. 1, pp. 3-15). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[32] 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.

[33] Capus, J.M., Fournel, C. (1981). The influence of mix composition on the machinability sintered iron. *Modern developments in powder metallurgy*, (Vol. 13, pp. 137-142). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[34] Causton, R.J. (1995). Machinability of P/M steels. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1995*, (Vol. 2, pp. 149-170). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[35] Causton, R.J., Cimino, T.M. (1998). Machinability of P/M Steels. In *Powder Metal Technologies and Applications*, (Vol. 7, pp. 671-680). Materials Park, OH: ASM International.

[36] Causton, R.J., Cimino, T.M., Scanlon, H.M. (1994). Machinability improvement of P/M steels. Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1994, (Vol. 7, pp. 169-191). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[37] Chandler, H.E. (1989). Machining of Reactive Metals. In *Machining*, (Vol. 16, pp. 844-857). Materials Park, OH: ASM International.

[38] 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.

[39] Chikahata, K., Hayashi, K. (2002). *Study on Fe-Cu-Sn-P sintered valve guide material with high machinability and wear resistance, with added solid lubrication.* Japon: Hitachi Powdered Metals Ltd. Consulté le 18 décembre 2006, tiré de http://www.hitachi-pm.co.jp/english/seihin/tec-report/2002/pdf/tec2002_e_04.pdf

[40] Chopra, K.S. (1987). Improvement of machinability in PM parts using manganese sulfide. *Progress in Powder Metallurgy*, (Vol. 43, pp. 501-510). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[41] Chopra, K.S. (1988). Manganese sulfide in machining grade ferrous P/M alloys. *Modern Developments in Powder Metallurgy*, (Vol. 21, pp. 361-379). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[42] Chou, Y.K. (2003). Hard turning of M50 steel with different microstructures in continuous and intermittent cutting. *Wear, 255*(7-12). 1388-1394.

[43] Ciloglu, C., Gagné, M., Laraque, E., Poirier, J., Tremblay, Y., Trudel, Y. (1990). *Machinable-grade, ferrous powder blend containing boron nitride and method thereof.* Brevet américain 4,927,461. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office. Consulté le 16 décembre 2006, tiré de Google Patents.

[44] Cimino, T.M., Luk, S.H. (1995). Machinability evaluation of selected high green strength P/M materials. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1995*, (Vol. 2, pp. 129-148). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[45] Conicity.com. (2008). Introduction to edge preparation. Conicity Technologies. Consulté le 15 mai 2008, tiré de http://www.conicity.com/edgeprepintro.htm

[46] Cook, N.H. (1975). What is machinability. *Influence of Metallurgy on Machinability – Proceedings from an international symposium*, (pp. 1-10). Metals Park, OH: ASM.

[47] Courtney, T.H. (1984). Densification and structural development in liquid phase sintering. *Metallurgical Transactions A*, *15A*(6), 1065-1074.

[48] Daver, E.M., Trombino, C.J. (2006). State of the PM Industry in North America - 2006. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 2006*, (pp. 1-10). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[49] Daver, E.M., Trombino, C.J. (2007). State of the PM Industry in North America - 2007. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 2007*, (pp. 1-9). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[50] David, E. (2001). Shrinkage in Nodular Iron. *Ductile Iron News*, (Vol. 3). Consulté le 20 mars 2008, tiré de http://www.ductile.org/Magazine/2001_3/elidavid.htm

[51] Dorlot, J.-M., Baïlon, J.-P., Masounave, J. (1986). *Des Matériaux* (2e éd.). Montréal: Éditions de l'École Polytechnique de Montréal.

[52] Dormer. (2005). *Technical Handbook.* Consulté le 18 décembre 2006, tiré de http://www.dormertools.com

[53] Engström, U. (1983). Machinability of sintered steels. *Powder Metallurgy, 26*(3), 137-144.

[54] Eudier, M. (1994). Fabrication des produits frittés. In *Matériaux métalliques* (Vol. M 864. pp. 1-9). Paris: Techniques de l'Ingénieur. Consulté le 18 décembre 2006, tiré de Techniques de l'ingénieur.

[55] Felder, É. (1997). Procédés d'usinage – Présentation. In *Génie Mécanique* (Vol. B 7000, pp. 1-16). Paris: Techniques de l'Ingénieur. Consulté le 18 décembre 2006, tiré de Techniques de l'ingénieur.

[56] Finn, M.E. (1989). Machining of Carbon and Alloy Steels. In *Machining,* (Vol. 16, pp. 666-680). Materials Park, OH: ASM International.

[57] Fricke, W.K., Maloy, S.E. (1998). Effect of the mean particle size of manganese sulfide on powdered metal valve guides. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1998*, (Vol. 1, pp. 35-40). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[58] Fulmer, J.J., Blanton, J.M. (1992). The effect of microstructure on the machinability of an MPIF FC-0208 copper steel. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1992*, (Vol. 4, pp. 283-296). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[59] Gagné, M., Danaher, J.A. (1998). Influence of drilling parameters on the machinability of P/M materials. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1998*, (Vol. 1, pp. 17-33). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[60] German, R.M. (1998). *Powder Metallurgy of Iron and Steel.* Toronto: Wiley.

[61] German, R.M. (1985). *Liquid Phase Sintering.* New York: Plenum Press.

[62] German, R.M. (1996). *Sintering Theory and Practice.* Toronto: John & Wiley Sons.

[63] German, R.M. (1997). Supersolidus liquid-phase sintering of prealloyed powders. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, 28A*(7), 1553-1567.

[64] German, R.M., D'Angelo, K.A. (1984). Enhanced sintering treatments for ferrous powders. *International Metals Reviews, 29*(4), 249-272.

[65] Gol'dshtein, Y.E., Morozov, A.N. (1980). Steels with selenium and calcium. *Metal Science and Heat Treatment, 22*(11-12), 787-793.

[66] Graham, D. (1998). Machining PM parts. *Manufacturing Engineering, 120*(1), 64-70.

[67] Hayashi, K., Shikata, H., Ikenoue, Y., Ishii, K., Chikahata, K., Goto, G. (1996). Enhanced machinability of valve guides made from PM materials. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1996*, (Vol. 4, pp. 117-121). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[68] Heath, P.J. (1989). Ultrahard Tool Materials. In *Machining*, (Vol. 16, pp. 105-117). Materials Park, OH: ASM International.

[69] Henkin, A., Datsko, J. (1963). Influence of physical properties on machinability. *Journal of Engineering for Industry, Transactions of the ASME, 85*(4), 321-328.

[70] Höganäs AB. (1998). *Machining Guidelines*. Höganäs handbook for sintered components.

[71] Huppmann, W.J., Bauer, W. (1975). Characterization of the degree of mixing in liquid-phase sintering experiments. *Powder Metallurgy, 18*(36), 249-258.

[72] Huppmann, W.J., Riegger, H., Kaysser, W.A., Smolej, V., Pejnovik, S. (1979). The elementary mechanisms of liquid phase sintering. *Zeitschrift für Metallkunde, 70*(11), 707-713.

[73] Ihn, T.-H., Lee, S.-W., Joo, S.-K. (1994). Effect of transition metal addition on liquid phase sintering of W-Cu. *Powder Metallurgy, 37*(4), 283-288.

[74] Imprex Inc. (1988). *Impregnation – An Overview.* Milwaukee, WI: Imprex Inc.

[75] International Monetary Fund. (2008). *Primary Commodity Prices.* International Monetary Fund. Consulté le 13 février 2008, tiré de http://www.imf.org

[76] James, B.A. (1985). Liquid phase sintering in ferrous powder metallurgy. *Powder Metallurgy, 28*(3), 121-130.

[77] Jamil, S.J., Chadwick, G.A. (1985). Investigation and analysis of liquid phase sintering of Fe-Cu and Fe-Cu-C compacts. *Powder Metallurgy, 28*(2), 65-71.

[78] Jenkins, L.R., Forrest, R.D. (1990). Ductile Iron. In *Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys*, (Vol. 1, p. 49). Materials Park, OH: ASM International.

[79] Jiang, L., Cui, K., Hänninen, H. (1996). Effects of the composition, shape factor and area fraction of sulfide inclusions on the machinability of re-sulfurized free-machining steel. *Journal of Materials Processing Technology, 58*(2-3), 160-165.

[80] Johnson, J.L., German, R.M. (1994). Chemically activated liquid phase sintering of tungsten-copper. *The International Journal of Powder Metallurgy, 30*(1), 91-101.

[81] Kalpakjian, S., Schmid, S. R. (2006). *Manufacturing Engineering and Technology* (5e éd.). Upper Saddle River: Pearson Prentice Hall.

[82] Kaysser, W.A., Huppmann, W.J., Petzow, G. (1980). Analysis of dimensional changes during sintering of Fe-Cu. *Powder Metallurgy, 23*(2), 86-91.

[83] Kaysser, W.A., Petzow, G. (1985). Present state of liquid phase sintering. *Powder Metallurgy, 28*(3), 145-150.

[84] Kaysser, W.A., Takajo, S., Petzow, G. (1984). Particle growth by coalescence during liquid phase sintering of Fe-Cu. *Acta Metallurgica, 32*(1), 115-122.

[85] Kendall, L.A. (1989). Tool Wear and Tool Life. In *Machining*, (Vol. 16, pp. 37-48). Materials Park, OH: ASM International.

[86] Khraisat, W. (2004). *Tailoring of Liquid Phase Sintering and Microstructure of Sintered Steel.* Ph.D. Chalmers University of Technology, Göteborg, Suède.

[87] Khraisat, W., Nyborg, L. (2000). Liquid phase sintering of steel powder. *International Conference EUROMAT 99*, (Vol. 8, pp. 222-228). Weinheim, Allemagne: Wiley-VCH.

[88] Khraisat, W., Nyborg, L. (2003). Liquid phase sintering of ferrous powder by carbon and phosphorus control. *Powder Metallurgy, 46*(3), 265-270.

[89] Kimura, Y., Wakabayashi, T., Okada, K., Wada, T., Nishikawa, H. (1999). Boron nitride as a lubricant additive. *Wear, 232*(2), 199-206.

[90] Kingery, W.D. (1959). Densification during Sintering in the Presence of a Liquid Phase. I. Theory. *Journal of Applied Physics, 30*(3), 301-306.

[91] Kingery, W.D., Narasimhan, M.D. (1959). Densification during Sintering in the Presence of a Liquid Phase. II. Experimental. *Journal of Applied Physics, 30*(3), 307-310.

[92] Kononenko, W.L. (1976). Some Laws Governing Tool Wear during Machining of Porous Material. *Powder Metallurgy International, 2*, 24-28.

[93] Kovacs, B. (1991). Heat Treating of Gray Irons. In *Heat Treating*, (Vol. 4, pp. 670-681). Materials Park, OH: ASM International.

[94] Krecar, D., Vassileva, V., Danninger, H., Hutter, H. (2004). Characterization of the distribution of the sintering activator boron in powder metallurgical steels with SIMS. *Analytical and Bioanalytical Chemistry, 379*(4), 605-609.

[95] Krecar, D., Vassileva, V., Danninger, H., Hutter, H. (2004). Phosphorus as sintering activator in powder metallurgical steels: characterization of the distribution and its technological impact. *Analytical and Bioanalytical Chemistry, 379*(4), 610-618.

[96] Kronenberg, M. (1966). *Machining science and application: theory and practice for operation and development of machining processes.* Oxford: Pergamon Press.

[97] Kuroki, H., Han, G., Shinozaki, K. (1999). Solution-Reprecipitation mechanism in Fe-Cu-C during liquid phase sintering. *The International Journal of Powder Metallurgy, 35*(2), 57-62.

[98] Kvist, S.A. (1969). Turning and drilling of some typical sintered steels. *Powder Metallurgy, 12*(24), 538-565.

[99] Kyocera Corporation. (2005). *CVD Coated Carbide.* Kyocera Corporation. Consulté le 16 décembre 2006, tiré de http://global.kyocera.com/prdct/tool/ceratip/repert/cvd.html

[100] Langenscheid, G., Mathesius, H.A., Naumann, F.K. (1970). Use of the quantitative television microscope and of the electron beam microprobe in the study of the Fe-C-P systrem at 900-1000°C. *Archiv fur das Eisenhuettenwesen, 41*(8), 817-824.

[101] Laplanche, H. (1975). *Les fontes et leurs traitements thermiques: métallurgie structurale.* Paris: Pyc-édition.

[102] Lazoghu, I., Altintas, Y. (2002). Prediction of tool and chip temperature in continuous and interrupted machining. *International Journal of Machine Tools & Manufacture, 42*, 1011-1022.

[103] Lelonis, D.A., Tereshko, J.W., Andersen, C.M. (2003). *Boron Nitride Powder – A High-Performance Alternative for Solid Lubrication* (81506). GE Advanced Ceramics. Consulté le 18 décembre 2006, tiré de http://www.advceramics.com/geac/downloads/documents/81506.pdf

[104] Lenel, F.V., Pecanha, T. (1973). Observations on the sintering of compacts from a mixture of iron and copper powders. *Powder Metallurgy, 16*(32), 351-365.

[105] Leroy, F. (1984). Usinage et usinabilité. In *Génie Mécanique* (Vol. M 725, pp. 1-21). Paris: Techniques de l'Ingénieur. Consulté le 18 décembre 2006, tiré de Techniques de l'ingénieur.

[106] Leroy, F. (1993). Endommagement des outils de coupe. In *Génie Mécanique* (Vol. B 7042, pp. 1-14). Paris: Techniques de l'Ingénieur. Consulté le 18 décembre 2006, tiré de Techniques de l'ingénieur.

[107] Lima, W.M., Biondo, V., Weinand, W.R., Nogueira, E.S., Medina, A.N., Baesso, M.L., Bento, A.C. (2005). The effect of porosity on thermal properties: towards a threshold of particle contact in sintered stainless steel. *Journal of physics: Condensed matter, 17*, 1239-1249.

[108] Lindskog, P. (1973). The effect of phosphorus additions on the tensile, fatigue and impact strength of sintered steels based on sponge iron powder and high-purity atomized iron powder. *Powder Metallurgy, 16*(32), 374-386.

[109] Lindskog, P., Tengzelius, J., Kvist, S.A. (1976). Phosphorus as an alloying element in ferrous P/M. *Modern Developments in Powder Metallurgy*, (Vol. 10, pp. 97-128). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[110] Linteau, J. (1990). Properties of Pure Metals – Pure Mo. In *Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*, (Vol. 2, p. 1141). Materials Park, OH: ASM International.

[111] Liu, J., Cardamone, A., Potter, T., German, R.M., Semel, F.J. (2000). Liquid phase sintering of iron-carbon alloys with boron additions. *Powder Metallurgy, 43*(1), 57-61.

[112] Liu, P.-L. (2005). The relation between the distribution of dihedral angles and the wetting angle during liquid phase sintering. *Computational Materials Science, 36*(4), 468-473.

[113] Lusk, M., Wei, W., Sun, X., Lee, Y.-K. (2003). On the Role of Kinematics in Constructing Predictive Models of Austenite Decomposition. *Symposium on the Thermodynamics, Kinetics, Characterization and Modeling of Austenite Formation and Decomposition*, (pp. 311-331). Warrendale, PA: Minerals, Metals and Materials Society.

[114] Madan, D.S., German, R.M., James, W.B. (1986). Iron-boron enhanced sintering. *Progress in Powder Metallurgy*, (Vol. 42, pp. 267-283). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[115] 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.

[116] 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.

[117] Madan, D.S. (1995). The importance of machinability in the processing of P/M parts. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1995*, (Vol. 8, pp. 55-68). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[118] Magee, B.E., Lund, J. (1976). Mechanisms of Liquid-Phase Sintering in Iron-Copper Powder Compacts. *Zeitschrift für Metallkunde, 67*(9), 596-602.

[119] Malmberg, T., Runnsjö, G., Aronsson, B. (1974). The addition of selenium and tellurium to carbon steels: their recovery and effect on inclusions and machinability. *Scandinavian Journal of Metallurgy, 3*(4), 169-172.

[120] Martin, J.M., Castro, F. (2003). Liquid Phase Sintering of P/M aluminium alloys : effect of processing conditions. *Journal of Materials Processing Technology, 143-144*(1), 814-821.

[121] Marwanga, R.O. (1998). *Quality improvement through microstructure control for superior machinability of cast irons.* Ph.D. Pennsylvania State University, University Park, Pennsylvanie, États-Unis.

[122] Metal Powder Industries Federation. (1993). *Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products.* Metal Powder Industries Federation.

[123] Metal Powder Industries Federation. (2003). *Materials Standards for P/M Structural Parts.* Metal Powder Industries Federation, MPIF Standard 35.

[124] Miller, M.R., Mulholland, G., Anderson C. (2003). Experimental Cutting Tool Temperature Distributions. *Journal of Manufacturing Science and Engineering, 125*(4), 667-673.

[125] Mills, B., Redford, A.H. (1983). *Machinability of engineering materials.* London: Applied science publishers.

[126] Molinari, A., Straffelini, G., Pieczonka, T., Kazior, J. (1998). Persistent liquid phase sintering of 316L stainless steel. *The International Journal of Powder Metallurgy, 34*(2), 21-28.

[127] Narasimhan, K.S. (2001). Sintering of powder mixtures and the growth of ferrous powder metallurgy. *Materials Chemistry and Physics, 67*(1-3), 56-65.

[128] Narayanan, V., Krishnamurthy, K., Hwang, J., Madhavan, V., Chandrasekar, S., Farris, T.N. (2001). Measurement of Temperature Field at the Tool-Chip Interface in Machining. *Proceedings of the ASME Manufacturing Engineering Division 2001*, (pp. 89-96). New York: ASME.

[129] Performedge.com. (2002). Edge Preparation. Performedge Inc. Consulté le 15 mai 2008, tiré de http://www.performedge.com/edgeprep.html

[130] Phadke, M.S. (1989). *Quality engineering using robust design.* Englewood Cliffs, N.J.: Prentice Hall.

[131] Phadke, V.B., Davies, B.L. (1977). Comparing Diffusion and Penetration Theories of Growth in P/M Iron-Copper Alloys. *International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology, 13*(4), 253-258.

[132] Pickus, M.R. (1984). Improving properties of P/M steels through liquid phase sintering. *International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology, 20*(4), 311-323.

[133] Plamondon, P. (2001). Contribution à la compréhension des facteurs influençant la compressibilité et l'usinabilité des poudres d'acier. M.Sc.A. École Polytechnique de Montréal, Québec, Canada.

[134] Preusse, H., Bolton, J.D. (1999). Use of phosphide phase additions to promote liquid phase sintering in 316L stainless steels. *Powder Metallurgy, 42*(1), 51-62.

[135] Purnell, C.G., Mahmoud, M.S., Brownlie, H.A. (1996). *Method of sintering machinable ferrous-based materials.* Brevet américain 5,534,220. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office. Consulté le 16 décembre 2006, tiré de Google Patents.

[136] Raffeinner, T. (1998). Sintering Furnaces and Atmospheres – Continuous Furnace. In *Powder Metal Technologies and Applications*, (Vol. 7, p. 454). Materials Park, OH: ASM International.

[137] Raghavan, V. (1988). The C-Fe-P (Carbon-Iron-Phosphorus) system. In *Phase Diagrams of Ternary Iron Alloys*, (Vol. 3, pp. 33-44). Calcutta: Indian Institute of Metals.

[138] Raghavan, V. (2004). C-Fe-P (Carbon-Iron-Phosphorus). *Journal of Phase Equilibria and Diffusion, 25*(6), 541-542.

[139] Ramakrishnan, P., Lakshminirasimhan, R. (1967). Mechanism of Liquid Phase Sintering in the Iron-Copper System. *The International Journal of Powder Metallurgy, 3*(2), 63-68.

[140] Reen, O.W. (1976). The machinability of P/M materials. *Modern developments in powder metallurgy*, (Vol. 10, pp. 431-452). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[141] Salak, A., Selecka, M., Danninger, M. (2005). *Machinability of powder metallurgy steels*. Cambridge: Cambridge International Science.

[142] 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.

[143] Sanderow, H.I., Spirko, J.R., Corrente, R. (1997). The machinability of P/M materials as determined by drilling tests. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1997*, (Vol. 2, pp. 125-143). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[144] Sastry, K.Y., Froyen, L., Vleugels, J., Bentefour, E.H., Glorieux, C. (2004). Effect of Porosity on Thermal Conductivity of Al–Si–Fe–X Alloy Powder Compacts. *International Journal of Thermophysics, 25*(5), 1611-1622.

[145] Schaefer, D.L., Trombino, C.J. (2005). State of the PM Industry in North America - 2005. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 2005*, (Vol. 1, pp. 1-12). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[146] Shackelford, J.F., Alexander, W. (2001). Mechanical Properties of Materials. In *Materials Science and Engineering Handbook*. Boca Raton: CRC Press LLC.

[147] Shareef, I., Boswell, K.H. (1997). Prediction and modeling of surface finish in drilling of P/M parts. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1997*, (Vol. 2, pp.155-168). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[148] Shareef, I., Boswell, K.H., Gegel, G.A., Rajagopalan, S. (1997). Speed and feed optimization in drilling of as-compacted P/M parts. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1997*, (Vol. 2, pp. 75-93). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[149] Shim, J.-H., Oh, C.-S., Lee, D.-N. (2000). Thermodynamic assessment of the Fe-C-P system. *Zeitschrift fur Metallkunde, 91*(2), 114-120.

[150] Smith, G.T. (1998). Getting the measure of PM machinability. *Metal powder report, 53*(5), 31-35.

[151] Smith, G.T. (1990). Surface integrity aspects of machinability testing of Fe-C-Cu powder metallurgy components. *Powder Metallurgy, 33*(2), 157-164.

[152] Société Sandvik-Coromant. (2001). Perçage. In *Génie Mécanique* (Vol. BM 7088, pp. 1-20). Paris: Techniques de l'Ingénieur. Consulté le 18 décembre 2006, tiré de Techniques de l'ingénieur.

[153] Steeluniversity.org. (2002). Manganese Sulfide Inclusions. Steeluniversity.org. Consulté le 16 décembre 2006, tiré de http://www.steeluniversity.org/content/html/eng/default.asp?catid=160&pageid=2081271687

[154] Steeluniversity.org. (2002). *Additions of lead to free cutting steels*. Steeluniversity.org. Consulté le 16 décembre 2006, tiré de http://www.steeluniversity.org/content/html/eng/default.asp?catid=160&pageid=2081271694

[155] Stefanescu, D.M. (1988). Thermodynamic Properties of Iron-Base Alloys. In *Casting*, (Vol. 15, pp. 61-70). Materials Park, OH: ASM International.

[156] Stefanescu, D.M. (1990). Classification and Basic Metallurgy of Cast Iron. In *Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys*, (Vol. 1, p. 6). Materials Park, OH: ASM International.

[157] Stephenson, D.A., Agapiou, J.S. (2006). *Metal Cutting – Theory and Practice* (2e éd.). Boca Raton: CRC Taylor & Francis.

[158] Tabeshfar, K., Chadwick, G.A. (1984). Dimensional changes during liquid phase sintering of Fe-Cu compacts. *Powder Metallurgy, 27*(1), 19-24.

[159] Tandon, R., German, R.M. (1993). A novel, liquid phase sintering process using mixed prealloyed powders. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1993*, (Vol. 2, pp. 153-167). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[160] Tandon, R., German, R.M. (1994). Supersolidus-transient liquid phase sintering using superalloy powders. *The International Journal of Powder Metallurgy, 30*(4), 435-443.

[161] Taubenblat, P.W, Smith, W.E., Bladt, F.A. (1976). Iron-Copper-Tellurium – A new machinable iron-base P/M alloy. *Modern developments in powder metallurgy*, (Vol. 10, pp. 467-475). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[162] Taylor III, A. (2007). America's best car company. *Fortune Magazine, 155*(5). Consulté le 13 février 2008, tiré de http://money.cnn.com/magazines/fortune/fortune_archive/2007/03/19/8402324/index.htm

[163] Taylor, F.W. (1907). *On the Art of Cutting Metals.* New York: American Society of Mechanical Engineers. 28:3. 31-350.

[164] Tipnis, V.A., Joseph, R.A. (1975). Testing for machinability. *Influence of metallurgy on machinability – Proceedings from an international symposium*, (pp. 11-30). Metals Park, OH: ASM.

[165] Trent, Edward. (1977). *Metal Cutting.* Boston: Butterworths.

[166] Trombert, C. (1998). Usinabilité des aciers inoxydables. In *Génie Mécanique* (Vol. M 726, pp. 1-9). Paris: Techniques de l'Ingénieur. Consulté le 18 décembre 2006, tiré de Techniques de l'ingénieur.

[167] Trudel, Y., Angers, R. (1973). Comparative study of Fe-Cu-C alloys made from mixed and prealloyed powders. *Modern Developments in Powder Metallurgy*, (Vol. 6, pp. 305-322). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[168] Trudel, Y., Ciloglu, C., Tremblay, S. (1985). Selecting additives to improve machinability of ferrous MP parts. *Modern developments in powder metallurgy*, (Vol. 15, pp. 775-784). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[169] U.S. Geological Survey. (2008). *Iron and Steel Scrap Statistics and Information*. U.S. Geological Survey. Consulté le 13 février 2008, tiré de http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/iron_&_steel_scrap/

[170] U.S. Geological Survey. (2008). *Tellurium*. U.S. Geological Survey. Consulté le 13 février 2008, tiré de http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/selenium/mcs-2008-tellu.pdf

[171] Uenosono, S., Unami, S., Ogura, K. (1995). New improvement in the machinability of P/M steel due to retained graphite particles. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1995*, (Vol. 2, pp. 171-176). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

[172] Vander Voort, G.F. (2004). Metallographic Techniques for Tool Steels. In *Metallography and Microstructures*, (Vol. 9, pp. 644-669). Materials Park, OH: ASM International.

[173] Vieregge, G. (1970). *Zerspanung der Eisenwerkstoffe* (2e éd.). Düsseldorf: Stahleisen.

[174] Warren, R. (1977). Particle growth during liquid phase sintering. *International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology, 13*(4), 249-252.

[175] Wasa, K., Kitabatake, M., Adachi, H. (2004). *Thin Film Materials Technology - Sputtering of Compound Materials*. Norwich: William Andrew Publishing.

[176] Weglinski, B., Kaczmar, J. (1980). Effect of Fe_3P addition on magnetic properties and structure of sintered iron. *Powder Metallurgy, 23*(4), 210-216.

[177] Wright, C.S., Youseffi, M., Wronski, A.S., Ansara, I., Durand-Charre, M., Mascarenhas, J., Oliveira, M.M., Lemoisson, F., Bienvenu, Y. (1999). Supersolidus liquid phase sintering of high speed steels Part 3: computer aided design of sinterable alloys. *Powder Metallurgy, 42*(2), 131-146.

[178] Xie, Z.H., Moon, R.J., Hoffman, M., Munroe, P., Cheng, Y.-B. (2003). Role of microstructure in the grinding and polishing of a-sialon ceramics. *Journal of the European Ceramic Society, 23*, 2351–2360.

[179] Yamanishi, Y., Tsutsui, T., Ishii, K. (2002). *Research on sintered bearing cap material with excellent strength and machinability.* Japon: Hitachi powdered metals Ltd. Consulté le 18 décembre 2006, tiré de http://www.hitachi-pm.co.jp/english/seihin/tec-report/2002/pdf/tec2002_e_03.pdf

[180] Yoon, D.N., Huppmann, W.J. (1979). Grain growth and densification during liquid phase sintering of W–Ni. *Acta Metallurgica, 27*(4), 693-698.

[181] Young, H.D., Freedman, R.A., Sandin, T.R., Ford, A.L. (1996). *University Physics* (9e éd.). Don Mills, ON: Addison-Wesley.

[182] Zurecki, Z., Ghosh, R., Frey, J.H. (2003). Finish-turning of hardened powder metallurgy steel using cryogenic-cooling. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 2003*, (Vol. 7, pp. 185-198). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

ANNEXE A

Effect of Prealloyed MnS and Density on Machinability and Mechanical Properties

Article publié dans l'édition mars/avril 2008 de l'*International Journal of Powder Metallurgy.*

Effect of Prealloyed MnS and Density on Machinability and Mechanical Properties

Patrick Boilard*, Gilles L'Espérance, FAPMI** and Carl Blais***

ABSTRACT

Blends were prepared using base powders with different prealloyed MnS contents (up to 1.0 w/o) pressed to two densities. Machinability was characterized in drilling and turning and some mechanical properties were evaluated. Results show that the machinability of samples with 1.0 w/o MnS were superior to those of the other samples, although the mechanical properties evaluated were lower for a given density. In drilling, machinability improved with an increasing level of prealloyed MnS particles and with density. The presence of a high level of prealloyed MnS particles was more important than density in the improvement of machinability. In turning, machinability increases with increasing levels of prealloyed MnS particles in the range 0.35 w/o to 1.0 w/o and tool wear is marginally lower for the higher density samples. Machinability in turning is influenced by the strength of the powder metallurgy (PM) material.

INTRODUCTION

The machinability of sintered PM parts depends on many variables ranging from chemical composition to the machining process to the microstructure.[1] It is generally recognized that parts produced by PM exhibit inferior machinability compared with wrought parts with equivalent microstructures. [2,3] This is attributed primarily to the presence of porosity within the parts which leads to interrupted cutting and lower thermal conductivity, thereby resulting in greater tool wear.[4,5]

Although the beneficial effect of density on mechanical properties (tensile, impact, and fatigue) is well documented[6] studies investigating the effect of density on machinability have generated a divergence of conclusions. Most studies conclude that there is no significant correlation between machinability and density (6.7 to 7.3 g/cm^3 range) in the absence of MnS particles[6,7] or with the addition of MnS particles.[8,9] In contrast, results obtained on PM stainless steels have shown that an increase in density leads to longer drill life and hence improved machinability.[1] However, drilling trials performed on various sintered steels showed an increase in cutting forces in the 5.3 to 7.1 g/cm^3 density range, indicating a decrease in machinability with density.[10]

The effect of MnS particles on the machinability and mechanical properties of sintered PM parts has been extensively studied.[4, 8, 11–14] It is found that prealloyed MnS particles are more beneficial in terms of machinability than admixed MnS particles. With prealloying, MnS is located within the individual powder particles and in the vicinity of sintered necks.[15–17] MnS particles located within the individual powder particles can therefore promote crack initiation where it enhances machinability (i.e. in the bulk of the material).

Additions of 0.2 w/o to 0.8 w/o MnS are found to significantly increase machinability in drilling.[1] No major adverse effect on mechanical properties is found for low MnS contents (0.5 w/o), at densities <7.2 g/cm^3.[8,12] In a previous study, samples containing 1.0 w/o prealloyed MnS particles exhibited excellent machinability in turning, although a decrease in fatigue properties was reported.[18]

It is generally accepted that different machining processes lead to different machinability ratings when comparing similar materials.[19] Thus, an alloy which exhibits good machinability in drilling may exhibit poor machinability in turning.

In the present study, machinability trials in drilling and turning were preformed on powder blends containing varying levels of prealloyed MnS particles (up to 1.0 w/o) pressed to two different densities. Mechanical properties (transverse rupture strength

(TRS), impact toughness and tensile strength) were also characterized and correlated with machinability.

MATERIALS AND EXPERIMENTAL PROCEDURES

The base powders were produced by a hybrid process.[20] Powder mixes were prepared using base powders containing different amounts of prealloyed MnS particles in the 0.0 to 1.0 w/o range. The chemical composition of all blends was that of the FC-0208 designation.[6] The copper content was kept constant at 2.0 w/o, and the graphite content was adjusted to take into account the oxygen content of the different base powders. This was done to obtain similar apparent hardness levels for all the materials at a given density. Comparing the machinability of blends of similar chemical composition with different apparent hardness levels would yield results that are difficult to interpret. In all cases, the carbon level after sintering was in the range 0.70–0.75 w/o.

Samples

Samples prepared for machinability trials were cylinders 50.8 mm (2 in.) high × 28.6 mm (1.5 in.) OD. The compacts were pressed to two different green densities, 6.7 and 7.0 g/cm^3.

Samples for mechanical property evaluation were prepared following standard MPIF procedures.[21–23] All samples were pressed to green densities of 6.7 and 7.0 g/cm^3, except for the impact toughness samples which were pressed to a green density of 6.7 g/cm^3. All the samples were sintered at a temperature of 1120°C (2050°F) for 30 min in an atmosphere of 10 v/o H_2 and 90 v/o N_2.

Machinability Trials

For drilling, trials were performed using a standard drilling testbench.[24] A load cell located under the motor allowed for measurement of the thrust force while the holes

were drilled. The tools used to characterize the machinability were HSS tools, 3.18 mm (0.125 in.) dia. with a 118° point angle. Drilling trials were performed at 1500 rpm and a drill feed of 0.06 mm/rev (0.0024 in./rev). The blind holes were 12.7 mm (0.5 in.) deep. A total of 200 holes were drilled for all materials at the two densities studied. All the drilling tests were performed dry.

For turning, trials were performed on a Mazak Nexus 100 lathe. The following parameters were used throughout the trials: feed rate 0.15 mm/rev (0.006 in./rev), cutting speed: 121 m/min (400 ft./min) and depth of cut (DOC) 0.25 mm (0.010 in.). A predetermined number of parts was chosen in the trials, for which the total amount of material removed was ~1100 cm^3. The cutting inserts were used until the maximum width of the flank wear, V_{Bmax}, was equal to 0.37 mm (0.015 in.). Flank wear measurements were taken successively after machining sets of five samples. The inserts used were CNMG432FP (Kennametal cermets with a TiCN coating - grade KT 315). All the turning tests were performed dry.

Different criteria are used to characterize the machinability of PM parts. These include average thrust force, tool wear and the slope of the drillability curve.[24,25] For drilling trials, all these criteria were used to characterize the machinability of the samples. For the turning trials, only tool wear was characterized utilizing optical microscopy (OM).

For drilling, tool wear was characterized using scanning electron microscope (SEM) and image analysis.[16] In order to quantitatively evaluate tool wear, the following steps were followed: (1) a SEM image of the original tool was taken, (2) machinability trials were performed, (3) a second image of the tool was taken after machining, and (4) superimposition of the two images and image analysis to obtain a quantitative measurement of tool wear. The presence of built-up edges (BUEs) has to be carefully examined; failing to correctly identify BUEs induces errors in the quantification of tool wear.

RESULTS AND DISCUSSION

The mechanical properties obtained for the different blends pressed to the two density levels are summarized in table A.1; typical values reported in MPIF Standard 35 are also included. It should be noted that the higher density values reported in MPIF Standard 35 are for a sintered density of 7.2 g/cm^3 whereas our samples were pressed to a density of 7.0 g/cm^3. As expected, similar apparent hardness values were obtained for all samples at a given density.

Table A.1. Mechanical Properties Evaluated

Blend	Density (g/cm^3)	Apparent Hardness (HRB)	TRS (MPa)	UTS (MPa)	Impact Strength (J)
0.0 w/o	6.7	80.4 ± 1.6	833.9	346.5	9.1
0.35 w/o		82.0 ± 2.1	893.9	390.1	8.8
0.65 w/o		82.0 ± 1.7	832.5	386.7	7.5
1.0 w/o		77.8 ± 2.4	799.4	322.5	7.5
MPIF 35	6.7	73	862	414	6.8
0.0 w/o	7.0	87.2 ± 2.1	1,066.5	455.2	---
0.35 w/o		88.9 ± 1.4	1,043.3	475.7	---
0.65 w/o		89.8 ± 2.0	1,065.1	463.0	---
1.0 w/o		88.4 ± 0.6	979.0	387.7	---
MPIF 35	7.2	84	1,069	517	9.5

For TRS at a density of 6.7 g/cm^3, only samples containing 1.0 w/o MnS exhibit property values significantly lower than those reported in MPIF Standard 35 (7% lower). For a density of 7.0 g/cm^3, the TRS of the 1.0 w/o MnS material is again lower than that reported in MPIF Standard 35 (8% lower), but the TRS values of samples with up to 0.65 w/o MnS are similar to MPIF Standard 35 values, even though the density of these samples is lower (7.0 g/cm^3 vs 7.2 g/cm^3).

Similar observations can be made for ultimate tensile strength (UTS); values for samples containing 1.0 w/o MnS are lower. Thus, UTS values are 17% and 20% lower for samples with 1.0 w/o MnS compared with the higher values at densities of 6.7 g/cm^3 and 7.0 g/cm^3, respectively (samples with 0.35 w/o MnS). UTS values for samples with MnS contents up to 0.65 w/o are similar and the values are again slightly below typical values cited MPIF Standard 35.

The impact toughness values for the 6.7 g/cm^3 density samples decrease slightly with an increasing amount of prealloyed MnS and are similar to the values cited in MPIF Standard 35.

In summary, there is little or no effect of the amount of MnS on mechanical properties in the 0.0 to 0.65 w/o range, as reported in other studies.[8,12] However, samples containing 1.0 w/o MnS exhibit lower mechanical properties, in particular for TRS and UTS.

Machinability results obtained for drilling trials are shown for all four different blends in figure A.1. Values of the criteria used to characterize machinability in these drilling trials are presented in table A.2.

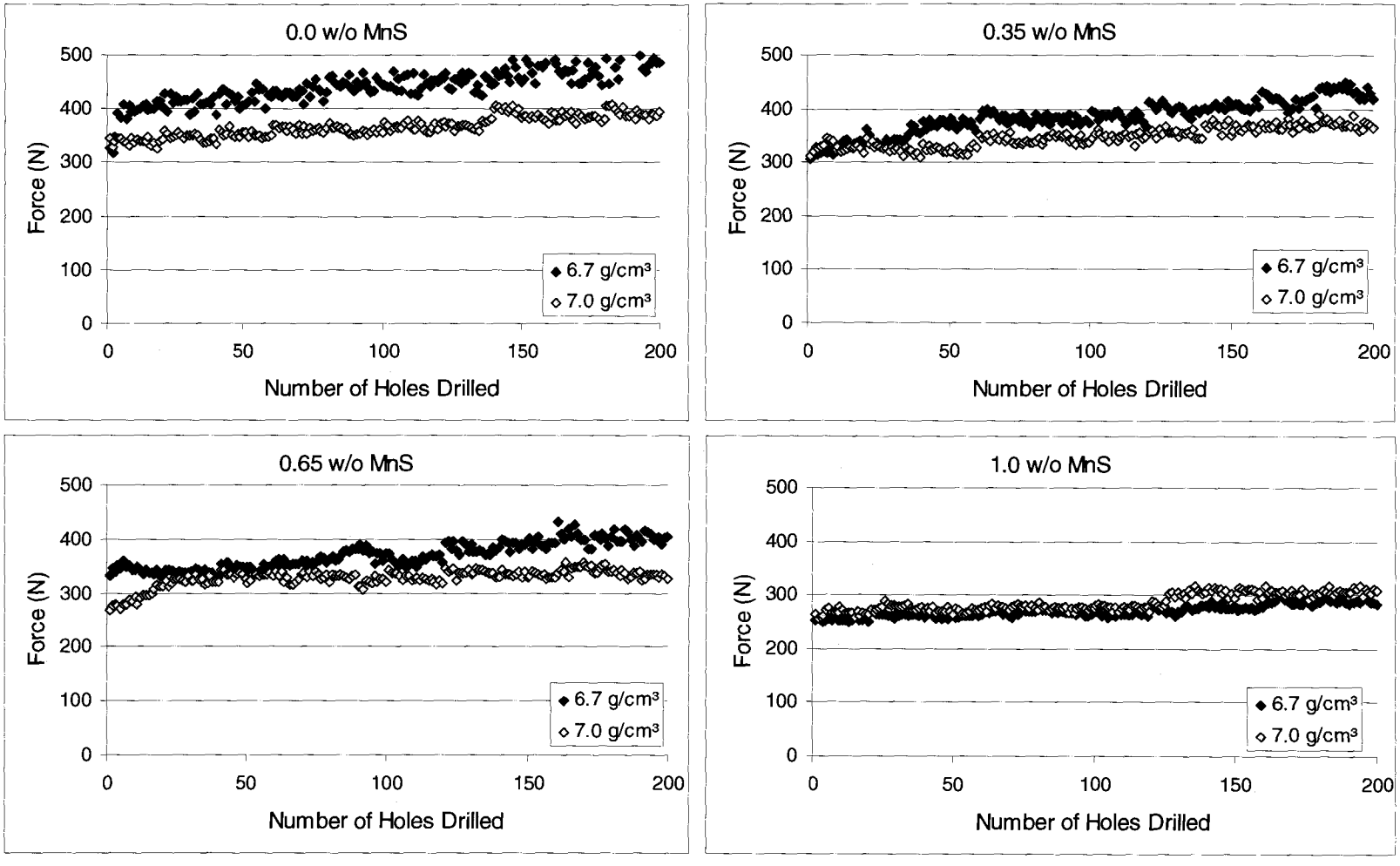


Figure A.1. Results from drilling trials

Table A.2. Machinability Results for Drilling

MnS Content	Density	Average Thrust Force (N)	Tool Wear (%)	Slope of Drillability Curve
0.0 w/o	6.7 g/cm³	443.4	14.7 ± 0.6	0.49
0.35 w/o		385.0	7.0 ± 0.5	0.50
0.65 w/o		370.7	7.8 ± 0.3	0.38
1.0 w/o		271.4	6.4 ± 0.1	0.09
0.0 w/o	7.0 g/cm³	366.9	10.7 ± 1.0	0.29
0.35 w/o		347.7	7.3 ± 0.4	0.29
0.65 w/o		328.7	7.2 ± 0.7	0.11
1.0 w/o		286.3	5.8 ± 0.2	0.24

For all the blends, the average thrust force decreases with an increasing level of prealloyed MnS particles. As shown in figure A.2, this is the case for the two densities studied. The beneficial effect of MnS particles on machinability in drilling is clearly visible as thrust forces for samples containing 1.0 w/o MnS are significantly reduced compared with the thrust forces for samples devoid of MnS. Average thrust forces are reduced by ~40% and 20%, respectively, for the 6.7 g/cm³ and 7.0 g/cm³ density samples.

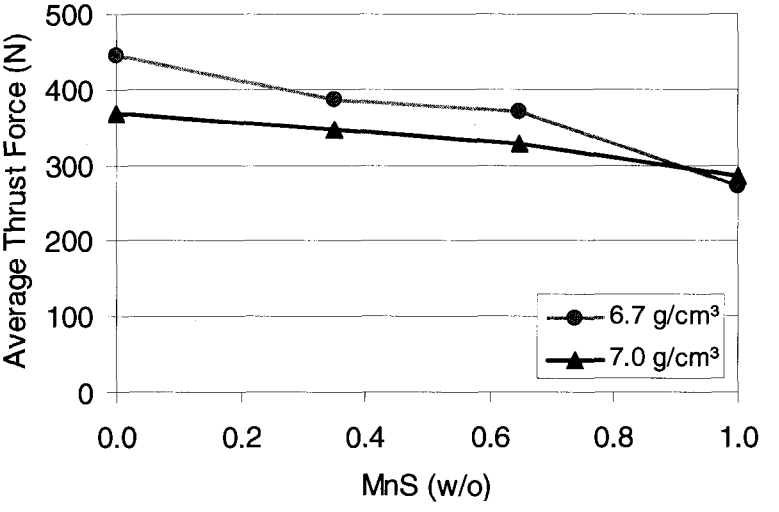


Figure A.2. Average thrust force as a function of prealloyed MnS content

In terms of the effect of density on machinability in drilling, the average thrust forces are lower for higher density samples with MnS contents in the range 0.0 to 0.65 w/o. It is

interesting to note that enhanced machinability of the higher density samples is observed, even if the samples are harder. Indeed, larger apparent hardness values have often been associated with lower machinability at a given density.[16] In the present study, however, the results show that the level of porosity dominates apparent hardness for samples containing 0.0 to 0.65 w/o MnS. As reported by Agapiou,[1] this could be attributed to the larger amount of work hardening in the lower density samples, thereby increasing thrust forces and tool wear.

For samples containing 1.0 w/o MnS, the average thrust forces in drilling are considerably lower than those for all the other samples, but density has little effect on performance in drilling. This suggests that a high level of prealloyed MnS particles will have a marked beneficial effect on machinability and will outweigh the effect of density.

As shown in figure A.3, tool wear is also reduced for blends containing high levels of prealloyed MnS particles. Although the relation is not as clear as it is for the average thrust force, it must be noted that tool wear is more difficult to measure than thrust force.

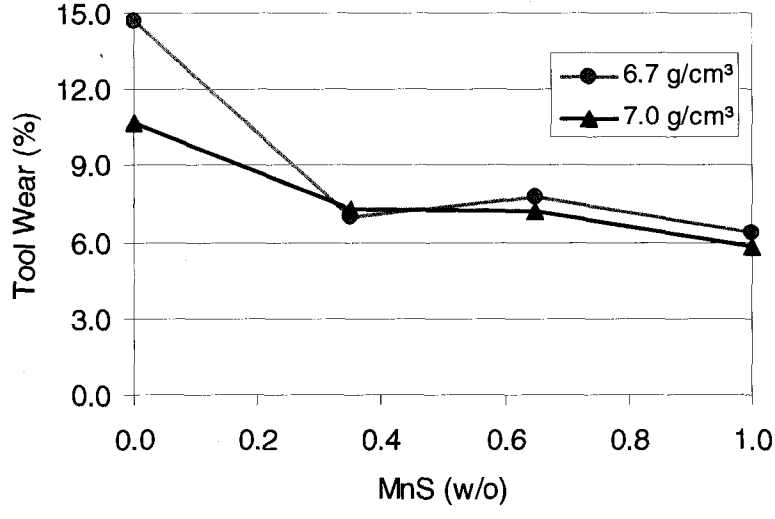


Figure A.3. Tool wear in drilling as a function of prealloyed MnS content

The most significant decrease in tool wear occurs when the amount of MnS is increased from 0.0 to 0.35 w/o. This demonstrates the beneficial effect that a small

amount of MnS particles can provide in drilling operations. Furthermore, we find that tool wear for samples containing 1.0 w/o MnS is the lowest amongst the samples evaluated.

In terms of density and tool wear, a large reduction is observed at the higher density for samples containing 0.0 w/o MnS. This effect, however, is not as important in samples with larger amounts of prealloyed MnS particles.

The slope of the drillability curve is generally a good indicator of the wear rate of the tool.[16,24] Thus, higher slopes imply that the thrust forces are increasing more rapidly, leading to higher rates of tool wear. As in the case for average thrust forces and tool wear, the slopes of the drillability curves are generally lower with increasing prealloyed MnS content, although the relation is again not as clear as it is for the average thrust force.

The results also show that the slopes are generally higher for the 6.7 g/cm^3 density samples, consistent with the fact that a higher level of porosity leads to higher wear rates. The exception is for the 1.0 w/o MnS samples for which the curves are similar. In terms of the thrust forces, this is considered to be the result of the dominant effect of MnS compared with density for the higher levels of prealloyed MnS particles (1.0 w/o).

In summary, prealloyed MnS particles can enhance machinability in drilling, even for relatively low levels of prealloyed MnS particles. However, samples containing 1.0 w/o MnS show excellent machinability in drilling when compared with other FC-0208 blends containing lower levels of prealloyed MnS particles. This leads to significant reductions in the machinability criteria studied (average thrust force, tool wear and slope of the drillability curve). Moreover, an increase in density generally leads to an improvement in machinability, as indicated by the different machinability criteria studied. Finally, of the machinability criteria evaluated in drilling, the average thrust force is most sensitive to the effects of prealloyed MnS and density, possibly because tool wear and the slope of the drillability curve are more difficult to measure.

Machinability results obtained in turning are shown for all four different blends in figure A.4 and A.5. Table A.3 gives tool wear, measured at the end of the trials.

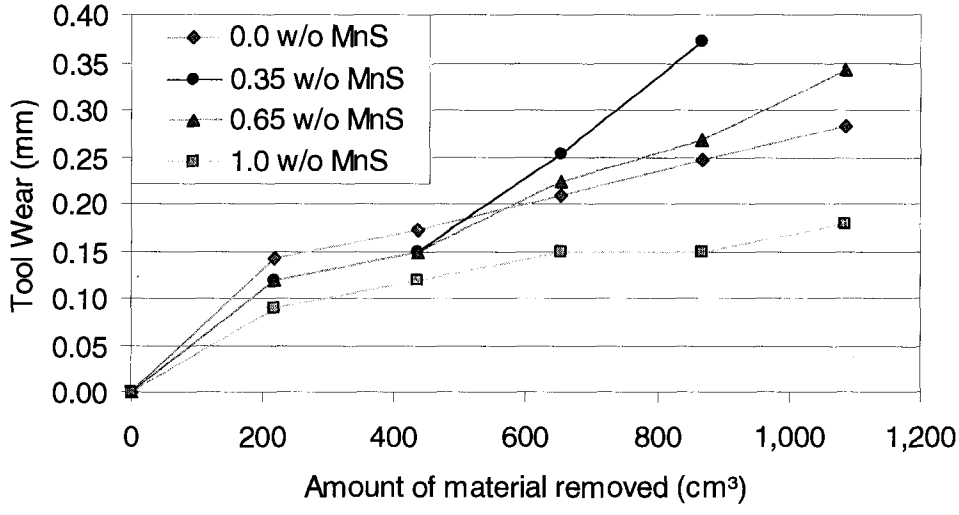


Figure A.4. Tool wear as a function of material removed; density 6.7 g/cm³

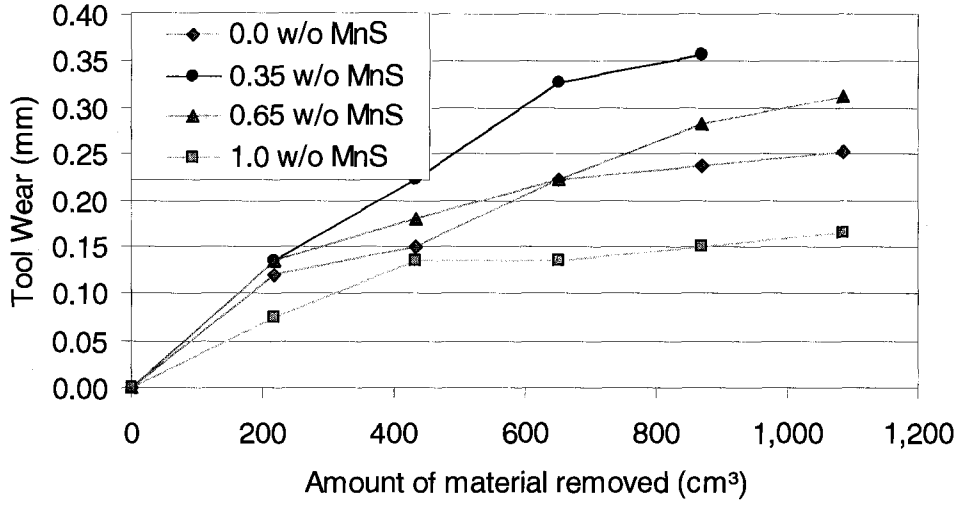


Figure A.5. Tool wear as a function of material removed; density 7.0 g/cm³

Table A.3. Tool Wear in Turning Trials

MnS Content	Density	Tool Wear - V_{Bmax} (mm)
0.0 w/o	6.7 g/cm³	0.28
0.35 w/o		0.37
0.65 w/o		0.34
1.0 w/o		0.18
0.0 w/o	7.0 g/cm³	0.25
0.35 w/o		0.36
0.65 w/o		0.31
1.0 w/o		0.16

For the two densities studied, machinability increases with increasing levels of prealloyed MnS particles in the range 0.35 to 1.0 w/o. Moreover, the results show that samples containing 1.0 w/o MnS exhibit superior machinability when compared with lower prealloyed MnS contents, as reported in a previous study.[18] Indeed, for a similar amount of material removed, tool wear is 37% and 35% lower than that of the second best material for the 6.7 g/cm³ and 7.0 g/cm³ density samples respectively.

For all materials, tool wear is slightly lower at the end of the trials for the 7.0 g/cm³ samples. Although the differences in tool wear are small this indicates that the higher density samples exhibit superior machinability, in agreement with the results in drilling.

A surprising result, however, is observed in samples devoid of MnS which exhibit lower tool wear than samples containing 0.35 w/o and 0.65 w/o MnS. A possible explanation could be related to the UTS values of the different materials. Since these materials exhibit a low elongation to fracture during tensile testing, the UTS can be related to the elastic limit, which is the stress at which permanent deformation occurs. Comparing UTS values and tool wear in turning, we find a good correlation, as shown in figure A.6.

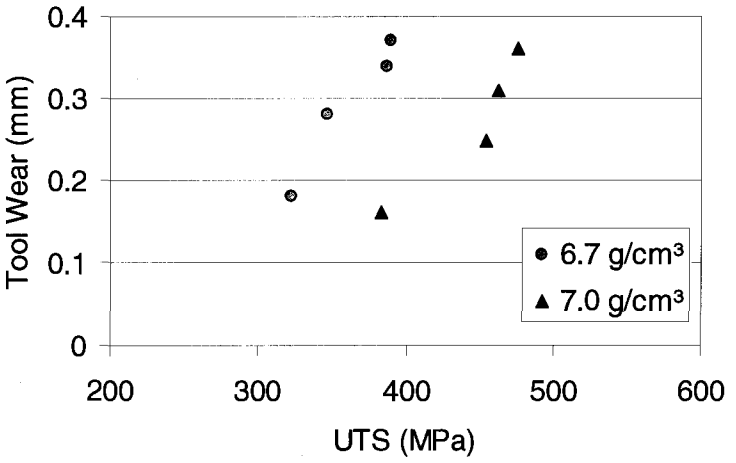


Figure A.6. Tool wear after turning trials as a function of UTS

Tool wear is lower in materials which exhibit a lower UTS, notably for samples devoid of MnS, which exhibit lower UTS values than samples with 0.35 w/o and 0.65 w/o MnS. It appears that in turning operations, machinability is influenced by the strength of the material.

The differences in UTS between the MnS-free material and the other material containing various amounts of MnS (0.35 w/o to 1.0 w/o) probably reflects differences in processing. Therefore, a direct comparison of the performance in turning of the MnS-free material with the MnS-containing materials can not be made. Furthermore, machinability in turning does improve for MnS-containing materials in the range 0.35 w/o to 1.0 w/o.

A final observation is made for samples containing 1.0 w/o MnS. These samples exhibit lower mechanical properties than the other samples containing smaller amounts of prealloyed MnS particles at a given density. However, as shown, it is possible for the material containing 1.0 w/o MnS at a density of 7.0 g/cm^3 to achieve mechanical properties that are comparable, to or better than, those exhibited at a density of 6.7 g/cm^3 for the other blends, and still benefit from excellent machinability, both in drilling and in turning.

CONCLUSIONS

- Lower prealloyed MnS levels (in the range 0.0 w/o to 0.65 w/o) do not significantly influence TRS, UTS and impact toughness. However, samples containing 1.0 w/o prealloyed MnS particles exhibit consistently lower TRS and UTS values at a given density.

- In drilling, the machinability criteria evaluated show an improvement with increasing levels of prealloyed MnS particles. Machinability in drilling also improves with density, especially for lower levels of prealloyed MnS particles, even though apparent hardness is higher.

- For samples containing 1.0 w/o MnS, a high level of prealloyed MnS particles outweighs the effect of density in determining machinability.

- Of the machinability criteria evaluated in drilling, the average thrust force appears to be most sensitive to prealloyed MnS and density, possibly because tool wear and the slope of the drillability curve are difficult to measure.

- In turning, machinability improves with an increase in the level of prealloyed MnS particles (0.35 w/o to 1.0 w/o). Samples containing 1.0 w/o MnS exhibit the best machinability. Tool wear is slightly lower for the 7.0 g/cm^3 density samples.

- Samples containing 0.0 w/o MnS exhibit lower tool wear than those of samples containing 0.35 w/o and 0.65 w/o MnS. This is related to the UTS of the different materials. It appears that in turning operations, machinability is influenced by the strength of the material.

- Samples containing 1.0 w/o MnS exhibit low mechanical properties at a given density. However, increasing the density improves properties while achieving excellent machinability both in drilling and in turning.

REFERENCES

1. J.S. Agapiou and M.F. Devries, "Machinability of Powder Metallurgy Materials", *Int. J. Powder Metall.*, 1988, vol. 24, no. 1, pp. 47–57.

2. A. Šalak, M. Selecka and H. Danninger, Machinability of Powder Metallurgy Steels, 2005, Cambridge International Science, Cambridge, UK, 536 p.

3. O.W. Reen, "The Machinability of P/M Materials", Modern Developments in Powder Metallurgy, edited by H.H. Hausner and P.W. Taubenblat, MPIF, Princeton, NJ, 1977, vol. 10, pp. 431–452.

4. D. S. Madan, "An update on the use of Manganese Sulfide (MnS) Powder in Powder Metallurgy Applications", Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, compiled by L.F. Pease and R.J. Sansoucy, MPIF, Princeton, NJ, 1991, vol. 3, pp. 101–115.

5. R.M. German, Powder Metallurgy Science, Second edition, 1984, MPIF, Princeton, NJ, 472 p.

6. "MPIF Standard 35, Materials Standards for P/M Structural Parts", 2007, MPIF, Princeton, NJ.

7. S.A. Kvist, "Turning and Drilling of Some Typical Sintered Steels", Powder Metallurgy, 1969, vol. 12, no. 24, pp. 538–565.

8. D.S. Madan, "Effect of Manganese Sulfide (MnS) on Properties of High Prformance P/M Alloys and Applications", Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, compiled by J.M. Capus and R.M. German, MPIF, Princeton, NJ, 1992, vol. 4, pp. 245–267.

9. H.I. Sanderow, J.R. Spirko and R. Corrente, "The Machinability of P/M Materials as Determined by Drilling Tests", Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, compiled by R.A. McKotch and R. Webb, MPIF, Princeton, NJ, 1997, vol. 2, part 15, pp. 125–143.

10. P.J. Andersen and J.S. Hirschhorn, "The Influence of Some Metallurgical Variables on the Machinability of Sintered Steels", Influence of Metallurgy on Machinability – Proceedings from an international symposium, compiled by V. Tipnis, ASM, Metals Park, OH, 1975, pp. 143–158.

11. B. Hu and S. Berg, "Optimizing the Use of Manganese Sulfide in P/M Applications", Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, compiled by H. Ferguson and D.T. Whychell Sr., MPIF, Princeton, NJ, 2000, part 5, pp. 191–197.

12. H. I. Sanderow and T. Prucher, "The Effect of Manganese Sulfide on the Mechanical Properties of P/M Steels", Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, compiled by A. Lawley and A. Swanson, MPIF, Princeton, NJ, 1993, vol. 4, pp. 97–108.

13. K.S. Chopra, "Improvement of Machinability in PM Parts Using Manganese Sulphide", Progress in Powder Metallurgy, compiled by C.L. Freeby and H. Hjort, MPIF, Princeton, NJ, 1987, vol. 43, pp. 501–510.

14. R. J. Causton, "Machinability of P/M Steels", Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, compiled by M. Phillips and J. Porter, MPIF, Princeton, NJ,1995, vol. 2, part 8, pp. 149–170.

15. C. Blais and G. L'Espérance, "Turning and Drilling of Parts Made From Sinter Hardenable Steel Powders", Powder Metallurgy, 2002, vol. 45, no. 1, pp. 39–47.

16. C. Blais, G. L'Espérance and I. Bourgeois, "Characterisation of Machinability of Sintered Steels During Drilling Operations", Powder Metallurgy, 2001, vol. 33, no. 1, pp. 67–75.

17. N. Akagi, S. Kawai, M. Satoh and Y. Seki, "Machinability and Fatigue Properties of a Pre-alloyed, Free Cutting Steel Powder", ibid. reference no. 11, part 6, pp. 17–23.

18. J. Campbell-Tremblay, C. Blais, G. L'Espérance and P. Boilard, "Characterization of the Fatigue Performances of P/M Components Produced with Powders Developed for Improved Machinability", Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, compiled by C. Ruas and T.A. Tomlin, MPIF, Princeton, NJ, 2005, vol. III, part 10, pp. 150–159.

19. T. Cadle, F. Bopp and C. Landgraf, "Why Sintered Powder Metal Standard Machinability Tests Don't Work and an Alternative Approach That Does", Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, compiled by J.J. Oakes and J.H. Reinshagen, MPIF, Princeton, NJ, 1998, vol. 1, part 2, pp. 3–15.

20. L.G. Roy, "Production of Iron Powder – The Domfer Process", ASM Handbook, Volume 7, Powder Metallurgy, 1984, ASM International, Metals Park, OH, pp. 89–92.

21. "Standard 10, Method for Preparing and Evaluating Tensile Specimens of Powder Metallurgy Materials", Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products, MPIF, Princeton, NJ, 2007.

22. "Standard 40, Method For Determination of Impact Energy of Unnotched Powder Metallurgy Test Specimens", Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products, MPIF, Princeton, NJ, 2007.

23. "Standard 41, Method for Determination of Transverse Rupture Strength of Powder Metallurgy Materials", Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products, MPIF, Princeton, NJ, 2007.

24. A.F. De Rege, G. L'Espérance, J. Gingras and S. Martel, "Test Bench for the Routine Evaluation of Machinability of Powder Metallurgy Materials", ibid. reference no. 9, vol. 2, part 15, pp. 43–58.

25. D.S. Madan, "The Importance of Machinability in the Processing of P/M Parts", ibid. reference no. 14, vol. 2, part 8, pp. 55–68.