

Titre: Contributions à l'amélioration de l'usinabilité de pièces fabriquées par métallurgie des poudres
Title: Contributions à l'amélioration de l'usinabilité de pièces fabriquées par métallurgie des poudres

Auteur: Carl Blais
Author:

Date: 2000

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Blais, C. (2000). Contributions à l'amélioration de l'usinabilité de pièces fabriquées par métallurgie des poudres [Thèse de doctorat, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/8550/>
Citation:

Document en libre accès dans PolyPublie Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/8550/>
PolyPublie URL:

Directeurs de recherche: Gilles L'Espérance
Advisors:

Programme: Non spécifié
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

**CONTRIBUTIONS À L'AMÉLIORATION DE L'USINABILITÉ DE
PIÈCES FABRIQUÉES PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES**

CARL BLAIS

**DÉPARTEMENT DE GÉNIE PHYSIQUE ET DE GÉNIE DES MATERIAUX
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL**

**THÈSE PRÉSENTÉE EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE PHILOSOPHIAE DOCTOR (Ph.D.)
(GÉNIE MÉTALLURGIQUE)
OCTOBRE 2000**



**National Library
of Canada**

**Acquisitions and
Bibliographic Services**

**395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada**

**Bibliothèque nationale
du Canada**

**Acquisitions et
services bibliographiques**

**385, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada**

Your file Votre référence

Our file Notre référence

The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.

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

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

0-612-60931-6

Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Cette thèse intitulé :

CONTRIBUTIONS À L'AMÉLIORATION DE L'USINABILITÉ DE
PIÈCES FABRIQUÉES PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES

Présentée par : BLAIS, Carl
en vue de l'obtention du diplôme de : Philosophiae Doctor
a été dûment acceptée par le jury d'examen constitué de:

M. TURENNE Sylvain, Ph.D., président

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

M. JANDESKA William F., Ph.D., membre externe

M. BAÏLON Jean-Paul, Ph.D., membre

« Ça leur plaira bien un jour »

-Ludwig Van Beethoven

À mon épouse Anabel

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier de façon toute spéciale mon directeur de thèse et ami, le professeur Gilles L'Espérance. Ses commentaires et conseils ainsi que ses paroles de motivation m'ont fortement aidé dans la réalisation de ce travail.

Je remercie tous les employés de la compagnie Domfer Poudres Métalliques Ltée. pour leur soutien et leur collaboration des plus précieuses. J'aimerais transmettre des remerciements particuliers à M. Kenneth Stodola, M. Michel Lessard, M. Amedeo de Rege, M. Jean-Louis Charlebois ainsi que Mme Micheline Cormier.

De même, je tiens à remercier les membres du département de génie métallurgique qui ont contribué à la réalisation de ce travail. Je remercie mes confrères étudiants, tout spécialement M. Martin Dionne, M. Éric Baril et M. Patrice Chartrand ainsi que M. Jocelyn Gingras et Mme Isabelle Bourgeois du Centre de Caractérisation Microscopique des Matériaux, le (CM)².

Que mon épouse Anabel trouve en ces quelques lignes toute ma gratitude pour la patience, l'aide et les encouragements qu'elle a su me donner pendant ses longues années d'études doctorales. Elle est pour moi une source intarissable d'inspiration et aucun mot ne peut témoigner de l'amour et de l'estime que j'éprouve pour elle. Il en est de même pour mes parents, Claire et Bertrand, qui, par le soutien inconditionnel, ont permis que ce projet se réalise.

Finalement, cette thèse n'aurait pu être possible sans le support financier des organismes suivants.

- Domfer Poudres Métalliques Ltée. : Bourse d'études doctorales.

- FCAR – Fonds pour les chercheurs et l'avancement de la recherche : Bourse d'études doctorales.
- FCAR – Fonds pour les chercheurs et l'avancement de la recherche : Bourse permettant un stage dans une université étrangère.
- Société Canadienne de Microscopie : Prix Gérard T. Simon. Bourse pour assister à la conférence annuelle de la société qui s'est tenue à Minneapolis du 11 au 15 août 1996.
- American Powder Metallurgy Institute et Center for Powder Metallurgy Technology : Prix Axel Madsen. Bourse pour assister à la conférence annuelle PM²TEC'97 qui s'est tenue à Chicago du 29 juin au 2 juillet 1997.
- American Powder Metallurgy Institute : 1^{er} prix dans la catégorie recherche et développement lors du concours de métallographie de la conférence annuelle PM²TEC'99 qui s'est tenue à Vancouver du 20 au 24 juin 1999.

RÉSUMÉ

Le présent ouvrage est une thèse par cumul d'articles scientifiques qui traitent de la caractérisation quantitative de l'usinabilité de pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Le premier chapitre présente une revue exhaustive de la littérature portant sur l'usinabilité en général et sur les principales différences qui existent entre l'usinage des aciers corroyés et des aciers frittés. Le second chapitre se veut une revue critique des techniques disponibles pour la caractérisation complète (paramètres stéréologiques et composition chimique) de particules de deuxième phase.

Le troisième chapitre fait une synthèse de trois articles se trouvant en annexe et qui traitent de la caractérisation de particules de deuxième phase. Ce chapitre est organisé de façon à présenter les techniques développées en fonction de la taille des particules de deuxième phase à caractériser. Ainsi, pour les particules dont le diamètre est supérieur au micromètre, on y présente une technique de caractérisation basée sur la microscopie intégrée. Pour fin de démonstration, nous y traitons de la caractérisation quantitative de la fraction volumique et de la nature chimique de particules non alliées dans une poudre ou une pièce faite à partir d'une poudre alliée, et vice versa. La technique proposée jumèle la mesure stéréologique par analyse d'images acquises au microscope électronique à balayage en utilisant un détecteur d'électrons rétrodiffusés, et l'acquisition puis le traitement de spectres rayons X obtenus par spectrométrie à dispersion des énergies. Cette approche permet d'utiliser des grossissements plus importants et de faire une première discrimination des particules avec l'analyseur d'images puisque le contraste du type d'images utilisées est fonction du numéro atomique moyen de la région balayée par le faisceau électronique. Finalement, on fait l'acquisition d'un spectre rayons X pour chacune des particules identifiées par l'analyseur d'images ce qui permet de caractériser de façon quantitative leur

composition chimique et ainsi faire des analyses statistiques qui tiennent compte des paramètres stéréologiques et de la nature chimique des particules.

La deuxième section du chapitre 3 traite de la caractérisation de particules de deuxième phase dont le diamètre est inférieur au micromètre. De façon à développer une technique robuste, nous nous sommes attaqués à la caractérisation quantitative d'inclusions poly-composées. Plus particulièrement, on y discute des avantages et des inconvénients de certaines techniques de caractérisation en microscopie électronique de même que des techniques de préparation d'échantillons. Nous avons montré que pour caractériser de façon quantitative la composition chimique de nano-composés situés à la surface d'inclusions plus grosses, la meilleure approche est l'imagerie spectrale par spectrométrie des pertes d'énergie des électrons transmis au microscope électronique en transmission. Toutefois, cette technique requiert que les échantillons soient préparés par ultramicrotomie afin de maximiser les chances que le volume d'interaction des électrons soit homogène à travers l'épaisseur de l'échantillon. Cette technique a été appliquée à la caractérisation d'inclusions endogènes retrouvées dans des joints soudés faiblement alliés au titane. Elle a permis de montrer que la nature chimique des composés qui se trouvent à la surface de ces inclusions, et qui sont reconnues pour favoriser la formation de ferrite aciculaire, est $MnTi_2O_4$, et non TiO ou TiO_2 comme on le retrouve souvent dans la littérature. De plus, nos résultats par spectrométrie (P)EELS ont montré hors de tout doute que le titane ne se combine pas préférentiellement avec l'azote comme le veut le modèle théorique accepté. En effet, il semble qu'il y ait une concentration seuil d'azote nécessaire à la formation de TiN.

Finalement, la dernière section du chapitre trois traite de la caractérisation de l'usure de forets et de pastilles utilisés pour l'usinage de pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Ainsi, pour la caractérisation de la dépouille des forets, nous présentons une méthode de caractérisation utilisant l'analyse d'images qui permet la superposition d'une image de l'outil neuf sur celle de l'outil usé suite au perçage d'un

nombre donné de trous. Cette façon de faire permet d'éliminer les artéfacts de mesure associés à la présence d'arête rapportée. De plus, l'utilisation d'un MEB pour ce type de caractérisation permet d'améliorer la précision des mesures puisqu'il rend possible l'utilisation de plus forts grossissements tout en ayant une image de l'arête qui est entièrement au foyer.

Pour ce qui est des pastilles utilisées en tournage, des opérations avancées d'analyse d'images ont été utilisées afin de générer une mosaïque faite de la juxtaposition d'images représentant des sections de la dépouille d'une pastille. En regroupant ces images à fort grossissement pour n'en faire qu'une seule, nous avons montré qu'il est possible d'améliorer la précision des mesures de la largeur de la région usée de la dépouille frontale des outils de coupe.

Le quatrième chapitre de cette thèse présente un résumé des travaux portant sur la caractérisation et l'amélioration de l'usinabilité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres. La première section de ce chapitre présente des résultats qui démontrent qu'en perçage, l'évolution de la force de coupe en fonction de la quantité de matériau enlevé est directement proportionnelle à l'usure de l'outil. Toutefois, cet énoncé n'est vrai que si c'est la pente de la région linéaire, telle que mesurée sur une courbe d'usinabilité (force axiale vs nombre de trous), qui est utilisée comme critère de caractérisation de l'usinabilité. Nos résultats ont montré hors de tout doute que les critères basés sur une mesure de la force moyenne sont erronés. Il a également été démontré que le pré-alliage s'avère être la meilleure technique d'addition de particules de sulfures de manganèse pour l'amélioration l'usinabilité en perçage. En effet, les particules de MnS pré-alliées agissent comme de meilleurs concentrateurs de contraintes dans le plan de cisaillement primaire que celles pré-mélangées. De même, la technique de caractérisation développée a clairement montré qu'une amélioration substantielle de l'usinabilité de pièces fabriquées à partir de poudres autotremperantes pouvait être obtenue en faisant le perçage sur des pièces pré-frittées. Qui plus est,

l'usure des forets s'est avérée être plus faible dans le cas de pièces pré-frittées que dans celui de pièces à vert.

La deuxième section de ce chapitre traite principalement des avantages d'utiliser une poudre autotrempeante pré-alliée aux sulfures de manganèse pour améliorer le tournage des pièces et diminuer leurs coûts de fabrication. En effet, la présence de sulfure de manganèse minimise les phénomènes de grippage des copeaux sur la surface de l'outil. Il en résulte une diminution de l'écrouissage des copeaux et une baisse marquée des forces de coupe ce qui mène à une amélioration de la durée de vie des outils de coupe. De plus, nous y présentons des résultats de tests de durée de vie pour différents types d'outils. Ceux-ci montrent que des gains de durée de vie de 50 à 60% peuvent être atteints par l'utilisation d'une poudre autotrempeante pré-alliée au MnS par rapport à une autre qui n'en contient pas. De même, une augmentation de 50% de la durée de vie des outils peut être obtenue en utilisant des pastilles de nitrule de bore cubique poly-cristallin (PCBN) par rapport à des pastilles de carbure de tungstène (WC) recouvert d'alumine (Al_2O_3).

La dernière section de ce chapitre discute de l'effet de l'atmosphère des fours lors de l'élaboration des poudres pré-alliées au sulfure de manganèse de même que lors du frittage de pièces faites à partir de ces poudres. Cet effet de l'atmosphère entraîne, dans certaines conditions, des transformations physico-chimiques des particules de sulfure de manganèse pré-alliées. La caractérisation quantitative par microscopie intégrée des paramètres stéréologiques et chimiques des inclusions retrouvées dans neuf (9) lots différents de pièces a été effectuée. On y constate que moins l'atmosphère est réductrice, plus les inclusions retrouvées dans les pièces finales sont grosses et oxydées. Or, des tests d'usinabilité effectués à partir de ces différents lots ont montré que les pièces qui s'usinaient le mieux étaient celles contenant de grosses inclusions de MnS bicomposées. En effet, la présence d'oxyde à l'intérieur de grosses inclusions de MnS favorise l'usinabilité par rapport à de petites inclusions homogènes de MnS. Ce

phénomène s'explique par le fait que plus les inclusions sont grosses, plus elles sont efficaces comme concentrateurs de contraintes dans le plan de cisaillement principal. De plus, la présence d'oxyde a pour effet de diminuer la ductilité des particules de MnS ce qui favorise la création de fissures et par le fait même la formation des copeaux. Finalement, un modèle empirique de transformation des particules de MnS lors de l'élaboration des poudres resulfurées de Domfer y est présenté. Celui-ci indique que lorsque la pression partielle d'oxygène est suffisamment élevée, une oxydation interne des sulfures de manganèse s'opère le long des joints de grains en contact avec la surface. Ainsi, les inclusions de MnS que l'on retrouve le long de ces joints de grains s'oxydent pour former une inclusion multi-composées MnS/MnO/MnSiO₃. Ce phénomène entraîne la dissolution graduelle des particules de MnS qui ne se retrouvent pas le long des joints de grains. Cette dissolution étant due à la nécessité de maintenir un équilibre thermodynamique entre le soufre et le manganèse en solution et celui des inclusions de MnS.

ABSTRACT

This thesis was prepared by combining six scientific articles that deal with the quantitative characterization of the machinability of parts made via the powder metallurgy process. The first chapter presents an exhaustive literature review on machining in general, and on the main differences that exist between the machining of wrought and sintered steels. The second chapter consists of a critical review of the techniques available for the complete characterization (stereological parameters and chemical composition) of second phase particles.

The third chapter synthesizes three articles presented at the end of the document (appendix) that discuss the characterization of second phase particles. This chapter presents the techniques developed based on the size of the second phase particles to be characterized. Thus, for particles with a diameter larger than one micrometer, a technique based on integrated microscopy is presented. As a demonstration, we discuss the quantitative characterization of the volume fraction and the chemistry of unalloyed particles in parts made from an alloyed powder and vice versa. The proposed technique combines image analysis on images acquired using a backscattered electron detector in the scanning electron microscope and energy dispersive X-ray microanalysis. This approach permits the use of higher magnification as well as primary particle discrimination since the contrast of that type of image is proportional to the average atomic number of the area scanned by the electron beam. Finally, a X-ray spectrum is acquired for each particle identified by the image analyzer which allows to characterize quantitatively their chemical composition and perform statistical analyses by taking into account the stereological parameters and the chemical nature of the particles.

The second section of chapter 3 focuses on the characterization of second phase particles with a diameter inferior to one micrometer. To develop a robust technique, we

studied the quantitative characterization of multi-phase inclusions. More specifically, we discuss the advantages and disadvantages of selected characterization techniques in electron microscopy as well as different techniques of sample preparation. It is shown that to characterize quantitatively the chemistry of a nano-phase particle located on the surface of a larger inclusion, the best approach is spectrum imaging using electron energy loss spectrometry. However, this technique requires preparing the samples using ultramicrotomy to maximize the chances that the interaction volume of the electrons be homogeneous throughout the sample. This technique was applied to the characterization of endogenous inclusions found in welds of Ti-Mn low-alloyed steel. It showed that the chemistry of the phases found on the surface of these inclusions, which are known to promote the formation of acicular ferrite, is MnTi_2O_4 and not TiO or TiO_2 as often found in the literature. In addition, our results give the first empirical evidence that titanium and nitrogen do not react automatically together to form TiN . It rather seems that there is a nitrogen threshold concentration necessary for the formation of TiN .

Finally, the last section of chapter 3 focuses on the characterization of wear on tools used to machine P/M parts. Thus, to characterize flank wear on drill bits, we present a method based on image analysis to superimpose the image of the new tool on the image of the same tool after it has been used to drill a given number of holes. This approach permits to eliminate some artifacts brought up by the presence of built up edges. Also, the use of a scanning electron microscope to acquire the images allows to improve the accuracy of tool wear measurement since it allows working with higher magnification and improved depth of field. As for the inserts used in turning, we suggest a technique based on advanced image analysis operations to generate a mosaic made up by the combination of several images representing discrete section of the flank area of an insert. By grouping these images it is possible to improve the accuracy of the measurements of the width of the flank wear.

The fourth chapter presents a summary of the work done to improve the machinability of parts made via the P/M process. The first section presents some results which demonstrate that, for drilling operations, the evolution of the axial force as a function of the quantity of material removed is directly proportional to the width of flank wear on the tool. Therefore, by measuring the slope of the linear region in a plot of the axial force vs. the quantity of material removed, one can characterize tool wear and machinability. Thus, our results show that the popular criterion that relies on a measure of the average force while drilling a given number of holes is biased. It was also shown that pre-alloying is a much more efficient technique to add manganese sulfide particles to a powder than admixing. Indeed, pre-alloyed manganese sulfide particles are better stress concentrators than admixed ones in the primary shear zone.

The second section of this chapter focuses on the advantages of using sinter-hardenable powder grades pre-alloyed with manganese sulfide particles. Indeed, the presence of pre-alloyed manganese sulfide particles minimizes seizure at the chip/tool interface. As a result, we notice a decrease of strain hardening and a significant lowering of the cutting forces, which results in improved tool life. In addition, we present results of tool life tests performed using different grades of tools. They indicate that tool life can be improved by 50 to 60% using sinter-hardenable powder grades pre-alloyed with manganese sulfide particles. Similarly, a 50% increase of tool life can be obtained by using polycrystalline cubic boron nitride inserts instead of alumina-coated tungsten carbide inserts.

The last section of this chapter discusses the effect of furnace atmosphere during elaboration of and sintering of powders pre-alloyed with manganese sulfide particles. It was observed that the reducing potential of the furnace atmosphere influences greatly the size distribution and final chemistry of the pre-alloyed inclusions. Quantitative characterization of 9 different lots of parts using integrated microscopy showed that the less the atmosphere is reducing, the more the inclusions found in the finale parts are

large and oxidized. Yet, some machining tests performed on parts from the 9 different lots showed that those that machined best were those containing the largest dual-phase inclusions. This behavior is explained by the fact that larger inclusions are better stress concentrators than smaller ones. Furthermore, the presence of an oxide phase has the effect of lowering the ductility of the MnS particles. These two factors lead to better crack initiation in the primary shear zone and lower forces on the tool. Finally, a model of the transformation of the MnS particles during the elaboration and sintering of resulfurized P/M steels is presented. The latter indicates that when the partial pressure of oxygen is high, internal oxidation of the manganese sulfide particles takes place along the grain boundaries in contact with the surface. Thus, the MnS inclusions found along those grain boundaries are oxidized and form plural-phase inclusions ($\text{MnS}/\text{MnO}/\text{MnSiO}_3$). This phenomenon leads to gradual dissolution of the manganese sulfide particles located away from the grain boundaries. This dissolution is due to the necessity to maintain the thermodynamic equilibrium between the sulfide and manganese in solution and that of MnS inclusions.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE	iv
REMERCIEMENTS	v
RÉSUMÉ	vii
ABSTRACT	xii
TABLE DES MATIÈRES	xvi
LISTE DES TABLEAUX	xxi
LISTE DES FIGURES	xxii
LISTE DES ANNEXES	xxx
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I : REVUE DE LA LITTÉRATURE PORTANT SUR L'USINABILITÉ DES PIÈCES FABRIQUÉES PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES	4
1.1 Introduction	4
1.2 Mécanismes de formation des copeaux	5
1.2.1 Mécanismes reliés aux coupes orthogonales	5
1.2.2 Forces	8
1.2.3 Contraintes	9
1.2.4 Angle de cisaillement	10
1.2.5 Vitesses	11
1.2.6 Considérations énergétiques	12

1.3 Déviations des conditions idéales lors d'une coupe orthogonale	15
1.3.1 Copeaux discontinus	15
1.3.2 Cisaillement secondaire à la surface de l'outil	17
1.3.3 Agglomérats sur l'arête de l'outil de coupe (Arête rapportée)	18
1.4 Analyse thermique lors de la coupe des métaux	20
1.4.1 Température lors de la coupe orthogonale des métaux	20
1.4.2 Fluides de coupe	24
1.5 Usure des outils	29
1.5.1 Mécanismes d'usure	29
1.5.1.1 Mécanisme d'usure par abrasion	29
1.5.1.2 Mécanisme d'usure par adhésion	29
1.5.1.3 Mécanisme d'usure par fatigue	30
1.5.1.4 Mécanisme d'usure par diffusion	30
1.5.2 Types d'usure	30
1.5.2.1 Usure de la dépouille	31
1.5.2.2 Usure par formation de cratères	32
1.5.2.3 Usure par formation d'encoches	33
1.6 Inclusions non métalliques améliorant l'usinabilité	34
1.6.1 Sulfures de manganèse	35
1.6.2 Bisulfure de molybdène	40
1.6.3 Nitrate de bore	41

1.6.4 Enstatite	41
1.6.5 Graphite libre	42
1.6.6 Tellure et Sélénum	43
1.6.7 Inclusions d'oxydes déformables	44
1.7 Usinage de pièces fabriquées par métallurgie des poudres	48
1.7.1 Théorie de la coupe interrompue	50
1.7.2 Théorie associée à la conductibilité thermique.....	53
1.7.3 La théorie des phases dures	54
1.7.3 Influences des teneurs en C, Si, Mn, S, Cu sur l'usinabilité	57
1.7.4.1 Carbone	57
1.7.4.2 Silicium	58
1.7.4.3 Manganèse	58
1.7.4.4 Soufre	59
1.7.4.5 Cuivre	59
1.7.5 Additifs aidant à l'usinabilité: ajoutés vs. préalliés	59
1.8 Évaluation de l'usinabilité	61
1.9 Conclusions	65
CHAPITRE II : REVUE DE LA LITTÉRATURE PORTANT SUR LES TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION MICROSCOPIQUE DE PARTICULES DE DEUXIÈME PHASE	67
2.1 Introduction	67

2.2 Techniques standardisées de caractérisation de particules de deuxième phase (Analyse d'images et microscopie optique)	68
2.3 Microscopie intégrée (Analyse d'images et microscopie électronique à balayage)	69
2.3.1 Choix des paramètres de positionnement du faisceau électronique pour l'acquisition des spectres rayons X	75
2.4 Caractérisation microscopique de particules de deuxième phase ayant un diamètre inférieur au micron	80
2.4.1 Caractérisation microscopique de particules ayant un diamètre inférieur au micron : le cas des inclusions retrouvées dans les joints soudés d'acières faiblement alliés	81
2.5 Conclusions	90
CHAPITRE III : TECHNIQUES DÉVELOPPÉES POUR LA CARACTÉRISATION DE PARTICULES DE DEUXIÈME PHASE AINSI QUE L'USURE DES OUTILS DE COUPE	91
3.1 Introduction	91
3.2 Caractérisation complète de particules de deuxième phase dont le diamètre est supérieur à $1\mu\text{m}$	93
3.3 Caractérisation de particules de deuxième phase poly-composées dont le diamètre est inférieur à $1\mu\text{m}$	97
3.4 Caractérisation de l'usure d'outils de coupe utilisés pour le perçage de pièces fabriquées par métallurgie des poudres	103
3.5 Caractérisation de l'usure d'outils de coupe utilisés pour le tournage de pièces fabriquées par métallurgie des poudres	104
3.6 Conclusions	105

CHAPITRE IV : CARACTÉRISATION DE L'USINABILITÉ DE PIÈCES FABRIQUÉES PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES	108
4.1 Introduction	108
4.2 Caractérisation de l'usinabilité de pièces fabriquées par métallurgie des poudres lors du perçage	108
4.2.1 Perçage de pièces frittées de type FC-XXXX	109
4.2.2 Perçage de pièces à vert et pré-frittées de type FL-4205	110
4.2.3 Perçage de pièces frittées fabriquées à partir de poudres de type FL-4205	111
4.3 Caractérisation de l'usinabilité en tournage de pièces fabriquées à partir de poudres autotremperantes	113
4.4 Effet des particules de sulfure de manganèse et de leur méthode d'addition sur l'usinabilité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres	115
4.5 Influence de l'atmosphère des fours lors de l'élaboration et du frittage de poudres pré-alliées avec des particules de sulfure de manganèse ..	116
4.6 Conclusions	127
CHAPITRE V : CONCLUSIONS GÉNÉRALES	129
RÉFÉRENCES	133

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 Mesures recueillies lors de la coupe orthogonale à basse vitesse d'un acier AISI 1113 (Shaw <i>et al.</i> (1953))	24
Tableau 1.2 Comparaison des propriétés de pièces frittées de Distaloy SA avec et sans particules ajoutées selon Engström (1983). (mélange avec 0.6% graphite et 0.5% stéarate de zinc)	40
Tableau 1.3 Effet des additifs permettant l'amélioration de l'usinabilité selon Beiss (1989)	40
Tableau 1.4 Dureté de certaines inclusions retrouvées dans l'acier en fonction de la température (d'après Westbrook (1966))	44
Tableau 4.1 Composition de la matrice d'une particule de MP 37R décarburée sous atmosphère peu réductrice	124
Tableau 4.2 Composition de la matrice d'une particule de MP 37R décarburé sous atmosphère très réductrice	124

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1	Comparaison d'une opération de coupe oblique (a) à celle d'une coupe orthogonale (b)	7
Figure 1.2	Schéma montrant les forces résultantes lors d'une coupe orthogonale. t=profondeur de coupe (mm), α=angle de coupe	7
Figure 1.3	Composantes orthogonales des forces résultantes selon chacun des systèmes d'axe identifiés ci-dessus (β=angle de friction)	8
Figure 1.4	Construction permettant de trouver une relation reliant l'angle de cisaillement (ϕ) au rapport de coupe (r)	11
Figure 1.5	Représentation graphique des trois vecteurs vitesse V, V_C et V_S	12
Figure 1.6	Trois types de bris des copeaux: (a) bris autonome, (b) bris dû à l'arrêt par l'outil, (c) bris dû à l'arrêt par la pièce. 1) Représentation schématisée, 2) Photographies prises en cours d'usinage (d'après AB Sandvik (1994))	16
Figure 1.7	Schéma de la forme de la zone de cisaillement secondaire près de la surface de l'outil lors de la coupe d'un acier doux. ($\alpha=10^\circ$, $t=12$ mm, $f=1.42$ mm/rév., $V=82$m/min.)	17
Figure 1.8	Diminution de l'angle de coupe due à la présence de cisaillement secondaire	18

Figure 1.9	Arrachement de l'agglomération et son effet sur l'outil et le fini de surface	19
Figure 1.10	Distribution typique de la chaleur lors de la coupe des métaux	21
Figure 1.11	Distribution de la température lors du tournage orthogonale Matériau: AISI 1113, matériau de l'outil: K2S, $\alpha=20^\circ$, largeur De la coupe: 3.84 mm, profondeur de coupe: 0.2 mm	22
Figure 1.12	Lignes isothermes associées à la coupe orthogonale d'un acier de décolletage à l'aide d'un outil au carbure. $\alpha=20^\circ$, vitesse de coupe: 155m/min., vitesse d'avance de l'outil: 0.274 mm/rév., d'après Tay <i>et al.</i> (1974)	23
Figure 1.13	Effet de la vitesse de coupe et de la vitesse d'avance de l'outil sur la température de l'interface copeau-outil lors du tournage orthogonal d'un acier 1015. a) vitesse d'avance de l'outil = 0.06 mm/rév., b) vitesse d'avance de l'outil = 0.13 mm/rév., c) vitesse d'avance de l'outil = 0.26 mm/rév. 1: air, 2: huile emulsifiable à base d'eau 40:1, 3: Huile soluble à base d'eau 40:1, 4: eau + 10% de nitrate de sodium, 5: eau + 10% de nitrate de sodium + agent mouillant	26
Figure 1.14	Directions possibles d'applications des fluides de coupe lors d'opérations à haute vitesse	27

Figure 1.15 Isothermes mesurés lors de la coupe orthogonale d'une fonte, a) coupe à l'air, b) huile soluble dans l'eau 30:1, application selon la direction A, c) huile soluble dans l'eau 30:1, application selon la direction C. vitesse de coupe 183 m/min., 0.25 mm/rév. (Smart et Trent (1974))	28
Figure 1.16 Schéma représentant l'usure de la dépouille sur une pastille	31
Figure 1.17 Schéma représentant l'usure par formation d'un cratère à la surface d'une pastille	32
Figure 1.18 Schéma représentant l'usure par formation d'encoche sur l'arête d'une pastille	33
Figure 1.19 Représentation schématique du comportement des sulfures de manganèse lors de la coupe à haute vitesse (c'est-à-dire haute température)	38
Figure 1.20 Variation de la dureté de certains matériaux utilisés comme outils de coupe en fonction de la température a) TiC, b) WC. (d'après Ramalingam et Watson (1978))	45
Figure 1.21 Limite de compositions des inclusions vs leur déformabilité a) système CaO-Al ₂ O ₃ -SiO ₂ , b) système CaO-MnO-SiO ₂	47
Figure 1.22 Micrographie obtenue au MEB montrant la densification localisée en avant de l'outil et le long des parois lors du perçage d'un échantillon d'acier du type MP37	52

Figure 1.23	a) Schéma de la relation entre le coefficient d'absorption thermique et la densité; b) Schéma de la relation entre la diffusivité thermique et la densité (acier inox. 304L)	54
Figure 1.24	Représentation schématique d'un montage permettant d'évaluer l'usinabilité en perçage de pièces fabriquées par métallurgie des poudres. (d'après De Rege <i>et al.</i> (1997))	62
Figure 1.25	Comparaison hypothétique de l'évolution de la force en fonction du nombre de trous pour deux matériaux différents (voir texte)	64
Figure 2.1	Représentation schématique du montage utilisé pour la caractérisation de particules de deuxième phase selon les techniques normalisées du type ASTM E-1122. Il s'agit d'un microscope optique couplé à un analyseur d'images	68
Figure 2.2	Schéma du montage d'un système de microscope intégré	72
Figure 2.3	Principales étapes contenues dans une routine de caractérisation complète des particules de deuxième phase. Les traits pointillés indiquent des étapes qui peuvent être faites en différé	74
Figure 2.4	Micrographie d'une inclusion bi-composés suite à l'opération de seuillage. L'analyseur d'images est maintenant prêt à faire les mesures stéréologiques des deux régions seuillées	75

Figure 2.5	Représentation schématisée de l'effet de la tension d'accélération versus le volume de génération des rayons X. a) La tension d'accélération est trop élevée et le volume de génération des rayons X n'est pas homogène. b) Une diminution de la tension d'accélération mène à un volume de génération homogène pourvu que l'énergie des électrons soit supérieure à l'énergie critique des atomes que l'on retrouve dans la particule	77
Figure 2.6	a) Spectre rayons X (EDS) provenant d'une particule de $\text{MnO}\cdot\text{SiO}_2$; $E_0=20$ kV. On remarque que plusieurs raies sont disponibles pour la quantification du Mn. b) Même particule qu'en a) avec $E_0=5$ kV, on observe une convolution entre les raies L du Mn et les raies K de l'oxygène	78
Figure 2.7	Illustration du problème soulevé par l'utilisation du centre de gravité comme critère de positionnement du faisceau électronique du MEB lors de la caractérisation d'une particule concave. Le centre de gravité se trouve en dehors des frontières de la particule à caractériser	80
Figure 2.8	a) Micrographie TEM d'une inclusion dont l'un des composés se trouve dans de forte conditions de diffraction des électrons (concentration en Ti dans l'échantillon = 410 ppm). b) Cliché de diffraction provenant de la région qui diffracte les électrons à la figure 2.8a) ($\text{MnO}\cdot\text{TiO}_2$: HC). c) Spectre rayons X (EDS) provenant de la région qui diffracte les électrons à la figure 2.8a)	83

Figure 2.9	Micrographie TEM d'une inclusion dont l'un des composés se trouve dans de fortes conditions de diffraction des électrons (concentration en Ti dans l'échantillon = 35 ppm).	
	b) Cliché de diffraction provenant de la région qui diffracte sur la figure 2.9a) (c.f.c). c) Spectre rayons X (EDS) provenant de la région qui diffracte à la figure 2.9a)	85
Figure 2.10	a) Diffusion des électrons dans une inclusion multi-composés. b) Même type d'inclusion qu'en a) préparée par ultramicrotomie. c) Le volume du composé se trouvant en périphérie est maintenant homogène dans le sens de l'épaisseur et les électrons ne diffusent pratiquement pas en dehors de ses frontières	87
Figure 2.11	Représentation schématisée du fonctionnement d'un spectromètre EELS (acquisition en parallèle) et de son prisme magnétique qui permet la séparation des électrons en fonction de leur énergie cinétique (Disko <i>et al.</i> , (1991))	89
Figure 2.12	Spectre EELS provenant d'une région d'une lame mince d'acier galvanisé montrant les différentes informations retrouvées dans un tel spectre (Tremblay (1995))	89
Figure 3.1	Évolution de l'erreur sur la mesure de l'aire d'une particule sphérique en fonction du nombre de pixels utilisés pour la représenter dans une image numérique	94
Figure 4.1	Chartes d'usinage pour le perçage de trous débouchants dans des pièces fabriquées à partir a) de poudres de types FL-4205 + MnS (MP52 FM) et b) FL-4205 (MP52) à l'aide d'un foret de carbure de tungstène de 6.75 mm de diamètre	112

Figure 4.2	Chartes d'usinage pour le tournage de pièces fabriquées à partir a) de poudres de types FL-4205 + MnS (MP52 FM) et b) FL-4205 (MP52) à l'aide de différents types d'outils de configuration CNMG	114
Figure 4.3	Caractérisation d'une inclusion de MnS retrouvée dans une particule de grenaille de fonte non broyée. a) Micrographie MEB d'une coupe transversale d'une particule de grenaille non broyée montrant la microstructure dendritique typique d'une fonte contenant 3.8% poids de carbone. b) Micrographie en champ sombre au MET d'une particule de MnS provenant de l'échantillon montré en a. c) Spectre rayons X correspondant à la particule présentée en b	119
Figure 4.4	Micrographie d'une particule de grenaille broyée	120
Figure 4.5	Micrographie de particules prélevée pendant à l'intérieur d'un four d'usine l'étape de décarburation (atmosphère peu éductrice). a) Particule de grenaille de fonte partiellement décarburée. b) Particule de calamine partiellement réduite. c) Micrographie à plus fort grossissement de la particule en b) montrant la réduction préférentielle qui a lieu au joint de grain	121
Figure 4.6	Micrographies typiques d'inclusions de MnS oxydées lors de la décarburation sous atmosphère peu réductrice. a) Oxydation d'inclusions de MnS le long d'un joint de grain. b) Oxydation d'inclusions de MnS le long d'un joint de grain. Spectre rayons X provenant du composé identifié 1 sur la micrographie présentée en b (MnS). d) Spectre rayons X provenant du composé identifié 2 sur la micrographie présentée en b ($MnSiO_3$)	123

Figure 4.7	a) Profil de concentrations à travers une inclusion provenant de l'échantillon décarburé sous une atmosphère très réductrice. (l'inclusion était monphasée). b) Profil de concentrations à travers une inclusion provenant de l'échantillon décarburé sous une atmosphère très réductrice. (l'inclusion était biphasée) ...	125
Figure 4.8	Modèle de transformation des inclusions de MnS lors de la décarburation sous atmosphère peu réductrice	126

LISTE DES ANNEXES

Annexe I : Article intitulé: METHOD BASED ON INTEGRATED MICROSCOPY TO DETERMINE THE FRACTION OF ALLOYED/UNALLOYED PARTICLES IN P/M STEEL POWDERS AND PARTS	144
Annexe II : Article sollicité: CHARACTERIZATION OF INCLUSIONS IN STEEL: WHEN NOT ONLY SIZE MATTERS	151
Annexe III : Article intitulé: THE INFLUENCE OF FURNACE ATMOSPHERE ON THE CHEMISTRY OF ADDITIVES TO POWDERS MADE FOR IMPROVED MACHINABILITY	157
Annexe IV : Article intitulé: CHARACTERIZATION OF 25-75 NM PHASES FOUND AT THE PERIPHERY OF MULTIPHASE INCLUSIONS: TECHNIQUES COMPARISON AND SELECTION	172
Annexe V : Article intitulé: CHARACTERIZATION OF THE MACHINABILITY OF SINTERED STEELS DURING DRILLING OPERATIONS	187

Annexe VI : Article intitulé: TURNING AND DRILLING OF PARTS MADE FROM SINTER-HARDENABLE STEEL POWDERS	215
---	-----

INTRODUCTION

La fabrication de pièces à l'aide du procédé de métallurgie des poudres a connu une croissance phénoménale au cours de la dernière décennie. Les récentes statistiques montrent que la production nord américaine de poudres d'acier est passée de 197 864 tonnes métriques en 1989 à 372 688 tonnes métriques en 1998, soit une augmentation pour cette période d'environ 73% (White, 1999). À titre comparatif, la production américaine d'acières corroyés a connu une croissance totale d'environ 11% pour la même période. Qui plus est, on estime que la croissance du marché de la métallurgie des poudres devrait être d'environ 5% par année jusqu'à l'an 2004. Cette croissance remarquable est en grande partie associée au marché de l'automobile et le remplacement de pièces traditionnellement fabriquées avec des procédés de fabrication plus conventionnels et généralement plus coûteux. Or, si l'on veut maintenir des taux de croissance similaires à plus long terme, il deviendra nécessaire que le marché de la métallurgie des poudres puisse répondre à des exigences technologiques encore plus sévères. En l'occurrence, on peut anticiper que ces exigences impliqueront non seulement les propriétés physico-mécaniques des poudres utilisées pour la fabrication de pièces mais aussi le développement de nouveaux champs d'applications pour celles-ci. C'est ainsi que de plus en plus de fabricants de pièces se tournent vers les producteurs de poudres pour que ces derniers leur fournissent des solutions complètes en ce qui a trait à la sélection du type de poudre, à l'optimisation de la mise en forme primaire (pressage et frittage) et secondaire (usinage) afin de développer des pièces de hautes performances. Ainsi, on peut s'attendre à ce que les prochains défis de la métallurgie des poudres visent principalement à remplacer les aciers corroyés sur la base des performances mécaniques accrues et non plus uniquement sur celle des faibles coûts de production. Toutes ces nouvelles aspirations nécessitent donc une compréhension avancée de tous les mécanismes qui peuvent influencer chacun de ces

points. Dès lors, ce n'est qu'à travers un raisonnement scientifique solide que des innovations technologiques viables et profitables pourront voir le jour.

C'est à ce niveau que le présent travail prend tout son sens. En effet, bien que le procédé de fabrication de pièces par métallurgie des poudres en soit un dit « à côtes presque finales (near net shape) », il n'en demeure pas moins que près de 60% des pièces produites via ce procédé subissent une opération d'usinage. Qui plus est, ce type de pièces est reconnu pour être difficilement usinables lorsque comparé à l'usinage de pièces d'acier corroyé. Or, vu l'importance que prennent les opérations secondaires de mise en forme, il devient impératif de travailler à améliorer ce comportement afin d'en arriver au développement de pièces pour applications de hautes performances.

Il faut mentionner qu'un nombre important d'études ont porté sur l'amélioration de l'usinabilité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Toutefois, ces dernières semblent faire preuve de peu de concertations. De plus, les bases technologiques et scientifiques de plusieurs d'entre elles sont souvent fragiles. Ces caractéristiques sont typiques d'une science jeune et immature. En effet, notre expérience nous a montré que la recherche et développement dans ce domaine est plus souvent le fruit d'essais et erreurs que basé sur des critères quantitatifs. C'est à partir de ces observations que nous avons entrepris le présent travail avec comme objectif de développer des outils robustes de caractérisation des poudres et de l'usinabilité des pièces fabriquées à partir de celles-ci. En un deuxième temps, nous avons utilisé les techniques de caractérisation mises sur pied afin de mieux comprendre les mécanismes impliqués lors de l'usinage des pièces fabriquées par métallurgie des poudres et en arriver à améliorer leur usinabilité.

De façon générale, l'amélioration de l'usinabilité passe par l'ajout à la poudre de composés chimiques qui diminuent les forces nécessaires à la formation des copeaux lors de la coupe. Par le passé, le plomb était utilisé dans la fabrication des aciers de

décolletage. Toutefois, sa toxicité a entraîné son remplacement par le sulfure de manganèse (MnS). De nos jours, le MnS est le composé le plus employé pour améliorer l'usinabilité des aciers. Bien qu'en métallurgie des aciers corroyés ces particules ne peuvent se retrouver autrement que sous la forme pré-alliée, la métallurgie des poudres offre une deuxième technique d'ajout, soit le mélange de fines particules de sulfure de manganèse à une poudre d'acier. Toutefois, peu d'information est disponible quant à l'effet de l'une ou l'autre de ces techniques d'addition sur l'amélioration de l'usinabilité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres.

L'organisation de cette thèse reflète donc les points soulevés ci-dessus. Ainsi, le premier chapitre présente une revue de la littérature portant sur les principaux facteurs touchant à l'usinage ainsi que les différences importantes qui existent entre l'usinage d'aciers corroyés et d'aciers frittés. Le chapitre 2 présente quant à lui une revue de la littérature touchant aux techniques de caractérisation microscopique utilisées pour la caractérisation de particules de deuxième phase. En effet, puisque ce sont des composés ajoutés aux matériaux qui influencent le plus l'usinabilité, nous nous devions d'utiliser, et de développer au besoin, des techniques de caractérisation qui permettent une évaluation quantitative des paramètres stéréologiques et chimiques de ces particules. Le troisième chapitre fait la synthèse des articles touchant à la caractérisation microscopique des particules de deuxième phase. On y met l'accent sur la microscopie intégrée et la sélection de techniques de caractérisation appropriées à la taille et à la composition chimique des particules. De même, le chapitre 4 présente une synthèse des articles se rapportant à la caractérisation quantitative de l'usinabilité d'aciers frittés ainsi qu'à son emploi pour le développement de poudres à usinabilité améliorée. Finalement, le chapitre 5 présente les conclusions générales en soulignant tout particulièrement les apports de nos travaux quant à l'avancement des connaissances touchant l'usinabilité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres ainsi que les outils microscopiques développés à cette fin.

CHAPITRE I

REVUE DE LA LITTÉRATURE PORTANT SUR L'USINABILITÉ DES PIÈCES FABRIQUÉES PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES

1.1 Introduction

On définit l'usinabilité comme étant l'aptitude d'un matériau à être usiné dans des conditions de coupe déterminées. Bien que cette définition soit très générale, et même assez vague, le terme usinabilité est d'usage courant dans les domaines du design et de la fabrication de pièces. Or, contrairement à d'autres propriétés des matériaux, il n'y a pas de paramètres généraux acceptés pour l'évaluation de l'usinabilité. Les gens intéressés par le fini de surface parleront plutôt de « qualité du fini de surface » tandis que ceux intéressés par l'usure des outils parleront en termes de « taux de production », etc. Donc, il apparaît clair que la définition de l'usinabilité est fortement influencée par les intérêts de son auteur.

Au-delà des définitions, il y a le sujet lui-même. Les pages qui suivent présentent donc une revue critique de la littérature portant sur les aspects métallurgiques de l'usinage des pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Bien que l'intérêt pour l'usinabilité des telles pièces a pris un essor depuis quelques années, il n'en demeure pas moins que la grande majorité de la littérature nous vient des recherches effectuées sur les aciers corroyés. Nous avons tout de même tenté de faire ressortir les points qui touchent de près l'usinabilité en métallurgie des poudres ou qui à tout le moins nous aident à mieux la comprendre. C'est ainsi que nous parlerons des mécanismes de formation des copeaux, des profils de température au cours de l'usinage et de l'usure des outils. Par la suite, nous traiterons des additifs permettant d'améliorer l'usinabilité

et poursuivrons avec un chapitre portant sur les caractéristiques spécifiques reliées à l'usinage des pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Finalement, nous parlerons des types d'essais et des paramètres à mesurer afin d'évaluer correctement l'usinabilité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres.

1.2 Mécanismes de formation des copeaux

Comme nous l'avons mentionné ci-dessus, l'éventuelle amélioration de l'usinabilité via des changements microstructuraux apportés à des poudres métalliques ne peut se faire sans une bonne compréhension des mécanismes impliqués lors de la coupe des métaux. Ainsi, une meilleure connaissance du comportement des outils lors de la coupe nous permet d'atteindre deux objectifs précis:

- Optimisation de l'utilisation des outils pour une opération de coupe donnée;
- Connaissance des paramètres importants sur lesquels les éventuels changements microstructuraux devront porter afin d'améliorer l'usinabilité;

Cette section traitera des mécanismes reliés aux opérations de coupes orthogonales (2-D) sur des matériaux parfaitement denses et homogènes. Le chapitre 4 présente quant à lui une comparaison entre l'usinage de pièces denses et celle de pièces poreuses comme celles rencontrées en métallurgie des poudres.

1.2.1 Mécanismes reliés aux coupes orthogonales

Shaw (1989), Mills et Redford (1984), Zorev (1966) et Kroneneberg (1966) sont quelques uns des nombreux auteurs qui ont publié des ouvrages complets portant sur les mécanismes impliqués lors de la coupe des métaux. Les travaux sur la formation des copeaux remontent à plus d'un siècle alors que Tresca publiait son ouvrage sur le

rabotage des métaux (Tresca (1873)). Toutefois, ce n'est que depuis le début des années 40 que les théories fondamentales ont vu le jour, grâce entre autres aux travaux de Merchant (1944).

Une coupe orthogonale fait référence à une opération idéale qui suppose que le matériau est complètement homogène. Les autres hypothèses reliées à ce modèle en deux dimensions sont les suivantes:

- L'outil est parfaitement aiguisé;
- Il n'y a pas de contact entre la dépouille frontale et la pièce;
- L'arête de coupe est droite et perpendiculaire au déplacement, générant une surface plane;
- Le copeau ne s'écoule pas de chaque côté (déformation plane);
- La profondeur de coupe est constante;
- La largeur de l'outil est plus grande que la pièce;
- La pièce se déplace par rapport à l'outil à vitesse constante;
- Le copeau est continu et ne présente pas d'arête rapportée (build-up edge);
- Les contraintes de cisaillement le long du plan de cisaillement et les contraintes normales le long de l'outil sont uniformes.

Dans la majorité des cas pratiques, le modèle des coupes orthogonales fait une bonne approximation des performances de l'arête tranchante de l'outil, d'où l'importance de l'étudier. La figure 1.1 compare une opération de coupe orthogonale à celle d'une coupe oblique. La figure 1.2 quant à elle présente les résultantes des forces impliquées lors d'une coupe orthogonale.

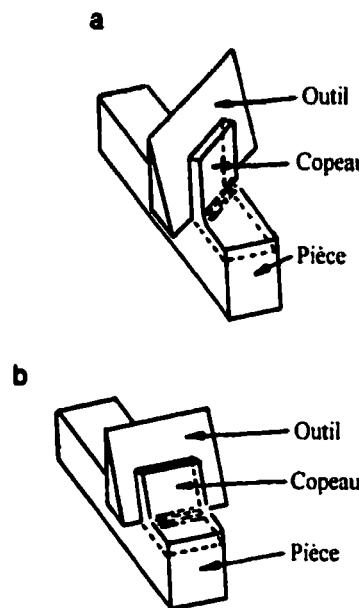


Figure 1.1 Comparaison d'une opération de coupe oblique (a) à celle d'une coupe orthogonale (b).

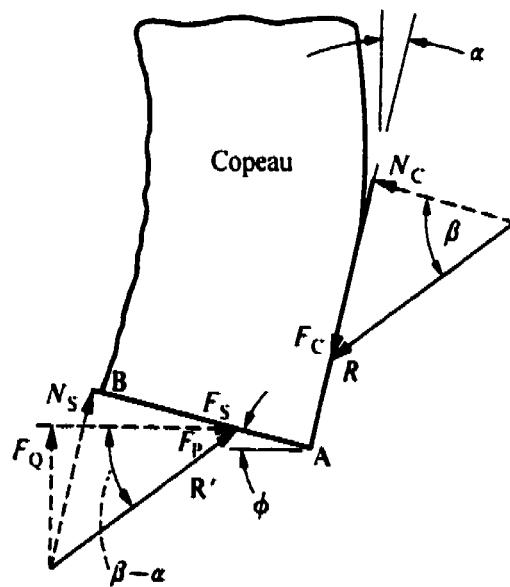


Figure 1.2 Schéma montrant les forces résultantes lors d'une coupe orthogonale. α =angle de coupe, ϕ =angle de cisaillement.

1.2.2 Forces

Comme le montre la figure 1.2, les forces résultantes R et R' sont respectivement la force entre l'outil et le copeau et celle entre la pièce et le copeau. À l'équilibre, $R=R'$ et l'on peut définir ces deux forces selon trois systèmes orthogonaux distincts, soient:

1. Selon les axes horizontaux et verticaux F_p et F_q ;
2. Selon des axes parallèles et perpendiculaires à la surface de l'outil F_c et N_c ;
3. Selon des axes parallèles et perpendiculaires au plan de cisaillement F_s et N_s ;

Pour fin de simplicité, on peut ramener toutes les forces à la pointe de l'outil afin d'obtenir un graphique compact tel que montré à la figure 1.3 (Merchant (1945)). Ainsi, on peut exprimer les forces de cisaillement et de friction à l'aide des forces horizontales et verticales qui sont celles que l'on peut déterminer expérimentalement à l'aide d'un dynamomètre.

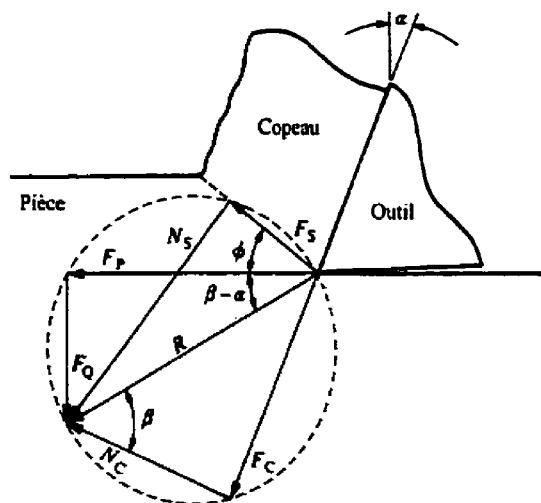


Figure 1.3 Composantes orthogonales des forces résultantes selon chacun des systèmes d'axe identifiés ci-dessus (β =angle de friction).

Ainsi,

$$F_s = F_p \cos \phi - F_Q \sin \phi \quad (2.1)$$

$$N_s = F_Q \cos \phi + F_p \sin \phi \quad (2.2)$$

De même:

$$F_c = F_p \sin \alpha + F_Q \cos \alpha \quad (2.3)$$

$$N_c = F_p \cos \alpha - F_Q \sin \alpha \quad (2.4)$$

Ces deux dernières équations sont particulièrement importantes puisqu' elles permettent de calculer le coefficient de friction à la surface de l'outil (μ). Or, on sait que :

$$\mu = \operatorname{tg} \beta \quad (2.5)$$

$$\mu = F_c/N_c = (F_p \sin \alpha + F_Q \cos \alpha) / (F_p \cos \alpha - F_Q \sin \alpha) = (F_Q + F_p \operatorname{tg} \alpha) / (F_p - F_Q \operatorname{tg} \alpha) \quad (2.6)$$

1.2.3 Contraintes

Les équations 2.1 et 2.2 permettent de mesurer les contraintes de cisaillement et celles normales au plan de cisaillement. On sait que:

$$\tau = F_s/A_s \quad (2.7)$$

$$\sigma = N_s/A_s \quad (2.8)$$

où: A_s = la surface du plan de cisaillement.

$$A_s = (bt) / (\sin \phi) \quad (2.9)$$

où: b = largeur de la coupe, t = profondeur de la coupe.

On obtient donc:

$$\tau = ((F_p \cos \phi - F_Q \sin \phi) \sin \phi) / (bt) \quad (2.10)$$

$$\sigma = ((F_p \sin \phi + F_Q \cos \phi) \sin \phi) / (bt) \quad (2.11)$$

1.2.4 Angle de cisaillement

Il a été démontré expérimentalement que lorsque les métaux sont coupés il n'y a pas de changement de densité d'où la relation suivante:

$$tbl = t_C b_C l_C \quad (2.12)$$

où: l est la longueur de coupe et C fait référence aux paramètres du copeau. De plus, si $b/t \geq 5$, il a été démontré expérimentalement que la largeur du copeau est la même que la largeur de coupe ce qui permet d'exprimer l'équation 2.12 comme suit:

$$t/l_C = l_C/l = r \quad (2.13)$$

où: r = le rapport de coupe.

En s'aidant de la figure 1.4, on peut obtenir une expression pour l'angle de cisaillement ϕ :

$$r = t/l_C = (AB \sin \phi) / (AB \cos (\phi - \alpha)) \quad (2.14)$$

$$\phi = \operatorname{arctg} ((r \cos \alpha) / (1 - r \sin \alpha)) \quad (2.15)$$

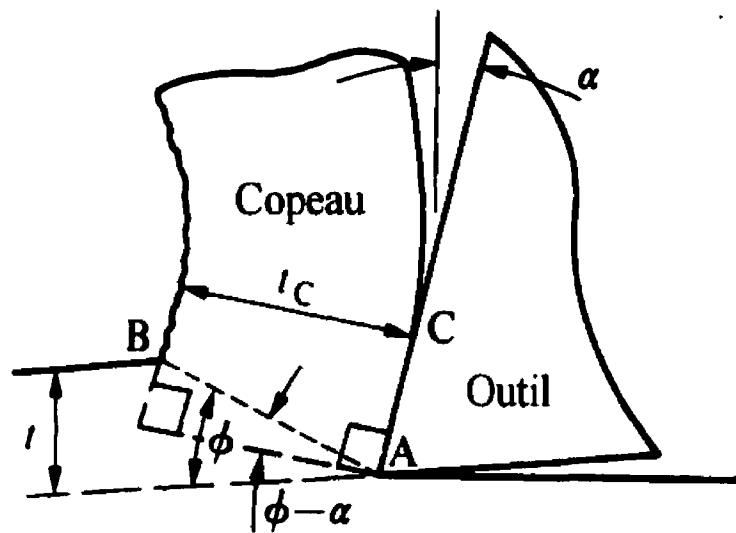


Figure 1.4 Construction permettant de trouver une relation reliant l'angle de cisaillement (ϕ) au rapport de coupe (r).

1.2.5 Vitesses

Il existe trois vitesses d'intérêt lors de la coupe des métaux, soient:

1. La vitesse de coupe (V) qui est la vitesse de l'outil par rapport à la pièce selon la direction parallèle à F_p ;
2. La vitesse du copeau (V_C) qui est la vitesse du copeau par rapport à l'outil selon la direction parallèle à la surface de l'outil;

3. La vitesse de cisaillement (V_s) qui est la vitesse du copeau par rapport à la pièce selon la direction du plan de cisaillement.

Comme la figure 1.5 l'indique, les principes de la cinématique demandent que les vecteurs de ces trois vitesses forment un diagramme fermé.

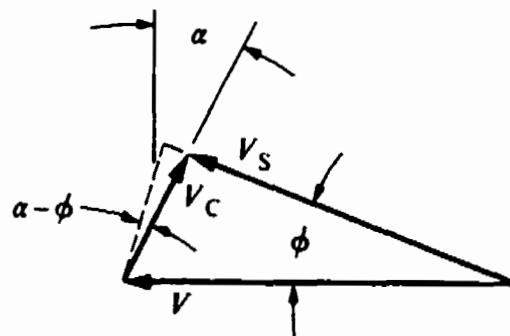


Figure 1.5 Représentation graphique des trois vecteurs vitesse V , V_c et V_s .

À l'aide de la figure 1.5 on peut écrire les relations suivantes:

$$V_c = ((\sin \phi) * V) / (\cos (\phi - \alpha)) = rV \quad (2.16)$$

$$V_s = ((\cos \alpha) * V) / (\cos (\alpha - \phi)) \quad (2.17)$$

1.2.6 Considérations énergétiques

Lorsque que l'on coupe du métal dans une opération bidimensionnelle, l'énergie dépensée par unité de temps est donnée par:

$$U = F_p V \quad (2.18)$$

L'énergie totale par unité de volume de métal enlevé est donnée par:

$$u = U/(Vbt) = F_p/bt \quad (2.19)$$

Comme Shaw (1954) l'a montré l'énergie totale par unité de volume est consommée comme suit:

1. Énergie par unité de volume sur le plan de cisaillement (u_s);
2. Énergie par unité de volume sur la surface de l'outil (u_f);
3. Énergie par unité de volume due à la formation d'une nouvelle surface lors de la coupe (u_a);
4. Énergie par unité de volume provenant du changement de quantité de mouvement du métal lorsqu'il rencontre le plan de cisaillement (u_m).

On obtient:

$$u_s = (F_s V_s)/(Vbt) = \tau ((V_s/(V \sin \phi)) \quad (2.20)$$

$$u_f = (F_c V_c)/(Vbt) \quad (2.21)$$

$$u_a = (T)(2Vb)/(Vbt) = 2T/t \quad (2.22)$$

où: T = énergie de surface du matériau, pour la plupart des métaux cette valeur est égale à 1000 dyne/cm;

La valeur « 2 » vient du fait que deux surfaces sont générées lorsqu'une coupe a lieu.

La force de quantité de mouvement résultante associée au changement de quantité de mouvement du métal lorsqu'il rencontre le plan de cisaillement s'oriente dans la direction du plan de cisaillement.

$$F_M = \rho V^2 bt [V_C \sin(\phi - \alpha) + V \cos \phi] \quad (2.23)$$

Ainsi:

$$u_M = (F_M V_S) / Vbt \quad (2.24)$$

Toutefois, comme Shaw l'a démontré, l'énergie de surface par volume, u_A , et l'énergie de quantité de mouvement par unité de volume, u_M , sont négligeables par rapport aux deux autres énergies. Ainsi, on peut écrire:

$$u = u_S + u_F \quad (2.25)$$

De plus, Shaw a montré que, pour une opération de tournage, l'énergie de friction, u_F , correspond généralement à 25% de l'énergie totale dépensée.

Bien, que les développements présentés ci-dessus soient fortement idéalisés, il n'en demeure pas moins qu'ils constituent une très bonne première approximation des phénomènes impliqués lors de la coupe des métaux. Comme nous venons tout juste de le démontrer, la déformation plastique dans le plan de cisaillement est le principal facteur influençant la formation des copeaux et éventuellement l'usinabilité. Il nous est dès lors possible d'anticiper les qualités que devront avoir les éventuels changements microstructuraux à apporter aux poudres métalliques afin de pouvoir en augmenter leur usinabilité. De façon plus précise, on se devra de trouver des composés qui favoriseront

principalement une diminution de l'énergie de cisaillement en avant de l'outil et en un deuxième temps, une diminution de l'énergie de friction entre le copeau et l'outil.

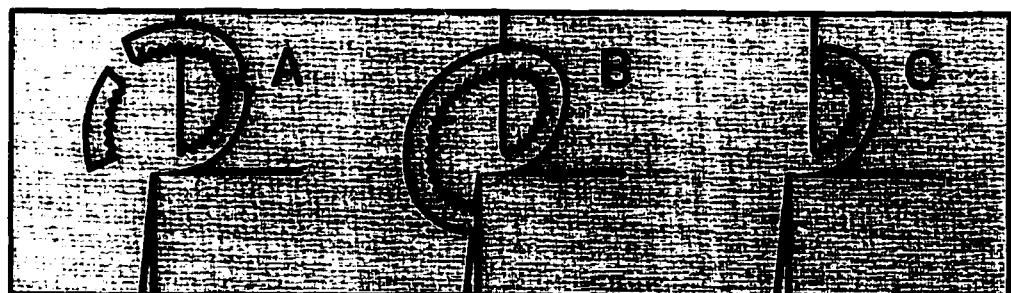
1.3 Déviations des conditions idéales lors d'une coupe orthogonale

Jusqu'à maintenant, nous nous sommes servi des hypothèses de la page trois afin de simplifier notre démarche. Bien que certaines de ces hypothèses soient assez bien respectées en pratique, d'autres sont par contre trop simplificatrices et demandent qu'on leur accorde une attention particulière. Les points dont nous parlerons dans cette section traitent de la formation de copeaux discontinus, le cisaillement secondaire à la surface de l'outil et l'apparition d'une arête rapportée.

1.3.1 Copeaux discontinus

Comme le montre la figure 1.6 il y a trois différentes façons selon lesquelles le copeau peut se briser. La première est le bris autonome, la deuxième est due à l'arrêt par l'outil et la troisième est due à l'arrêt par la pièce. Les paramètres d'usinage tels: la vitesse d'avance de l'outil, l'angle de coupe et la profondeur de coupe sont autant de facteur influençant les mécanismes de bris des copeaux.

1)



2)



Figure 1.6 Trois types de bris des copeaux: (a) bris autonome, (b) bris dû à l'arrêt par l'outil, (c) bris dû à l'arrêt par la pièce. 1) Représentation schématisée, 2) Photographies prises en cours d'usinage (d'après AB Sandvik (1994)).

Le premier type de bris se produit lorsque le rayon de courbure du copeau est petit et/ou l'épaisseur du copeau est très élevée. Il en résulte une augmentation des contraintes dans le copeau qui mène à sa rupture. Le deuxième type de bris se produit lorsque le bout libre du copeau frappe le côté de l'outil. Cet arrêt a pour effet de diminuer le rayon de courbure du copeau ce qui mène à sa rupture. Ce type de bris n'est généralement pas souhaité puisqu'il a tendance à endommager les outils de coupe. Quant au troisième type de bris, il survient suite à l'arrêt du copeau sur la pièce en avant de la région de coupe. Tout comme pour le cas précédent, ce type de bris est à éviter puisqu'il risque de nuire à la coupe de la région qui suit et ainsi diminuer la qualité du fini de surface.

1.3.2 Cisaillement secondaire à la surface de l'outil

Ce phénomène s'observe lorsque la contrainte de friction à la surface de l'outil atteint la valeur limite d'écoulement du matériau formant le copeau. Il y a alors écoulement de matière dans la partie du copeau se trouvant près de la surface de l'outil. La figure 1.7 montre une représentation schématique de la forme de la région de cisaillement secondaire telle que déterminée expérimentalement par Zorev (1966).

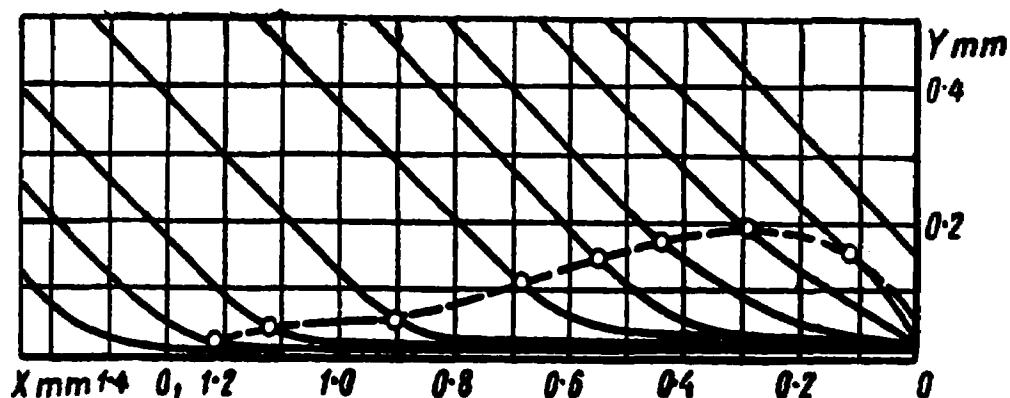


Figure 1.7 Schéma de la forme de la zone de cisaillement secondaire près de la surface de l'outil lors de la coupe d'un acier doux. ($\alpha=10^\circ$, $t=12$ mm, $f=1.42$ mm/rév., $V=82$ m/min.).

Puisque le cisaillement secondaire est dû à des contraintes élevées à la surface de l'outil, il en résulte une augmentation des forces de coupe. Comme l'indique Shaw, l'influence du cisaillement secondaire peut s'exprimer en termes de diminution de l'angle de coupe. Comme on peut le voir à la figure 1.8, la présence de cisaillement secondaire équivaut à un déplacement du copeau le long de l'axe AC' au lieu de l'axe AC.

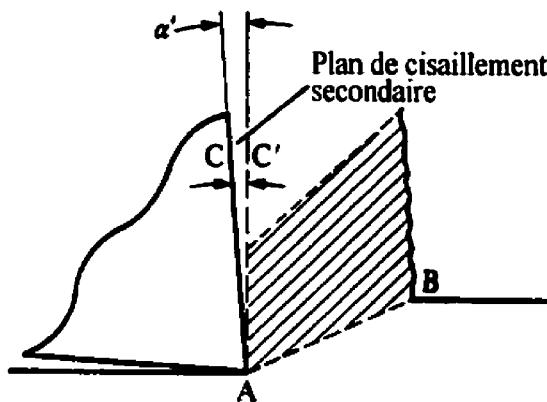


Figure 1.8 Diminution de l'angle de coupe due à la présence de cisaillement secondaire.

1.3.3 Agglomérats sur l'arête de l'outil de coupe (Arête rapportée)

Nous avons vu à la section précédente que des contraintes de cisaillement importantes peuvent être générées entre le copeau et l'outil dans la région de cisaillement secondaire. Il y a des cas où la déformation plastique qui peut en résulter est assez importante pour briser une partie du copeau. Cette fracture partielle du copeau laisse un morceau de métal en forme de fibre à la surface de l'outil une fois que le copeau s'est éloigné. De plus, ce genre d'agglomérations se remarque principalement lorsque la vitesse de coupe est faible c'est-à-dire lorsque la température est plutôt basse.

Les travaux de Williams et Rollason (1970) ont démontré que quelles que soient les conditions d'usinage, la coupe des métaux monophasés n'entraîne pas de formation d'agglomérations sur l'arête de coupe des outils. Ils ont démontré que pour qu'il y ait formation d'agglomérats, une condition essentielle mais non suffisante est qu'il y ait présence de particules de deuxième phase dans le copeau. Ceci s'explique par le fait qu'il y a décohésion de l'interface entre la matrice et ces particules (inclusions, grains de perlite, etc.) et formation de fissures menant à la rupture partielle du copeau. Les

fibres de métal ainsi formées se soudent à la surface de l'outil et viennent modifier son angle de coupe et par le fait même diminuer les forces de coupe. Ces agglomérats ont tendance à croître jusqu'à atteindre une certaine taille pour finalement devenir instables et se détacher de la surface de l'outil. Lors du détachement, l'outil est légèrement dévié de sa trajectoire ce qui induit des vibrations et surtout détériore le fini de surface suivant le mécanisme décrit à la figure 1.9 (AB Sandvik (1994)).

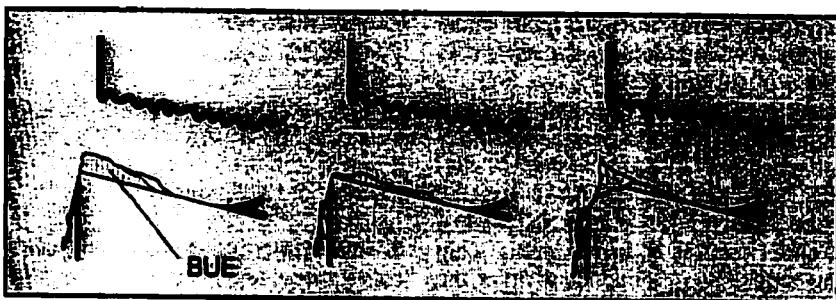


Figure 1.9 Arrachement de l'agglomération et son effet sur l'outil et le fini de surface.

Bon nombre d'articles de la littérature parlent de l'effet bénéfique des agglomérats qui agissent comme protecteurs de l'arête de coupe de l'outil et par conséquent augmentent sa durée de vie. En fait, ceci n'est vrai que si les conditions d'usinage permettent d'obtenir une arête rapportée stable. Comme nous le verrons plus loin, ces conditions sont fonction de la composition chimique de l'acier, de la nature chimique des inclusions ainsi que de leur fraction volumique. Dans les cas où l'arête rapportée est instable, le soudage de l'arête à la surface de l'outil puis son arrachement et les vibrations induites lors de l'arrachement sont autant de conditions qui engendrent l'usure de l'outil de coupe.

Finalement, il est possible d'éliminer la formation de ces agglomérats en augmentant la vitesse de coupe. Ce faisant, on augmente la température à l'interface copeau-outil ce qui a pour effet de diminuer les contraintes de cisaillement.

1.4 Analyse thermique lors de la coupe des métaux

À peu près toute l'énergie mécanique disponible lors de la coupe des métaux est convertie en chaleur (énergie thermique). Cette chaleur est principalement due à la friction et au bris des liaisons atomiques dans le plan de cisaillement. La première section de ce chapitre discutera de la distribution de chaleur lors de la coupe ainsi que de l'effet de certains paramètres de coupe. La deuxième section pour sa part présentera une brève revue des fluides de coupe et de leurs effets sur l'usinabilité.

1.4.1 Température lors de la coupe orthogonale des métaux

Les régions où la température est particulièrement élevée sont: le plan de cisaillement et la face de l'outil. Comme on peut s'y attendre, la quantité de chaleur générée varie en fonction du type de matériau usiné et des paramètres de coupe tels: la vitesse de coupe et la vitesse d'avance de l'outil. La figure 1.10 présente la distribution typique de la chaleur lors de la coupe des métaux telle que rapportée par Kronenberg (1966). On constate que la majorité de la chaleur générée dans la zone de coupe est enlevée par les copeaux.

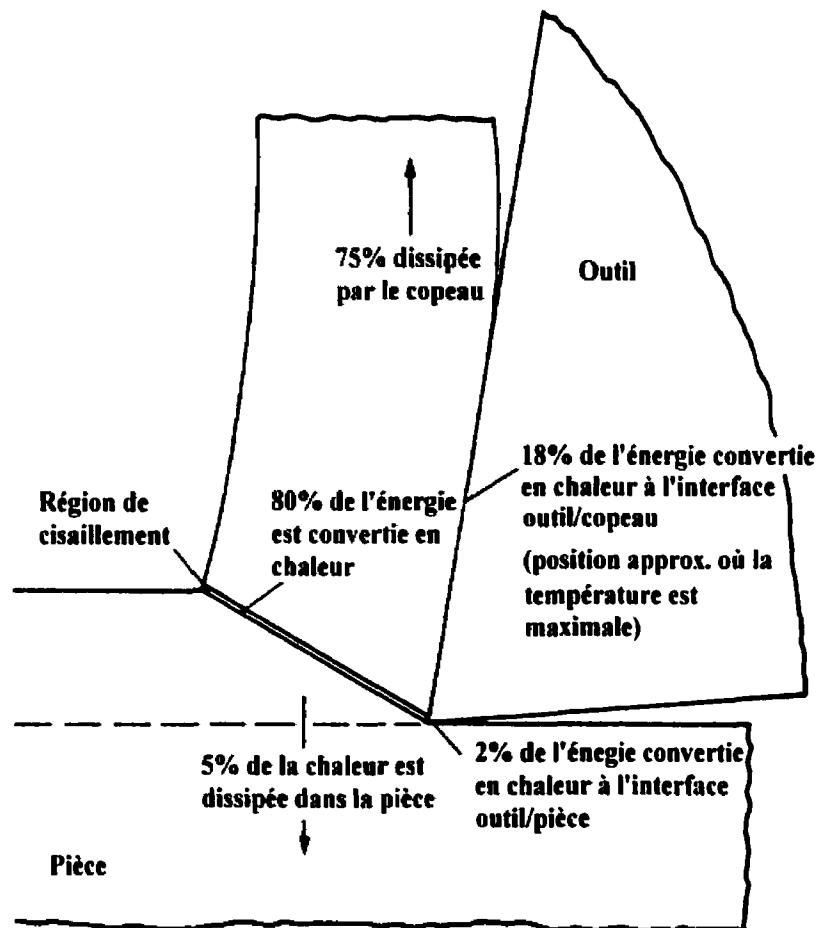


Figure 1.10 Distribution typique de la chaleur lors de la coupe des métaux.

La figure 1.11 quant à elle présente l'évolution de la température en fonction de la vitesse de coupe (Schmidt (1954)). On y remarque que seule la température à l'interface outil-copeau est significativement affectée par la vitesse de coupe. En effet, une augmentation de cette vitesse n'a à peu près pas d'effet sur la température de la pièce ou celle du copeau. De plus, Schmidt et Roubik (1949) ont montré que ces conclusions sont les mêmes que l'on parle de tournage, de perçage ou de fraisage.

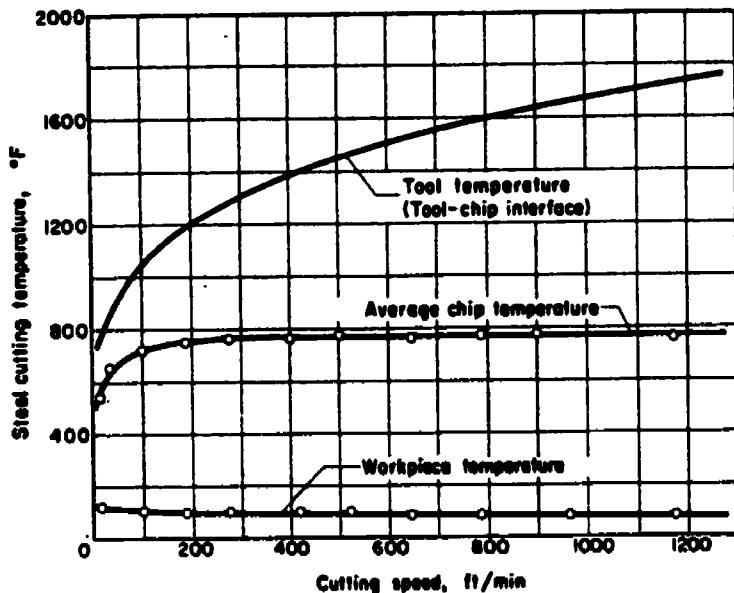


Figure 1.11 Distribution de la température lors du tournage orthogonale. Matériau: AISI 1113, matériau de l'outil: K2S, $\alpha=20^\circ$, largeur de la coupe: 3.84 mm, profondeur de coupe: 0.2 mm.

Finalement, l'analyse par éléments finis telle que celle présentée à la figure 1.12 nous permet d'obtenir une bonne approximation de la distribution typique de la température lors d'une coupe orthogonale (Tay *et al.* (1974)) sur un acier de décolletage. On constate que la température maximale est atteinte au-delà de la mi-distance de la longueur de contact « a » (T_{\max} à 0.68a à partir de l'arête de l'outil). Les mêmes auteurs ont montré que le point où la température est maximale, se rapproche de 0.5a avec une diminution de la vitesse de coupe. Parmi les résultats calculés de la figure 1.12, on note que la température maximale atteinte est de 1016°C et que la température moyenne au niveau du plan de cisaillement est de 192°C. Ces résultats sont importants dans un contexte comme le nôtre où l'on envisage d'utiliser des particules de deuxièmes phases afin d'augmenter l'usinabilité de pièces fabriquées par métallurgie des poudres.

En effet, une connaissance de la température en fonction de la position (bien qu'elle soit approximative) fournit des critères quant à la pertinence d'utiliser tels ou tels autres additifs pour améliorer l'usinabilité. Ceci est particulièrement vrai dans le cas des oxydes comme on le verra plus loin. De plus, la température maximale atteinte au cours de la coupe fera sentir ses effets sur la durée de vie utile de l'outil, la qualité du fini de surface, le rendement et la précision des pièces.

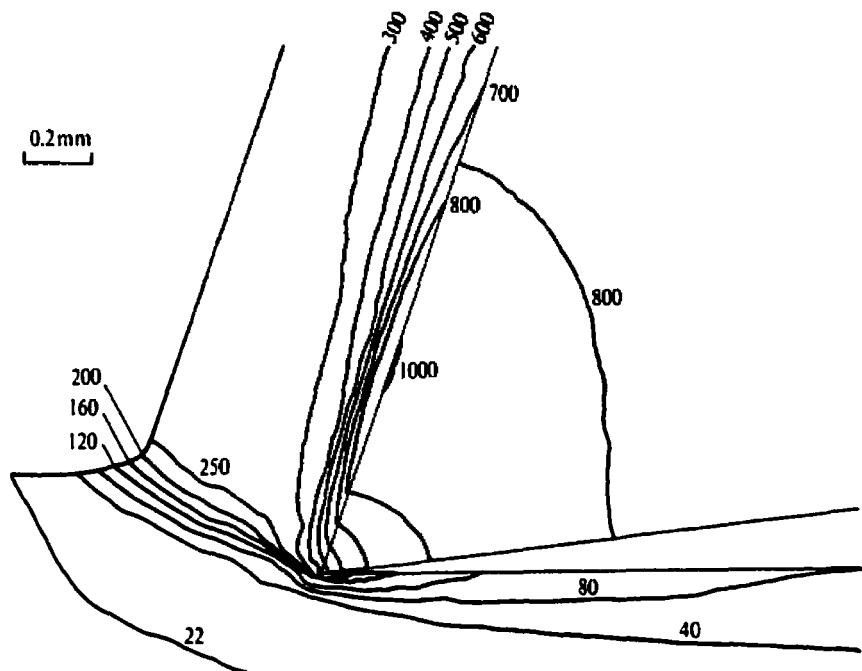


Figure 1.12 Lignes isothermes associées à la coupe orthogonale d'un acier de décolletage à l'aide d'un outil au carbure. $\alpha=20^\circ$, vitesse de coupe: 155m/min., vitesse d'avance de l'outil: 0.274 mm/rév., d'après Tay *et al.* (1974).

1.4.2 Fluides de coupe

À peu près toutes les formes d'usinage requièrent l'utilisation de fluides de coupe. La chaleur et le frottement qui sont générés par l'écoulement du copeau à la surface de l'outil provoque l'adhérence du métal au tranchant de ce dernier. Ceci entraîne une détérioration rapide du fini de surface de la pièce. Il faut mentionner que la très grande majorité des fluides de coupe utilisés en industrie sont sous forme liquide, on note en particulier les huiles minérales solubles, l'éthanol, le kérósène, etc. Les buts visés par l'emploi de fluides de coupe sont la lubrification à basse vitesse et le refroidissement de l'outil à haute vitesse. En effet, à basse vitesse (brochage) l'échauffement n'est pas un problème majeur tandis qu'à haute vitesse (perçage, tournage, fraisage) il n'y a pas assez de temps pour que le fluide glisse entre le copeau et l'outil afin d'agir comme lubrifiant. À titre d'exemple, le tableau 1.1 présente des résultats obtenus à basse vitesse de coupe (Shaw *et al.* (1953)). Les forces ont été mesurées à l'aide d'un dynamomètre. Les conditions de coupe étaient les suivantes: V:0.025 m/min., t: 0.08 mm/rév., b: 25.4 mm.

Tableau 1.1 Mesures recueillies lors de la coupe orthogonale à basse vitesse d'un acier AISI 1113 (Shaw *et al.* (1953)).

Fluide de coupe	α (°)	F_P (N)	F_Q (N)	r	ϕ (°)	$\tau(*10^{-3})$ (N/cm ₂)	$\sigma(*10^{-3})$ (N/cm ₂)	μ	β (°)
Benzène	45	3111	374	0.602	36.5	59.1	58.0	1.33	53.0
Air	45	2256	205	0.629	38.6	48.4	50.2	1.20	50.2
Éthanol	45	1664	-27	0.680	42.7	43.5	39.0	0.97	44.1
CCl ₄	45	1464	-182	0.739	47.4	42.9	36.2	0.78	37.9
Benzène	30	4058	1117	0.380	22.2	65.1	50.2	1.01	45.4
Air	30	3293	632	0.454	27.0	62.0	48.2	0.86	40.9
Éthanol	30	2407	178	0.521	31.4	52.7	37.8	0.68	34.2
CCl ₄	30	1945	-134	0.625	38.2	51.7	35.0	0.49	26.1
Air	16	4962	1544	0.301	17.5	66.6	46.2	0.66	33.3
Éthanol	16	3783	748	0.362	21.1	60.7	38.4	0.51	27.2
CCl ₄	16	2563	85	0.485	28.1	54.4	31.9	0.32	17.9

À partir des résultats du tableau 1.1, on peut tirer les conclusions suivantes:

- Le benzène est un lubrifiant négatif, c'est-à-dire qu'il est moins performant que l'air lorsque utilisé comme fluide de coupe;
- Le coefficient de friction à la surface de l'outil diminue lorsque l'efficacité du fluide de coupe augmente et lorsque l'angle de coupe diminue;
- L'éthanol et le CCl_4 sont des lubrifiants positifs puisqu'ils sont plus efficaces que l'air pour réduire les forces de coupe et augmenter l'angle du plan de cisaillement;
- Plus le fluide de coupe est efficace, plus la force F_Q est négative. Une force F_Q négative est représentative d'une condition instable entraînant une augmentation en fonction du temps de la profondeur de coupe jusqu'à ce qu'il y ait bris de l'outil;

Finalement, bien que le tétrachlorure de carbone présente les meilleurs résultats, sa très grande toxicité empêche son utilisation industrielle.

Comme nous l'avons mentionné ci-dessus, lors de la coupe à haute vitesse, la principale utilité des fluides de coupe est de diminuer la température à l'interface outil-copeau. C'est pour cette raison que le fluide de coupe le plus populaire et le plus efficace pour les opérations à haute vitesse demeure encore l'eau. Toutefois, afin de prévenir la corrosion et le rancissement de l'eau, on y ajoute des produits chimiques comme des amides, des nitrates et des bactéricides. Comme nous l'avons montré à la section précédente, plus la vitesse de coupe est élevée plus la température à l'interface copeau-outil augmente et plus les fluides de coupe perdent de leur efficacité. Le même genre de comportement se produit lorsque la profondeur de coupe augmente tel que démontrée à la figure 1.13 (Shaw *et al.* (1951)). En effet, une augmentation de la profondeur de coupe élargit le parcours de transfert de chaleur entraînant une diminution de l'efficacité du fluide à extraire la chaleur.

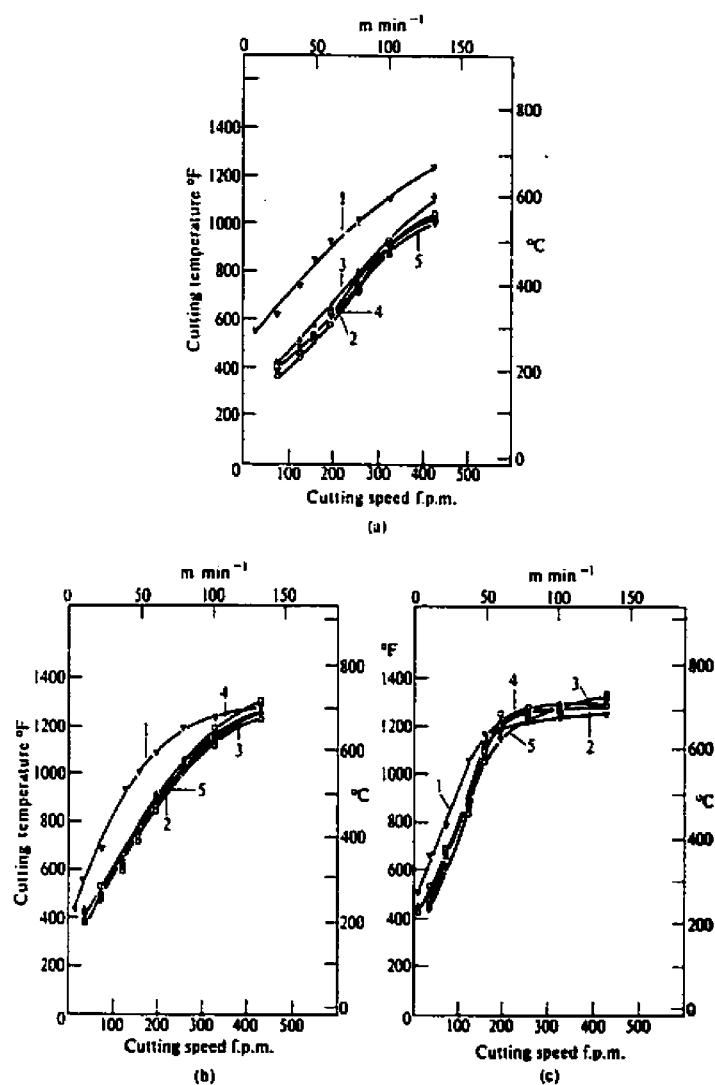


Figure 1.13 Effet de la vitesse de coupe et de la vitesse d'avance de l'outil sur la température de l'interface copeau-outil lors du tournage orthogonal d'un acier 1015. a) vitesse d'avance de l'outil = 0.06 mm/rév., b) vitesse d'avance de l'outil = 0.13 mm/rév., c) vitesse d'avance de l'outil = 0.26 mm/rév. 1: air, 2: huile emulsifiable à base d'eau 40:1, 3: Huile soluble à base d'eau 40:1, 4: eau + 10% de nitrate de sodium, 5: eau + 10% de nitrate de sodium + agent mouillant.

Un autre point d'intérêt dans la littérature concerne l'endroit où l'on doit appliquer le fluide de coupe lors d'opérations à haute vitesse. La figure 1.14 montre les trois directions où il est possible d'appliquer les fluides de coupes.

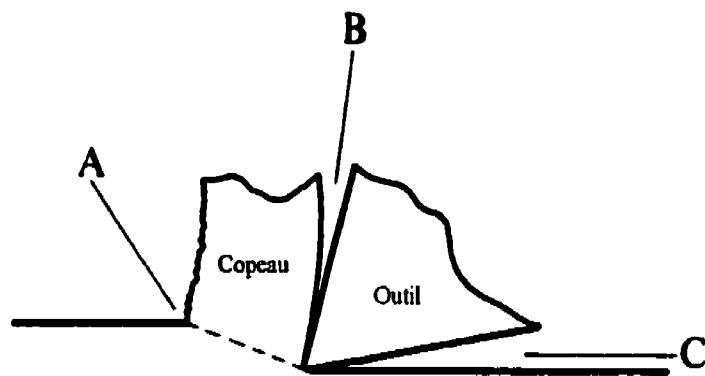


Figure 1.14 Directions possibles d'applications des fluides de coupe lors d'opérations à haute vitesse.

Bien que les recherches soient loin de faire l'unanimité entre la direction A et C (très peu de travaux favorise la direction B), il semble que se soit la direction C qui soit la meilleure. En effet, les travaux de (Smart et Trent (1974)) montre que la région de température maximale est substantiellement diminuée lorsque la direction d'application du fluide de coupe se faisait selon la direction C lors de l'usinage d'une fonte (figure 1.15). Ces mêmes auteurs ont également montré que lors de l'usinage du nickel, l'application du fluide selon la direction A entraînait un plus court contact entre le copeau et l'outil ce qui a pour effet de déplacer la région de température maximale vers l'arête de l'outil. Ce faisant, l'usure de l'outil est accélérée. Ainsi, l'application du fluide de coupe selon la direction C est préférable.

En ce qui concerne l'utilisation de fluides de coupe lors de l'usinage de pièces fabriquées par métallurgie des poudres, on s'entend pour dire qu'ils ne sont utiles que lors des opérations de tournage. Kaszynski *et al.* (1997) ont montré que ces fluides ne permettaient pas d'améliorer l'usinabilité lors du perçage. De plus, le choix des fluides de coupe doit être judicieux afin d'éviter que ceux-ci réagissent avec certains additifs contenus dans les pièces frittées.

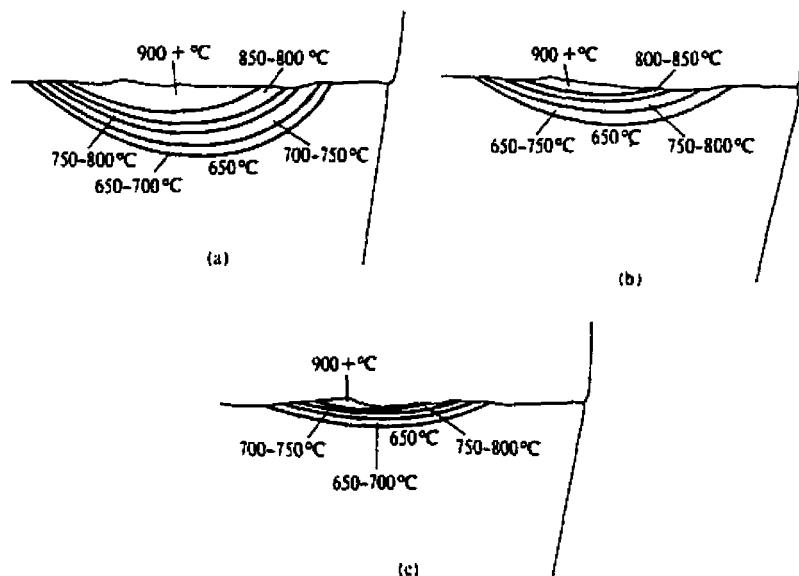


Figure 1.15 Isothermes mesurés lors de la coupe orthogonale d'une fonte, a) coupe à l'air, b) huile soluble dans l'eau 30:1, application selon la direction A, c) huile soluble dans l'eau 30:1, application selon la direction C. vitesse de coupe 183 m/min., 0.25 mm/rév. (Smart et Trent (1974)).

1.5 Usure des outils

Les pages qui suivent donne un bref aperçu des mécanismes d'usure ainsi que des effets de ces mécanismes sur l'usure des outils utilisés lors de la coupe des métaux.

1.5.1 Mécanismes d'usure

1.5.1.1 Mécanisme d'usure par abrasion

C'est le type d'usure le plus commun. Il résulte du frottement entre le copeau et la surface de l'outil et entre la surface fraîchement coupée de la pièce et la dépouille frontale. Cependant, puisque la pièce et les copeaux sont bien plus mous que l'outil, l'usure par abrasion est surtout due à la présence de phases et d'inclusions dures (martensite, carbures, oxydes, etc.). Il faut noter que les inclusions qui présentent des arêtes vives sont plus dommageables que celles qui sont rondes. Il en résulte généralement un aplatissement de la dépouille frontale et l'apparition d'un cratère sur la surface de l'outil.

1.5.1.2 Mécanisme d'usure par adhésion

Lorsque les conditions de coupe sont telles qu'il y a formation d'arêtes rapportées instables sur l'arête de l'outil, c'est-à-dire à faible vitesse de coupe, il peut y avoir un soudage entre les agglomérats et l'outil dû à la très forte pression exercée. Lorsque ces agglomérats sont arrachés, ils emportent avec eux des petits morceaux de l'outil. Ce type d'usure a pour effet de modifier le profil de la surface de l'outil.

1.5.1.3 Mécanisme d'usure par fatigue

Dans les procédés d'usinage usuels, ce type d'usure est généralement négligeable. Il est dû à une répétition de chargements et de déchargements que l'on observe particulièrement lors d'usinage de matériaux poreux. Ainsi, des fissures peuvent être initiées autours d'inclusions se trouvant sous la surface de l'outil. Le résultat de ce type d'usure est l'éclatement partiel de l'outil, généralement dans la région de l'arête.

1.5.1.4 Mécanisme d'usure par diffusion

L'usure par diffusion ne se produit que lorsque la température est très élevée et que la vitesse du copeau sur la surface de l'outil est lente. Comme nous l'avons déjà montré, cette combinaison de paramètres est très rare et n'est possible que lorsque la profondeur de coupe est très élevée. L'échauffement du copeau entraîne alors une transformation $\alpha \rightarrow \gamma$. Or, puisque l'austénite a une grande affinité pour le carbone, il y a migration d'atomes de carbone de l'outil vers le copeau à l'interface copeau-outil correspondant à la région de grippage. L'enrichissement du copeau en carbone augmente sa dureté ce qui a pour effet d'augmenter le taux d'usure le long du reste du parcours du copeau sur l'outil. Finalement, il arrive à l'occasion que ce type de mécanisme entraîne l'arrachement de morceaux de l'outil.

1.5.2 Types d'usure

Si on ne tient pas compte du bris fragile de l'outil, les chercheurs s'entendent pour dire qu'il existe trois types d'usure: l'usure de la dépouille, l'usure par formation de cratères et l'usure par formation d'encoches.

1.5.2.1 Usure de la dépouille

L'usure de la dépouille se produit principalement le long de l'arête de coupe et sur la surface de dépouille. La figure 1.16 présente un schéma de l'effet de ce type d'usure sur la géométrie de l'outil. L'usure de l'arête entraîne une augmentation des forces de coupe et de la température. L'usure de la surface de dépouille, quant à elle, mène à une diminution de la qualité du fini de surface de la pièce. De plus, l'usure de la surface de dépouille modifie la profondeur de coupe ce qui peut rendre les pièces non conformes aux spécifications.

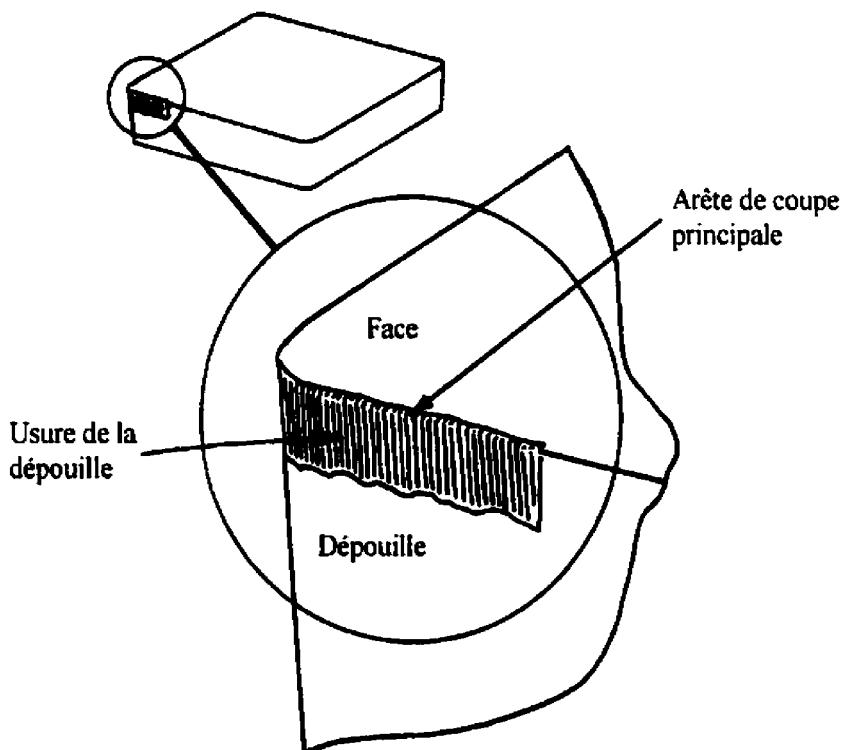


Figure 1.16 Schéma représentant l'usure de la dépouille sur une pastille.

1.5.2.2 Usure par formation de cratères

Les contraintes dues à la friction entre le copeau et l'outil sont maximales dans la région qui correspond au début de la région de glissement à l'interface outil-copeau. Certains mécanismes décrits plus haut entraînent la formation d'un cratère en forme d'arc circulaire à une certaine distance de l'arête de l'outil. La figure 1.17 présente un schéma de l'effet de ce type d'usure sur la géométrie de l'outil. En général, ce type d'usure est moins important que l'usure de la dépouille.

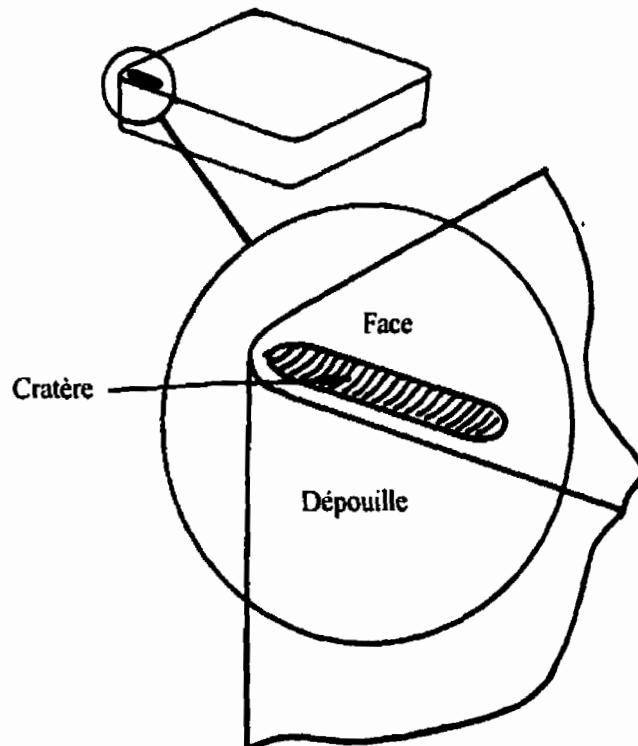


Figure 1.17 Schéma représentant l'usure par formation d'un cratère à la surface d'une pastille.

1.5.2.3 Usure par formation d'encoches

À l'extrémité de la région d'usure de la dépouille, l'outil est en contact avec la surface de la pièce qui n'a pas encore été coupée. Il arrive qu'à cet endroit précis, l'usure de la dépouille de l'outil soit plus importante. Ceci est dû à des effets locaux comme l'écrouissage de la surface engendré par la passe précédente, la présence d'une couche d'oxyde à la surface de la pièce ou une température plus élevée. La figure 1.18 présente un schéma de l'effet de ce type d'usure sur la géométrie de l'outil. Bien que ce type d'usure n'influence pas beaucoup la qualité de la coupe, son effet entraîne généralement une diminution de la longévité de l'outil car elle constitue un site important d'initiation de fissures qui peuvent causer une rupture catastrophique.

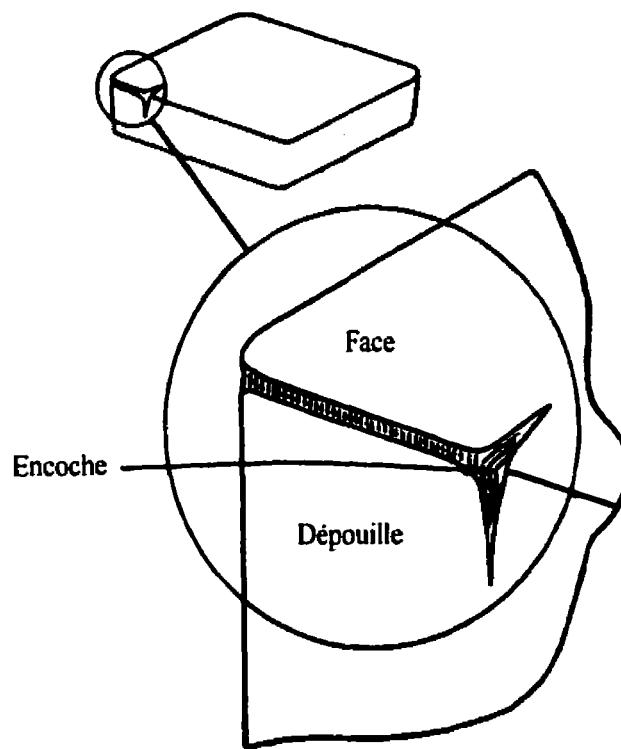


Figure 1.18 Schéma représentant l'usure par formation d'encoche sur l'arête d'une pastille.

1.6 Inclusions non métalliques améliorant l'usinabilité

Les métallurgistes savent depuis longtemps que la présence de certaines inclusions non métalliques ont un effet important quant à l'amélioration de l'usinabilité des aciers. Ces inclusions sont bénéfiques ou non selon leur nature chimique, leur taille, leur forme et leur fraction volumique. Kiessling (1968) a identifié quatre conditions que les inclusions doivent rencontrer afin de pouvoir améliorer l'usinabilité:

1. Les inclusions doivent agir comme des sites de concentration de contraintes dans le plan de cisaillement primaire afin d'initier la formation de fissures et de fragiliser les copeaux. Toutefois, l'augmentation des contraintes ne doit pas être trop élevée afin d'éviter la formation de fissures dans la pièce à usiner;
2. Les inclusions doivent participer à l'écoulement du copeau dans la zone d'écoulement par une augmentation du cisaillement du métal;
3. Les inclusions doivent former une barrière de diffusion entre la surface de l'outil et le copeau en fonction des températures atteintes à cette interface;
4. Les inclusions doivent favoriser un fini de surface lisse et ne pas agir comme des particules abrasives sur la surface de fuite de l'outil.

Les sections qui suivent discutent des avantages et inconvénients associés à l'utilisation de certaines inclusions pour améliorer l'usinabilité. Mentionnons que les additifs sont présentés ici sans faire de différence quant au mode de mise en forme des pièces, c'est-à-dire pièces d'acier corroyé versus pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Il est clair que si un additif augmente l'usinabilité d'un type de pièces, il aura le même effet sur l'autre type. Toutefois, il se peut qu'un type d'additif puisse se

retrouver dans un type de pièce et pas dans l'autre. C'est le cas par exemple de l'enstatite ($MgSiO_3$) qui peut être mélangé avec de la poudre d'acier mais qui ne peut être introduit dans de l'acier liquide à cause de son faible point de fusion. Pour fin de clarté, les mécanismes impliqués lors de l'usinage à l'aide d'additifs visant à améliorer l'usinabilité sont abordés en se servant de l'exemple des sulfures de manganèse. Nous aborderons également l'utilisation du bisulfure de molybdène (MoS_2), du nitre de bore (BN), de l'enstatite ($MgSiO_3$) et du graphite libre. De plus, nous discuterons des effets bénéfiques de certains autres types d'oxydes qui, bien que connus dans l'industrie des aciers corroyés, ne sont pas utilisés en métallurgie des poudres.

1.6.1 Sulfures de manganèse

Il est bien connu que lors de l'élaboration de l'acier, on ajoute une certaine quantité de manganèse afin que celui-ci réagisse avec le soufre pour former préférentiellement des sulfures de manganèse (MnS) plutôt que des sulfures de fer (FeS). L'avantage de cette pratique vient du fait que le MnS a un point de fusion plus élevé que le FeS, évitant ainsi la formation d'une phase liquide lors de traitements thermiques de l'acier. De plus, les MnS sont malléables à chaud et se déforment facilement lors de la mise en œuvre de l'acier.

De nombreuses études ont démontré l'effet bénéfique de la présence d'inclusions de MnS sur l'usinabilité de pièces d'aciers corroyés et de pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Toutefois, les mécanismes menant à une telle amélioration de l'usinabilité sont moins bien connus et soulèvent la controverse. La littérature sur le sujet fait état de quatre principales théories.

1. Merchant et Zlatin (1949) suggèrent que les MnS réduisent le coefficient de frottement entre l'outil et le copeau. Cette théorie se base sur le fait que les MnS se

déforment plastiquement à température élevée ce qui faciliterait leur arrachement et leur déposition sur la face de l'outil. Ainsi, une couche de MnS à la surface de l'outil limiterait le contact copeau/outil ce qui résulterait en une diminution de l'usure;

2. Shaw *et al.* (1961a) ont démontré que le MnS est un mauvais lubrifiant (pire que l'air). Ils suggèrent au contraire un mécanisme basé sur la stabilité de l'arête rapportée. En effet, les inclusions de MnS favoriseraient la formation d'une arête rapportée stable à des vitesses de coupe plus élevées que dans le cas des aciers non resulfurés. Cette stabilité de l'arête rapportée présente deux avantages importants. Premièrement, elle augmente l'angle de coupe ce qui tend à diminuer les forces de coupe. Deuxièmement, la présence de l'arête rapportée augmente la courbure des copeaux ce qui tend à diminuer la longueur du contact outil-copeau. Finalement, des résultats expérimentaux montrent que plus il y a d'inclusions de MnS, plus l'épaisseur du copeau diminue ce qui indique une diminution de la déformation à l'intérieur du copeau et par le fait même une réduction des forces de coupe.
3. Dans le même sens, Trent (1963) a suggéré que les MnS fortement déformés dans la zone de cisaillement primaire du copeau favorisent le cisaillement. Il en résulte une diminution de la force tangentielle agissant sur la face de l'outil ce qui mène à une réduction des forces de coupe.
4. Finalement, Tipnis et Cook (1965), Kiessling (1968) et Hazra *et al.* (1973) soutiennent que les inclusions de MnS agissent comme sites de concentration de contraintes dans la zone de cisaillement primaire. Ceci mène à l'initiation de fissures autour des inclusions de MnS, fissures qui facilitent le bris des copeaux et la diminution des forces de coupe.

Les conclusions de Shaw *et al.* (1961a) sont assez sévères en ce qui concerne les propriétés de lubrification du MnS. Celui-ci a effectivement démontré de façon empirique que le MnS est un moins bon lubrifiant que l'air. Toutefois, ses essais ont été faits à température ambiante. Or, nous avons montré au chapitre 3 que la température à l'interface outil-copeau peut atteindre des valeurs d'environ 800°C. De plus, on sait que les inclusions de MnS s'écoulent facilement à chaud. On peut donc difficilement se baser sur les travaux de Shaw pour discrépiter les effets de lubrification des inclusions de MnS à l'interface copeau-outil. Qui plus est, Chopra (1988), Chopra (1996), Madan (1996) et Martel (1996) ont tous trois démontré à l'aide de cartes rayons X du manganèse et du soufre que l'on retrouvait des traces de MnS sur les arêtes de certaines mèches utilisées pour le perçage de pièces fabriquées à l'aide de poudres d'acier contenant des ajouts de MnS. Cependant, il est vrai qu'à haute vitesse de coupe, c'est-à-dire à température élevée à l'interface copeau-outil, les inclusions de MnS perdent leur efficacité à augmenter l'usinabilité des pièces. Ceci est dû au fait que dans ces conditions, l'augmentation de la température empêche la formation d'une arête rapportée. De plus, dans ces conditions, les inclusions de MnS sont fortement déformées selon le plan de cisaillement primaire et accèdent plus difficilement à l'interface outil-copeau rendant l'effet de lubrification moins efficace (voir figure 1.19). Ce dernier raisonnement vient contredire la théorie de Trent qui suggère que la déformation des inclusions de MnS dans le plan de cisaillement primaire diminue les forces tangentielles sur l'outil. Ainsi, plus la déformation est facilitée à haute vitesse de coupe, plus les forces de coupe devraient diminuer. Or, les expériences de Shaw *et al.* (1961a) montrent qu'à haute vitesse (tournage à 150 m/min.), il n'y a à peu près pas de différence entre les aciers resulfurés et ceux contenant très peu de soufre. Cependant, on peut arriver à contrebalancer l'efficacité décroissante des inclusions de MnS sur l'usinabilité en augmentant leur fraction volumique.

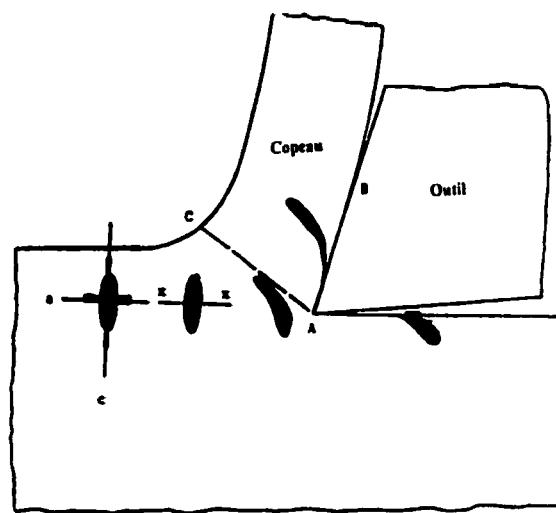


Figure 1.19 Représentation schématique du comportement des sulfures de manganèse lors de la coupe à haute vitesse (c'est-à-dire haute température).

Pour ce qui est du rôle des inclusions de MnS comme sites de concentration de contraintes et d'initiation de fissures, il ne peut expliquer à lui seul l'amélioration de l'usinabilité. En effet, plusieurs composés durs pourraient tout aussi bien agir comme sites de concentration de contraintes. Cependant, bien que des inclusions de silice (SiO_2) puissent agir comme site d'initiation de fissures, il n'en demeure pas moins qu'elles ne favorisent pas du tout l'usinabilité des pièces. Toutefois, Cox & Low. (1974) ont montré que plus le diamètre moyen des inclusions de MnS était élevé, plus la fracture plastique de l'acier AISI 4140 était facilitée. Ainsi, à fraction volumique constante, on est mieux d'avoir un faible nombre de grosses inclusions de MnS que beaucoup de petites. L'idéal étant évidemment une fraction volumique élevée de grosses inclusions de MnS.

L'augmentation de l'usinabilité par l'addition de sulfures de manganèse s'explique par une mise en commun partielle des différentes théories présentées ci-dessus. Les preuves expérimentales montrent qu'effectivement les inclusions de MnS agissent comme sites d'initiation de fissures provenant d'un effet d'hétérogénéité des propriétés mécaniques entre la matrice et les inclusions dans le plan de cisaillement primaire. Si les conditions de coupe le permettent (vitesse et température), une arête rapportée se forme sur la surface de l'outil. Ce phénomène entraîne une diminution des forces de coupe et forme une couche protectrice sur l'outil. Toutefois, comme nous l'avons mentionné à la section 1.3.3, cette protection n'est efficace que si l'arête rapportée est stable. Or, Shaw *et al.* (1961a) ont montré que les inclusions de MnS stabilisaient l'arête rapportée et ce pour des vitesses de coupe plus élevées que dans le cas des aciers non resulfurés. De plus, il a été démontré que les inclusions de MnS agissent comme lubrifiant à l'interface outil-copeau lorsqu'il n'y a pas formation d'une arête rapportée. Ce mécanisme prévaudrait donc pour des vitesses de coupe plus faibles. Cependant, Shaw *et al.* (1961b) ont démontré que les aciers resulfurés ne présentaient pas d'augmentation majeure de l'usinabilité lorsque les vitesses de coupe sont faibles. Si l'on ajoute ceci au fait que la friction ne compte que pour 25 % de l'énergie utilisée lors de la coupe des métaux, on constate que les MnS sont plus utiles comme stabilisateurs d'arête rapportée que comme lubrifiant. Ainsi, si l'on veut maximiser l'augmentation de l'usinabilité due à la présence de MnS, on est mieux d'usiner avec des vitesses qui permettront d'obtenir une petite arête rapportée stable.

Comme nous l'avons mentionné dans l'introduction de ce chapitre, Kiessling (1968) a identifié quatre conditions que les inclusions doivent rencontrer afin de pouvoir améliorer l'usinabilité. Toutefois, il est rare que l'on parle de l'effet des additifs sur les propriétés mécaniques des pièces. En effet, non seulement les inclusions devraient favoriser l'usinabilité mais elles devraient aussi changer le moins possible les propriétés

mécaniques. À ce titre, les tableaux 1.2 et 1.3 montrent l'effet de certains additifs sur les propriétés mécaniques des pièces fabriquées par métallurgie des poudres.

Tableau 1.2 Comparaison des propriétés de pièces frittées de Distaloy SA avec et sans particules ajoutées selon Engström (1983). (mélange avec 0.6% graphite et 0.5% stéarate de zinc).

Matériau	Résistance à la traction (MPa)	Allongement (%)	Changement Dimensionnel (%)
Distaloy SA	590	3.4	---
Distaloy + (0.5% pds.) MnS	590	3.5	+0.02
Distaloy + (0.8% pds.) MnS	580	3.3	+0.02
Distaloy + (0.8% pds.) MoS ₂	580	3.0	+0.03

Tableau 1.3 Effet des additifs permettant l'amélioration de l'usinabilité selon Beiss (1989).

Additif	Quantité (%)	Usinabilité	Changements dimensionnels	Propriétés mécaniques
Se	0 - 0.25	++	+	-
Te	0 - 0.25	++	++	--
Mn	0 - 1.0	++	?	?
S	0 - 0.5	+/++	+	+
MnS	0 - 2	+/++	0	0
MoS ₂	0 - 0.8	++	+	+
BN	0.1	+	?	?
Infiltration au Cu	/.	++	++	+

1.6.2 Bisulfure de molybdène

Le bisulfure de molybdène (MoS₂) a un comportement similaire à celui du sulfure de manganèse. Engström (1983), Chopra (1988) et Madan (1996) ont tous montré que l'effet du MoS₂ quant à l'amélioration de l'usinabilité était presque aussi

bon que celui du MnS. Il en est de même pour l'effet du MoS₂ sur le changement des propriétés mécaniques (voir tableau 1.3). Toutefois, les recherches d'Engström ont montré que le MoS₂ tend à se dissocier beaucoup plus facilement que le MnS lors du frittage de pièces fabriquées par métallurgie des poudres.

1.6.3 Nitrure de bore

L'utilisation du BN comme additif permettant d'améliorer l'usinabilité se limite au domaine de la métallurgie des poudres. Qui plus est, son utilisation pour augmenter l'usinabilité est régie par un brevet appartenant à la compagnie Poudres Métalliques du Québec Ltée. Le très peu de littérature sur le sujet indique que le BN agit comme lubrifiant à l'interface copeau-outil ce qui permet de réduire les forces de friction et améliore l'usinabilité (Chagnon (1996)). De plus, le nitrure de bore maintient ses propriétés d'amélioration de l'usinabilité à des concentrations en carbone plus élevée que pour le cas du MnS. Beiss (1989) mentionne que le BN n'est pas aussi efficace que le MnS quant à l'amélioration de l'usinabilité (voir tableau 5.2). Hayashi *et al.* (1996) ont confirmé les résultats de Beiss en comparant l'usinabilité de différents lots de guides de valves fabriqués par métallurgie des poudres. Les guides de valves auxquels on avait ajouté du BN présentaient de moins bonnes propriétés mécaniques que ceux contenant du MnS ou de l'enstatite (MgSiO₃).

1.6.4 Enstatite

Tout comme le nitrure de bore, ce silicate de magnésium (MgSiO₃) est utilisé exclusivement comme additif lors de la fabrication de pièces par métallurgie des poudres. On le mélange à la poudre avant le frittage et on le retrouve dans les pores des pièces où, selon Hayashi *et al.* (1996), il joue un rôle de lubrifiant solide entre le copeau et la surface de l'outil. Ces derniers ont montré que le perçage de guides de valve

contenant de l'enstatite donnait de plus petits copeaux et nécessitait un plus faible moment que lorsque le MnS était utilisé. Toutefois, ils n'ont jamais montré que l'enstatite était meilleur que d'autres additifs quant à la diminution de l'usure de l'outil de coupe. Qui plus est, suite à un test d'usure accéléré simulant le déplacement de la tige de la valve dans les guides de valves, les lots contenant de l'enstatite ou du MnS plus enstatite étaient plus usés que lorsque le MnS seul était utilisé comme additif. À partir de ces résultats, il est difficile d'affirmer que l'enstatite est un additif efficace pour améliorer l'usinabilité des poudres. Nous croyons qu'il faudrait étudier plus à fond son efficacité avant de conclure trop vite à l'utilité d'ajouter de l'enstatite aux poudres métalliques.

1.6.5 Graphite libre

Le graphite libre est surtout rencontré dans les fontes grises ou celles à graphite sphéroïdal. Il est particulièrement efficace comme lubrifiant solide servant à diminuer les forces de friction entre le copeau et la surface de l'outil. Des essais ont été fait afin de mélanger des particules de graphite à des poudres d'acier pour garder ces particules dans les pores des pièces après frittage. La tâche est difficile puisque aux températures de frittage ($\approx 2050^{\circ}\text{C}$ pendant 60 min.), le carbone diffuse rapidement dans les grains de ferrite pour former de la perlite. Il en résulte une matrice entièrement perlitique sans graphite libre dans les pores. Uenosono *et al.* (1996) ont réussi à garder des particules de graphite libre après frittage (1440°C pendant 20 min.) d'un acier dont la composition chimique est la suivante: 0.09% pds. Cr, 0.06% pds. Mn, 0.10% pds S, 0.002% pds. C, 0.20% O. Ils expliquent leur résultats par le fait que le soufre en excès par rapport au manganèse est adsorbé à la surface des particules de fer ce qui ralenti le taux de carburation des grains de ferrite. En fait, Grobke *et al.* (1977) et Nii *et al.* (1980) ont montré que ce phénomène est dû à la présence de petites inclusions de FeS aux joints de grain qui ralentissent la diffusion du carbone.

Dans le cas des pièces de Uenosono, la température de frittage n'était pas dans la gamme généralement utilisée dans l'industrie. Les propriétés mécaniques de ces pièces étaient donc bien en deçà de ce que l'on peut s'attendre généralement d'une pièce fabriquée par métallurgie des poudres. Il nous semble évident que le choix de la température de frittage a été sélectionné afin d'éviter la formation de FeS liquide qui alors ne joue probablement plus son rôle de frein à la diffusion du carbone aux joints de grain. Ici encore, il faut prendre les résultats trouvés dans la littérature avec un grain de sel et ne pas sauter trop vite aux conclusions. Nous sommes d'accord qu'il est possible, en métallurgie des poudres, d'améliorer l'usinabilité par l'addition et la rétention de graphite libre dans les pores. Cependant le prix à payer quant à la diminution des propriétés mécaniques est très élevé et ne se limite qu'à des applications particulières.

1.6.6 Tellure et Sélénum

Le tellure se combine au manganèse des aciers pour former du MnTe. Le MnTe peut se retrouver sous forme d'inclusions pures ou dissout dans le MnS (Smith et Clayton (1963) et Nixon (1982)). La présence de ces inclusions mène à une diminution des forces de coupe due à une réduction de la force de friction entre le copeau et l'outil ce qui entraîne une augmentation de l'usinabilité (Aborn (1968)). L'ajout de 0.1% de Te à des aciers resulfurés améliore l'usinabilité de 10% à 30%. Les aciers traités au tellure sont susceptibles à la fissuration à chaud lors de la mise en oeuvre. De plus, le tellure diminue de façon significative les propriétés mécaniques des pièces fabriquées par métallurgie des poudres.

Le composé MnSe est miscible à toute composition avec le MnS. Lorsque l'on ajoute du sélénum à un acier resulfuré, il y a formation d'inclusions de Mn(S, Se). Ces inclusions sont plus grosses, moins nombreuses et ont tendance à résister plus à la

déformation à chaud que les inclusions de MnS pures (Kiessling *et al.* (1967)). L'addition de Se a pour effet d'augmenter l'efficacité des inclusions de MnS.

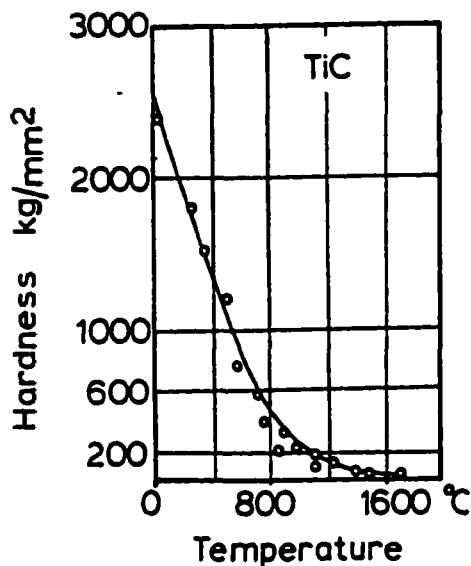
1.6.7 Inclusions d'oxydes déformables

Il est bien connu que les inclusions d'oxydes sont généralement dures et nuisent à l'usinabilité des métaux. En effet, leur caractère abrasif a pour effet d'augmenter l'usure des outils. Westbrook (1966), a mesuré la dureté de quelques inclusions retrouvées dans l'acier en fonction de certaines températures (voir tableau 1.3). On y constate que les inclusions de cristobalite (SiO_2), d'alumine (Al_2O_3) ainsi que le spinelle MgAl_2O_4 sont des phases qui demeurent très dures aux températures atteintes lors de l'usinage. Par opposition, la figure 1.20 montre la variation de la dureté des matériaux utilisés pour la coupe des métaux en fonction de la température. En comparant les résultats de cette figure à ceux du tableau 1.4 on constate que pour une température donnée, certains oxydes sont plus durs que l'outil de coupe.

Tableau 1.4 Dureté de certaines inclusions retrouvées dans l'acier en fonction de la température (d'après Westbrook (1966)).

Composé	Dureté Hv en kg/mm^2		
	400 °C	600°C	800°C
Fer	45	27	10
Fer + interstitiels	90	27	10
TiO	1300	1000	650
FeO	350	210	50
MgO	320	220	130
NiO	200	140	100
MnO	120	60	45
Al_2O_3	1300	1000	650
SiO_2	700	2100	300
ZrO_2	650	400	350
TiO_2	380	250	160
MgAl_2O_4	1250	1200	1050
ZrSiO_4	400	290	140

a)



b)

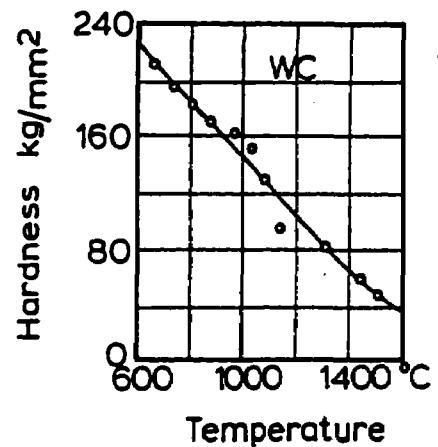


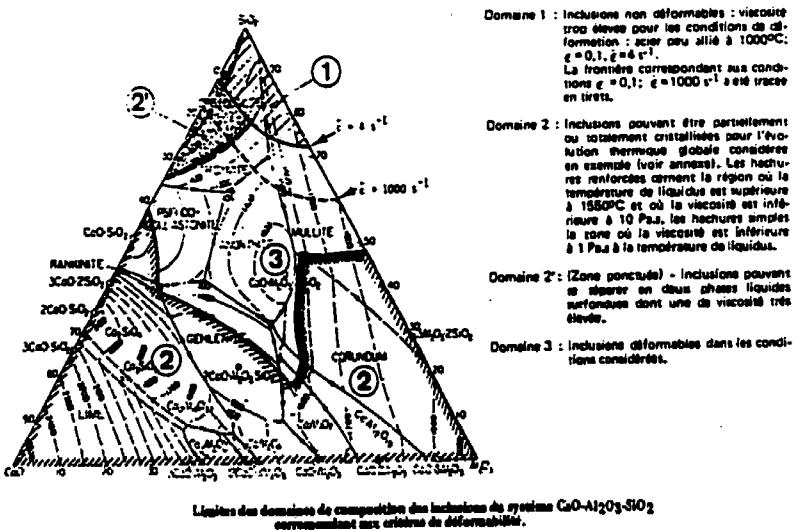
Figure 1.20 Variation de la dureté de certains matériaux utilisés comme outils de coupe en fonction de la température a) TiC, b) WC. (d'après Ramalingam et Watson (1978)).

Faulring et Ramalingam (1979), ont mesuré le taux d'usure des outils en fonction des inclusions formées dans de l'acier 1040 ayant subi différentes étapes de désoxydation. Leurs résultats ont montré que les inclusions vitreuses (riches en SiO_2 non cristallisé) sont celles qui permettent d'obtenir le plus faible taux d'usure. De même, les aciers contenant des inclusions fortement cristallisées, comme de l'alumine, présentaient les pires taux d'usure des outils de coupe. Cependant, Ekerot (1974), a mis en évidence le fait que certains silicates vitreux ($\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$) devaient atteindre une certaine température critique avant de montrer un caractère déformable. De plus, il a démontré que si la composition des silicates se trouve dans une région du diagramme d'équilibre où il y a probabilité d'une lacune de démixtion, il y a séparation des deux phases et la phase riche en aluminium se cristallise. Donc, afin d'augmenter la

déformabilité des inclusions d'oxydes, non seulement doivent elles être vitreuses mais également avoir une composition chimique hors des régions du diagramme d'équilibre où il y a probabilité de démixtion.

Depuis déjà plusieurs années, l'industrie de l'acier corroyé utilise le traitement au calcium de l'acier calmé à l'aluminium. Initialement, cette approche visait la formation d'aluminates de calcium qui ont un point de fusion plus bas que l'alumine, empêchant ainsi le blocage des buses de coulée lors du transfert de l'acier liquide (Harvey (1986); Gatelier & Nadif (1988); Presern *et al.* (1991)). Par la suite, plusieurs auteurs ont montré que certaines inclusions des systèmes $\text{CaO}\text{-}\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\text{SiO}_2$ et $\text{CaO}\text{-}\text{MnO}\text{-}\text{SiO}_2$ étaient fortement déformables aux températures atteintes lors de la coupe des métaux, favorisant l'usinabilité (Nadif et Gatelier (1986)). Ces mêmes auteurs ont cartographié les diagrammes d'équilibre de ces deux systèmes afin d'identifier les phases les plus déformables et les plus aptes à améliorer l'usinabilité. La figure 1.21 montre une partie de leurs résultats. On constate que pour le système $\text{CaO}\text{-}\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\text{SiO}_2$, la phase la plus déformable est l'anorthite ($\text{CaO}\bullet\text{Al}_2\text{O}_3\bullet2\text{SiO}_2$) tandis que pour le système $\text{CaO}\text{-}\text{MnO}\text{-}\text{SiO}_2$ c'est la spessarite ($\text{MnO}\bullet\text{Al}_2\text{O}_3\bullet3\text{SiO}_2$).

a)



b)

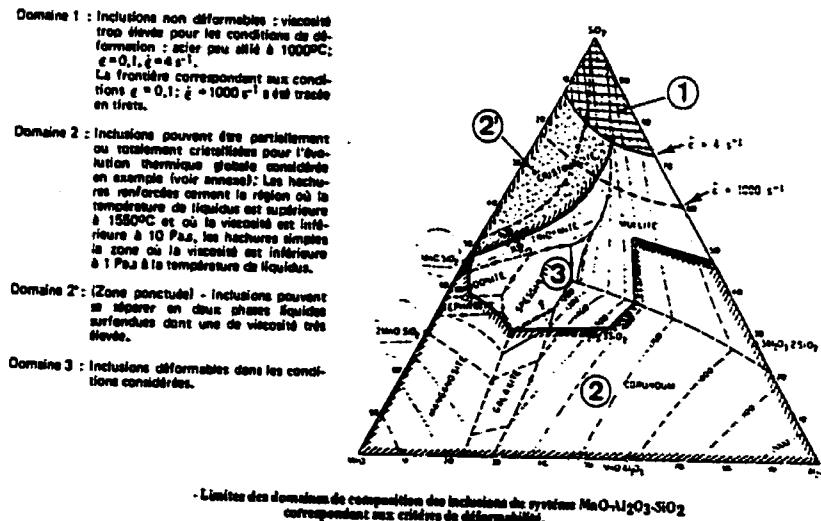


Figure 1.21 Limite de compositions des inclusions vs leur déformabilité a) système CaO-Al₂O₃-SiO₂, b) système CaO-MnO-SiO₂.

Les essais en laboratoire de Fujiwara *et al.* (1977) sur la déformabilité des inclusions contenant du calcium, mènent sensiblement aux mêmes conclusions que celles présentées ci-dessus.

Un problème survient lorsque l'on désire transformer les inclusions d'oxydes dans des aciers resulfurés. En effet, le calcium est un puissant désulfurant et forme des inclusions de CaS qui sont très stables ($\Delta G^\circ_{1600^\circ\text{C}} = -343 \text{ KJ/mol}$). On se doit donc de faire le traitement au calcium avant de rajouter le soufre et le manganèse. Ce faisant, on règle le cas des oxydes réfractaires en formant des alumates qui elles constituent des sites de germination pour la solidification du MnS (Blais *et al.* (1997a)). On retrouve donc des inclusions bicomposées dont le cœur est un alumate et l'extérieur est un sulfure de manganèse. Ce type d'inclusions nous semble optimal du point de vue de l'augmentation de l'usinabilité. D'une part, les inclusions sont plus grosses ce qui augmente leur efficacité à améliorer l'usinabilité comme l'ont démontré Cox & Low. (1974). D'autre part, l'usinage à basse vitesse (basse température) se trouve amélioré puisque les inclusions vitreuses qui n'ont pas atteint leur température critique de ramollissement sont encapsulées dans du MnS ce qui a pour effet de protéger l'outil de coupe. Finalement, à plus haute vitesse, la température critique de ramollissement des inclusions vitreuses peut être atteinte. Il en résulte une amélioration de l'usinabilité qui s'additionne en quelque sorte à celle déjà fournie par les inclusions de MnS.

1.7 Usinage de pièces fabriquées par métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres est un procédé de mise en forme qui ne demande à peu près pas d'opérations secondaires. Ce procédé permet de fabriquer des pièces ayant une géométrie complexe et est surtout utilisé lorsque la quantité de pièces à fabriquer est importante. Cependant, il arrive qu'il soit impossible d'obtenir certaines géométries en

utilisant uniquement le pressage de la poudre, on a qu'à penser à des trous selon l'axe perpendiculaire à l'axe de pressage, le filetage des trous, etc. Dans ces cas, on se doit d'utiliser l'usinage comme opération secondaire. Or, les pièces fabriquées par métallurgie des poudres se caractérisent généralement par une mauvaise usinabilité comparativement à celles coulées (Agapiou *et al.* (1988)). On s'entend dans la littérature pour expliquer cette mauvaise usinabilité à l'aide de trois modèles distincts (Kononenko (1976); Anderson *et al.* (1977); Zakaria *et al.* (1975); Taylor (1960)), soient:

- la coupe interrompue (due à la présence de porosité);
- la mauvaise conductibilité thermique;
- la présence de particules dures (inclusions);

Cependant, le net avantage de la métallurgie des poudres quant aux coûts de production, la complexité géométrique des pièces et le taux de production a poussé la recherche vers l'amélioration des performances de coupe de ces matériaux. Qui plus est, l'utilisation croissante de ce type de matériaux dans l'industrie automobile constitue certainement le meilleur incitatif à la recherche et développement dans ce domaine. En effet, des pièces telles des bielles, des leviers de transmission et des coussinets sont maintenant fabriquées par métallurgie des poudres (Johnson 1982). Bien que les volumes de métal à enlever soit relativement faibles, il n'en demeure pas moins que l'amélioration des performances de coupe est devenu un enjeu important.

Les pages qui suivent font une revue critique des trois modèles énoncés ci-dessus. Ceux-ci portent surtout sur les effets de la porosité sur l'usinabilité. Par la suite, nous traiterons de l'influence des aspects métallurgiques sur l'usinabilité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres. De plus, nous discuterons des avantages et inconvénients reliés à l'ajout d'additifs (inclusions). Finalement, nous parlerons de

certaines méthodes employées pour évaluer l'usinabilité de pièces fabriquées par métallurgie des poudres ainsi que des paramètres à mesurer afin d'obtenir des résultats significatifs. En effet, une revue de la littérature montre que certains auteurs ne mesurent que la force moyenne lors de tests d'usinage et comparent ces valeurs pour différents échantillons afin d'évaluer l'usinabilité. D'autres mesurent l'usure de l'outil en fonction des paramètres de coupe, etc. Il semble donc y avoir un besoin d'homogénéiser les tests visant à évaluer l'usinabilité et nous apporterons notre contribution au débat dans la dernière section de ce chapitre.

1.7.1 Théorie de la coupe interrompue

Plusieurs chercheurs ont démontré que plus la densité des pièces augmente, plus l'usinabilité (évaluée en fonction du nombre de trous percés avant rupture de la mèche) augmente (Beiss (1989); German (1994); Capus *et al.* (1988)). La plupart des auteurs expliquent ce phénomène à l'aide du modèle de coupe interrompue. Ce modèle repose sur la discontinuité du contact qui existe entre l'outil et la pièce lors de l'usinage d'un matériau poreux. Ainsi, l'usure de l'outil serait due à des micro-vibrations et de très petits chocs engendrés par l'alternance de la course de l'outil entre des zones poreuses et la matrice métallique (Causton (1995), Kononenko (1976); Vaccari (1960)). Kononenko a caractérisé au microscope électronique à balayage (MEB) la surface d'outils utilisés pour le tournage d'échantillons de fer fritté. Il a remarqué que des éclats d'environ 1 μm avaient été arrachés de la surface de l'outil et que cette taille correspondait au diamètre des pores du matériau. Toutefois, il est assez difficile de croire que des pores de 1 μm puissent avoir un effet marqué sur l'arête de coupe d'un outil qui fait en générale plus de 1000 fois cette longueur!

Une revue exhaustive de la littérature portant sur l'usinabilité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres ne nous a permis de trouver qu'un seul auteur qui

mettait en doute cette théorie. En effet, Agapiou *et al.* (1988) et Agapiou *et al.* (1989), ont carrément réfuté le modèle de la coupe interrompue. Ils expliquent l'augmentation de l'usinabilité (ou la diminution de l'usure de l'outil) en fonction d'une augmentation de la densité par le fait que plus la densité augmente, plus la densification et l'écrouissage en avant de l'outil diminuent. La figure 1.22 montre une micrographie obtenue au MEB qui permettra de mieux comprendre le phénomène. On remarque sur cette micrographie qu'il y a une densification locale importante à l'endroit où se trouvait originellement la pointe de l'outil. Dans une plus faible mesure, on remarque le même genre de densification le long des parois du trou. Il en résulte que l'augmentation de la porosité (diminution de la densité) favorise la densification et l'écrouissage du matériau en avant de l'outil. Ces deux mécanismes ont pour effet de durcir le matériau en avant de l'outil, ce qui entraîne une augmentation des forces de coupe, une augmentation de la température et éventuellement une augmentation de l'usure de l'outil et une diminution de l'usinabilité. Qui plus est, et comme l'a montré Agapiou, plus l'outil s'use, plus la région densifiée en avant de l'outil augmente puisque les forces appliquées sur la pointe de l'outil augmentent.

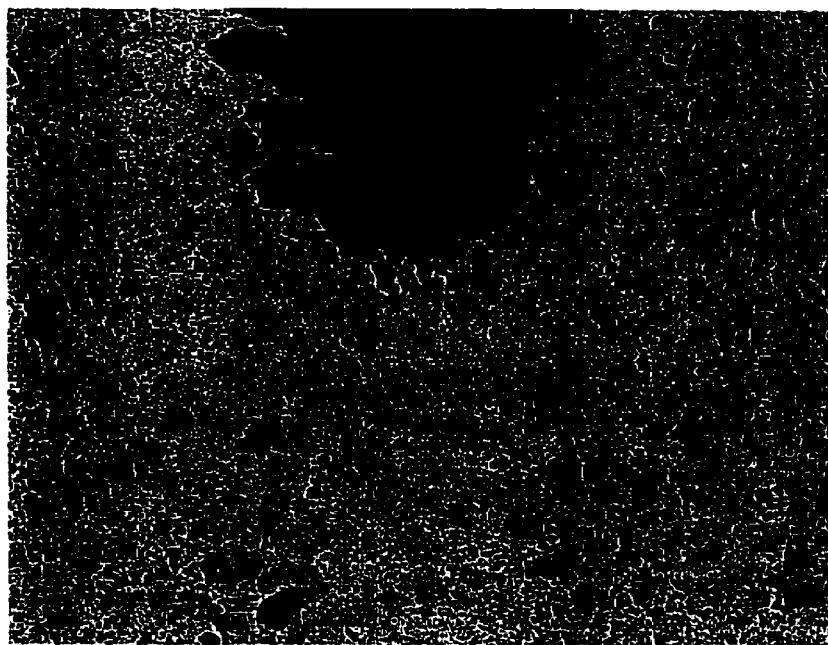


Figure 1.22 Micrographie obtenue au MEB montrant la densification localisée en avant de l'outil et le long des parois lors du perçage d'un échantillon d'acier du type MP37.

En ce qui concerne les résultats de Kononenko, ils peuvent probablement être expliqués par la présence de particules dures, généralement des oxydes. En effet, plusieurs mécanismes peuvent amener la formation de phases dures à la surface des pores. Par exemple, une mauvaise opération de délubrification avant frittage, la présence d'huile ou un mauvais choix d'atmosphère de frittage peuvent entraîner l'adsorption de carbone, d'azote ou la formation de couches d'oxydes à la surface des pores. La présence de ces phases dures entraîne une augmentation de l'usure par abrasion de l'outil et une diminution de l'usinabilité.

On peut conclure de cette discussion que le modèle de coupe interrompue ne permet pas de bien expliquer les relations qui existent entre la densité et l'usinabilité.

En effet, ces relations s'expliquent plutôt en terme de conductibilité thermique, d'écrouissage et de densification en avant de l'outil.

1.7.2 Théorie associée à la conductibilité thermique

La porosité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres influence la conductibilité thermique et la chaleur spécifique du matériau. Comme on peut s'y attendre, une augmentation de la porosité entraîne une diminution de la conductibilité thermique (K) et de la chaleur spécifique (c) (Agapiou *et al.* (1988); Loeb (1954)). Les températures aux interfaces outil/copeau et outil/pièce dépendent de la conductibilité thermique (K), de la densité (ρ) et de la chaleur spécifique (c) des deux corps. Le coefficient d'absorption qui est défini par $(K*\rho*c)$, contrôle la quantité de chaleur transférée ou absorbée dans le matériau. La diffusivité thermique, qui elle est définie par $(K/\rho*c)$ contrôle la profondeur de pénétration du transfert de chaleur. Les graphiques de la figure 1.23 montrent comment varient le coefficient d'absorption et la diffusivité thermique en fonction de la densité (d'après Agapiou (1989)). Ainsi, une diminution de la conductibilité thermique cause une plus faible conduction de la chaleur dans la pièce usinée ce qui entraîne à son tour une augmentation de la température dans la région de coupe. Une telle augmentation de la température rend plus important l'effet des mécanismes d'usure thermiquement influençables (mécanisme d'usure par diffusion, par adhésion - formation de cratères, modification du profile de l'outil).

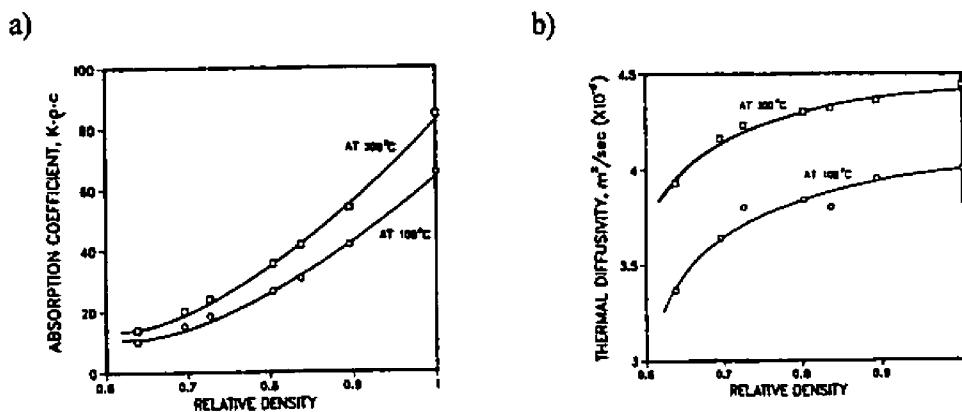


Figure 1.23 a) Schéma de la relation entre le coefficient d'absorption thermique et la densité; b) Schéma de la relation entre la diffusivité thermique et la densité (acier inox. 304L).

En plus des mécanismes d'usure mentionnés, une augmentation de la température peut favoriser la formation de minces couches d'oxydes à la surface de la pièce. Ce faisant, un autre mécanisme d'usure (usure par abrasion) vient s'ajouter aux mécanismes déjà identifiés.

1.7.3 La théorie des phases dures

Les inclusions retrouvées dans des échantillons fabriqués par métallurgie des poudres diffèrent beaucoup de celles que l'on retrouve dans des pièces d'acier coulé ou corroyé. La nature chimique des inclusions retrouvées dans les poudres est fonction des paramètres suivants:

- Type de procédé utilisé;
- Composition chimique des poudres produites;
- Type de broyage/concassage utilisé;

- Type d'atmosphère utilisée lors des traitements thermiques;

Le type de procédé utilisé pour l'élaboration des poudres joue un rôle important quant à la nature chimique des inclusions. En effet, celles-ci ne seront pas les mêmes si l'on obtient l'acier par réduction d'oxydes de fer, par atomisation et décarburation de la fonte ou par atomisation directe de l'acier. Dans le premier cas, des oxydes moins bien réductibles que les oxydes de fer peuvent se trouver mélangés au mineraï et demeurer sous forme d'oxydes après l'étape de réduction. Dans tous les cas, des oxydes peuvent être formés par des réactions gaz-solides lors des différents traitements thermiques subis par les poudres. Dans les cas d'atomisation, des oxydes exogènes provenant des laitiers peuvent être amenés vers l'atomiseur lorsque le métal liquide est transvidé et d'autres oxydes peuvent se former à la surface des particules lors de l'atomisation à l'eau.

La composition chimique des poudres joue également un rôle important. En effet, certains éléments d'alliage réagissent fortement avec l'oxygène pour former des oxydes stables (ex: Cr, Si, Ca, Mg, Al, etc.). Ainsi, des concentrations élevées de ces différents éléments dans la poudre peuvent augmenter la présence d'oxydes durs qui ont pour effet de diminuer l'usinabilité.

L'effet du broyage est important pour les poudres atomisées à l'eau. En effet, on remarque généralement une couche d'oxydes à la surface des particules qui viennent juste d'être atomisées. Le broyage subséquent de ces particules, outre la réduction de leur taille moyenne, a pour effet de détacher les oxydes de la surface de la poudre. Ainsi, l'optimisation du système de broyage permet l'enlèvement d'une bonne proportion d'oxydes et l'amélioration éventuelle de l'usinabilité.

Un autre aspect important réside dans le choix des atmosphères lors des traitements thermiques ainsi que l'optimisation de ces étapes. Lors de la décarburation

de la grenaille de fonte, un contrôle précis de la composition des gaz, du profil de température et de la vitesse de passage de la poudre est nécessaire afin de la décarburer complètement sans pour autant l'oxyder par la suite. En effet, pour qu'il y ait décarburation, on se doit d'avoir une source d'oxygène pour qu'il y ait réaction avec le carbone pour former du CO. Or, si le ratio carbone/oxygène est mauvais, il se peut qu'il y ait oxydation interne et externe des particules. La présence de ces oxydes, surtout celles internes qui ne peuvent être enlevées par broyage nuit à l'usinabilité des pièces fabriquées avec ces poudres. Des phénomènes semblables peuvent se produire lors du frittage des pièces. Une pression partielle d'oxygène trop élevée, une mauvaise étape de délubrification ou la présence d'huile sont autant de conditions qui peuvent entraîner la formation de particules dures dans la pièce. Ces particules se retrouvent alors à la surface des pores qui eux sont connectés à l'atmosphère externe.

Bien que la présence d'inclusions d'oxydes entraîne une décohésion de l'interface matrice/inclusions dans le plan de cisaillement primaire, ce qui entraîne une diminution des forces de coupe, l'usure de l'outil rend ces gains énergétiques totalement inutiles. La présence de ces particules dures augmente l'usure par abrasion des outils, notamment à la surface de dépouille et sur la surface d'attaque (plan de cisaillement secondaire).

Les sections qui suivent discutent des influences de certaines propriétés métallurgiques sur l'usinabilité. On y parlera entre autres des effets de la composition chimique et des additifs visant à améliorer l'usinabilité. Bien que la majorité des travaux découlent des procédés d'aciérage conventionnel, nous essaierons de faire ressortir les points majeurs pouvant s'appliquer aux pièces fabriquées par métallurgie des poudres.

1.7.4 Influences des teneurs en C, Si, Mn, S, Cu sur l'usinabilité

L'étude des effets des éléments d'alliage et de la microstructure sur l'usinabilité constitue un apex essentiel dans le développement de matériaux plus facilement usinables. Bien que l'on puisse utiliser une multitude d'éléments d'alliage en métallurgie des poudres, nous allons concentrer notre discussion sur les éléments les plus souvent rencontrés dans les poudres à usinabilité améliorée, soient: carbone, silicium, manganèse, soufre, cuivre.

Plusieurs auteurs ont tenté de relier le taux d'usinabilité et la composition chimique de ces éléments à l'aide d'équations empiriques (Paliwoda (1955)). Toutefois, comme nous l'avons mentionné plus haut, le type de procédé d'élaboration de la poudre et le procédé d'usinage utilisé sont autant de facteurs qui vont faire varier les résultats obtenus avec ce type d'équation. De plus, il est souvent difficile de connaître précisément les concentrations des différents éléments en solution. C'est pour cette raison que nous ne mentionnerons ici que les contributions générales des éléments d'alliage.

1.7.4.1 Carbone

Les résultats de Capus (1988) et Chagnon (1996) montrent qu'une augmentation du carbone jusqu'à 0.6% a pour effet de diminuer l'usure de l'outil et d'augmenter l'usinabilité. Ceci est dû à l'apparition de grains de perlite dans la microstructure ce qui favorise le bris des copeaux. Au-delà de cette valeur en carbone, la dureté et la résistance augmentent rapidement ce qui a pour effet de diminuer l'usinabilité. De plus, le carbone est un des éléments qui influencent le plus la compressibilité des poudres. Ainsi, plus la teneur en carbone est élevée avant frittage, plus la compressibilité diminue ce qui peut entraîner une augmentation de la porosité et une diminution de l'usinabilité.

Il est un peu bizarre de parler de l'effet du carbone sur l'usinabilité de pièces fabriquées à l'aide de poudres d'acier frittées. Il est bien connu que plus on augmente la teneur en carbone d'un acier doux, plus la résistance et la dureté sont élevées. Ainsi, il nous apparaît plus logique de définir l'effet des éléments d'alliage en fonction de valeurs fixes de la densité et de certaines propriétés mécaniques. Il est bien évident que l'usinabilité du fer pur est meilleure que celle d'un acier de type 1080. Toutefois, si l'on a besoin d'une pièce qui doit présenter les propriétés mécaniques du 1080, le fait de savoir qu'une diminution du carbone augmente l'usinabilité ne mène à rien.

1.7.4.2 Silicium

Le silicium est indésirable dans les aciers à usinabilité améliorée à cause de sa forte tendance à réagir avec l'oxygène pour former des inclusions de silice (SiO_2) qui sont très dures. Ces inclusions sont très abrasives et leur présence diminue de beaucoup la durée de vie des outils de coupe. D'un autre côté, lorsque la poudre est élaborée à partir de fonte liquide, la présence de silicium diminue sa viscosité et rend l'atomisation plus facile.

1.7.4.3 Manganèse

Le manganèse durcit la ferrite dans les aciers à bas carbone. Capus (1988) a montré que pour une poudre contenant 0.5% de manganèse, l'usure de l'outil augmentait continuellement avec l'augmentation de la teneur en carbone entre 0% à 0.9%. Toutefois, les valeurs d'usure pour cette poudre indiquent que le manganèse améliore la durée de vie des outils pour des concentrations en carbone plus petites que 0.6%. Cependant, le rôle principal du manganèse demeure la formation d'inclusions de MnS qui favorisent une augmentation de l'usinabilité.

1.7.4.4 Soufre

Comme nous venons tout juste de le mentionner, le soufre est souvent ajouté à la poudre sous forme d'inclusions de MnS qui favorisent une augmentation de l'usinabilité. Engström (1983) a pour sa part étudié l'effet de l'addition de flocons de soufre à une poudre de Distaloy (1.75% Ni, 1.5% Cu, et 0.5% Mo). Il a constaté que la perte de soufre lors du frittage sous atmosphère d'ammoniaque dissociée était d'environ 50%. De plus, les changements dimensionnels de ce type de pièces étaient très importants ($\approx 0.4\%$ pour une addition de 0.25% de S) comparativement aux autres additifs évalués. De plus, la résistance à la traction de ce type de mélange a diminué de 70 MPa lorsque 0.25% de soufre a été ajouté.

1.7.4.5 Cuivre

On ajoute souvent du cuivre dans la poudre avant le frittage. Le but de ces additions est d'augmenter la résistance de la pièce sans trop nuire à la compressibilité. Chagnon (1996) a montré que des additions jusqu'à 1% (pds.) de cuivre font diminuer le forces de coupe pour une gamme de teneurs en carbone dans la poudre comprise entre 0 et 0.6%. Au-delà de 0.6% en carbone, l'effet du cuivre ne se fait plus sentir et ce, même si l'on augmente la concentration en cuivre jusqu'à 2% (pds.). Ce comportement s'explique par le fait que le cuivre, lorsqu'il diffuse dans l'acier au cours du frittage, durcit la ferrite ce qui favorise le bris des copeaux et la diminution des forces de coupe. De plus, il augmente la conductibilité thermique.

1.7.5 Additifs aidant à l'usinabilité: ajoutés vs. préallierés

Un débat important se tient dans la communauté de la métallurgie des poudres à savoir s'il est mieux de préallier les additifs aidant à l'usinabilité ou s'il est mieux de les

ajouter à la poudre avant frittage. En fait ce débat tourne surtout autour du MnS car les autres additifs comme le MgSiO₃, le BN et le graphite libre ne peuvent pas être préalliés sans subir de transformations chimiques.

Les mécanismes de coupe impliquant des inclusions de MnS montrent que celles-ci agissent premièrement comme sites de concentration de contraintes favorisant l'initiation de fissures. Or, si les inclusions de MnS sont ajoutées à la poudre, elles se retrouveront dans les pores, entre les particules d'acier. Leur rôle d'initiation de fissures est alors fortement diminué puisqu'elles sont déjà dans une espèce de fissure (pore). De plus, l'élévation en température engendrée lors de l'usinage n'aura pas un effet aussi marqué quant à la diminution de leur viscosité puisque les inclusions sont dans des trous où le contact avec les parois des particules d'acier n'est pas idéal. Finalement, plusieurs auteurs dont Madan (1995), Hwang et Chiou (1994) et Kaiser et al. (1988) ont montré que les inclusions de MnS ajoutées aux poudres avant frittage étaient particulièrement sensibles à une réaction avec l'hydrogène de l'atmosphère de frittage pour former du H₂S. Il en résulte une importante diminution de la teneur en soufre ce qui réduit l'usinabilité des pièces. Le même raisonnement s'applique pour la réaction des particules de MnS avec l'air humide. En effet, le MnS a une nature hygroscopique inhérente qui nécessite des précautions particulières en ce qui concerne le transport et le remisage des poudres dont les particules de MnS sont ajoutées. La majorité de ces inconvénients peuvent être contournés en préalliant les inclusions de MnS dans le métal liquide avant l'atomisation. L'effet d'encapsulage des inclusions de MnS dans les particules d'acier assure qu'elles se trouveront là où elles sont le plus efficaces pour augmenter l'usinabilité. Par le fait même, elles se trouvent protégées des réactions gaz-solides qui peuvent avoir lieu par diffusion des gaz dans les pores des pièces. Nous croyons donc que les inclusions préalliées offrent plus d'avantages que les inclusions ajoutées à la poudre avant frittage.

1.8 Évaluation de l'usinabilité

Comme nous l'avons vu dans l'introduction, la définition de l'usinabilité est très subjective. Dès lors, l'usinabilité ne peut à peu près pas être définie de façon générale. Bien que certains tests standardisés permettent d'évaluer la facilité à usiner des métaux (ASTM (1981)), les résultats obtenus ne sont valides que pour l'opération d'usinage décrite et les critères considérés pour juger de la « facilité » à usiner une pièce particulière. En suivant ce raisonnement, on s'aperçoit que, comme pour le cas de la définition de l'usinabilité, il n'existe pas de test universel permettant d'évaluer cette propriété du matériau. Nous croyons fortement que la meilleure méthode pour mesurer l'usinabilité consiste à essayer de reproduire le plus fidèlement possible les conditions retrouvées en usine, et de choisir des critères d'évaluation qui sont associées aux propriétés (mécaniques, esthétiques, dimensions, taux de production, usure des outils, etc..) recherchées dans la pièce.

Dans le cas de la métallurgie des poudres, la tâche d'évaluer l'usinabilité est difficile puisque l'on se sert d'une poudre métallique à laquelle on mélange des additifs pour ensuite lui faire subir des opérations de pressage et de frittage. Toutes ces opérations sont autant d'occasions qui risquent de faire varier la reproductibilité des tests du point de vue des pièces utilisées. Pour ce qui est du test lui même, une enquête auprès des manufacturiers américains de pièces fabriquées par métallurgie des poudres indique que la proportion des opérations d'usinage effectuées se répartit comme suit: perçage et taraudage 52%, tournage 24%, meulage 14%, autres 10% (Madan (1996)). Dès lors, il semble ressortir de cette étude que le type d'appareil pouvant le mieux servir à mesurer l'usinabilité de pièces fabriquées par métallurgie des poudres en est un de type perçage. La figure 1.24 montre un schéma d'un tel type d'appareil tel que suggéré par De Rege *et al.* (1997).

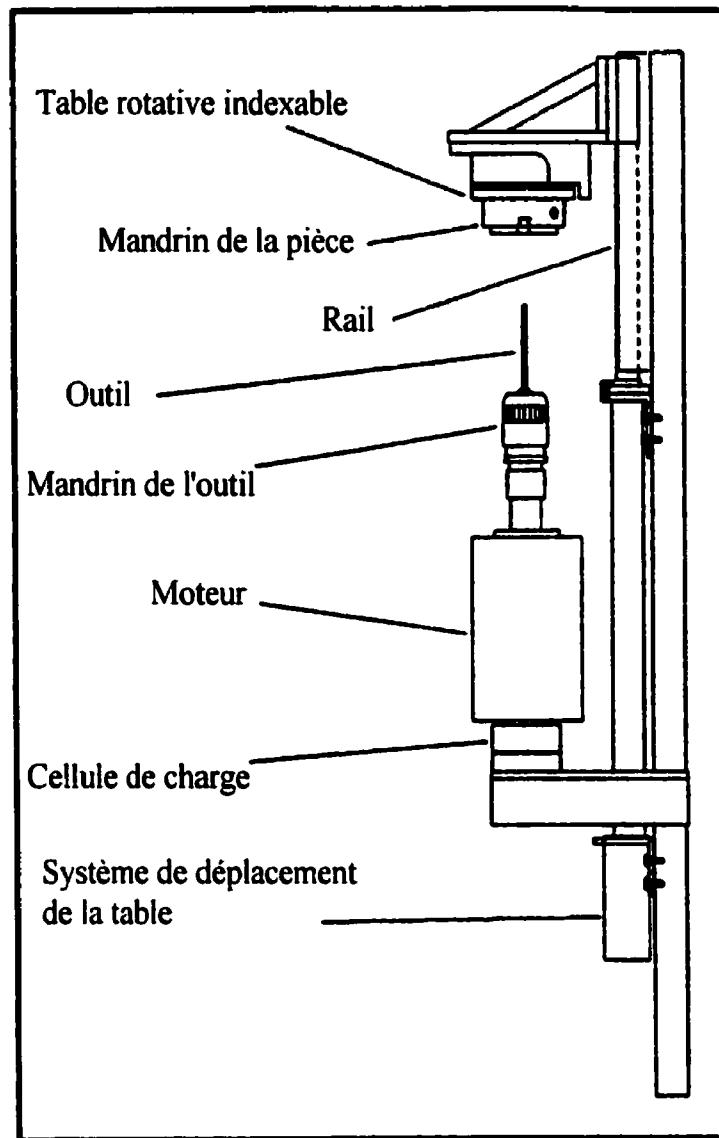


Figure 1.24 Représentation schématique d'un montage permettant d'évaluer l'usinabilité en perçage de pièces fabriquées par métallurgie des poudres. (D'après De Rege *et al.* (1997)).

Bien que la communauté de la métallurgie des poudres est loin de s'entendre quant aux critères à utiliser pour évaluer l'usinabilité, il nous semble fondamental que

l'usure de l'outil et le taux de production devraient être les deux premiers paramètres à être mesurés. De plus, il n'est pas suffisant d'exprimer les résultats uniquement en fonction de ces deux critères. Comme nous l'avons mentionné à la section 1.6, nous croyons que les résultats d'usinabilité devraient être exprimés en fonction de propriétés mécaniques constantes. Trop souvent entendons-nous des conclusions très larges, du type: « Plus on diminue le carbone, moins l'outil s'use donc plus l'usinabilité augmente ». Bien que l'énoncé ci-dessus soit vrai, il n'en demeure pas moins que plus la proportion de perlite diminue dans un acier doux, plus ses propriétés mécaniques diminuent également. Pour ce qui est des critères identifiés ci-dessus, bien que le taux de production soit un paramètre souvent rencontré dans la littérature, on ne peut pas en dire autant de l'usure de l'outil. En effet, la grande majorité des chercheurs préfèrent mesurer les forces moyennes atteintes lors du perçage (Sanderow (1997)). Or, cette façon de faire nous semble tout à fait contraire au sens commun. La figure 1.25 présente deux courbes de la force mesurée lors du perçage en fonction du nombre de trous percés. On remarque que la courbe #1 a une force moyenne plus faible que la courbe #2. Toutefois, la pente de la région linéaire de la courbe #2 est plus faible que celle de la courbe #1. Si, comme Sanderow (1997), on ne considérait que la force moyenne comme critère d'évaluation de l'usinabilité, on arriverait à la conclusion que le matériau caractérisé par la courbe #1 s'usine mieux que celui de la courbe #2. Cependant, la pente est directement proportionnelle à l'usure de l'outil. Or, si on a le choix entre appliquer une force plus importante avec moins d'usure de l'outil ou appliquer une force plus faible avec une usure élevée, le premier choix est sans aucun doute le meilleur. En effet, il n'en coûte à peu près rien d'augmenter la force lors du perçage, par contre une usure rapide des outils engendre des coûts élevés dus au prix des outils et à la perte de production encourue. Dans ces conditions, c'est le matériau caractérisé par la courbe #2 qui est le plus facilement usinable.

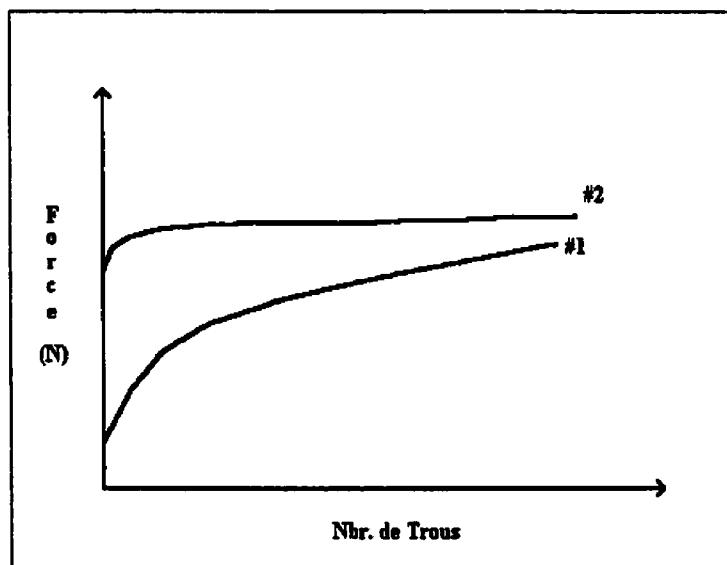


Figure 1.25 Comparaison hypothétique de l'évolution de la force en fonction du nombre de trous pour deux matériaux différents (voir texte).

Pour résumer, nous croyons que lorsque l'on compare des résultats d'usinabilité entre deux ou plusieurs matériaux, on se devrait de spécifier également leurs propriétés mécaniques. De plus, un critère de comparaison basé sur la pente de la région linéaire des courbes Force vs Nombre de trous nous semble beaucoup plus adéquat qu'un critère basé sur la force moyenne mesurée lors du perçage.

1.9 CONCLUSIONS

Nous avons tenté de réunir dans ce document les principaux points touchant l'usinabilité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Bien que la majorité de la littérature sur le sujet touche aux aciers corroyés, nous avons tenté de faire ressortir les points qui peuvent aussi être appliqués en métallurgie des poudres. Les principaux aspects relevés sont les suivants

- La déformation plastique dans le plan de cisaillement est le principal facteur influençant la formation des copeaux. Il nous est dès lors possible d'anticiper les qualités que devront avoir les éventuels changements microstructuraux à apporter aux poudres métalliques afin de pouvoir en augmenter leur usinabilité. De façon plus précise, on se devra de trouver des composés qui favoriseront principalement une diminution de l'énergie de cisaillement en avant de l'outil et en un deuxième temps, une diminution de l'énergie de friction entre le copeau et l'outil;
- Les températures élevées à l'interface outil/copeau laissent présager la possibilité d'utiliser certains types d'oxydes vitreux afin d'améliorer l'usinabilité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres. En effet, ces oxydes pourraient augmenter le taux d'initiation de fissures dans le plan de cisaillement primaire et en suite participer à la lubrification de l'outil sur le plan de cisaillement secondaire;
- D'après notre étude, l'augmentation de l'usinabilité par l'addition de sulfures de manganèse s'expliquerait par une mise en commun partielle des quatre principales théories identifiées ci-dessus. Les preuves expérimentales montrent qu'effectivement les inclusions de MnS agissent comme sites d'initiation de fissures dues à un effet d'hétérogénéité des propriétés mécaniques entre la matrice et les inclusions dans le plan de cisaillement primaire. Lorsque les vitesses de coupe sont élevées, une arête

rapportée se forme sur la surface de l'outil. Ce phénomène entraîne une diminution des forces de coupe et forme une couche protectrice sur l'outil. Lorsque les vitesses de coupe sont plutôt faibles, les inclusions de MnS agissent comme lubrifiant à l'interface outil-copeau et n'influencent pratiquement pas l'usinabilité des pièces. Ainsi, pour profiter des additions de MnS, il faut travailler à vitesse de coupe élevée;

- La théorie de la coupe interrompue ne nous semble pas convenable pour expliquer la mauvaise usinabilité des pièces fabriquées en métallurgie des poudres. Il semble plutôt que la faible conductivité thermique et la présence de phases dures soient les principaux responsables de la faiblesse de cette propriété;
- Finalement, nous avons essayé de démontrer qu'il n'est pas pertinent de juger de l'usinabilité des pièces en mesurant la force moyenne lors du perçage. Il nous semble plus judicieux de mesurer la pente de la région linéaire des courbes Force vs Nombre de trous. Qui plus est, l'évaluation de l'usinabilité devrait toujours être faite en tenant compte des autres propriétés mécaniques de la poudre.

CHAPITRE II

REVUE DE LA LITTÉRATURE PORTANT SUR LES TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION MICROSCOPIQUE DE PARTICULES DE DEUXIÈME PHASE

2.1 Introduction

Les particules de deuxième phase jouent un rôle important sur les propriétés mécaniques des matériaux métalliques. Dès lors, leur caractérisation revêt un intérêt spécial. Les pages qui suivent discuteront de l'utilisation de différentes techniques de caractérisation microscopique en fonction de la taille et de la composition chimique des particules de deuxième phase. Une attention toute particulière sera apportée aux normes qui dictent la caractérisation de particules de deuxième phase dans les pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Par la suite, nous enchaînerons avec une section traitant de la caractérisation complète d'inclusions au microscope électronique à balayage. La caractérisation complète des inclusions fait ici référence à l'acquisition simultanée de données quantitatives reliées aux paramètres stéréologiques (fraction volumique, diamètre équivalent, facteur de forme, etc.) et à la nature chimique des particules. Nous discuterons ainsi du principe de la microscopie intégrée qui est une technique de caractérisation qui incorpore l'analyse d'images et la spectrométrie rayons X par dispersion des énergies.

Par la suite, nous discuterons des techniques à utiliser lorsque la taille des particules de deuxième phase ne permet plus d'obtenir un volume homogène de génération des rayons X en microscopie électronique à balayage. Ces techniques nécessitent l'utilisation d'un microscope électronique en transmission qui permet l'acquisition de spectres rayons X et de clichées de diffraction des électrons. Une

attention toute spéciale sera apportée à la caractérisation des inclusions poly-composés c'est-à-dire formées de la juxtaposition intimes de différents composés.

Finalement, nous élaborerons sur la possibilité d'utiliser la spectrométrie par mesure des pertes d'énergie des électrons transmis pour caractériser des précipités ou des nano-composés se trouvant à la surface d'inclusions poly-composés.

2.2 Techniques standardisées de caractérisation de particules de deuxième phase (Analyse d'images et microscopie optique)

Les techniques standardisées de caractérisation d'inclusions demandent que l'on utilise un microscope optique et un analyseur d'images afin de caractériser leurs paramètres stéréologiques et leur nature chimique (ASTM (1997)). La figure 2.1 présente un schéma du montage généralement utilisé.

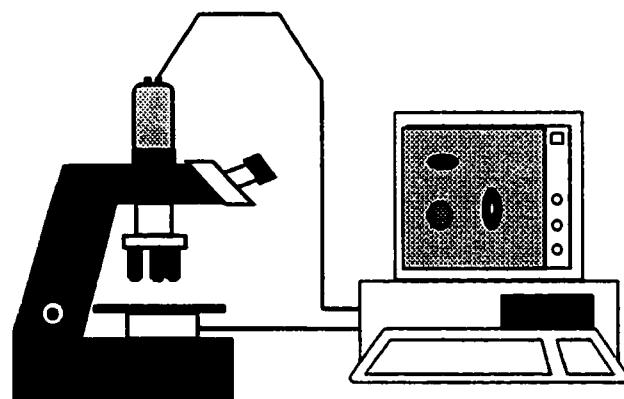


Figure 2.1 Représentation schématique du montage utilisé pour la caractérisation de particules de deuxième phase selon les techniques normalisées du type ASTM E-1122. Il s'agit d'un microscope optique couplé à un analyseur d'images.

Ces techniques s'avèrent adéquates en ce qui a trait à la caractérisation quantitative des paramètres stéréologiques. Toutefois, on ne peut en dire autant de la caractérisation de la nature chimique. En effet, ces techniques standards se basent sur l'échelle des niveaux de gris des images pour discriminer les particules selon deux catégories, soient : les sulfures et les oxydes. En effet, dans la norme citée ci-dessus on peut lire la phrase suivante : « le niveau de seuillage des oxydes sur l'échelle des niveaux de gris est près de la valeur du noir (valeur 0) tandis que le niveau de seuillage pour les sulfures se trouve à des niveaux de gris plus élevés ». Ainsi, l'usager se doit de choisir une valeur sur l'échelle des niveaux de gris (valeur comprise entre 0 (noir) et 255 (blanc)) en deçà de laquelle toutes les particules détectées seront identifiées comme étant des oxydes et au-dessus de laquelle les particules détectées seront classées dans la catégorie des sulfures. Cette façon de caractériser la nature chimique est loin d'être quantitative. En effet, la préparation des échantillons, certaines variation quant à leur illumination et la présence de plusieurs populations d'oxydes et/ou de sulfures sont autant de variables qui peuvent influencer la qualité du projet de caractérisation. Qui plus est, cette technique ne permet pas de faire la différence de façon précise entre deux ou plusieurs types d'oxydes et/ou de sulfures. En effet, c'est une chose de pouvoir différencier les sulfures des oxydes mais souvent ce qui intéresse l'usager c'est de connaître la proportion d'inclusions de silice (SiO_2) par rapport à celle d'alumine (Al_2O_3) ou savoir quel est le diamètre moyen des MnS par rapport à celui des CaS. Or, les techniques standardisées ne permettent pas ce genre de caractérisation.

2.3 Microscopie intégrée (Analyse d'images et microscopie électronique à balayage).

C'est le manque de précision quant à la caractérisation de la nature chimique des particules qui a ouvert la porte à la microscopie intégrée. Ainsi, plutôt que d'utiliser un microscope optique, la microscopie intégrée utilise un microscope électronique à balayage (MEB). Le MEB permet d'obtenir des grossissements beaucoup plus élevés

que le microscope optique rendant plus précise la caractérisation des petites particules. Un autre atout important du MEB est le détecteur d'électrons rétrodiffusés. Ce dernier permet d'obtenir des images dont le contraste est fonction du numéro atomique moyen des particularités retrouvées dans la région balayée par le faisceau électronique. Qui plus est, les microscopes électroniques à balayage peuvent facilement être branchés à un analyseur d'images ce qui permet la caractérisation des paramètres stéréologiques des particules de deuxième phase. Toutefois, ce qui fait la principale force du MEB quant à la caractérisation complète des particules de deuxième phase est la possibilité d'utiliser un spectromètre rayons X à dispersion des énergies. Cette configuration permet l'acquisition de spectres rayons X pouvant être utilisés pour quantifier la nature chimique des particules.

La notion d'intégration ne date pas d'hier. Elle a été développée initialement par les fabricants de spectromètres rayons X (ex. : Link (1986)). Toutefois, bien que l'idée de la microscopie intégrée ait vu le jour il y a plus de dix ans, on est encore loin de pouvoir effectuer la caractérisation complète des inclusions comme nous l'avons décrit précédemment. En effet, les spectromètres rayons X sont généralement assez limités quant à leur capacité d'agir comme analyseur d'images (caractérisation des paramètres stéréologiques). De plus, la plupart des systèmes commerciaux se servent de fenêtres en énergie pour classer les particules de deuxième phase selon des catégories de composition pré-établies par l'usager. Cette façon de faire nécessite une connaissance préalable de la composition chimique de toutes les populations de particules de deuxième phase avant de lancer l'opération de caractérisation. Qui plus est, la caractérisation de la nature chimique demeure qualitative puisque le signal rayons X n'est pas acquis sous forme de spectre mais bien à l'aide de fenêtres en énergie qui ne permettent pas d'effectuer une quantification des intensités nettes.

Plusieurs essais ont été faits afin de jumeler les mesures des différents appareils de caractérisation (images du MEB, mesures de l'analyseur d'images, spectres rayons X

du spectromètre, etc.). Un problème important que soulève cette approche vient du fait que ces instruments fonctionnent souvent sous différentes plates-formes software/hardware rendant la gestion précise des résultats presque impossible. Par exemple, les images peuvent être sauvegardées sur films ou à l'aide d'un système d'acquisition d'images. Si elles sont sur films, l'usager peut devoir attendre quelques jours avant de pouvoir obtenir ses micrographies. Si la sauvegarde se fait à l'aide d'un système d'acquisition d'images, on ajoute un appareil de plus dans le laboratoire et l'on doit désigner une personne afin de gérer l'espace disque car celle-ci tend à se saturer rapidement. Maintenant, supposons que l'on veuille caractériser complètement les paramètres stéréologiques et la composition chimique d'inclusions dans un échantillon. L'interfaçage entre le MEB et l'analyseur d'images peut se faire aisément. Toutefois, un spectre rayons X doit être associé au bon composé dans le bon champ d'analyse sinon la caractérisation devient complètement faussée. Qui plus est, il reste à traiter les spectres rayons X afin de soustraire le bruit de fond, de déconvoluer les raies pour obtenir les intensités nettes et de leur apporter les corrections nécessaires afin de connaître la nature chimique des composés. La quantité de données générées lors d'un tel projet de caractérisation devient rapidement gigantesque rendant presque impossible de gérer les résultats sans faire d'erreurs.

Le centre de caractérisation microscopique des matériaux, le (CM)2, travaille déjà depuis quelques années avec la compagnie Clemex Technologies Inc. de Longueuil au Québec afin de mettre au point un système de microscopie intégrée qui permettrait la caractérisation quantitative des paramètres stéréologiques et de la nature chimique des particules de deuxième phase de façon automatisée. Le but est de faire « se parler » entre eux les différents appareils de caractérisation et de rassembler le traitement des données sur une seule plate-forme informatique. La figure 2.2 présente un schéma du système de microscopie intégrée en cours de développement chez Clemex (Tremblay *et al.* (1996)).

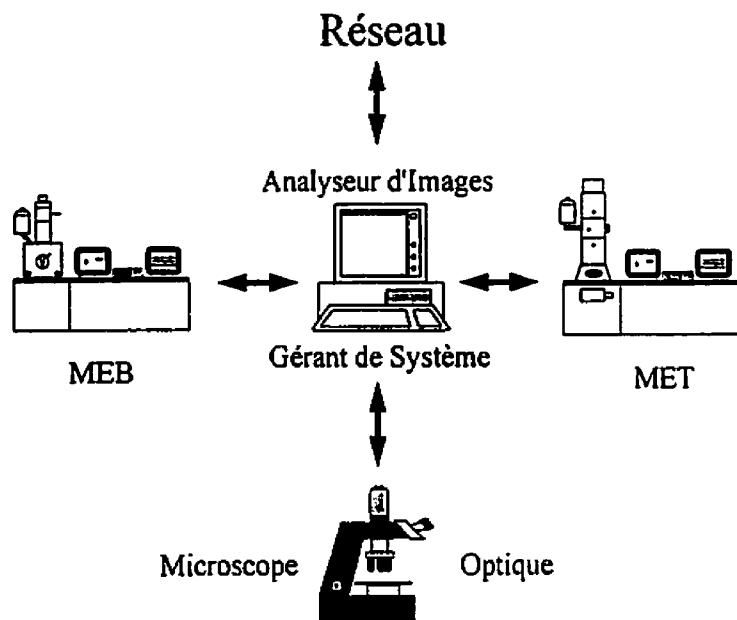


Figure 2.2 Schéma du montage d'un système de microscopie intégrée .

Le système présenté à la figure 2.2 se sert de l'analyseur d'images comme « gérant » de système, c'est-à-dire que c'est l'appareil qui contrôle les séquences d'acquisition, de sauvegarde et de traitement des données du projet de caractérisation. Le choix de l'analyseur d'images comme gérant vient du fait que c'est l'appareil qui acquiert les images et les traite pour mesurer les paramètres stéréologiques. Ainsi, il apparaît tout désigné pour recevoir les signaux du spectromètre rayons X. Ce faisant, les spectres rayons X deviennent une sorte d'étiquette que l'on ajoute aux résultats de caractérisation des paramètres stéréologiques. Non seulement l'analyseur d'images mesure les paramètres stéréologiques mais il peut prendre également le contrôle du balayage du faisceau électronique du MEB afin d'arrêter ce dernier aux coordonnées où se trouvent les composés dont on veut obtenir un spectre rayons X complet. Une fois l'acquisition du spectre complétée, l'analyseur d'images est à même de traiter le spectre rayons X afin de le déconvoluer et de quantifier la composition chimique à l'aide des intensités nettes puisque ces opérations sont du domaine software. La figure 2.3

présente les principales étapes impliquées dans une routine de caractérisation complète de particules de deuxième phase.

La première étape consiste à choisir un grossissement adéquat permettant l'observation correcte de toutes les particules de l'échantillon quelle que soit leur taille. Par la suite, comme pour les techniques standards, on se doit de faire l'acquisition d'images sur quelques champs afin de pouvoir sélectionner sur l'histogramme des niveaux de gris, les niveaux de seuils associés à chacune des populations d'inclusions présentes. Une fois que ces opérations sont faites, le projet de caractérisation peut débuter et fonctionner de façon automatique. Le système fait l'acquisition de l'image du premier champ d'analyse et procède au seuillage des composés d'intérêt. Une fois que le seuillage est fait, l'analyseur d'images mesure les paramètres stéréologiques associés à chacune des régions seuillées. La figure 2.4 montre les résultats de l'opération de seuillage. Une fois que ces opérations sont faites, le système est prêt à faire l'acquisition des spectres rayons X sur chacune des régions seuillées.

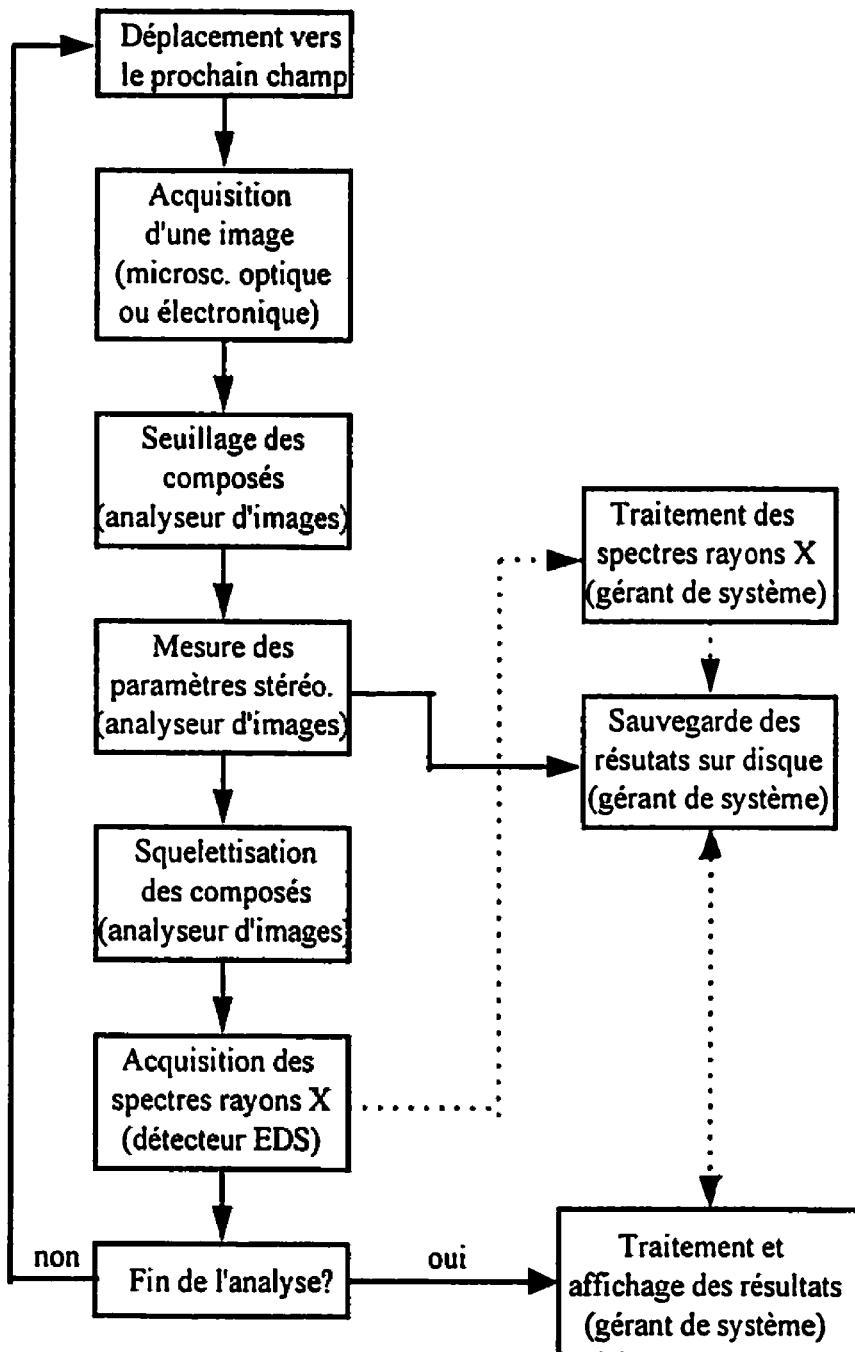


Figure 2.3 Principales étapes contenues dans une routine de caractérisation complète des particules de deuxième phase. Les traits pointillés indiquent des étapes qui peuvent être faites en différé.

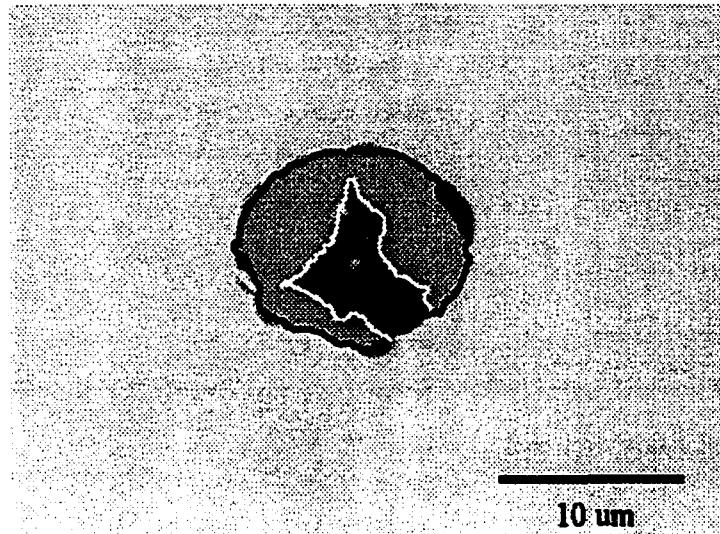


Figure 2.4 Micrographie d'une inclusion bi-composés suite à l'opération de seuillage. L'analyseur d'images est maintenant prêt à faire les mesures stéréologiques des deux régions seuillées.

2.3.1 Choix des paramètres de positionnement du faisceau électronique pour l'acquisition des spectres rayons X

L'une des conditions sine qua non de la spectrométrie des rayons X est que le volume d'émission des rayons X se doit d'être chimiquement homogène si l'on veut obtenir des résultats quantitatifs (Goldstein *et al.* (1992)). Or, le respect de cette condition est fonction de trois paramètres, soient : la taille des particules caractérisées, leur nature chimique et la tension d'accélération du microscope. Ainsi, plus la taille de la particule sera petite, plus l'on devra utiliser une faible tension d'accélération. Ceci n'est vrai que pour une gamme de tailles de particules et/ou une gamme de natures chimiques de particules. En effet, bien que l'on puisse travailler avec les raies L pour les éléments de transition du tableau périodique, on doit s'assurer d'utiliser une tension d'accélération qui permettra la génération de rayons X provenant de tous les éléments

chimiques présents dans la particule. Ainsi, si l'on caractérise une particule contenant du silicium, la tension d'accélération se doit d'être au moins plus élevée que 1.84 keV afin de permettre l'ionisation du silicium K. Ce faisant, si le volume de génération des rayons X n'est pas homogène, on se doit de changer de technique de caractérisation et d'opter pour la microscopie électronique en transmission. La figure 2.5 montre un exemple schématisé de l'effet de la tension d'accélération sur le volume d'émission des rayons X lors de la caractérisation d'une particule de deuxième phase. À la figure 2.5a, l'émission des rayons X se fait à partir de deux régions chimiquement différentes. Le spectre rayons X qui serait acquis dans ces conditions ne pourrait fournir des résultats quantitatifs parce que la condition d'homogénéité du volume d'émission n'est pas respectée. La figure 2.5b montre quant à elle le type de volume d'émission recherché, c'est-à-dire un volume entièrement compris à l'intérieur des frontières de la particule. La figure 2.6 illustre une partie des problèmes reliés à l'utilisation d'une faible tension d'accélération lors de l'acquisition de spectres rayons X. Les spectres de la figure 2.6 proviennent d'une particule de MnSiO_3 . Le spectre de la figure 2.6a a été acquis à l'aide d'une tension d'accélération de 20 kV tandis que celui de la figure 2.6b a été acquis avec une tension d'accélération de 5 kV. On remarque que lorsque l'on peut employer une tension d'accélération élevée, il y a possibilité d'utiliser les raies de plus forte énergie comme les raies K des éléments de transition (Mn K_α dans ce cas). Ceci nous évite de travailler avec les raies de plus faible énergie (raies de la famille L) qui se trouvent souvent convolées avec les raies K des éléments légers. Ces convolutions entraînent de plus grandes incertitudes quant aux intensités nettes mesurées à partir de ce type de raies. La figure 2.6b illustre ce problème de convolution entre la raie L_α du manganèse et la raie K_α de l'oxygène.

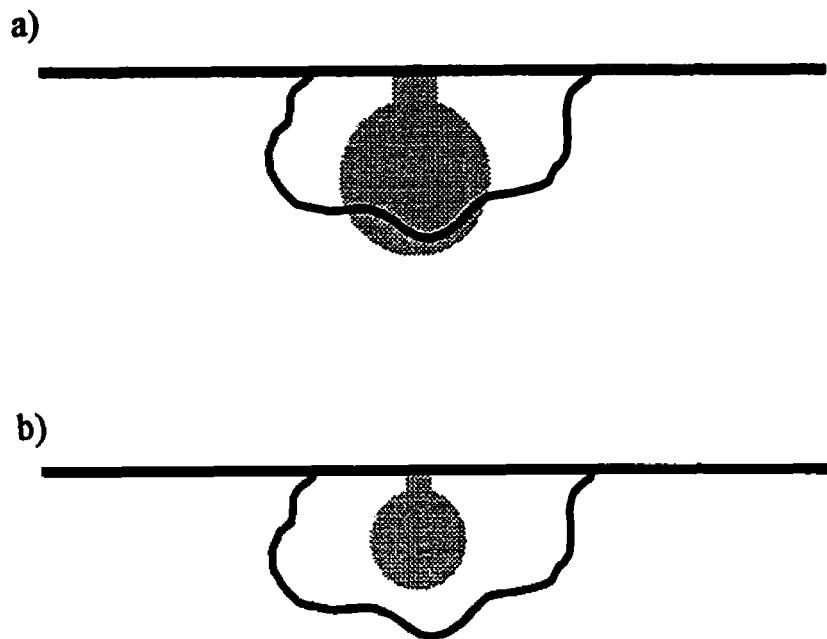


Figure 2.5 Représentation schématisée de l'effet de la tension d'accélération versus le volume de génération des rayons X. a) La tension d'accélération est trop élevée et le volume de génération des rayons X n'est pas homogène. b) Une diminution de la tension d'accélération mène à un volume de génération homogène pourvu que l'énergie des électrons soit supérieure à l'énergie critique des atomes que l'on retrouve dans la particule.

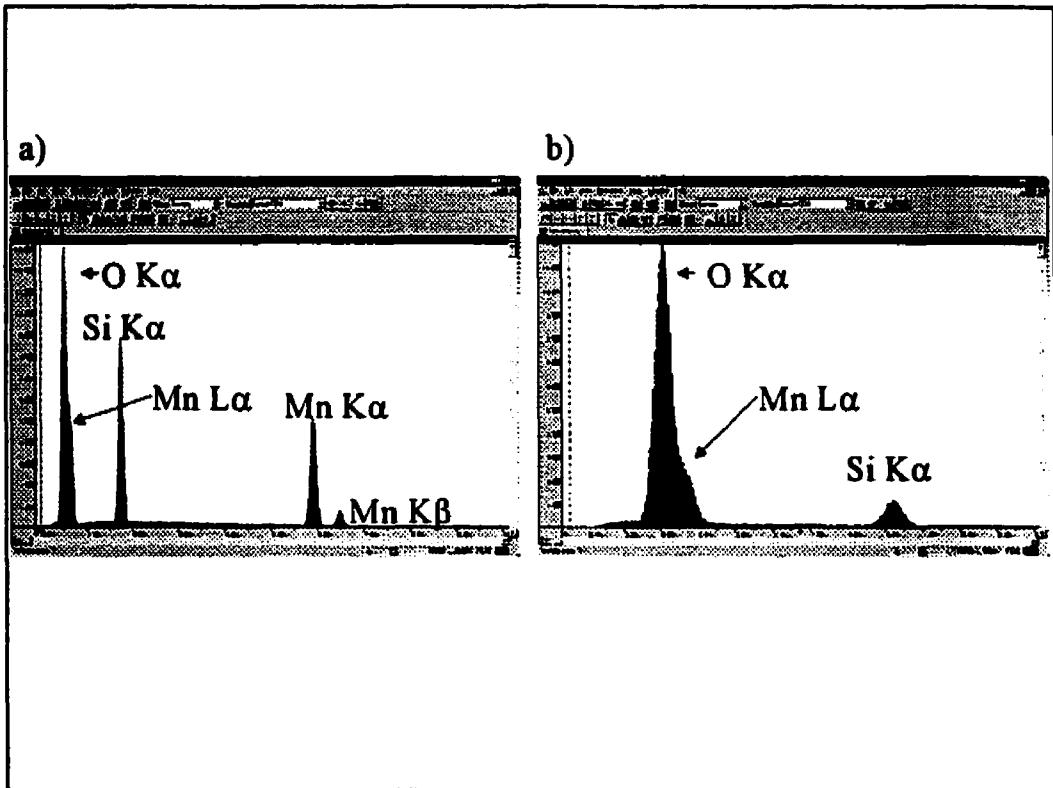


Figure 2.6 a) Spectre rayons X (EDS) provenant d'une particule de $\text{MnO}\cdot\text{SiO}_2$; $E_0=20$ kV. On remarque que plusieurs raies sont disponibles pour la quantification du Mn. b) Même particule qu'en a) avec $E_0=5$ kV, on observe une convolution entre les raies L du Mn et les raies K de l'oxygène.

On constate qu'il y a un compromis à faire entre la tension d'accélération à utiliser, la taille des particules ainsi que le choix des transitions utilisées pour la quantification. Toutefois, le choix des paramètres d'acquisition peut être grandement facilité par l'utilisation de simulations Monte Carlo (Drouin *et al.*(1996)). En effet, si l'on connaît approximativement la composition chimique d'une particule, on peut simuler le volume de génération des rayons X en fonction des dimensions des particules ainsi que de la tension d'accélération. De cette façon, il est possible d'avoir une idée approximative de l'homogénéité du volume d'émission des rayons X. Cette façon de

faire, jumelée à quelques essais au microscope, peut permettre d'optimiser le choix de la tension d'accélération pour un projet donné de caractérisation.

En ce qui a trait au positionnement du faisceau électronique, on se doit d'utiliser un critère robuste. En effet, la plupart des systèmes qui ne sont pas intégrés se fient sur le calcul du centre de gravité des particules comme critère pour positionner le faisceau électronique du microscope. Toutefois, dans les cas où la forme de certains composés est sévèrement concave, comme c'est souvent le cas pour les inclusions bi-composés, le critère basé sur le calcul du centre de gravité ne tient plus puisque le centre de gravité de ces composés se trouve en dehors de leurs frontières. L'utilisation d'un système intégré d'analyses d'images permet d'utiliser certaines opérations supplémentaires afin de remédier à ce problème. Ainsi, en faisant le calcul du squelette de chaque composé préalablement seuillé, on peut spécifier les coordonnées de un ou plusieurs points le long de ce parcours et être assuré que le faisceau électronique sera toujours situé à l'intérieur des frontières des composés à caractériser. Par analogie, on peut comparer un squelette à ce qui resterait si l'on mettait simultanément en feu les frontières d'un objet en deux dimensions et qu'on le laissait brûler jusqu'à ce qu'il ne reste plus rien. La figure 2.7 illustre le problème relié au positionnement du faisceau électronique sur un composé dont la forme est sévèrement concave lorsque le calcul du centre de gravité est utilisé comme critère.

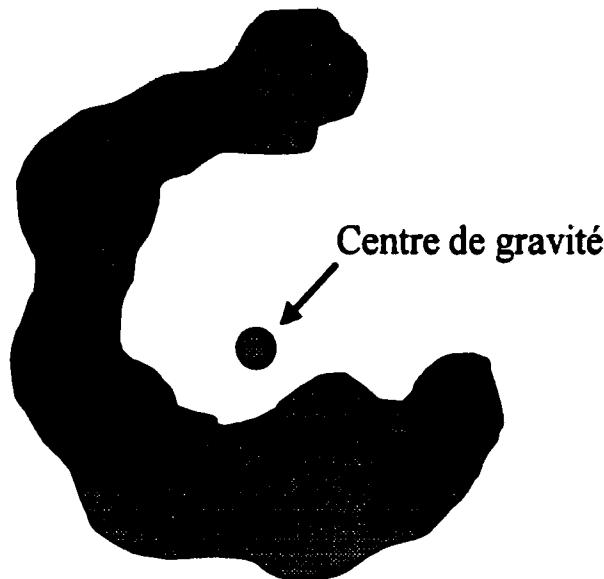


Figure 2.7 Illustration du problème soulevé par l'utilisation du centre de gravité comme critère de positionnement du faisceau électronique du MEB lors de la caractérisation d'une particule concave. Le centre de gravité se trouve en dehors des frontières de la particule à caractériser.

2.4 Caractérisation microscopique de particules de deuxième phase ayant un diamètre inférieur au micron

De façon pratique, lorsque le diamètre des particules à caractériser est plus petit que le micromètre, les résultats d'analyses chimiques obtenus par spectrométrie rayons X au MEB doivent être interprétés avec précautions. Il arrive souvent que pour une telle taille de particule, le volume de génération des rayons X soit non homogène. Pour résoudre ce problème de résolution spatiale, on se tourne généralement vers le microscope électronique en transmission (MET). Le MET nous permet d'obtenir une résolution spatiale beaucoup plus grande que celle du MEB rendant ainsi possible la caractérisation de composés dont le diamètre est de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres. Qui plus est, ce type de microscope nous permet d'obtenir des clichés de

diffraction des électrons qui, jumelés à la spectrométrie rayons X à dispersion des énergie, permettent d'identifier complètement la nature chimique des particules d'intérêt.

2.4.1 Caractérisation microscopique de particules ayant un diamètre inférieur au micron : le cas des inclusions retrouvées dans les joints soudés d'acières faiblement alliés

Le soudage de structures du type de celles retrouvées sur une plate-forme de forage est délicate puisque les soudures se doivent de présenter une ténacité élevée à basse température. Une ténacité élevée dans les dépôts soudés est généralement associée à une proportion importante de ferrite aciculaire dans la microstructure (Terashima & Hart (1984), Abson & Pargeter (1986), Dowling *et al.* (1986), Mills *et al.* (1987)). De plus, plusieurs auteurs mentionnent que les inclusions, plus précisément des composés à la surface des inclusions, favorisent la cristalisation de la ferrite aciculaire (Bhatti *et al.*, (1984), Evans (1986), St-Laurent & L'Espérance (1992)). Toutefois, l'unanimité est loin d'être faite lorsque le temps est venu d'identifier ces composés. Parmi les composés les plus souvent mentionnées, on retrouve BN, TiO, TiN, TiC, $\text{MnO} \cdot \text{SiO}_2$, $\text{MnO} \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$, MnS et CuS.

Ce désaccord s'explique en partie par les difficultés rencontrées lors de la caractérisation de ces inclusions. De façon générale, lorsque l'on caractérise ce type d'inclusions au MET, les échantillons sont préparés selon la technique de réplication au carbone (Kayali *et al.* (1986), Klukon & Grong (1989), Zhang & Farrar (1996)). Cette technique de préparation, contrairement au cas des lames minces, a comme principal avantage d'éliminer les effets de matrice lors des analyses par spectrométrie rayons X. C'est probablement cette dernière condition qui explique le désaccord constaté dans la littérature. En effet, les inclusions retrouvées dans les joints soudés ont un diamètre généralement compris entre 0.1 et 1 μm . Elles sont donc trop épaisses pour que l'on

puisse utiliser la spectrométrie par mesure des pertes d'énergie des électrons transmis (EELS) d'où la nécessité de ne travailler qu'avec le spectromètre rayons X (EDS). Le problème associé à cette technique est que, puisque les inclusions ne sont pas chimiquement homogène, les électrons du faisceau incident diffusent dans l'ensemble du volume de celles-ci. Il en résulte que les spectres rayons X obtenus ne sont plus représentatifs d'un composé précis mais bien de l'ensemble des composés formant l'inclusion. À cela vient s'ajouter les difficultés de détecter adéquatement les rayons X de faible énergie comme ceux du bore, du carbone, de l'azote et de l'oxygène. Heureusement, le microscope électronique en transmission nous donne la possibilité d'obtenir des clichés de diffraction des électrons qui nous permettent de connaître les paramètres de réseau des composés chimiques. De cette façon, nous pouvons combiner les informations fournies par les spectres rayons X et les clichés de diffraction afin d'identifier précisément les composés d'intérêt et ce même s'ils sont superposés. La figure 2.8 présente un exemple de la combinaison des informations fournies par les spectres rayons X et les clichés de diffraction. On remarque à la figure 2.8 qu'un des composés de l'inclusion est dans des conditions importantes de diffraction. Le spectre rayons X de la figure 2.8c indique que ce composé est riche en titane, manganèse et oxygène (le nickel provient de la grille sur laquelle repose la réplique d'extraction). Ainsi, les composés possibles sont du type $2\text{MnO}\cdot\text{TiO}_2$, MnO , TiO , Ti_2O_3 , TiO_2 , $\text{MnO}\cdot\text{TiO}_2$. Le cliché de la figure 2.8b indique qu'il s'agit d'un composé dont la structure est hexagonale compacte. Donc en combinant ces informations, on en déduit qu'il s'agit de $\text{MnO}\cdot\text{TiO}_2$ puisque c'est le seul composé qui respecte toutes les conditions imposées par les informations du spectre rayons X et du cliché de diffraction.

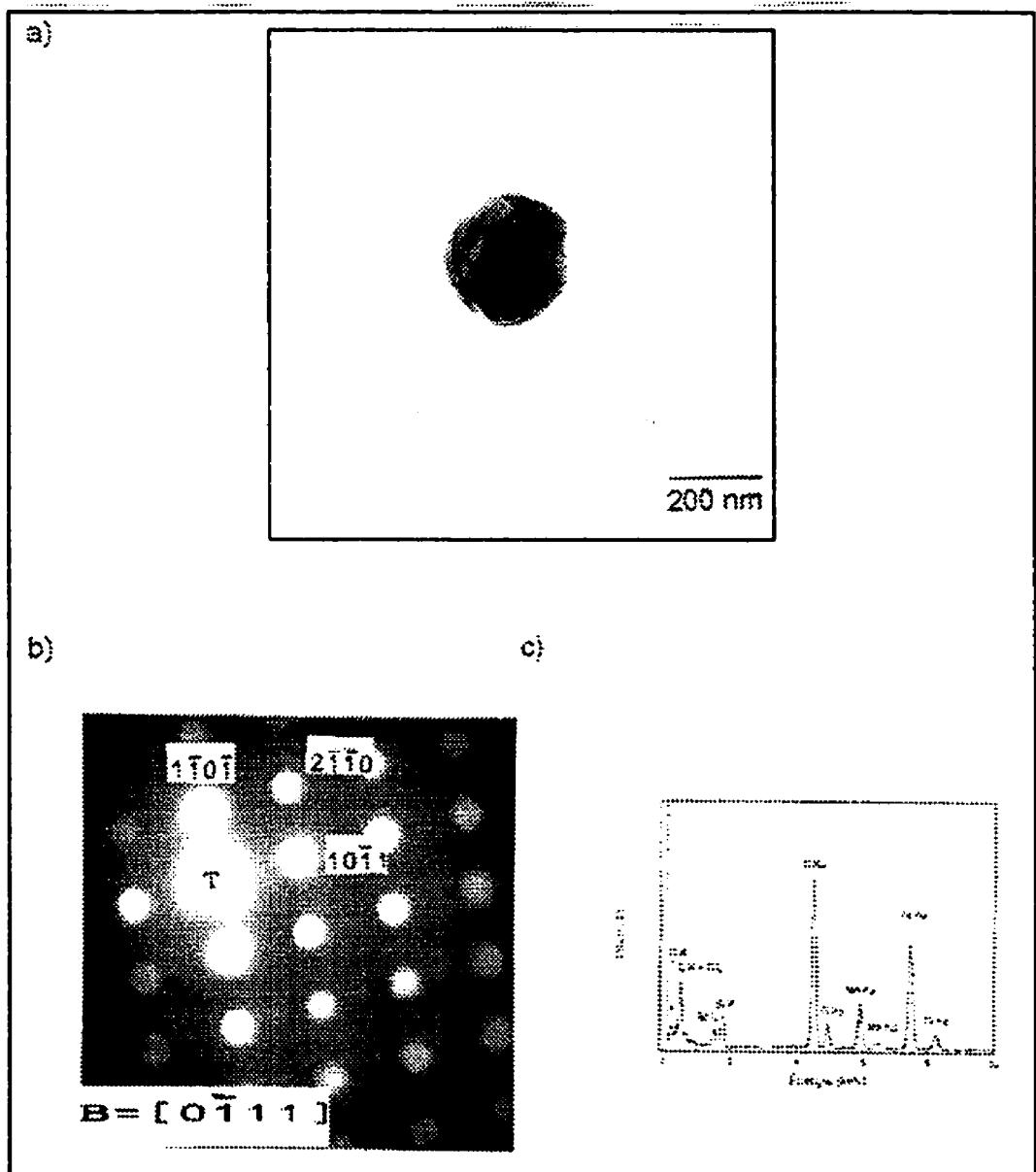
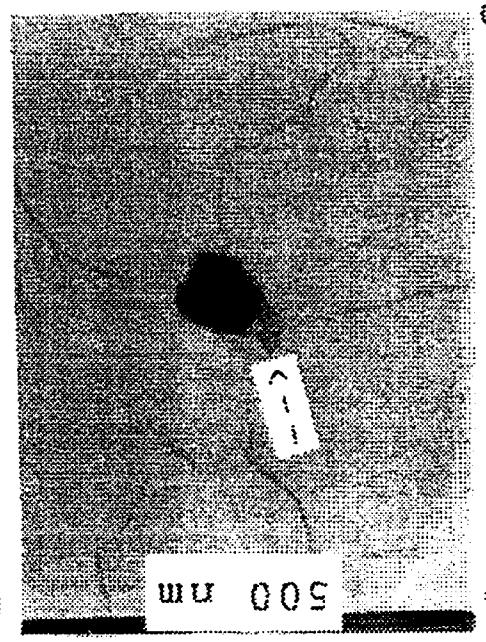
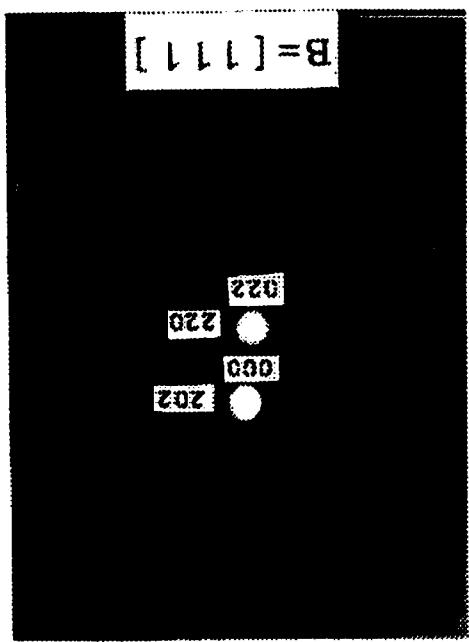
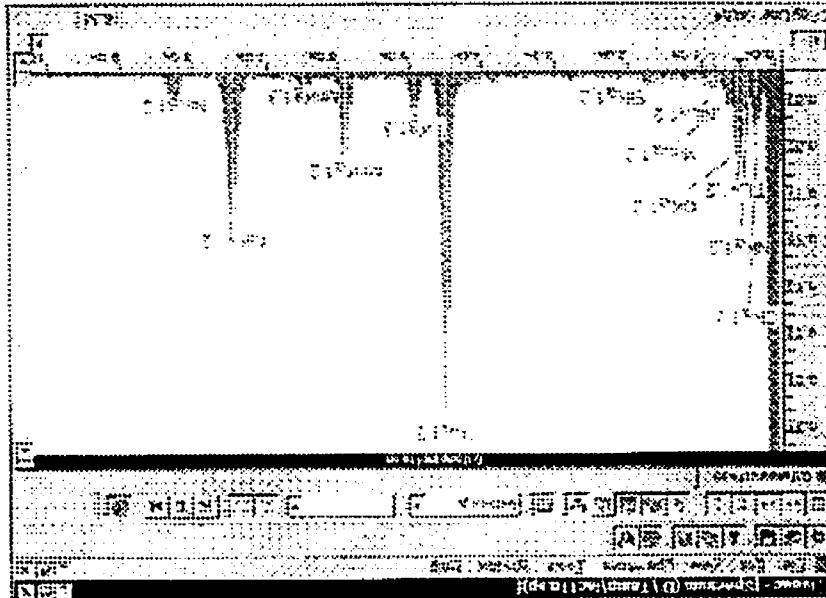


Figure 2.8 a) Micrographie TEM d'une inclusion dont l'un des composés se trouve dans de forte conditions de diffraction des électrons (concentration en Ti dans l'échantillon = 410 ppm). b) Cliché de diffraction provenant de la région qui diffracte les électrons à la figure 2.8a) ($\text{MnO} \cdot \text{TiO}_2$: HC). c) Spectre rayons X (EDS) provenant de la région qui diffracte les électrons à la figure 2.8a).

Cependant, il existe des cas pathologiques où la combinaison de l'information entre les spectres rayons X et les clichés de diffraction ne nous permet pas d'identifier quantitativement la nature chimique du composé. C'est notamment le cas des composés TiN, TiO et TiC. En effet, les éléments légers de ces composés sont sévèrement convolus avec les raies L du titane d'où les incertitudes lors de la déconvolution des spectres. Qui plus est, ces composés ont tous une structure cubique à faces centrées, tous le même groupe spatial ($Fm\bar{3}m$) et des paramètres de réseau tellement similaires qu'ils peuvent difficilement être différenciés (0.418 nm, 0.424 nm et 0.436 nm). La figure 2.9 présente justement un cas où le spectre rayons X nous montre que le composé est riche en Ti, Mn, O. Le carbone identifié sur le spectre peut provenir du composé caractérisé, mais il ne faut pas oublier que l'échantillon est une réplique d'extraction, donc recouvert de carbone. Pour ce qui est de l'azote, la convolution est tellement sévère que l'algorithme de déconvolution utilisé n'arrivait pas à pouvoir spécifier s'il y avait présence d'un pic ou non. Le cliché de la figure 2.9b) nous indique qu'il s'agit d'un composé cubique à faces centrées dont le paramètre de réseau est similaire à ceux identifiés ci-dessus, soit environ 0.41 nm.

provenant de la région qui diffraite à la figure 2.9a).
réglion qui diffraite sur la figure 2.9a) (c). c) Spécie rayons X (EDS)
dans l'échantillon = 35 ppm). b) Ciclhe de diffraction des électrons (concentration en Ti
dans de fortes conditions de diffraction des électrons (concentration en Ti
Figure 2.9 Micrographie TEM d'une inclusion dont l'un des composés se trouve

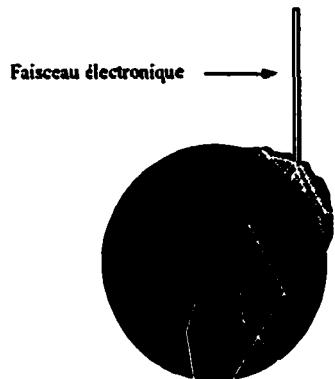


Un autre aspect important qui limite la possibilité de caractériser quantitativement la nature chimique des composés est sa taille. En effet, lorsque la taille des composés se trouve typiquement en deçà de 100 nm, il devient difficile d'interpréter l'information contenue dans les spectres rayons X à cause de la diffusion importante des électrons en dehors des frontières du composé. Dans ce cas, l'émission des rayons X provenant du composé d'intérêt se perd en quelque sorte dans le signal provenant des composés voisins. Donc, même si la caractérisation d'un composé ne pose pas de problème de similitudes cristallographiques, il se peut qu'il soit difficile, voire même impossible de le caractériser à cause de sa trop petite taille (généralement ≤ 100 nm).

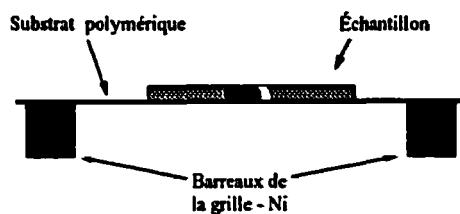
Il semble toutefois que ce problème de résolution spatiale pourrait être solutionné en changeant la technique de préparation des échantillons. En effet, si nous pouvions recourir à des lames minces pour la caractérisation des composés retrouvés à la surface de certaines inclusions, il se pourrait qu'une d'entre elles soient positionnée de façon à ce qu'un tel type de composé de surface se retrouve dans la partie la plus mince de la lame. Malheureusement, les différences de dureté entre la matrice et les inclusions rendent cette hypothèse peu probable. Une autre approche avec laquelle nous pensons obtenir plus de succès et d'utiliser l'ultramicrotomie comme technique de préparation des échantillons. En se basant sur les résultats obtenus par L'Espérance et al. (1992), Botton & L'Espérance (1994) et Barreto *et al.* (1995) quant à la préparation d'échantillons de tôles galvanisées, nous pensons qu'il serait possible de couper de minces échantillons de façon à ce que les inclusions soient cisaillées sur une fraction de leur volume total. De cette façon, si nous arrivions à préparer des échantillons suffisamment minces, nous pensons qu'il serait possible d'observer les composés qui se trouvent à la surface d'inclusions tout en ayant un volume chimiquement homogène à travers l'épaisseur. La figure 2.10 décrit la différence qui existe entre une inclusion préparée par réplication au carbone et une autre préparée par ultramicrotomie. Qui plus est, si les échantillons pouvaient être suffisamment minces, il serait alors possible de

caractériser les particules de deuxième phase à l'aide du spectromètre par perte d'énergie des électrons transmis (EELS) et d'utiliser la technique d'imagerie spectrale.

a)



b)



c)

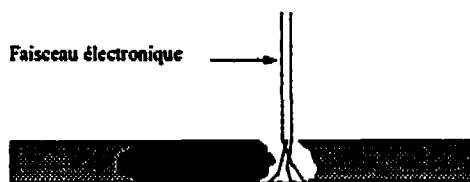


Figure 2.10 a) Diffusion des électrons dans une inclusion multi-composés. b) Même type d'inclusion qu'en a) préparée par ultramicrotomie. c) Le volume du composé se trouvant en périphérie est maintenant homogène dans le sens de l'épaisseur et les électrons ne diffusent pratiquement pas en dehors de ses frontières.

Le principe de fonctionnement du spectromètre EELS repose sur la mesure des pertes d'énergie que subissent les électrons du faisceau incident lors de leur passage dans le volume de l'échantillon. Les interactions électrons-matières se divisent en deux grandes catégories, soient : les collisions élastiques et les collisions inélastiques. Les collisions élastiques sont caractérisées par des pertes d'énergie cinétique négligeables et des angles de diffusion importants (moyenne comprise entre 2° et 5°). Quant aux collisions inélastiques, elles se distinguent par une perte d'énergie cinétique significative et par de faibles angles de diffusion (0.1° ou moins). Tout dépendant du type d'événement menant à la perte d'énergie cinétique, les électrons du faisceau incident peuvent perdre quelques fractions d'électron-Volt jusqu'à la totalité de l'énergie qu'ils possèdent. Les processus de perte d'énergie que peuvent subir les électrons sont les suivants : phonon, plasmon, électrons secondaires, bremsstrahlung et ionisation d'une couche profonde (Egerton (1989)). La spectrométrie EELS étudie directement les processus primaires d'excitation des électrons dont chacun résulte en des électrons rapides qui perdent une quantité caractéristique d'énergie. Le faisceau d'électrons transmis est ensuite dirigé dans un spectromètre (voir prisme magnétique de la figure 2.11) qui sépare les électrons en fonction de leur énergie cinétique afin de produire un spectre des pertes d'énergie des électrons transmis. La figure 2.12 présente un spectre EELS typique. Le premier pic complètement à gauche est le « pic de perte nulle », le pic qui suit tout juste à droite, dans la région des pertes d'énergie comprises entre 5 et 50 eV, correspond au « pic de pertes faibles » ou « pic des plasmons ». Finalement, pour les pics de pertes d'énergie plus élevées, l'intensité décroît selon une loi de puissance assez importante. C'est pour cette raison que l'on change généralement l'échelle de l'intensité de cette partie du spectre de linéaire à logarithmique. Ce faisant, il devient plus facile d'observer les discontinuités d'absorption correspondant aux ionisations des couches profondes. Une fois l'acquisition terminée, il est possible de faire une analyse élémentale quantitative en mesurant l'aire sous la courbe de la discontinuité appropriée suite à la soustraction du bruit de fond.

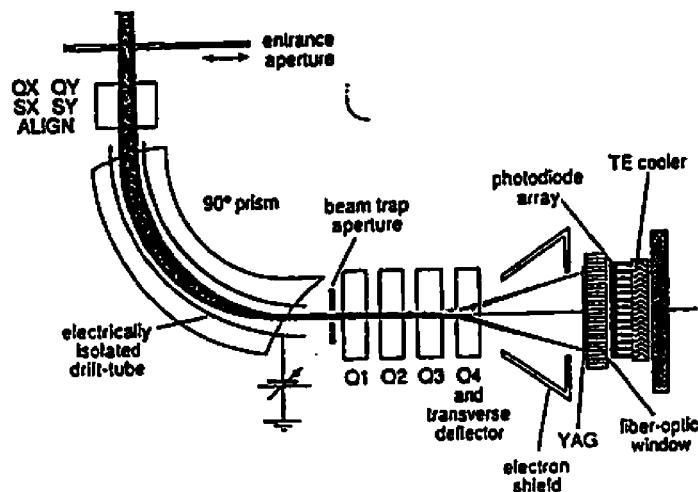


Figure 2.11 Représentation schématisée du fonctionnement d'un spectromètre EELS (acquisition en parallèle) et de son prisme magnétique qui permet la séparation des électrons en fonction de leur énergie cinétique (Disko *et al.*, (1991)).

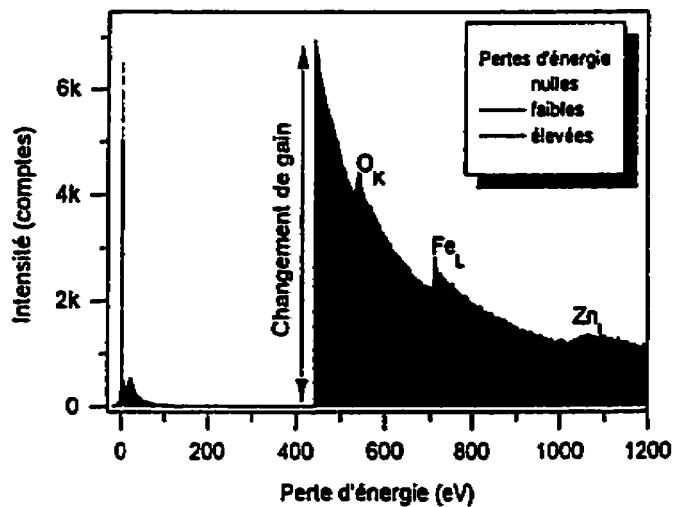


Figure 2.12 Spectre EELS provenant d'une région d'une lame mince d'acier galvanisé montrant les différentes informations retrouvées dans un tel spectre (Tremblay (1995)).

L'imagerie spectrale EELS consiste à faire l'acquisition d'un spectre EELS complet à chacun des pixels d'une image. Tout comme pour la microscopie intégrée, les spectres sont sauvegardés sur disque et peuvent ensuite être traités afin d'en tirer les intensités nettes et éventuellement les concentrations des éléments présents dans la région caractérisée. De plus, le fait d'acquérir un spectre complet et de le sauvegarder permet de pouvoir y apporter des corrections pour les phénomènes de diffusion multiple observés lors de la caractérisation d'échantillon relativement épais (Johnson & Spence (1974), Leapman & Swyt (1981), Egerton & Crozier (1988)). Ainsi, il est possible d'obtenir de façon quantitative des cartes montrant la distribution spatiale des éléments chimiques et de leur concentration. De plus, pour les éléments retrouvés dans le système métallurgique décrit ci-dessus, les spectres EELS présentent des discontinuités d'absorption moins convolées que les raies retrouvées sur le spectre rayons X (EDS). Ceci est particulièrement vrai pour la plupart des éléments légers.

2.5 Conclusions

Le chapitre qui se termine se voulait une revue critique des techniques disponibles pour la caractérisation microscopique de particules de deuxième phase. Cependant, outre les techniques standardisées, il apparaît clairement que certaines des nouvelles méthodes de caractérisation discutées dans ces pages tiennent plus de la philosophie de développement et moins de l'outil applicable à des projets de caractérisation authentique. Néanmoins, ces approches novatrices s'intègrent bien au contexte d'une thèse de doctorat, puisque, comme nous le présenterons dans les chapitres suivants, elles serviront de bases au développement de techniques concrètes de caractérisation de particules de deuxième phase que nous appliquerons à des systèmes métallurgiques d'importance pour la métallurgie des poudres.

CHAPITRE III

TECHNIQUES DÉVELOPPÉES POUR LA CARACTÉRISATION DE PARTICULES DE DEUXIÈME PHASE AINSI QUE L'USURE DES OUTILS DE COUPE

3.1 Introduction

Les propriétés mécaniques des matériaux sont dictées en grande partie par les caractéristiques de leur microstructure. En outre, les particules de deuxième phase sont sans contredit des acteurs de premier plan en ce qui a trait au contrôle de la microstructure. En effet, selon leur dimension et leur composition chimique, elles influencent la taille de grains, les transformations de phase lors des traitements thermiques, la ténacité, la résistance à la traction, etc. En plus des propriétés identifiées ci-dessus, les particules de deuxième phase jouent un rôle prépondérant sur le comportement des matériaux lors de leur mise en forme à l'aide de techniques d'usinage. C'est ce dernier point, appliqué aux pièces fabriquées par métallurgie des poudres, qui constitue le sujet de la présente thèse.

Les pièces fabriquées par métallurgie des poudres sont reconnues pour leur usinabilité « différente » par rapport aux pièces d'acier corroyé. En effet, la présence de pores dans ces pièces a pour effet de diminuer la conductibilité thermique ce qui entraîne une augmentation rapide de la température des outils de coupe. Qui plus est, la présence de pores amène l'outil à vibrer lorsque ce dernier passe successivement à travers la matrice et les pores pendant la coupe. Dès lors, il devient important d'améliorer le comportement en usinage des pièces fabriquées par métallurgie des poudres si l'on veut qu'elles puissent répondre aux exigences d'applications de haute performance. L'approche la plus répandue pour améliorer l'usinabilité de telles pièces

est de modifier leur microstructure en y ajoutant des particules de deuxième phase qui facilitent la formation de copeaux permettant ainsi la diminution des forces impliquées et la maximisation de la durée de vie des outils de coupe.

Il a été mentionné ci-dessus que la composition chimique de particules de deuxième phase de même que leur taille influencent la microstructure des matériaux. Ainsi, nous pouvons anticiper que ces paramètres auront un effet tout aussi important sur l'usinabilité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Dès lors, il devient impératif de se doter d'outils de caractérisation qui permettent de quantifier avec précision la taille et la nature chimique des particules de deuxième phase que l'on retrouve dans les poudres, et éventuellement les pièces, à usinabilité améliorée. Ainsi, le chapitre qui suit présente une discussion portant sur les techniques de caractérisation à utiliser en fonction de la taille et de la composition chimique des particules à analyser. Des références seront faites à des articles placés en annexe qui présentent certaines techniques de caractérisation développées afin de répondre à des exigences particulières en ce qui a trait à ce type de caractérisation.

De même, les dernières sections du présent chapitre présentent une discussion portant sur deux techniques développées pour la caractérisation des outils de coupe utilisés dans la présente étude. Ces techniques microscopiques portent sur la caractérisation de l'usure de la dépouille frontale de forets utilisés en perçage et de pastilles employées pour le tournage de pièces fabriquées par métallurgie des poudres. En effet, les caractéristiques des outils de coupe (composition chimique et géométrie) jouent un rôle tout aussi important sur l'usinabilité que les particularités de la microstructure d'une pièce. Ainsi, afin de maintenir une rigueur scientifique tout au long de notre étude, nous nous devions de développer des techniques robustes permettant la caractérisation quantitative de l'usure des outils de coupe.

3.2 Caractérisation complète de particules de deuxième phase dont le diamètre est supérieur à 1 μ m

Les techniques standards de caractérisation microscopique, telle la norme ASTM 795, sont basées sur l'utilisation de réactifs d'attaque qui permettent de modifier l'aspect d'une particule d'acier allié par rapport à une autre d'acier non-allié. Le but est d'obtenir un contraste suffisamment important de façon à pouvoir distinguer adéquatement les unes des autres en microscopie optique. Ces techniques ont l'avantage d'être simples et accessibles tout en étant relativement peu dispendieuses. Par contre, elles présentent des failles majeures en ce qui a trait à la résolution spatiale et aux techniques d'attaque chimique nécessaires pour révéler la présence de particules alliées. En effet, puisque ces techniques utilisent la microscopie optique pour l'acquisition d'images, la précision des analyses est faible lorsque le diamètre des particules se trouve sous les 25 μ m. Les limitations quant au grossissement maximal pouvant être atteintes font que l'erreur sur la mesure de la fraction volumique telle que déterminée à l'aide d'une grille de point est considérable. Même l'utilisation d'un analyseur d'images numérique couplé à un microscope optique ne permet pas d'atteindre des degrés d'erreur acceptables. En effet, bien que le nombre de pixels utilisés pour représenter une particularité à l'écran soit beaucoup plus important que ce que l'on retrouve avec une grille de points superposés, il n'en demeure pas moins que l'erreur sur la mesure de la surface de la particularité à l'écran peut facilement atteindre 12 à 15%. Ce degré d'erreur nous semble inacceptable dans un contexte d'optimisation des propriétés mécaniques de pièces fabriquées à partir d'un mélange donné de poudre. La figure 3.1 montre l'erreur engendrée par une surestimation du rayon d'une particule d'un pixel en fonction du nombre de pixels utilisés pour représenter la particule à l'écran.

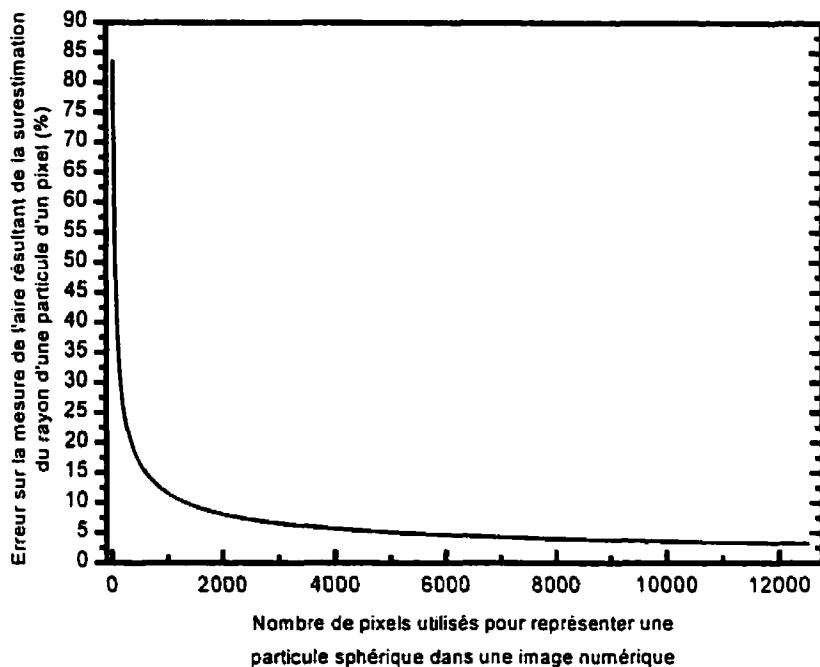


Figure 3.1 Évolution de l'erreur sur la mesure de l'aire d'une particule sphérique en fonction du nombre de pixels utilisés pour la représenter dans une image numérique.

De plus, le temps nécessaire pour attaquer la surface des échantillons est fonction de la concentration en éléments d'alliage des particules présentes. Ainsi, dans le cas de la norme ASTM 795, plus les particules sont alliées, plus le temps de résidence de l'échantillon dans la solution d'attaque doit être grand. Or, puisque généralement on ne connaît pas à l'avance la composition chimique des constituants que l'on essaie de caractériser, des erreurs importantes peuvent être induites dues à une attaque chimique inadéquate.

Outre ces limitations quant à la précision des mesures stéréologiques, les techniques standards ne permettent pas de quantifier la nature chimique des constituants microstructuraux observés. Le maximum d'information pouvant être obtenu grâce à ces

méthodes consiste à savoir qu'une particule donnée est plus alliée qu'une autre en se basant sur leur brillance telle qu'observée au microscope optique. Or, il est de plus en plus important de pouvoir différencier avec précision la nature chimique des populations de particules présentes dans un échantillon. Ce genre d'information permet, le cas échéant, de reconnaître un phénomène de ségrégation préférentiel d'un type de poudre par rapport à un autre, de mesurer la fraction volumique de chacune des populations de particules en fonction des critères de composition chimique, etc.

C'est à ce niveau que l'expression « caractérisation complète » prend tout son sens. En effet, le but est d'en arriver à pouvoir caractériser de façon quantitative et simultanée les paramètres stéréologiques et la composition chimique des particules de deuxième phase. C'est dans cet esprit que nous avons entrepris de développer une technique de caractérisation intégrée telle que présentée dans les articles se trouvant à l'annexe 1 (pp. 144 à 150) et à l'annexe 2 (pp. 151-156). La technique proposée dans ces articles est basée sur la microscopie intégrée. Cette approche jumèle l'analyse d'images et la microscopie électronique à balayage (MEB). Le MEB, contrairement au microscope optique, permet l'acquisition d'information quantitative quant à la nature chimique d'un composé grâce à la possibilité de faire l'acquisition d'un spectre rayons X complet. Ainsi, on élimine les incertitudes amenées par la caractérisation qualitative de la nature chimique des composés basée uniquement sur leur brillance et/ou leur aspect morphologique [ASTM 795 et ASTM 1122]. L'approche d'intégration que nous préconisons ne se situe en fait qu'au niveau des données générées par les différents appareils. En effet, comme le montre la figure 1 de l'article traité dans cette section se trouvant à l'annexe 2 (p. 152) il ne s'agit pas de jumeler deux appareils pour n'en faire qu'un seul, soit un MEB équipé d'un analyseur d'images. La philosophie de travail suivie consiste plutôt à utiliser l'analyseur d'images comme gestionnaire du projet de caractérisation (c'est-à-dire centre de contrôle) d'où les séquences d'acquisition de données sont préétablies, lancées, gérées et où finalement l'information générée est stockée, puis analysée. L'analyseur d'images se trouve donc au cœur du projet de

caractérisation et les différents types de microscope (MEB, MET, microscope optique) agissent comme appareils périphériques au même titre qu'une imprimante ou un numériseur d'images le sont pour un ordinateur personnel. Nous croyons que cette façon de faire est optimale puisque l'information générée, quelle que soit son origine, est toujours stockée au même endroit éliminant ainsi les problèmes de transfert et de gestion de données d'un ordinateur à l'autre et les incompatibilités de systèmes d'exploitation. Qui plus est, le stockage des données en un seul et même endroit permet de peaufiner les projets de caractérisation microscopique surtout au niveau du traitement des spectres rayons X. En effet, puisque des spectres rayons X complets sont sauvegardés avec les mesures des paramètres sérologiques des particules d'intérêt, il est possible d'utiliser différents critères de quantification pour l'analyse des résultats. Par exemple, il est possible de caractériser la nature chimique des particules en se basant uniquement sur la présence ou non d'un élément chimique donné. Par la suite, si le besoin se fait sentir, on peut questionner à nouveau la banque de données afin de mesurer la concentration dudit élément pour chacune des particules qui en contenait. Cette façon de faire évite d'avoir à caractériser deux fois le même échantillon.

La technique proposée peut présenter certains désavantages lorsque comparée aux techniques normalisées couramment utilisées. En effet, le temps nécessaire pour compléter un projet de caractérisation d'un échantillon est substantiellement plus élevé avec l'approche décrite ci-dessus. La durée du projet de caractérisation est fonction des concentrations en éléments d'alliage retrouvés dans les particules ainsi que de la précision voulue quant à la quantification de la composition chimique. Ces deux critères sont liés aux statistiques de comptage nécessaires lors de l'acquisition des spectres rayons X. Ainsi, plus le signal pic/bruit des éléments chimiques détectés par le spectromètre rayons X est élevé, plus précise sera la quantification de la concentration de cet élément. De même, si les concentrations des éléments d'alliages sont faibles (typiquement plus petites que 5 % poids) le temps d'acquisition des spectres rayons X devra être augmenté afin de faire l'acquisition d'un signal statistiquement représentatif.

Dès lors, on peut s'attendre à ce que le temps nécessaire à la caractérisation complète d'un échantillon (paramètres stéréologiques et composition chimique) soit de quatre (4) à cinq (5) fois plus élevé (environ 15 s par particule) que lorsque seule la quantification des paramètres stéréologiques à l'aide d'un analyseur d'images est considérée. Toutefois, nous croyons que le prix à payer est faible par rapport à la quantité supplémentaire d'information générée par la technique proposée dans ces articles. Qui plus est, puisque la routine de caractérisation se fait automatiquement une fois lancée, on élimine les interactions avec les usagers ce qui permet de faire la caractérisation des échantillons pendant la nuit et les fins de semaine.

Finalement, outre l'exemple traité ci-dessus, la technique décrite peut s'appliquer à une foule d'autres projets de caractérisation. C'est ainsi qu'elle fut utilisée pour caractériser les transformations subies par des inclusions de sulfures de manganèse (MnS) en fonction du type d'atmosphère utilisée pour l'élaboration de poudres et de pièces pour des applications nécessitant une usinabilité améliorée. En effet, si on se réfère à l'article présenté à l'annexe 3 intitulé « *The influence of furnace atmospheres on the chemistry of additives to powders made for improved machinability* », et plus précisément au tableau 5 de la page 169 et aux spectres rayons X de la page 164, on constate que cet outil de caractérisation fournit une quantité d'information quantitative et précise qui est inégalée lorsque comparée avec celle générée par les techniques de caractérisation conventionnelles.

3.3 Caractérisation de particules de deuxième phase poly-composées dont le diamètre est inférieur à 1µm

Lorsque le diamètre des particules de deuxième phase est inférieur au micromètre, les techniques de caractérisation au MEB, du type de celle décrite à la section précédente, permettent difficilement de quantifier leur composition chimique. Cela est d'autant plus vrai dans les cas où les particules de deuxième phase sont poly-

composées, c'est-à-dire qu'elles sont faites du regroupement intime de plusieurs composés chimiques. Or, puisque certaines des inclusions dont nous avons discuté à la section précédente présentaient ces caractéristiques (ref. article à l'annexe 3, pp. 157 à 171), nous nous sommes attardés à identifier la technique la plus efficace pour la caractérisation quantitative des paramètres stéréologiques, et surtout de la nature chimique, de ce type de particules. Toutefois, afin de s'assurer d'avoir un système métallurgique adéquat pour l'évaluation de technique de caractérisation, nous avons opté pour la caractérisation de nano-composés se trouvant à la surface d'inclusions retrouvées dans des joints soudés d'acier faiblement allié au manganèse et au titane.

Ce type de joint soudé, élaboré grâce à la technique de l'électrode SMAW, est reconnu pour sa très grande ténacité. En effet, la microstructure caractéristique de ces soudures consiste en une proportion élevée de ferrite aciculaire dont la résistance à la propagation de fissures est bien connue (Bhadeshia, 1992). Or, il semble que la nature chimique des inclusions retrouvées dans ces joints soudés promeut de façon significative la germination de la ferrite aciculaire lors de la transformation de l'austénite au cours du refroidissement. À première vue, il peut sembler incongru de retrouver un tel article dans une thèse de doctorat consacrée à la métallurgie des poudres. Toutefois, cette démarche est justifiée par le niveau de complexité du système métallurgique étudié. En effet, les inclusions retrouvées dans les joints soudés faiblement alliés au Mn et Ti sont sphériques et ont un diamètre d'environ 300 nm. Qui plus est, ces inclusions contiennent sur leur surface des nano-composés dont le diamètre est d'environ 50 nm. Or, puisque ces nano-composés se trouvent directement en contact avec la matrice d'acier, il est plausible qu'ils soient les principaux responsables de la germination de la ferrite aciculaire. Dès lors, la connaissance précise de leur composition chimique pourrait permettre de développer de nouvelles formulations d'électrodes de soudage dont les propriétés mécaniques seraient optimisées. De ce point de vue, la caractérisation du système métallurgique décrit ci-dessus a des impacts profonds sur la métallurgie des poudres en général et la démarche entreprise dans cette

thèse de doctorat. Premièrement, l'élaboration des électrodes de soudage est l'une des applications d'envergure de la métallurgie des poudres. Ainsi, la formulation finale de la recette utilisée pour la fabrication des électrodes nécessite généralement que l'on apporte des modifications à la composition chimique et à la granulométrie des poudres d'acier utilisées. Deuxièmement, la technique développée pour la caractérisation de ce type de particules de deuxième phase peut être transposée directement à la métallurgie des poudres. En effet, les inclusions retrouvées dans des particules de poudre d'acier ont souvent des dimensions semblables à celles des particules de deuxième phase analysées dans les joints soudés identifiés ci-dessus. Dès lors, s'il est possible de caractériser de façon quantitative les inclusions identifiées dans les joints soudés, il sera possible de faire de même pour les inclusions que l'on retrouve dans les particules de poudre d'acier.

La figure 1 de l'article intitulé « *Characterization of 25-75 nm phases found at the periphery of multiphase inclusions : techniques comparison and selection* » retrouvé à l'annexe 4 (p.174) montre une exemple de nano-composé à la surface d'une inclusion faisant environ 400 nm de diamètre. Dans un premier temps, nous avons quand même tenté d'évaluer la faisabilité de caractériser ce type d'inclusions à l'aide d'un microscope électronique à balayage équipé d'un canon à effet de champ. Cette approche faisait suite aux résultats de Gauvin *et al.* 1995 qui avait démontré la faisabilité de caractériser des échantillons d'acier contenant des inclusions de NbC ayant un diamètre de quelque 10 nm. En effet, la brillance élevée du faisceau associé à l'utilisation d'une faible tension d'accélération peut permettre, dans certains cas, de caractériser ce genre de particules. Nous avons ainsi entrepris de caractériser la même inclusion au MEB-FEG et au microscope électronique en transmission afin de comparer les résultats obtenus avec chacun des appareils et ainsi statuer quant à l'utilité d'utiliser le MEB-FEG pour ce type de projet de caractérisation.

Nous nous sommes rapidement aperçu que le volume de génération des rayons X était inhomogène même si la tension d'accélération utilisée était de l'ordre de 5 kV. Bien que nous aurions pu utiliser une tension d'accélération plus faible afin de minimiser le volume d'interaction des électrons, leur énergie cinétique serait devenue insuffisante pour induire la génération de rayons X caractéristiques de certains atomes se trouvant dans les composés formant l'inclusion (ex : Si qui n'a pas de raie L détectable). Ainsi, le MEB-FEG peut être utilisé pour la caractérisation de très petites particules en autant qu'elles soient chimiquement homogènes et que leur composition soit suffisamment différente de la matrice pour qu'il n'y ait pas d'ambiguïté quant à l'interprétation des spectres rayons X.

En ce qui a trait à la microanalyse rayons X en microscopie électronique en transmission, nous avons dû faire face au même problème de volume de génération des rayons X non-homogène. En effet, au MET, une proportion importante des électrons du faisceau incident passe à travers la particule analysée rendant pratiquement impossible de faire une microanalyse rayons X avec un volume de génération homogène. Toutefois, le MET nous offre la possibilité d'acquérir des clichés de diffraction des électrons. Ces clichés nous renseignent quant à la structure cristalline, les paramètres de réseau et le groupe spatial du composé caractérisé. Ainsi, en intégrant les informations fournies par le spectre rayons X et le(s) cliché(s) de diffraction des électrons, il est possible d'identifier de façon quantitative la composition chimique du composé caractérisé. Cependant, pour le système métallurgique étudié, nous avons pu montrer que cette technique se limitait à des composés dont le diamètre est de l'ordre de 100 nm. De plus, outre cette limitation dimensionnelle, certains types de composés ne peuvent être différenciés à cause de similitudes trop importantes au niveau de leur composition chimique, de la structure cristalline et de leurs paramètres de réseau. C'est notamment le cas pour les composés TiN, TiO, et TiC. En effet, ces composés ont tous une structure cubique à face centrée dont les paramètres de réseau sont tellement similaires (0.424 nm, 0.418 nm et 0.436 nm respectivement) qu'ils peuvent difficilement être

différenciés à partir de clichés de diffraction des électrons. Or, ces composés sont parmi ceux qui sont les plus souvent cités comme sites favorables à la germination de la ferrite aciculaire.

Une des façons de résoudre ces problèmes de dimension et de structure cristalline est d'essayer de changer la technique de préparation des échantillons afin d'obtenir un volume d'interaction des électrons du faisceau incident le plus homogène possible. C'est ainsi que nous nous sommes tournés vers l'ultramicrotomie comme technique de préparation des échantillons. Le but visé par cette approche était de cisailler les inclusions et la matrice de façon à obtenir des tranches d'inclusions (voir figure 3, annexe 4, p. 176). Ce faisant, les composés qui se trouvaient initialement à la surface de la particule sont coupées du reste de l'inclusion ce qui permet d'obtenir un volume homogène dans la direction parallèle au faisceau incident. Il est alors possible d'utiliser la spectrométrie des pertes d'énergie des électrons transmis (EELS) lors de l'ionisation d'une couche profonde afin de caractériser la composition chimique de ces composés. Le signal détecté par ce type de spectromètre est beaucoup plus intense que celui détecté par le spectromètre rayons X à dispersion des énergies puisque seul le processus primaire d'ionisation des atomes y est impliqué. Dès lors, pour un temps d'analyse identique à celui utilisé en spectrométrie rayons X (EDS), les statistiques de comptage et la résolution spatiale sont beaucoup plus élevées en spectrométrie EELS ce qui permet d'obtenir une plus grande précision quant à la quantification de la composition chimique. De plus, les phénomènes de convolution observés en spectrométrie rayons X entre les raies K des éléments légers (B, C, N, O, etc.) et les raies L des éléments de transition du tableau périodique sont beaucoup moins sévères. Qui plus est, les échantillons préparés par ultramicrotomie permettent d'utiliser l'imagerie spectrale en spectrométrie EELS afin de connaître la distribution spatiale de chacun des éléments se trouvant dans les différents composés formant les inclusions. En effet, l'imagerie spectrale consiste en l'acquisition d'un spectre EELS complet à chaque endroit correspondant à un pixel de l'image de l'inclusion caractérisée. Ainsi,

une fois que l'acquisition des spectres est complétée, il est possible de les traiter afin de calculer la concentration des éléments chimiques et ainsi obtenir des cartes quantitatives montrant les variations de concentrations entre les différents composés formant l'inclusion (voir figure 10, annexe 4, p. 183). Comme on peut le voir sur cette dernière figure, il est possible de détecter la présence de nano-composés qui étaient initialement situés à la surface de l'inclusion et aussi quantifier leur composition chimique.

Ainsi, en changeant la méthode de préparation des échantillons, passant de la réplication au carbone à la coupe ultramicrotomique, nous avons pu solutionner le problème de volume d'interaction inhomogène. De plus, la technique présentée ci-dessus a été éprouvée lorsque utilisée pour la caractérisation quantitative de l'évolution de la composition chimique des inclusions retrouvées dans des joints soudés d'acier micro-allié ayant différentes concentrations en titane (Blais *et al.*, 1999). Cet article, que nous n'avons pas jugé bon d'ajouter ici à cause du contexte de la thèse orientée vers la métallurgie des poudres, présente les premières preuves expérimentales que le titane ne réagit pas spontanément avec l'azote pour former du TiN lors de la formation des inclusions dans ce type d'échantillon. Finalement, cette technique a été utilisée avec succès pour la caractérisation de particules de grenaille de fonte telles qu'utilisées dans le procédé Domfer (ASM 1997, Plamondon *et al.*, 2000, Julien *et al.*, 2000). Un exemple portant sur la caractérisation d'inclusions de MnS telles que retrouvées dans de la grenaille de fonte re-sulfurée est présenté dans le présent ouvrage à la figure 4.3, section 4.5, p. 119.

3.4 Caractérisation de l'usure d'outils de coupe utilisés pour le perçage de pièces fabriquées par métallurgie des poudres

L'article présenté à l'annexe 5 et intitulé : « *Characterization of the machinability of sintered steels during drilling operations* » présente une technique de caractérisation novatrice permettant la caractérisation quantitative de l'usure des forets utilisés pour le perçage de pièces frittées. Le but principal de notre étude était d'identifier un paramètre facilement mesurable qui rend compte, de façon quantitative, de l'évolution de l'usure de l'outil en fonction de la quantité de matière enlevée en perçage. Dès lors, il nous est apparu primordial de s'assurer que les mesures de l'usure des outils soient faites de façon précise tout en étant facilement rééditable. Ainsi, la technique développée est basée sur une approche de superposition d'images digitales obtenues à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB). En effet, comme on peut le voir à la figure 7 du dit article (p. 196), il s'agit de faire l'acquisition d'une image de la dépouille de la mèche lorsque cette dernière est neuve de façon à obtenir une image de référence. La mèche est ensuite utilisée pour percer un certain nombre de trous et ainsi évaluer l'usinabilité d'un système métallurgique donné. Ce faisant, la mèche s'use et la géométrie de la dépouille s'en trouve modifiée. Or, il est reconnu que le type d'usure d'outil le plus important en usinage est celui de la dépouille puisqu'il est le seul étant prévisible. Ainsi, une fois que la mèche ait eu percé un nombre de trous prédéterminés, elle est recaractérisée au MEB pour faire l'acquisition d'une image de la surface usée. Or, il arrive que certains artefacts, telles des arêtes rapportées, se forment sur les lèvres de coupe. Si la mesure de la largeur ou de l'aire de la surface usée était faite directement à partir de l'image de la mèche usée, les artefacts possiblement présents engendreraient une surestimation de l'usure. Cependant, en superposant une image de la mèche neuve sur celle de la même après usure, il est possible d'éliminer du champ d'analyse les régions de l'image que l'on sait ne pas appartenir à la mèche.

3.5 Caractérisation de l'usure d'outils de coupe utilisés pour le tournage de pièces fabriquées par métallurgie des poudres

L'article retrouvé à l'annexe 6 et intitulé : « *Turning and drilling of parts made from sinter-hardenable steel powders* » présente une technique de caractérisation microscopique permettant la quantification de l'usure de la dépouille des pastilles servant au tournage des pièces. La technique développée est basée sur l'utilisation de mosaïques d'images digitales. Elle nécessite initialement de faire l'acquisition d'images provenant de différentes régions le long de la section usée de la dépouille de la pastille. Ensuite, en utilisant un analyseur d'images, on fusionne ces images (généralement 2 ou 3) afin de créer une nouvelle image qui représente la dépouille usée dans la totalité de sa longueur. Un exemple de fusionnement d'images est montré à la figure 2 de l'annexe 6, p. 221. Finalement, on se sert de l'analyseur d'images pour mesurer la largeur de la région usée de la dépouille aux endroits jugés critiques, comme par exemple le centre du rayon de courbure de la pointe de la pastille (voir figure 3 à la page 222).

Bien qu'à première vue cette approche semble plutôt simple, il ne faut pas perdre de vue les difficultés inhérentes à la manipulation de plusieurs images. Ainsi, il est primordial que la brillance et le contraste des différentes images soient les plus identiques possible. De faibles écarts de ces paramètres d'une image à l'autre peuvent rendre impraticable leur traitement par l'analyseur d'images. En effet, le seuillage de la région usée, qui apparaît plus claire à l'écran (voir figure 3 à la page 222) devient impossible dû à la présence de discontinuités des niveaux de gris aux endroits où se trouvaient les frontières des images initiales.

Toutefois, le travail supplémentaire que nécessitent ces manipulations d'images permet d'améliorer la précision des mesures stéréologiques puisque, comme nous en avons discuté à la section 3.2 ci-dessus, un plus grand nombre de pixels est utilisé pour

représenter une même surface minimisant les erreurs associées à la détermination de la frontière entre la région usée et les régions vierges.

3.6 Conclusions

Le chapitre qui se termine a présenté les techniques de caractérisation microscopiques développées dans le but de faciliter l'analyse des particules de deuxième phase retrouvées dans des pièces à usinabilité améliorée fabriquées par métallurgie des poudres. Notre analyse du sujet s'est articulée autour des difficultés analytiques induites par la taille des particules et leur composition chimique complexe. Outre la caractérisation de particules de deuxième phase, nous avons également présenté des méthodes permettant la caractérisation quantitative de l'usure de la dépouille d'outils de coupe utilisés pour le tournage et le perçage des pièces considérées dans notre étude. Les faits saillants de notre exposé sont résumés aux lignes suivantes.

- La microscopie intégrée permet la caractérisation quantitative et simultanée des paramètres stéréologiques et de la composition chimique des particules de poudre d'acier allié dans une matrice d'acier non-allié ou d'inclusions complexes dont la taille est supérieure au micromètre. Cette approche se base sur la mise en commun des mesures obtenues grâce à l'analyse d'images, l'imagerie utilisant les électrons rétrodiffusés et la spectrométrie rayons X à dispersion des énergies. Les séquences d'acquisition et de regroupement des données sont gérées par l'analyseur d'images. Ceci permet de travailler sur une plate-forme software unique et d'analyser les résultats en utilisant une brochette de critères provenant des mesures quantitatives des paramètres stéréologiques et de la composition chimique des particularités caractérisées.
- En ce qui a trait à la caractérisation des particules sub-microniques, nous avons présenté une étude comparative entre le MEB-FEG et le MET en ce qui a trait à la

caractérisation par spectrométrie rayons X en dispersion des énergies de nano-composés se trouvant sur la surface d'inclusions d'environ 300 nm de diamètre. Nos résultats ont montré que l'utilisation de faibles tensions d'accélération au MEB ne permet pas d'obtenir un volume d'interaction des électrons homogène, empêchant la quantification de la composition chimique des ces nano-composés. De plus, la microanalyse rayons X au MET ne s'est avérée utile que lorsque l'information qu'il contient est intégrée à celle contenue dans un cliché de diffraction des électrons provenant de la région d'intérêt. Qui plus est, pour le système métallurgique traité, cette approche ne s'est montrée efficace que pour les composés dont les dimensions étaient supérieures à 100 nm. Toutefois, en modifiant la préparation des échantillons, utilisant l'ultramicrotomie plutôt que la réplication au carbone, il a été possible d'obtenir des volumes de génération homogènes à travers l'épaisseur de l'échantillon. Le jumelage de cette technique de préparation des échantillons et de la spectrométrie EELS nous a permis de quantifier la composition chimique de nano-composés ayant un diamètre de 25 à 75 nm.

- Une quantification précise de l'usure de la dépouille des forets peut être faite par analyse d'images en superposant l'image de l'outil neuf sur celle d'une image du même outil après qu'il ait servi à usiner un certain nombre de pièces. Toutefois, ces images doivent être acquises en microscopie électronique à balayage puisque leur profondeur de champ et les grossissements disponibles sont beaucoup plus importants qu'en microscopie optique.
- La juxtaposition d'images multiples pour former une image-mosaïque permet d'améliorer la précision de la mesure de l'usure de la dépouille frontale de pastilles utilisées pour le tournage des pièces.

Finalement, il faut rappeler que, bien que le contexte de cette thèse ne traite que des pièces fabriquées par métallurgie des poudres, les techniques décrites ci-dessus s'appliquent également à la caractérisation de pièces métalliques corroyées.

CHAPITRE IV

CARACTÉRISATION DE L'USINABILITÉ DE PIÈCES FABRIQUÉES PAR MÉTALLURGIE DES POUDRES

4.1 Introduction

L'usinage est un aspect important de la mise en forme de pièces à l'aide du procédé de métallurgie des poudres. En effet, le pressage uniaxe de la poudre empêche la formation de saignées ou de saillies dans une direction perpendiculaire à l'axe de pressage. Dès lors, les manufacturiers de pièces se doivent d'utiliser des opérations secondaires de mise en forme afin de percer des trous perpendiculaires à l'axe de pressage et/ou de faire des filets (intérieurs et extérieurs par exemple). Ainsi, c'est près de 60% des pièces d'acier fabriquées par métallurgie des poudres qui subissent une opération quelconque d'usinage.

Le chapitre qui suit présente un résumé des travaux que nous avons effectués afin d'améliorer l'usinabilité de pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Notre contribution porte sur deux principaux aspects, soient : la compréhension des mécanismes impliqués lors de la coupe d'acières frittés et l'effet de certains additifs quant à l'amélioration de l'usinabilité.

4.2 Caractérisation de l'usinabilité de pièces fabriquées par métallurgie des poudres lors du perçage

Le perçage est l'opération d'usinage la plus fréquemment utilisée pour la mise en forme de pièces fabriquées par métallurgie des poudres. C'est pour cette raison que la majorité des tests développés pour la caractérisation de l'usinabilité des aciers frittés

sont basés sur des performances en perçage (Madan, 1996). De plus, une revue de la littérature montre que l'unanimité est loin d'être faite en ce qui a trait à la sélection de critères d'évaluation de l'usinabilité. En effet, des études utilisent un test de durée de vie ultime de l'outil pendant que d'autres préfèrent utiliser la mesure de la force moyenne ou le fini de surface. Le but principal de notre étude était d'identifier un paramètre facilement mesurable qui rend compte, de façon quantitative, de l'évolution de l'usure de l'outil en fonction de la quantité de matière enlevée en perçage. L'emphase ayant été mise sur l'aspect quantitatif et reproductible de nos mesures.

4.2.1 Perçage de pièces frittées de type FC-XXXX

Nous avons entrepris de caractériser l'usinabilité d'échantillons contenant différentes concentrations de carbone et de cuivre. On sait que le cuivre durcit la ferrite et qu'une augmentation de la concentration de carbone augmente la proportion de perlite de la microstructure. Ces deux facteurs ont pour effet d'augmenter la dureté des pièces et ainsi nuire à leur usinabilité. Les tests ont été effectués à l'aide d'un montage d'usinage permettant l'enregistrement continu de la force axiale agissant sur l'outil lors du perçage de trous (voir figure 3, annexe 5, p.192). Ces données peuvent ainsi être utilisées pour tracer des graphiques de l'évolution de la force en fonction de la quantité de matériau enlevé, graphique que l'on nomme généralement « courbe d'usinabilité » (voir figure 4, p. 194). C'est ainsi qu'en comparant les résultats des différentes mesures effectuées avec ceux provenant de la caractérisation de l'usure des mèches, tels que rapporté dans l'article retrouvé à l'annexe 5, nous avons pu montrer que la pente de la région linéaire de la courbe d'usinabilité était directement proportionnelle à l'usure de la dépouille des mèches. Qui plus est, nos résultats indiquent clairement que ce dernier critère est beaucoup plus précis que celui consacré dans la littérature qui consiste à utiliser la valeur de la force axiale moyenne mesurée lors du perçage d'un nombre donné de trous. De même, bien que la dureté soit un paramètre qui influence grandement l'usinabilité, nos résultats ont montré que, pour le système métallurgique

étudié, des variations de dureté inférieures à ≈ 70 HRB avaient peu d'effet sur l'usinabilité.

4.2.2 Perçage de pièces à vert et pré-frittées de type FL-4205

Les pièces fabriquées à partir de poudres autotremperantes sont reconnues pour leur mauvaise usinabilité. En effet, jusqu'à récemment, certains allaient jusqu'à dire qu'elles étaient non usinables. Qui plus est, les guides ou « abaques d'usinage » sont quasi inexistantes dans la littérature pour les pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Or, si l'on veut être capable de répondre aux demandes de plus en plus exigeantes des applications de hautes performances, il devient impératif d'améliorer l'usinabilité des pièces qui offrent les meilleures propriétés mécaniques, c'est-à-dire celles fabriquées à l'aide de poudres autotremperantes. L'étude résumée dans ces lignes voulait comparer l'usinabilité de deux poudres autotremperantes de la série 4200, soient la MP52 et la MP52 FM de Domfer. Ces poudres sont quasiment identiques, à l'exception que la MP52 FM qui contient des particules de sulfure de manganèse pré-alliées. Bien que ces particules soient reconnues pour améliorer l'usinabilité des pièces fabriquées à l'aide de poudres faiblement alliées, nous voulions évaluer si ces effets bénéfiques étaient aussi importants dans le cas de pièces dont la microstructure était principalement martensitique. De plus, nous voulions que ces résultats permettent l'élaboration de chartes d'usinage quantitatives pouvant être utilisées par les personnes responsables des opérations secondaires de mise en forme.

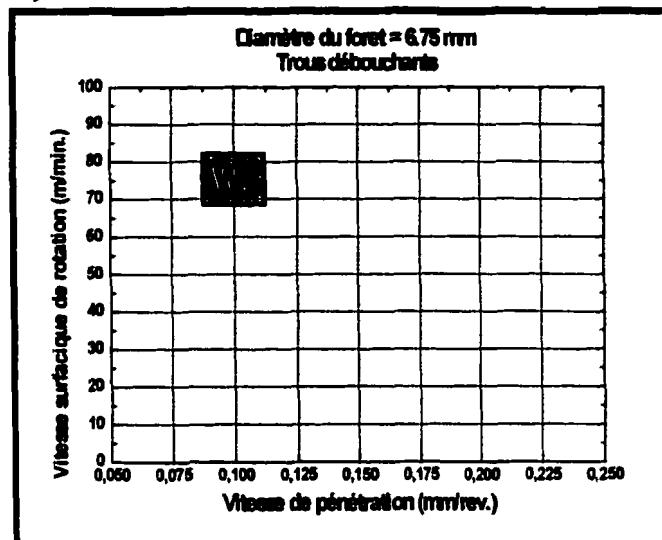
Ces types de poudres permettent donc d'obtenir des microstructures martensitiques et/ou bainitique en contrôlant adéquatement le taux de refroidissement lors du frittage (voir figure 4, annexe 6, p. 226). Or, ces constituants microstructuraux ont pour effet de diminuer l'usinabilité des pièces à cause de leur dureté élevée. Ainsi, nous avons envisagé de comparer l'usinage de pièces à vert (c'est-à-dire non frittées) et de pièces pré-frittées (c'est-à-dire frittées partiellement). En effet, nous espérions que

ces deux conditions mènent à une amélioration de la vie utile des outils. Nos résultats ont montré que les pièces pré-frittées étaient plus facilement usinables que celles à vert. En effet, les pentes de la région linéaire mesurée sur les courbes d'usinabilité générées sont beaucoup plus élevées dans les cas de pièces à vert que pré-frittées (ref. figure 16 à 19, pp.206 à 209). Comme nous l'avions démontré lors des essais décrits ci-dessus pour un autre système métallurgique, la caractérisation des mèches a clairement indiqué que cette pente est directement proportionnelle au degré d'usure de la dépouille des mèches. De plus, nos résultats montrent que même dans l'état pré-fritté, l'usinabilité des pièces peut être améliorée par l'emploi d'une poudre contenant des additifs aidant à l'usinabilité comme c'est le cas ici avec les pièces fabriquées à l'aide de la poudre MP52FM pré-alliée au MnS.

4.2.3 Perçage de pièces frittées fabriquées à partir de poudres de type FL-4205

En ce qui a trait au perçage de pièces frittées, encore là les résultats sont très éloquents quant à l'effet bénéfique de la présence de sulfures de manganèse pré-alliés sur la durée de vie des mèches. Les outils utilisés dans notre étude étaient faits de carbure de tungstène (WC) non revêtu. La figure 12 (p. 233) et les micrographies des figures 13, 14 et 15 (pp. 233 et 234) indiquent clairement les avantages qu'entraîne la présence de particules de sulfure de manganèse. Ainsi, pour une vitesse d'avance constante de 0.10 mm/rev., nos résultats ont montré que la durée de vie des mèches pouvait être augmentée de 45% si la poudre MP52 FM était sélectionnée au lieu du MP 52. La figure 4.1 résume de façon schématisée les paramètres à utiliser lors du perçage de trous débouchants à l'aide d'un forêt de carbure de tungstène.

a)



b)

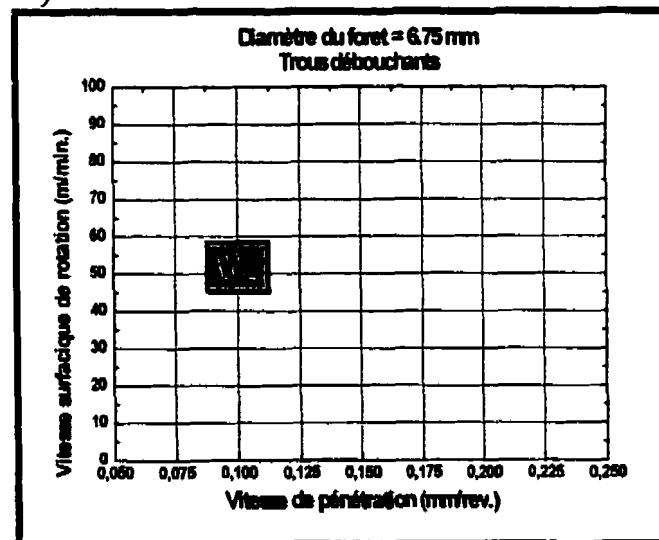


Figure 4.1 Chartes d'usinage pour le perçage de trous débouchants dans des pièces fabriquées à partir a) de poudres de types FL-4205 + MnS (MP52 FM) et b) FL-4205 (MP52) à l'aide d'un foret de carbure de tungstène de 6.75 mm de diamètre.

4.3 Caractérisation de l'usinabilité en tournage de pièces fabriquées à partir de poudres de type FL-4205

Deux types de poudres autotremperantes ont été utilisées pour ces tests, soient les poudres MP52 et MP52 FM de Domfer. Ces poudres sont quasi identiques du point de vue des éléments d'alliage qu'ils contiennent, à la différence que la poudre MP52 FM contient des particules de sulfure de manganèse (MnS) pré-alliées. Trois types d'outils ont été considérés pour l'évaluation de l'usinabilité de ces pièces en tournage. Les critères de sélection de ces outils étaient : bonne dureté et stabilité chimique à haute température, de même qu'une bonne résistance à l'oxydation. Pour ces raisons, nous avons sélectionné des pastilles de carbure de tungstène (WC) recouvertes d'alumine (Al_2O_3), des pastilles de céramique alumine-SiC et finalement des pastilles de nitre de bore cubique polycristallin (PCBN). Tous les tests de tournage ont été effectués à sec. Les résultats obtenus ont clairement montré que les pièces fabriquées à partir de la poudre MP52 FM étaient significativement plus usinables que celles fabriquées à l'aide du MP52 qui ne contient pas de particules de sulfure de manganèse pré-alliées. En effet, les résultats indiquent que, pour les conditions de coupe utilisées (profondeur de coupe : 0.25 mm, vitesse d'avance 0.2 mm/rev.), la durée de vie en tournage d'outils de WC- Al_2O_3 est d'environ 57% supérieure lorsque la poudre utilisée pour la fabrication des pièces est la MP52 FM comparativement à la MP52. De même, les résultats ont montré que les outils en PCBN ont une durée de vie environ 50% supérieure à celle des outils en WC- Al_2O_3 . En ce qui a trait aux outils de céramique alumine-SiC, les résultats obtenus ont été catastrophiques puisque le nombre de passes effectuées était insuffisant pour permettre de générer des courbes d'usinabilité. Ces mauvais résultats sont attribués à la faible ténacité de ces outils. En effet, ces derniers sont particulièrement sensibles aux légères vibrations induites par la présence de pores à l'intérieur des pièces. Qui plus est, il est probable qu'une fraction du carbone provenant des trichites de carbure silicium (SiC) retrouvées dans ce type de pastilles diffuse vers les copeaux de façon à souder localement l'outil et

le copeau. Ce type d'usure, appelée usure par diffusion, pourrait également expliquer la moindre durée de vie de ces outils. Finalement, la figure 4.2 résume de façon schématisée les paramètres à utiliser lors du tournage de pièces fabriquées à partir de poudres de types FL-4205 et FL-4205+MnS.

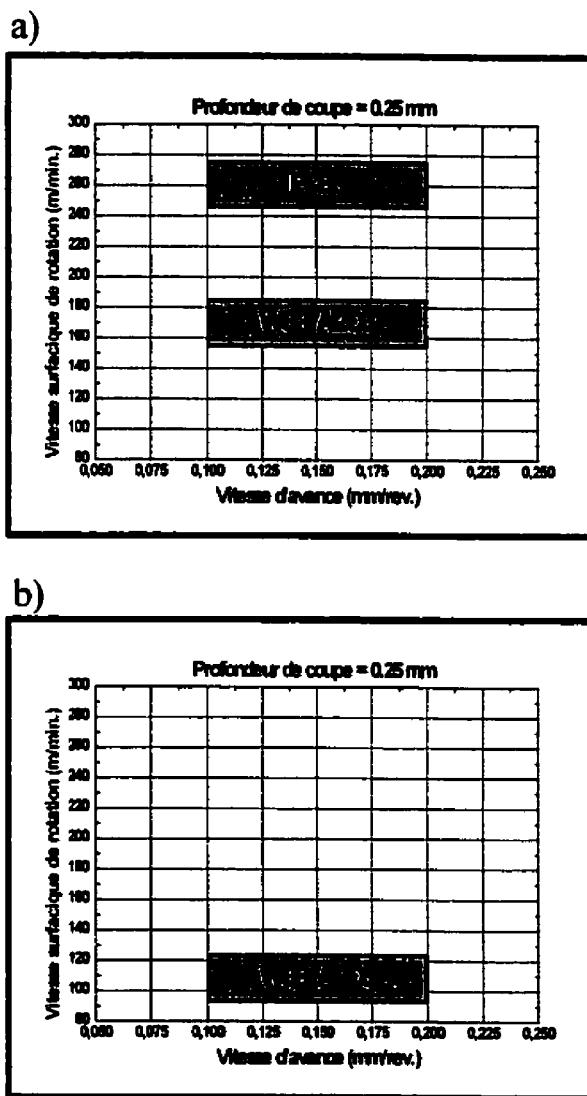


Figure 4.2 Chartes d'usinage pour le tournage de pièces fabriquées à partir a) de poudres de types FL-4205 + MnS (MP52 FM) et b) FL-4205 (MP52) à l'aide de différents types d'outils de configuration CNMG.

4.4 Effet des particules de sulfure de manganèse et de leur méthode d'addition sur l'usinabilité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres

Nous avons étudié l'effet qu'a la méthode d'addition de particules de sulfure de manganèse (MnS) sur l'usinabilité de pièces fabriquées par métallurgie des poudres. En effet, les particules de sulfure de manganèse sont reconnues pour favoriser l'usinabilité en agissant comme concentrateurs de contraintes dans le plan de cisaillement primaire et comme lubrifiant à l'interface copeau/outil. Cependant, ces particules peuvent être ajoutées à la poudre selon deux mécanismes distincts. Dans un cas il s'agit de pré-alliage, c'est-à-dire la formation d'inclusions de MnS dans le métal en fusion avant l'étape d'atomisation. La deuxième méthode consiste à mélanger de la poudre de MnS à une poudre finie. Nos résultats de caractérisation d'usinabilité ont montré que la technique de pré-alliage des MnS était plus efficace que l'ajout de particules de MnS à une poudre finie. Comme le montre la figure 14 de l'article présenté à l'annexe 5, (p.203), une comparaison des courbes d'usinabilité de deux types de pièces frittées contenant une même proportion de sulfures de manganèse montre que la pente de la région linéaire est plus faible lorsque les particules de MnS sont pré-alliées. En effet, une analyse métallographique approfondie des mécanismes de formation des copeaux a montré que les particules de MnS pré-alliées étaient de meilleurs concentrateurs de contraintes que celles mélangées (voir figure 15, p. 204). Ce comportement s'explique par le fait que les particules pré-alliées se retrouvent à l'intérieur de la matrice formée par les particules d'acier et non dans les ponts formés entre les particules lors du frittage. En effet, ces ponts sont des régions mécaniquement faibles, donc qui sont moins difficiles à briser lors de la coupe. En revanche, la matrice formée par les particules est beaucoup plus résistante à la déformation, d'où l'intérêt d'avoir des concentrateurs de contraintes (particules de MnS) qui ne peuvent s'y retrouver que si le pré-alliage est utilisé comme technique d'addition de particules.

Les résultats résumés à la section 4.3 pour le tournage de pièces fabriquées à l'aide de poudres autotremantes indiquent clairement que la durée de vie des outils de coupe peut être augmentée significativement lorsque la poudre utilisée contient des particules de sulfure de manganèse pré-alliées (ref. figure 6, p.228). Une analyse approfondie des copeaux générés lors du tournage des pièces a permis d'expliquer les différences majeures observées lors de l'usinage des pièces de MP52 et de MP52 FM. En effet, l'examen de la morphologie des copeaux et de leur microdureté a permis de montrer que l'absence de sulfures de manganèse dans la poudre entraînait une saisie du copeau dans la région du plan de cisaillement secondaire (interface outil/copeau). Cet arrêt de l'écoulement du copeau entraîne une augmentation des forces de coupe jusqu'à ce que celles-ci deviennent suffisamment élevées pour remettre le copeau en mouvement (ref. figure 20, p.239). Ce comportement est complètement éliminé lorsque des particules de sulfure de manganèse pré-alliées se retrouvent dans la matrice. En effet, ces concentrateurs de contraintes diminuent les forces induites dans le plan de cisaillement secondaire et facilitent l'écoulement du copeau. Dès lors, les segments des copeaux ne sont pas comprimés les uns sur les autres, éliminant par le fait même leur écrouissage. Ainsi, les forces de coupe sont de beaucoup réduites par la présence de sulfure de manganèse ce qui a pour effet de diminuer les contraintes sur l'outil et, en l'occurrence, de prolonger sa durée de vie.

4.5 Influence de l'atmosphère des fours lors de l'élaboration et du frittage de poudres pré-alliées avec des particules de sulfure de manganèse

Comme le titre l'indique, on y traite des transformations que subissent les particules de MnS pré-alliées lors de l'élaboration de la poudre et des pièces ainsi que de leurs effets sur l'usinabilité. En effet, les particules de sulfures de manganèse sont particulièrement sensibles au potentiel réducteur qui règne à l'intérieur des fours d'élaboration des poudres et de frittage des pièces. Dès lors, certaines conditions opérationnelles peuvent entraîner une transformation (oxydation) des particules de

MnS. Ce sont ces modifications que nous avons voulu caractériser de même que leur effet sur l'usinabilité des pièces fabriquées à partir de ces poudres. C'est ainsi que nous avons préparé 9 lots différents de poudres utilisant trois (3) atmosphères distinctes pour les étapes de décarburation, de recuit et de frittage des échantillons. Les atmosphères utilisées étaient les suivantes :

100% azote (N_2),

Ammoniaque dissociée (75% hydrogène (H_2) et 25% azote (N_2))

100% hydrogène (H_2)

La caractérisation microscopique de ces différents lots de poudre a montré que plus l'atmosphère est riche en hydrogène, donc plus elle est réductrice, moins les inclusions subissent de transformations dimensionnelles et chimiques. En effet, les inclusions de MnS retrouvées dans le lot de poudre décarburée et recuite sous atmosphère d'hydrogène était typique de celles retrouvées dans les particules de grenaille de fonte atomisée, c'est-à-dire chimiquement homogènes avec un diamètre équivalent d'environ 1 μm . Toutefois, lorsque l'ammoniaque dissociée a été utilisée pour réduire la pression partielle d'oxygène dans le four, le diamètre équivalent moyen des inclusions et la proportion d'oxydes retrouvées dans les échantillons a augmenté de façon significative. Les particules de MnS ont subi des modifications encore plus importantes lorsque l'azote fut employé pour abaisser la pression partielle de l'oxygène dans les fours. Qui plus est, des analyses en spectrométrie Auger ont montré que plus les atmosphères utilisées pour la production des poudres et le frittage des pièces étaient riches en azote, plus il y avait adsorption d'azote dans les pièces finies.

Nous avons ainsi entrepris d'identifier le(s) mécanisme(s) qui mène(nt) aux modifications physico-chimiques des particules de MnS pré-alliées que l'on retrouve dans la poudre à usinabilité améliorée MP 37 de Domfer. Comme le montrent les résultats présentés dans l'article de l'annexe 3, le pouvoir réducteur de l'atmosphère,

principalement lors de la décarburation, a un effet important sur la nature chimique et la taille finale des particules de MnS. Les micrographies de la figure 2 de l'article de l'annexe 3 (p.161 et 162) montrent la différence qui peut exister entre des particules provenant d'un lot de poudre décarburée sous une atmosphère très réductrice (figure 2a, p.161) et d'autres provenant d'un lot de poudre décarburée sous une atmosphère peu réductrice (figure 2c, p.162).

Dans un premier temps, nous avons voulu caractériser la nature chimique des inclusions de MnS retrouvées dans des particules de grenaille atomisée. En effet, nous voulions nous assurer que les transformations physico-chimiques des inclusions de MnS de la poudre finie n'étaient pas dues à la précipitation, au cours de l'étape de décarburation, d'éléments se trouvant en solution solide à l'intérieur des inclusions de MnS suite à l'étape d'atomisation. Pour ce faire, nous avons préparé des lames minces pour fin de caractérisation en microscopie électronique en transmission. La figure 4.3b (p.119) présente une micrographie en champ sombre d'une inclusion de MnS provenant d'une particule de grenaille non-broyée. Le spectre rayons X de la figure 4.3c indique que l'inclusion est composée de manganèse et de soufre et qu'elle ne contient pas d'oxygène ni de silicium en solution solide (la présence du cuivre est due à un artéfact).

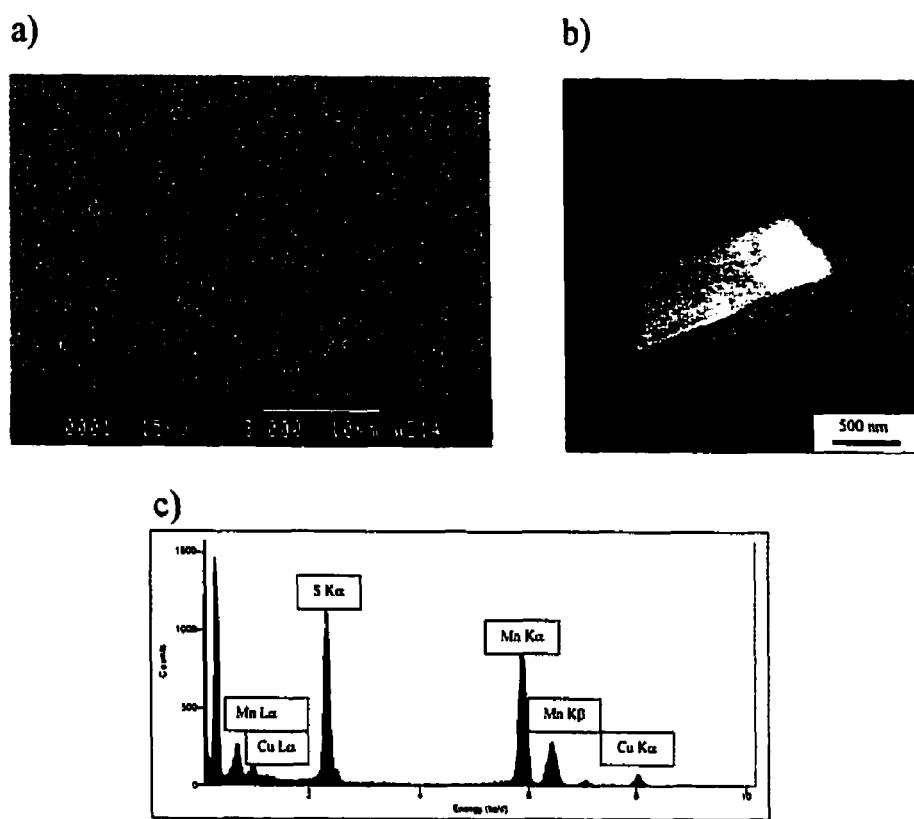


Figure 4.3 Caractérisation d'une inclusion de MnS retrouvée dans une particule de grenaille de fonte non broyée. a) Micrographie MEB d'une coupe transversale d'une particule de grenaille non broyée montrant la microstructure dendritique typique d'une fonte contenant 3.8% poids de carbone. b) Micrographie en champ sombre au MET d'une particule de MnS provenant de l'échantillon montré en a. c) Spectre rayons X correspondant à la particule présentée en b.

Ces résultats indiquent que l'oxydation des MnS semblent donc obéir à un mécanisme d'oxydation interne puisque lorsque l'atmosphère à l'intérieur du four est peu réductrice, les particules de MnS s'oxydent et leurs dimensions augmentent tandis

que lorsque l'atmosphère est très réductrice, les inclusions de MnS conservent la nature chimique et la taille qu'elles avaient suite à l'atomisation.

Le broyage aux broyeurs à boulets fait suite à l'étape d'atomisation. Comme l'indique la micrographie de la figure 4.4, cette étape de broyage non seulement réduit la taille de la grenaille atomisée, mais elle induit également des fissures qui se propagent principalement le long de l'interface entre le composé dendritique et le constituant eutectoïde. Or, comme la majeure partie des inclusions de MnS se situent près de ces interfaces, le broyage au moulin à boulets a pour effet d'exposer un nombre important de particules à l'atmosphère du four. C'est ce qui explique la perte de soufre mesurée suite à l'étape de décarburation telle que rapportée par Nigarura, 1995.

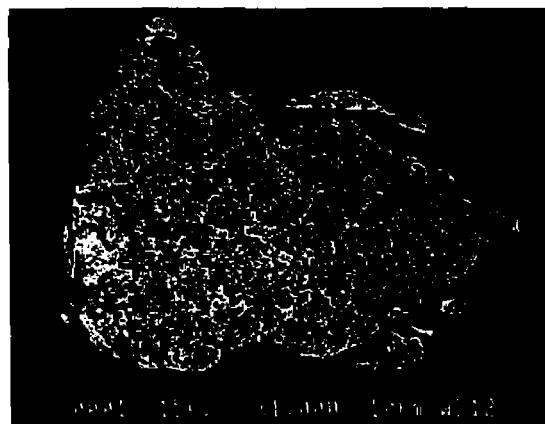


Figure 4.4 Micrographie d'une particule de grenaille broyée.

La figure 4.5 présente des micrographies de particules de grenaille et de calamine prélevées dans un four d'usine pendant l'étape de décarburation. La figure 4.5a montre la microstructure d'une particule de grenaille qui n'est pas complètement décarburée. On y constate que les particules de MnS ne sont pas oxydées et que leurs dimensions sont similaires à celles des inclusions que l'on retrouve dans les particules de grenaille non broyée. La figure 4.5b, présente pour sa part une micrographie d'une particule de

calamine partiellement réduite. On remarque à la figure 4.5c que la réduction se fait prioritairement le long des joints de grains de la particule. Ces observations s'expliquent par le fait que la diffusivité au joint de grain est plus élevée que celle qui se fait à travers le réseau cristallin (lattice diffusion) (Porter & Easterling, 1992).

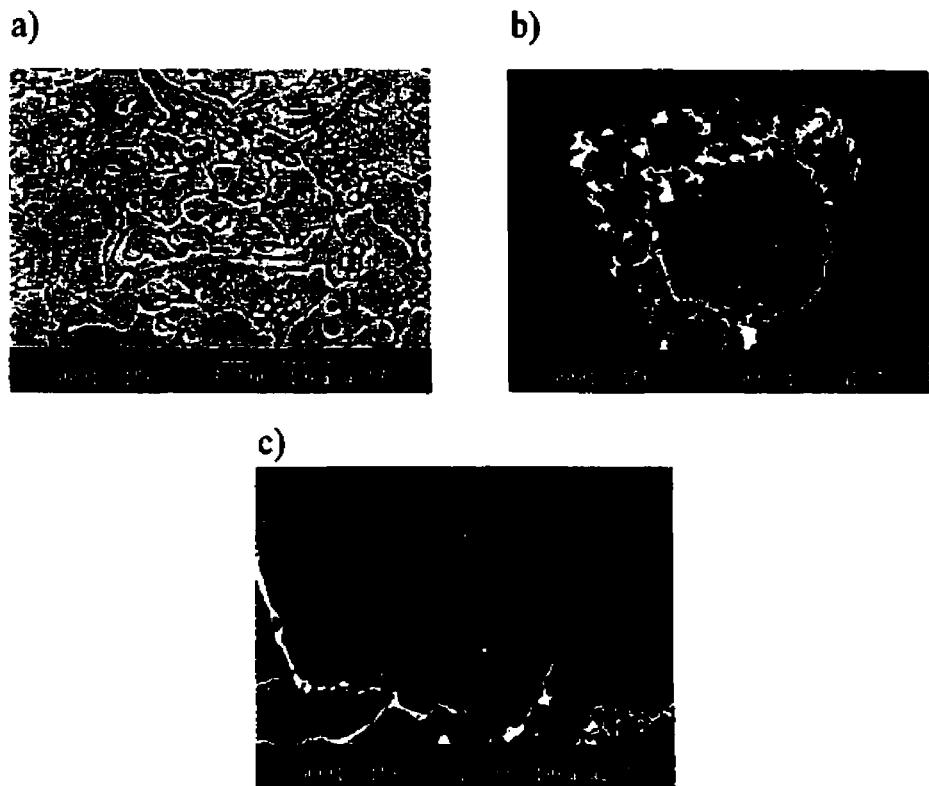


Figure 4.5 Micrographie de particules prélevée à l'intérieur d'un four d'usine pendant l'étape de décarburation (atmosphère peu éductrice). a) Particule de grenaille de fonte partiellement décarburée. b) Particule de calamine partiellement réduite. c) Micrographie à plus fort grossissement de la particule en b) montrant la réduction préférentielle qui a lieu au joint de grain.

Ainsi, comme on pouvait s'y attendre, l'oxydation des inclusions de MnS ne semble se produire qu'une fois que la décarburation des particules de grenaille est complète. En effet, le carbone présent dans les particules pendant la décarburation empêche l'oxygène de pénétrer à l'intérieur des particules de grenaille pour aller oxyder les inclusions (oxydation interne). Toutefois, comme le laisse voir les microographies de la figure 4.6, lorsque les particules de grenaille de fonte sont complètement décarburées, l'oxygène est adsorbé à la surface des particules et migre le long des joints de grains pour aller réagir avec le manganèse des inclusions de MnS et le silicium de la matrice pour former du MnO et du MnSiO₃. Le soufre ainsi libéré réagi alors avec le manganèse en solution solide de la matrice pour reformer du MnS. Ce mécanisme d'oxydation interne entraîne donc la formation de particule bi-composée MnS/ MnSiO₃ dont la taille est significativement supérieure à celle des particules de MnS avant l'étape de décarburation.

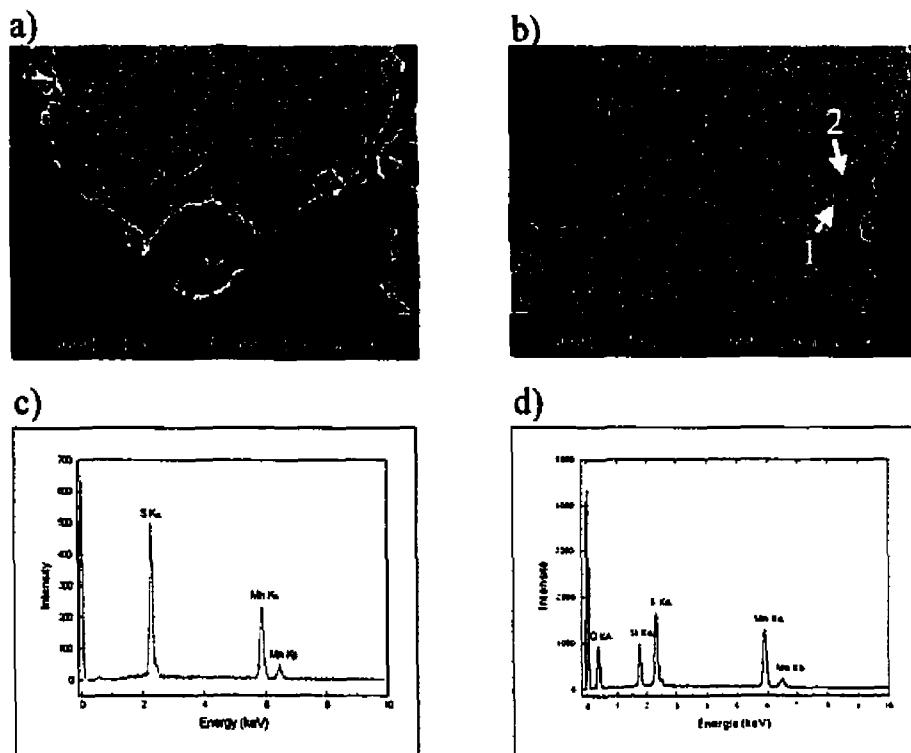


Figure 4.6 Micrographies typiques d'inclusions de MnS oxydées lors de la décarburation sous atmosphère peu réductrice. a) Oxydation d'inclusions de MnS le long d'un joint de grain. b) Oxydation d'inclusions de MnS le long d'un joint de grain. c) Spectre rayons X provenant du composé identifié 1 sur la micrographie présentée en b (MnS). d) Spectre rayons X provenant du composé identifié 2 sur la micrographie présentée en b (MnSiO₃).

Des analyses à la microsonde ont été faites dans la matrice (loin des particules de deuxième phase) de particules de grenaille de fonte de type MP 37 décarburée en utilisant dans un cas une atmosphère peu réductrice et dans l'autre une atmosphère très réductrice. Les résultats de ces analyses sont présentées aux tableaux 4.1 et 4.2. On y constate que lorsque l'atmosphère est peu réductrice (tableau 4.1), la matrice d'acier est

vidée des éléments chimiques qui se trouvaient initialement en solution (Mn et Si). Il y a alors un apport de masse de la matrice vers les inclusions ce qui explique leur augmentation de taille. Toutefois, lorsque l'atmosphère est très réductrice, ces éléments restent en solution (voir tableau 4.2) puisque l'oxygène ne migre pas le long des joints de grain pour oxyder les particules de MnS et activer le mécanisme de diffusion-croissance des composés oxyde et sulfure.

Tableau 4.1 Composition de la matrice d'une particule de MP 37R décarburée sous atmosphère peu réductrice.

	Si	S	Mn
Moyenne	0	0.00660	0.087
Ecart-type	-----	0.00741	0.145

Tableau 4.2 Composition de la matrice d'une particule de MP 37R décarburé sous atmosphère très réductrice.

	Si	S	Mn
Moyenne	0.0348	0.0314	0.426
Ecart-type	0.0171	0.0725	0.149

De même, nous avons obtenu un profil de concentration à travers une inclusion de MnS provenant d'une particule de fonte décarburée avec une atmosphère peu réductrice et une autre provenant d'une particule de fonte décarburée avec une atmosphère très réductrice. Encore là, les graphiques de la figure 4.7 montrent clairement que lorsque l'atmosphère est peu réductrice, il y a cohabitation d'un composé MnS et d'un autre MnSiO₃ tandis que le profil de concentration de l'inclusion provenant d'une particule de fonte décarburée avec une atmosphère très réductrice montre une

similitude du profil de concentration du soufre (S) et du (Mn) ce qui prouve que l'inclusion est chimiquement homogène.

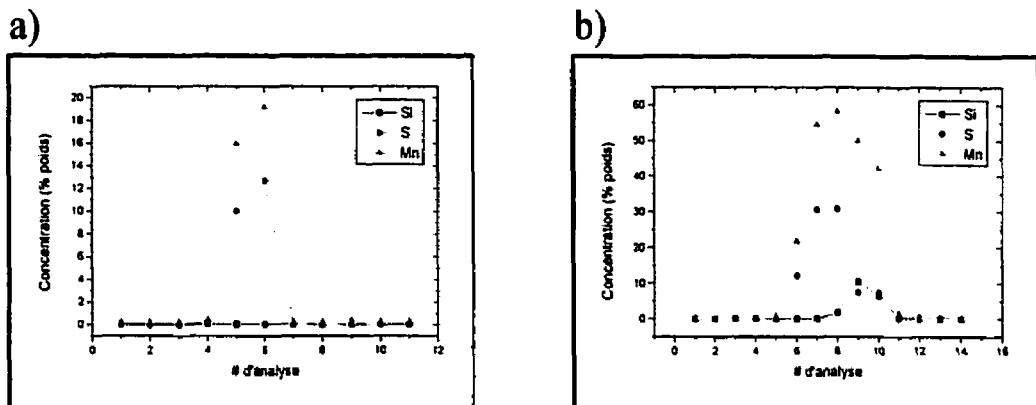


Figure 4.7 a) Profil de concentrations à travers une inclusion provenant de l'échantillon décarburé sous une atmosphère très réductrice (l'inclusion était monophasée). b) Profil de concentrations à travers une inclusion provenant de l'échantillon décarburé sous une atmosphère très réductrice (l'inclusion était biphasée).

La figure 4.8 résume le mécanisme d'oxydation des inclusions de MnS lorsque l'atmosphère qui règne à l'intérieur des fours de décarburation n'est pas suffisamment réductrice. Premièrement, l'oxygène est adsorbé à la surface de la particule et diffuse rapidement vers les inclusions de MnS qui se trouvent le long des joints de grains. Dans un premier temps, l'oxygène réagit alors avec le Mn du MnS et le Si de la matrice avoisinante pour former du MnO et/ou du MnSiO₃. Cette oxydation libère du soufre qui se combine à son tour avec du manganèse de la matrice pour reformer du MnS et ainsi participer à l'augmentation de la taille de l'inclusion. Puisque les inclusions de MnS sont en équilibre avec une concentration donnée de manganèse dans la matrice et puisque la libération du soufre après l'oxydation du MnS mène à une recombinaison avec du manganèse de la matrice, l'équilibre thermodynamique est perdu et de petites inclusions de MnS commencent à se dissoudre pour rétablir cet équilibre. Ainsi, le soufre et le carbone provenant de la dissolution des petites inclusions de MnS diffusent

vers l'inclusion oxydée et participent eux aussi à l'augmentation de la taille de la fraction MnS de l'inclusion oxydée.

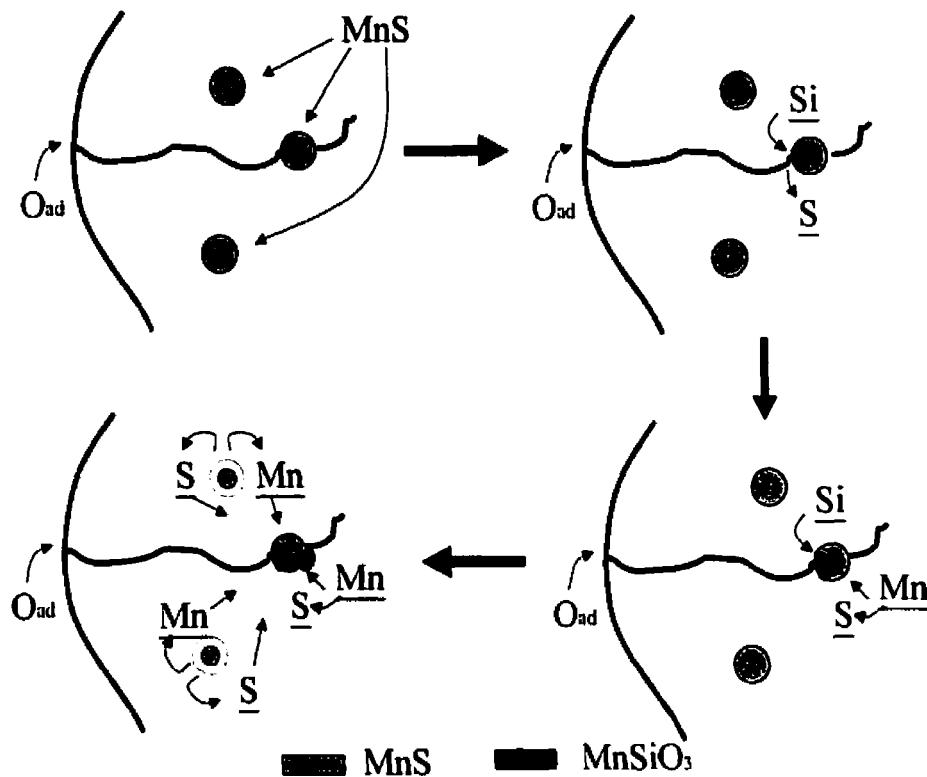


Figure 4.8 Modèle de transformation des inclusions de MnS lors de la décarburation sous atmosphère peu réductrice.

En ce qui a trait à l'usinabilité en fonction de la taille et de la nature chimique finale des inclusions de MnS, nos résultats ont montré que plus les inclusions avaient un diamètre élevé, plus la pente de la région linéaire des courbes d'usinabilité était faible. Ces résultats indiquent que, bien que les inclusions de MnS sont chimiquement homogènes lorsque les atmosphères utilisées sont très réductrices, leur taille, de l'ordre du micromètre, ne leur permet pas de jouer pleinement leur rôle de concentrateur de contraintes dans le plan de cisaillement primaire. Ainsi, la présence d'une fraction

d'oxyde dans les particules de MnS modifiées a pour effet de diminuer la ductilité de ces dernières ce qui favorise de génération de fissures dans la région qui précède l'arête de coupe favorisant ainsi la formation de copeaux courts et facilement détachables. De plus, la présence d'une fraction importante de sulfure de manganèse dans les inclusions permet quand même la lubrification à l'interface outil/copeau. Dès lors, il ressort de cette étude qu'il est favorable, du point de vue de l'amélioration de l'usinabilité, d'avoir de plus grosses inclusions de MnS même si elles sont partiellement oxydées que de très petites particules chimiquement homogènes.

4.6 Conclusions

Le chapitre qui se termine a présenté les résultats obtenus en ce qui a trait au volet usinabilité de cette thèse. Nos travaux se sont concentrés sur la caractérisation de l'usinabilité, la compréhension des mécanismes impliqués lors de la coupe d'acières frittés ainsi que la mise sur pied de chartes d'usinage pour les pièces fabriquées à partir de poudres autotremperantes de la série 4200. Les faits saillants de ces travaux sont résumés ci-dessous.

- En perçage, la pente de la région linéaire telle que mesurée sur un graphique de la force axiale en fonction de la quantité de matière enlevée est le critère le plus pertinent pour évaluer l'usinabilité de pièces fabriquées par métallurgie des poudres.
- Les particules de MnS pré-alliées sont supérieures à celles pré-mélangées en ce qui a trait à l'amélioration de l'usinabilité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres.
- Les grosses particules pré-alliées et bi-composées sulfure/oxyde (MnS/MnO/MnSiO₃) sont plus efficaces que les petites inclusions homogènes de MnS pour améliorer l'usinabilité des pièces fabriquées par métallurgie de poudres.

- Lors du perçage de pièces fabriquées à partir de poudres autotremperantes, il a été démontré que l'usure des forets est significativement diminuée lorsque les pièces sont pré-frittées plutôt qu'à vert.
- La présence de particules de sulfure de manganèse pré-alliées dans les pièces fabriquées à partir de poudres autotremperantes permet d'augmenter leur usinabilité d'environ 57%.
- Des chartes d'usinage pour le tournage et le perçage de pièces fabriquées à partir de poudres autotremperantes ont été élaborées.

CHAPITRE V

CONCLUSIONS GÉNÉRALES

Les résultats présentés et discutés dans cette thèse découlent de travaux visant à améliorer l'usinabilité de pièces fabriquées par métallurgie des poudres. De par l'importance que revêtent les particules de deuxième phase quant au comportement en usinage des aciers frittés, nous avons eu à développer des techniques de caractérisation microscopique permettant de caractériser de façon quantitative les paramètres stéréologiques et la nature chimique de ces particules. De plus, il a été nécessaire de mettre sur pied une technique robuste et précise de caractérisation microscopique afin d'évaluer quantitativement l'usure des outils de coupe utilisés au cours de notre étude. Une fois que ces outils furent mis au point, nous les avons utilisés pour caractériser l'usinabilité de pièces fabriquées à partir de différentes formulations de poudre. Les lignes qui suivent présentent donc les principales contributions de nos travaux à l'avancement des connaissances dans ces domaines.

- **Développement de techniques de caractérisation microscopique**

- La microscopie intégrée qui jumelle l'analyse d'images, la microscopie électronique à balayage et la spectrométrie rayons X à dispersion des énergies s'avère être une technique robuste qui permet de caractériser automatiquement et quantitativement les paramètres stéréologiques et la nature chimique de particules de deuxième phase.
- Il a été démontré que l'analyseur d'images doit jouer le rôle de gestionnaire de système en microscopie intégrée. En effet, il traite les images pour y mesurer les paramètres stéréologiques et peut spécifier les coordonnées optimales sur

lesquelles on doit positionner le faisceau électronique pour l'acquisition de spectres rayons X. De plus, puisque cet équipement participe à plusieurs opérations au cours de l'analyse complète d'une région donnée d'un échantillon, il s'avère tout indiqué que le stockage des données lui soit confié. Dès lors, on minimise les risques de confusion entre les mesures des paramètres stéréologiques et les résultats de la quantification de spectres rayons X pour les centaines de particules qui peuvent être analysées au cours d'un projet de caractérisation.

- Nos travaux ont démontré qu'il est possible de quantifier la composition chimique de nano-composés se trouvant à la surface d'inclusions complexes faites d'un amalgame de plusieurs composés chimiques distincts. La technique développée consiste à préparer des échantillons par ultramicrotomie. Cette façon de faire permet d'obtenir des échantillons suffisamment minces pour pouvoir faire l'acquisition d'images spectrales en spectrométrie des pertes d'énergie des électrons transmis.
- Cette technique fut appliquée à la caractérisation d'inclusions retrouvées dans des joints soudés d'acières faiblement alliés. Elle a permis de démontrer qu'il était possible de différencier les composés TiN, TiO et TiC. En effet, ces composés ont des caractéristiques cristallographiques très similaires rendant leur identification très difficile lorsque la spectrométrie rayons X à dispersion des énergies et la diffraction des électrons au MET sont utilisés.
- Une quantification précise de l'usure des outils de coupe peut être faite par analyse d'images en superposant l'image de l'outil neuf sur celle d'une image du même outil après qu'il ait servi à usiner un certain nombre de pièces. Toutefois, ces images doivent être acquises en microscopie électronique à

balayage puisque leur profondeur de champ et les grossissements disponibles sont beaucoup plus importants qu'en microscopie optique.

- **Caractérisation de l'usinabilité de pièces fabriquées par métallurgie des poudres**

- Nos travaux ont montré à plusieurs reprises que la pente de la région linéaire, telle que mesurée sur une courbe de l'évolution de la force axiale en fonction de la quantité de matériau enlevé, est directement proportionnelle à l'évolution de l'usure de la dépouille des outils utilisés pour le perçage.
- Pour les opérations de perçage, le critère de la pente de la région linéaire devrait être préféablement utilisé pour caractériser l'usinabilité des aciers frittés. Nos travaux ont montré que le critère populaire qui se base sur la force moyenne, telle que mesurée pendant le perçage d'un nombre donné de trous, est inadéquat.
- Une analyse *in situ* de la formation des copeaux lors du perçage a permis de démontrer que les particules pré-alliées de sulfures de manganèse améliorent plus efficacement l'usinabilité que celles mélangées (*admixed*). Cela est dû au fait que les particules de MnS pré-alliées sont de meilleurs concentrateurs de contraintes que celles mélangées. En effet, les premières se retrouvent distribuées uniformément dans la matrice alors que les autres se retrouvent dans les pores et les ponts formés entre les particules lors du frittage. Qui plus est, les particules pré-alliées aident à diminuer le grippage des copeaux dans le plan secondaire de cisaillement (*interface copeau/outil*).
- Il a été démontré que de grosses particules bi-composées sulfure/oxyde (MnS/MnO/MnSiO₃) étaient plus efficaces à l'amélioration de l'usinabilité que de petites particules faites de sulfure de manganèse pur. Cela est dû au fait que

la présence d'une proportion d'oxyde dans les inclusions diminue la ductilité des MnS ce qui augmente leur efficacité à promouvoir la formation de fissures et donc, de copeaux courts. Il en résulte une diminution de l'usure de la dépouille des outils et par le fait même, une diminution des forces de coupe.

- La présence de sulfures de manganèse pré-alliés améliore significativement l'usinabilité en perçage et en tournage des pièces fabriquées à partir de poudres autotremperantes.
- L'usure des outils de coupe utilisés pour le perçage de pièces fabriquées à partir de poudres autotremperantes est实质iellement diminuée lorsque l'usinage se fait sur des pièces pré-frittées plutôt qu'à vert.
- Les résultats de caractérisation de l'usinabilité de pièces fabriquées à l'aide de poudres autotremperantes ont permis d'élaborer des chartes d'usinages disponibles publiquement pour ce type de matériaux. À notre connaissance, il s'agit des premiers abaques d'usinage disponibles pour ce type de matériau.

RÉFÉRENCES

- ABBOTT, A.G. *et al.* (1995), Advances in powder metallurgy and Particulate Materials vol. 2, Metal Powder Industry Federation, Princeton, NJ, 8-69 – 8-89.
- ABSON, D.J. (1989), Le soudage dans le monde, 27, 77-101.
- ABSON, D.J. et PARGETER, R.J. (1986), Int. Met. Rev., 31, 141-149.
- AGAPIOU, J.S. *et al.* (1989), Intl. J. Powder Metal., 25, 127-139.
- AGAPIOU, J.S. *et al.*, (1988), M.F.: J. Engr. Indus., 110, 339.
- ASM, (1998), ASM Metals Handbook vol. 7 : Powder Metal Technologies and Applications, ASM International, Materials Park, OH, 681.
- ASM, (1985), Machining, ASM Metals Handbook, Desk Edition, ASM International, Materials Park, OH, 27.9-27.10.
- ASM, (1984), ASM Metals Handbook vol. 7 : Powder Metallurgy, ASM International, Materials Park, OH, 89.
- ASTM, (1997), Standard E-1122, Standard Test Methods for Obtaining JK Inclusion Rating Using Automatic Image Analysis, Annual Book of ASTM Standards, vol. 03.01.
- ASTM, (1996), Standard B 795, Standard Test Method for Determining the Percentage of Alloyed or Unalloyed Iron Contamination Present in Powder Forged (P/F) Steel Parts, Annual Book of ASTM Standards, vol. 02.05.

BARETTO, M.P. *et al.* (1994), Micros. Res. Tech., 31, 293-299.

BEISS, P. (1989), Powder Metall., 32, (4), 277-284.

BHADESHIA, H.K.D.H. (1992), Chapitre 10 : Acicular ferrite. Bainite in steel., The Institute of Materials, London.

BHATTI, A.R. *et al.* (1984), Weld. J. Res. (Suppl.), July, 224S-233S.

BIRKS, N. et MEIER, G.H. (1983), Introduction to High Temperature Oxidation of Materials, Edward Arnold, London, 94.

BLAIS, C. *et al.* (2000), Characterization of the machinability of sintered steels during drilling operations, accepted for publication in *Powder Metal.*

BLAIS, C. (1999), Characterization of the machinability of sintered steels during drilling operations, APMI/MPIF Powder Metallurgy Machinability Seminar 1999, October 13-14, Indianapolis, IN.

BLAIS, C. *et al.* (1998), J. Microsc., 189, Part 3, 249-262.

BLAIS, C. *et al.* (1998), Microstructural Science vol. 25 : The Role of Characterization in Understanding Environmental Degradation of Materials, ASM International, Materials Park, OH, 477-483.

BLAIS, C. *et al.* (1997), Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials vol. 2, Metal Powder Industry Federation, Princeton, NJ, 15-3-15-16.

BLAIS, C. (1996), Développement de méthodes pour la caractérisation d'inclusions, Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal.

BOTTON, G.A. et L'ESPÉRANCE, G. (1994), J. Microsc., 173, 9-25.

BOTTON, G.A. (1992), Caractérisation des mécanismes de croissance de la phase MgAl₂O₄ dans les composites AL-Mg renforcés avec Al₂O₃, Thèse de doctorat, École Polytechnique de Montréal.

BRADBURY, S. (1979), Source Book on Powder Metallurgy, ASM International, Materials Park, OH, 245.

CADLE, T. *et al.* (1998), Advances in powder metallurgy and Particulate Materials, Metal Powder Industry Federation, Princeton, NJ, 2-3 – 2-15.

CAUSTON, R.J. (1995), Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials vol. 2, Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation, 8-149 – 8-170.

CHAGNON, F. (1996), APMI/MPIF Powder Metallurgy Machinability Seminar 1996, August 13-14, Baltimore MD.

CHOPRA, K.S. (1988), Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, Metal Powder Industry Federation, Princeton, NJ, 501-510.

CHOPRA, K.S. (1987), Progress in Powder Metallurgy, 43, Freeby, Hjort, Metal Powder Industry Federation, Princeton, NJ, 501.

CLAEYS, S.F. et CHOPRA, K.S. (1997), Advances in powder metallurgy and Particulate Materials vol. 2, Metal Powder Industry Federation, Princeton, NJ, 18-111 – 18-123.

COURT, S.A. et POLLARD, G. (1989), Metallography, 22, 219-243.

CROZIER, P.A. (1995), Ultramicroscopy, 58, 157-174.

DE REGE, A. *et al.* (1988), Prealloyed MnS Powders for Improved Machinability in P/M Parts. Dans les comptes rendus de « Near Net Shape Manufacturing » 8-10 nov., ASM International, Materials Park, OH, 57.

DE REGE, A. *et al.* (1997), Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials vol. 2, Metal Powder Industry Federation, Princeton, NJ, 15.43-15.58.

DIONNE, *et al.* (1996), Extracting 3-D information from SEM and TEM images : approaches and application in the physical sciences. Dans les comptes rendus de « Microscopy & Microanalysis '96 », 11-15 août, Minneapolis, MN, 592-593.

DISKO, M.M. *et al.* (1991), Transmission Electron Energy Loss Spectrometry in Materials Science, TMS, EMPMD Monograph, Series 2.

DOWLING, J.M. *et al.* (1986), Metall. Trans. A, 17A, 1611-1623.

DROUIN, D. *et al.* (1996), How to get the most of a SEM using Casino Monte Carlo program. Dans les comptes rendu de « Microscopy and Microanalysis '96 », 11-15 août, Minneapolis, MN., 392.

DUCHESNE, É. *et al.* (2000), Intl. J. Powder Metal., 36, no.1, 49-65.

EGERTON, R.F. (1989), Electron Energy Loss Spectroscopy in the Electron Microscope, Plenum Press, New York.

EGERTON, R.F. & CROZIER, P.A. (1988), Scanning Microsc. Suppl., 2, 45.

ENGSTRÖM, U. (1983), Powder Metall., 26, 137-144.

ES-SOUNI, M. *et al.* (1991), Weld. J. Res. (Suppl.), August, 251-S-260-S.

EVANS, G.M. (1986), Weld. J. Res. (Suppl.), October, 631R-636R.

FAULRING, G.M. et RAMALINGAM, S. (1979), Metall. Trans. A, 10A, 1781-1788.

FOX, A.G. et BROTHERS, D.G. (1995), Welding Steel, 32, 1061-1066.

GAGNÉ, M. et CHAGNON, F. (1998), Enhancing the machinability of powder forged components. Dans les comptes rendus de "1998 Powder Metallurgy World Congress", Granada, España, October 18-22, European Powder Metallurgy Association, vol. 2, 370-375.

GAUVIN, R. *et al.* (1995), Simulation of X ray and backscattered SEM images. Dans les comptes rendus de « 29^e conférence annuelle de Microbeam Analysis Society », 6-11 août, Breckenridge, CO, 355-356.

GAUVIN, R. *et al.* (1996), Energy filtered electron backscattering images of 10-nm NbC and AlN precipitates in steels computed by monte carlo simulations. Dans les comptes rendus de « Microscopy & Microanalysis '96 », 11-15 août, Minneapolis, MN, 150-151.

GLANVILLE, S.R. (1995), Microsc. Res. Tech., 31, 275-284.

GOLDSTEIN, J. *et al.* (1992), Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis 2nd Ed., Plenum Press, New York, 167.

GROBKE, H.J. *et al.* (1977), Surface Science, 63, 377.

HAYASHI, K. *et al.* (1996), Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials vol. 3, Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation, 13.117-13.121.

HAZRA, J. *et al.* (1973), Trans. ASME, nov., 1230-1238.

HOFER, F. *et al.* (1995), Ultramicroscopy, 59, 15-31.

ICDD, (1995), PC-PDF version 2.16, International Center for Diffraction Data, Newton Square , PA.

JAMES, P.J. (1994), Powder Metall., 37, (2), 133-136.

JOHNSON, D.W. et SPENCE, J.C.H. (1974), J. Phys. D, 7, 771-780.

JULIEN, B. *et al.* (2000), à être publié dans les comptes rendus de la conférence PM2TEC, 30 mai – 3 juin, New York, NY.

KAYALI, E.S. *et al.* (1983), J. Mater. Sci. Let., 2, 123-128.

KEVILLE, B.R. (1983), Weld. J. Res. (Suppl.), September, 253-S-260-S.

KIESSLING, R. (1968). Non metallic inclusions in steel (Part III), ISI Publication, 115, 83.

KLUKEN, A.O. et GRONG, O. (1989), Met. Trans. A, **20A**, 1335-1349.

KONONENKO, W.I. (1976), Powder Metallurgy International, **2**, 24-28.

LEAPMAN, R.D. et SWYT, C.R. (1981), Electron Energy-Loss Spectroscopy Under Conditions of Plural Scattering, Analytical Electron Microscopy-1981 (ed. R.H. Geiss), San Francisco Press, 164-172.

L'ESPÉRANCE, G. *et al.* (1996), Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials vol. 3, Metal Powder Industry Federation, Princeton, NJ, 11-397-11-413.

L'ESPÉRANCE, G. *et al.* (1995), Determination of the volume fraction of precipitates from thin foils using image analysis and mathematical morphology. Dans les comptes rendus de « 29^e conférence annuelle de Microbeam Analysis Society », 6-11 août, Breckenridge, CO, 287-288.

L'ESPÉRANCE, G. *et al.* (1992), Analytical Electron Microscopy of Galvanneal Coatings. Dans comptes rendus de « 2nd International Conference on Zinc Alloy Coated Steel Sheet ».

LINK, (1986), Digiscan AN 10000 Technical Manual : condensed version, Link Analytical Ltd. Bucks, Angleterre.

LEE, P. *et al.* (1997), Valve Seat Insert Material with Improved Machinability. Dans comptes rendus de « SAE International Congress & Exposition Proceedings », 24-27 fév., Detroit, MI, SAE International, Warrendale, PA.

MADAN, D.S. (1996), APMI/MPIF Powder Metallurgy Machinability Seminar 1996, August 13-14, Baltimore MD.

MADAN, D.S. (1995), Advances in powder metallurgy and Particulate Materials vol.2, Metal Powder Industry Federation, Princeton, NJ, 8-55 – 8-68.

MALCHÈRE, A. et GAFFET, E. (1994), TEM thin foils of mechanically alloyed powders prepared by ultramicrotomy. Dans comptes rendus de « International Conference of Electron Microscopy, ICEM, Paris, 1025-1026.

MARTEL, S. (1998), Centre de Caractérisation Microscopique des Matériaux – (CM)², École Polytechnique de Montréal, Montréal, Canada, travaux non publiés..

MCMAHON, G. et MALLIS, T. (1995), Microsc. Res. Tech., 31, 267-274.

MILLS, A.R. *et al.* (1987), Mater. Sci. Tech., 3, 1051-1061.

MPIF, (1999a), Materials Standards for P/M Structural Parts, Standard 41, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ.

MPIF, (1999b), Method for Determination of Transverse Rupture Strength of Powder Metallurgy Materials, Standard 41, Standard Test Methods for Metal Powders and Powders Metallurgy Products, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ.

NGARURA, S. (1995), Étude de l'influence des variables du procédé DOMFER sur l'usinabilité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Thèse de Doctorat, École Polytechnique de Montréal.

NII, K. *et al.* (1980), J. Japan Inst. Metal., 44, 100.

OBERG, E. *et al.* (1990), Machinery's Handbook 23rd ed., Industrial Press Inc., New York, 924.

OH, D.W. *et al.* (1990), Weld. J. Res. (Suppl.), April, 151-S-158-S.

PLAMONDON, P. *et al.* (2000), à être publié dans les comptes rendus de la conférence PM2TEC, 30 mai – 3 juin, New York, NY.

PORTER, D.A., EASTERLING, K.E., Phase Transformations in Metals and Alloys, 2nd ed., Chapman et Hall, London, 98.

RABINOWICZ, E. (1995), Friction and wear of materials, 2nd ed., John Wiley & Sons, New York, 74.

ROY, L. *et al.* (1989), Met. Powder Rep., Feb., 116-119.

ROY, L. *et al.* (1987), Progress in Powder Metallurgy, 43, Freeby, Hjort, Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation, 489.

SANDEROW, H.I. *et al.* (1998), Intl. J. Powder Metall., 34, (3), 37-46.

SEEFELT, J.L. *et al.* (1990), Advances in Powder Metallurgy vol. 1, Metal Powder Industry Federation, Princeton, NJ, 323-340.

SHAW, M.C. (1989), Metal Cutting Principles, Oxford University Press, Oxford, 237.

SHAW, M.C. *et al.* (1961), Trans. ASME, B83, 181.

SMITH, G.T. (1988), Powder Metall., 32, (2), 117-125.

STATHAM, P.J. (1981), J. Microsc., 123, 1-23.

STATHAM, P.J. (1977), Anal. Chem., 49, 2149-2154.

STEPHENSON, D.A. et AGAPIOU, J.S. (1997), Metal Cutting Theory and Practice, Marcel Dekker Inc., New York, 599-600.

ST-LAURENT, S. et L'ESPÉRANCE, G. (1992a), Mater. Sci. Eng., A419, 203-216.

ST-LAURENT, S. et L'ESPÉRANCE, G. (1992b), International Trends in Welding Science and Technology, American Society for Metals, Materials Park, OH, 355-359.

TERASHIMA, H. et HART, P.H. (1984), Weld. J. Res. (Suppl.), June, 173S-183S.

THEWLIS, G. (1989), Joining Mater., 2, 125-129.

THEWLIS, G. (1994), Mater. Sci. Tech., 10, 355-364.

TIPNIS, V.A. et COOK, N.H. (1965), AIME Mechanical Working, 285-308.

TÖNSHOFF, H.K. *et al.* (1995), Advances in powder metallurgy and Particulate Materials vol. 2, Metal Powder Industry Federation, Princeton, NJ, 8-105 – 8-128.

TREMBLAY, S., (1995), Optimisation des paramètres expérimentaux et analytiques en imagerie par spectrométrie des pertes d'énergie des électrons transmis, Mémoire de Maîtrise, École Polytechnique de Montréal, 7.

TREMBLAY, S. *et al.* (1996), Integrated Microscopy, from design phylosophy to applications. Dans les comptes rendus de « Microscopy & Microanalysis '96 », 11-15 août, Minneapolis, MN, 392-393.

TRENT, M.E. (1963), JISI, 201, 1001.

UENOSONO, S. *et al.* (1995), Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials vol. 2, Metal Powder Industry Federation, Princeton, NJ, 8-171 – 8-176.

WHITE, D.G. *et al.* (1999), Intl. J. Powder Metal., 35, 25.

WOLLMAN, D.A. *et al.* (1996), EDS X ray microcalorimeter with 13 eV energy resolution. Dans les comptes rendus de « Microscopy & Microanalysis '96 », 11-15 août, Minneapolis, MN, 488-489.

YAGUSHI, H. (1986), J. Applied Metalworking, 4, no.3, 24.

YOUNG, B.A. (2000), Primary variables affecting PCBN tool life during the machining of ferrous P/M parts. À être publié dans les comptes rendus de PM2TEC 2000, 30 juin au 3 juillet, New York City, NY.

ZHANG, Z. et FARRAR, R.A. (1996), Mater. Sci. Tech., 12, 237-260.

ZIMMERMAN, C. *et al.* (1989), ASM Handbook Vol. 16 : Machining, ASM International, Materials Park, Ohio, 645.

ANNEXE I

Article intitulé:

METHOD BASED ON INTEGRATED MICROSCOPY TO DETERMINE THE FRACTION OF ALLOYED/UNALLOYED PARTICLES IN P/M STEEL POWDERS AND PARTS

Accepté pour publication dans le journal avec comité de lecture:

P/M Science & Technology Briefs

METHOD BASED ON INTEGRATED MICROSCOPY TO DETERMINE THE FRACTION OF ALLOYED/UNALLOYED PARTICLES IN P/M STEEL POWDERS AND PARTS

Carl Blais[◊], Gilles L'Espérance[◊], Clément Forget[•]

[◊] Domfer Metal Powders Ltd., 6090 Newman Blvd., Ville LaSalle, (Qué.), Canada, H8N 2S3.

• Center for Microscopy and Characterization of Materials (CM)², Department of Physics and Metallurgical Engineering, École Polytechnique de Montréal, P.O. Box 6079, Succ. « Centre Ville », Montréal, (Qué.) Canada, H3C 3A7.

• CLEMEX Technologies Inc., 800 rue Guimond, Longueuil, (Qué.), Canada, J4G 1T5

ABSTRACT

In recent years, quality control and reliability have become very important topics worldwide. Unfortunately, the current standardized methods for characterization of exogenous particles in metal powders and parts seem to fall short of what is expected from the P/M community. This study presents a new characterization approach based on the integration of image analysis, scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray spectrometry to fully characterize the stereological parameters as well as the chemistry of different populations of particulate constituents. It also makes it possible to classify the results based on combinations of the following criteria: stereological parameters, elemental compositions and specific chemical classes. Thus, the technique presented in this paper can be used to quantify the size distribution of populations of particles having different chemical compositions, the level of segregation of particulate constituents and the percentage of alien particles in a powder.

INTRODUCTION

Quality control is an important aspect of P/M powders and parts production. Furthermore, clients' specifications are increasingly demanding, making process control and reliability key factors in developing high performance materials. Since control relies on powder and parts characterization, it makes no doubt that the characterization techniques have to be refined accordingly.

The aspect of interest in this study is the measurement of stereological parameters (volume fraction, mean diameter, etc.) of alloyed particles in steel powder/parts or iron particles in alloyed powders/parts, as well as second phase particles. Hard particles in steel powders are detrimental to green strength, compressibility and good machinability while iron particles in alloyed powders decrease the performances of the final part. On the other hand, the continuous quest for improved mechanical properties of

P/M parts leads to the development of complex powder blends often made of several types of alloyed and unalloyed powders. These situations require that a robust characterization tool be available to allow us to characterize quantitatively the distribution of certain types of particles in the volume of a given part. For example, the method used should permit to quantify the level of segregation of several populations of particles independently of their chemistry.

Although standard test methods exist for this type of characterization, such as ASTM standard B 795 [1], automation is very hard to achieve. Indeed, this latter technique relies on etching and staining of the sample, acquisition of projected on a viewing screen (CRT, micrographs, etc...) at 100X, superposition of a grid of points over the image and counting the points that fall upon alien particles. Furthermore, important biases can be caused by incorrect etching/staining time, level of alloying, the number of populations of particles, the size of particles, etc. Thus, this technique needs to rely on experienced personnel to obtain meaningful results through a time consuming process.

A new approach will be presented in this paper which integrates image analysis, scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray spectrometry. Comparison between the conventional approach described earlier and this new automated technique will be discussed.

METHODOLOGY

Description of the method developed

In the current ASTM standard B 795 procedure, the steel samples are polished, etched and stained so that through an optical microscope, low-alloyed particles look bright if the matrix is made of carbon steel, and dark if the matrix is made of alloyed steel. Numerous problems arise when using this technique. Indeed, the appearance of the alien particles after etching is influenced greatly by the time used to etch the sample, the concentrations of alloying elements in the particles

as well as their carbon content. Furthermore, it is often difficult to differentiate between low alloyed particles and unalloyed particles in a low alloyed matrix because both types of particles appear dark. Finally, problems can be brought up by the presence of more than one population of low-alloyed particles. In that case, it is very laborious to distinguish between the different types of particles based only on their brightness levels.

To be able to completely characterize the volume fraction of each population of particles, it becomes essential to obtain images where the alloyed particles can be readily differentiated from the unalloyed ones. Furthermore, it is necessary to eliminate all the possible biases that can be brought up by improper etching and staining times. This puts forward the need to look towards scanning electron microscopy (SEM) and eventually energy dispersive X-ray spectrometry (EDS)

on unetched samples. Scanning electron microscopy provides a much higher spatial resolution than optical microscopy and permits to acquire images that contain qualitative information about the chemistry of the features analyzed. Indeed, SEM's are usually equipped with a backscattered electron detector that allows to acquire images for which the contrast is a function of the mean atomic number of the features characterized [2]. Thus, ferrite particles in a matrix containing alloyed elements heavier than Fe will appear darker than the rest of the sample. Conversely, alloyed particles in an iron matrix will look brighter than the rest of the sample. Figure 1 shows a backscattered electron micrograph of a low alloyed particle with an X-ray spectrum confirming the presence of alloying elements (Ni and Mo).

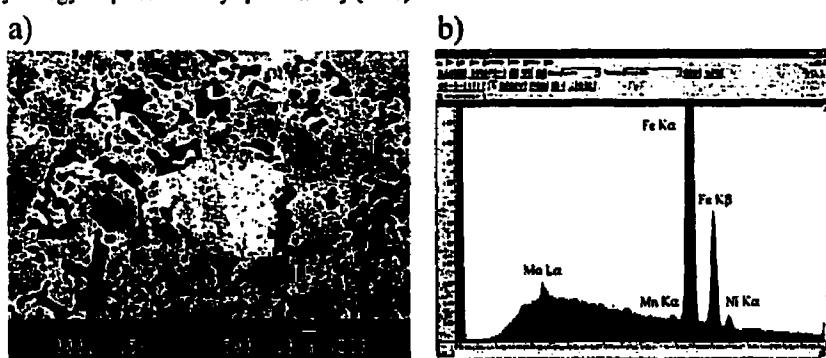


Figure 1. a) SEM backscattered electron image of a low-alloyed particle in a hypoeutectoid carbon steel matrix. b) Energy dispersive X-ray spectrum of the particle in a) confirming the presence of alloying elements (Mo and Ni).

Moreover, if the video output of the SEM is transferred to an image analysis system, stereological measurements can be performed and the volume fraction of each population of particles can be obtained. Furthermore, the entire characterization process can be automated as long as the SEM is equipped with a motorized stage. Nevertheless, the automated characterization of stereological parameters requires the interaction of the user at the beginning of the project to set up the image analyzer before launching the routine. Indeed, the proper magnification has to be selected to make sure that the entire size distribution of alien particles is visible from one area of the sample to the next i.e. the magnification is sufficiently high to detect the small particles without leaving the larger ones undetected. Furthermore, the boundaries of the sample have to be specified to the image analyzer for optimum scanning of its surface. Although the initial calibrations just mentioned are rather straightforward,

the last operation that needs to be performed by the user is more complex. Indeed, for the image analyzer to differentiate between particles or areas having different brightness levels, it requires that thresholds be predetermined by the user. This latter step is done by pre-setting a range of brightness values for each population of particles based on the gray level values of the pixels that represent them in the image. At the beginning of the characterization project, the image analyzer displays a histogram of the gray level values of the pixels for the field of view displayed (see figures 2a and 2b). The gray level values are normally divided in 226 intervals, value 0 corresponding to pure black and 225 corresponding to pure white. Thus, using the histogram of the gray level values, the operator sets as many thresholds as there are populations of particles having different brightness levels (see figure 2c). Once the thresholds are set, a good practice is to randomly select a few fields of view to make sure that all the

features present are properly identified by the image analyzer, thus validating that the threshold settings are appropriate. Finally, the operator has to specify to the image analyzer which stereological parameters need to be measured (surface area, volume fraction, mean diameter, longest ferret, etc.). Once the steps described above are completed, the operator can launch the automated characterization routine without any further interaction. The image analyzer then takes control of

the computerized stage of the SEM, moves the sample from one field to the other, measures the stereological parameters of interest for the different types of particles as well as for the area corresponding to pores. The information acquired for each field is saved on disk and is used at the end of the characterization routine to calculate statistics associated with the stereological parameters pre-selected by the user.

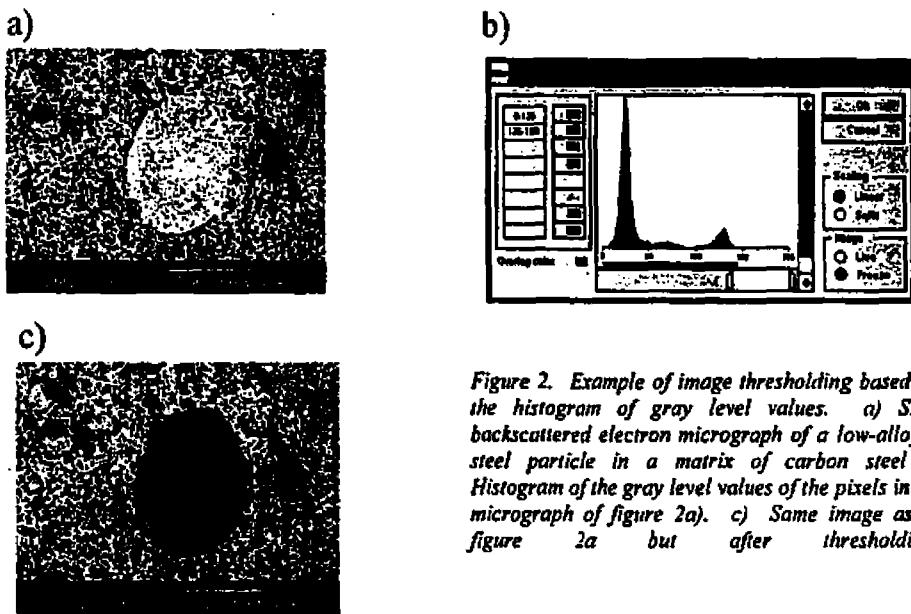


Figure 2. Example of image thresholding based on the histogram of gray level values. a) SEM backscattered electron micrograph of a low-alloyed steel particle in a matrix of carbon steel b) Histogram of the gray level values of the pixels in the micrograph of figure 2a). c) Same image as in figure 2a but after thresholding.

In cases where more than one type of alloyed particles are present in an unalloyed matrix, the approach described in the previous paragraphs does not allow to determine which particles belong to which chemical category, nor what is the chemistry of particles having a given brightness. Indeed, since the contrast of alloyed particles varies with respect to their content in alloying elements in images acquired with a backscattered electron detector in the SEM, the differences in contrast cannot readily be used to quantitatively determine the chemistry of a given particle. On the other hand, a SEM equipped with a energy dispersive X-ray spectrometer allows to acquire X-ray spectra that can be used to quantitatively identify the chemistry of a given feature (ref. figure 1b). Thus, in a project where it is required to measure the volume fraction of alloyed particles of types "A" and "B" in a matrix of unalloyed particles, the steps described previously apply directly because the measurement of

the stereological parameters is done in exactly the same way for both types of particles. The only difference comes from the added operations that need to be performed prior to moving to the next field. Indeed, to quantitatively characterize the chemistry of the features analyzed, it is necessary to acquire a full X-ray spectrum on each of the particles thresholded by the image analyzer. Since the particles have already been thresholded in the previous steps, the image analysis system specifies the coordinates on which the SEM should position its electron beam to acquire the X-ray spectrum. Positioning of the electron beam is an important aspect that has been reviewed elsewhere [3]. It has been shown that one of the most efficient criterion to position the electron beam is to use the coordinates of the middle of the skeleton of each particle or area of interest. This latter approach prevents positioning the electron beam outside the boundaries of a strongly concave particle. Figure 3b shows the X-ray spectrum

obtained by placing the electron beam on the particle thresholded in figure 3a (same low-alloyed particle as in figure 2). Thus X-ray spectra can be acquired for all the particles of interest. Furthermore, the spectra are saved in a file along with the measurements of the stereological parameters. Consequently, each particle identified during the characterization project is tagged with its own X-ray spectrum. These spectra can then be processed for chemical concentration measurements that permits to further refine the characterization routine and to potentially automatically classify the particles according to different chemical categories. Furthermore, since the results are saved on disk, they can be accessed whenever needed. For instance, a user

could decide to measure the volume fraction of alloyed particles containing molybdenum. At a later date, that person may wish to classify these particles based on their molybdenum and nickel contents. With the technique described above, it is not necessary to re-characterize the sample since each particle characterized is tagged with its own complete X-ray spectrum. The user only has to access the spectra and stereological parameters data files saved on his favorite back up device and ask the system for spectra quantification and particles classification based, for example, on nickel and molybdenum weight percent. The results could show that alloyed particles having more than X% nickel and Y% molybdenum have a volume fraction of 2%.

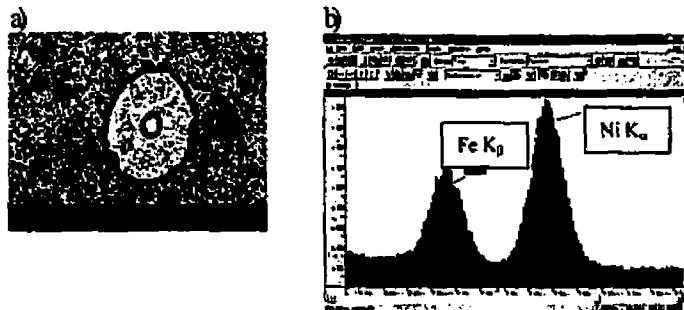


Figure 3. a) Example of the calculation of the skeleton and its use to position the electron beam of the SEM for X-ray spectrum acquisition. b) X-ray spectrum deconvoluted during the quantification process (nickel peak highlighted).

SYSTEM DESIGN AND INTEGRATED MICROSCOPY

This type of characterization approach really puts forward the need for integrated microscopy [3,4]. Indeed, not only is it imperative that the video output of the SEM be brought to the image analysis system, but the image analysis system also has to take control of the scanning module of the microscope to be able to position the electron beam on the particles of interest and move the sample from one field to another. Moreover, since the image analysis system performs the stereological measurements of the particles, it is logical that it should take control of the X-ray spectra acquisition, deconvolution and quantification routines, due to the fact that they act as tags for chemistry identification. Since the quantity of information generated in a characterization process of this type is quite large, all the data has to be kept in the same environment to facilitate its convenient management and treatment. Thus, the optimum choice for the "data manager" job is undoubtedly the image analysis system. Therefore, the SEM can now be viewed as a peripheral apparatus of the image analysis system in a similar way to an optical microscope or a printer. This is the base of the philosophy behind the development of the ISAAC characterization system that was used in this study. The name ISAAC stands for Image and Spectral Analysis for Advanced Characterization. The system provides a single consistent interface that combines image analysis with the possibility of using both a light microscope and a SEM with EDS X-ray spectrometry. The program runs under Windows NT/98 platforms which makes it possible to freely move the data and images to popular Windows based applications for reports edition.

Test sample preparation

A test sample was prepared by synthetically contaminating a very low carbon steel powder (C = 0.005 %-w) with two types of alloyed steel particles. Table 1 gives the nominal composition of the steel powders used to prepare the sample. The powder was then mixed with 0.60 wt.-% graphite, 2.0 wt.-% copper (FC-0206) and 0.75 wt.-% zinc stearate and pressed to obtain a standard bar (typical of those used for the determination of the

transverse rupture strength of powder metallurgy materials [5]) with a green density of 6.80 g/cm³. Sintering was carried out in an atmosphere of dissociated ammonia at 1150°C for 30 min. The final carbon content of the bars after sintering was 0.50wt.-%, which resulted in a ferrite/pearlite microstructure.

Table 1. Nominal composition in weight percent of the powders used in this study.

	C	O	S	P	Mn	Si	Mo	Ni
	wt.%	wt.%	wt.%	wt.%	wt.%	wt.%	wt.%	wt.%
Carbon Steel	0.008	0.31	0.016	0.017	0.45	0.09	---	---
Alloyed Steel A	0.008	0.26	0.013	0.015	0.39	0.08	0.71	0.47
Alloyed Steel B	0.009	0.33	0.017	0.017	0.40	0.09	1.10	1.85

DISCUSSION

The results can be displayed using an almost infinite combination of criteria based on the stereological parameters measured, the chemical analysis performed

or any combination of the two main data sets. Figure 4a shows a typical view of the data displayed based on the criteria that were initially selected in the characterization routine (figure 4b).

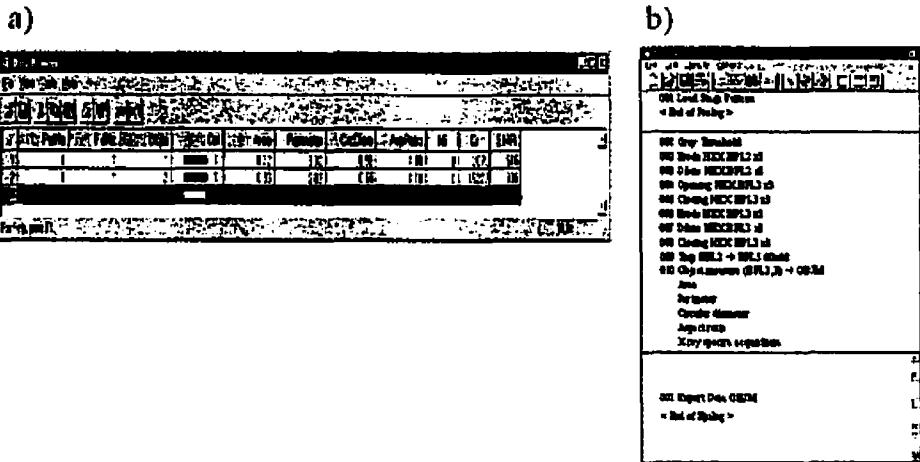


Figure 4. a) Typical data display based on b) the complete characterization routine where the parameters to be characterized (chemistry and stereology) are preset by the user.

One of the most interesting features of the method described above is the possibility of acquiring (and saving for later use) a full X-ray spectrum for each particle discriminated by the image analyzer. Therefore, it does not matter if particles contain chemical elements that were not expected or specified prior to the start of the characterization project since they will be identified by inspection of the spectrum, processed and quantified. On the other hand, there is a price to pay to acquire a full X-ray spectrum of each particle. Indeed, the precision of the X-ray microanalysis is directly proportional to the acquisition time of the spectrum. Therefore, if an accurate analysis of the chemistry is required and/or if the concentration of a given element is below low (below 1wt-%), the dwell time for the X-ray spectrum acquisition has to be increased substantially (≈ 60 s/spectrum). It is very

important to properly set the X-ray spectrum acquisition time since it represents 99% of the time required to completely characterize a given feature. The increase in time required to completely characterize the sample (stereology and chemistry) is significant but the relatively long time is worth it since the amount and quality of information generated is incomparable to that obtained with the more popular and usual characterization methods. Moreover, since the system is fully automated once launched, it can be programmed to run overnight.

There are some cases for which it is not necessary to acquire a full X-ray spectrum. Indeed, projects often only require differentiating between two or three populations of particles with fairly well known chemistries. For example, it is common to characterize a sample knowing that there is a type of alloyed

particles in the sample containing molybdenum and another type of particles containing chromium and nickel. Thus, if it is required to measure the volume fraction of each type, it is not necessary to acquire and quantify a full X-ray spectrum. Only a peak recognition routine would suffice to identify the presence of particular peaks (corresponding to specific elements) in the spectrum [6]. This operation can thus be performed on a spectrum acquired with a relatively small number of counts (shorter acquisition time). Another approach is to use the signal to noise ratio at the energy of the peaks of interest (Cr, Ni and Mo in the present example). Thus, if the signal to noise ratio of the peaks of interest is statistically significant (5 to 1 for example), it indicates that the elements are present and the particle or area can therefore be classified accordingly.

Another interesting feature of the method comes from the higher spatial resolution of the scanning electron microscope compared to that of an optical microscope. Indeed, in optical microscopy, it is rather difficult to obtain micrographs useful for image analysis at a magnification larger than 1000X. The difficulty is not to identify the particles since most microstructural characteristics of importance in P/M are generally visible at that magnification. The problem comes from the number of pixels that are used to represent the feature on the monitor. For example, if only 1000 pixels are used to represent the surface area of a particle on the screen and we assume that there is an error of plus or minus one pixel regarding the true location of the frontier of the particle, the error that results from measuring the surface of that particle can be close to 12%. As we increase magnification, we increase the number of pixels used to display the particle making its boundaries more precisely visible. The result is a decrease of the error made when measuring the stereological parameters. Therefore, for features smaller than 25 μm in diameter, SEM allows to characterize stereological parameters with much more accuracy than an optical microscope.

Finally, the characterization project described above dealt with the determination of the proportions of low alloyed and unalloyed steel particles in powders and P/M parts. It should be clear, however, that this type of characterization technique could also easily be applied to inclusions and other second phase particles. It can also be applied to other types of materials. Indeed, the only difference resides in the thresholding of the different phases that constitute the features of interest. It follows that the characterization technique described here is a powerful research and development tool and could be a very efficient technique for quality control

of the vast majority of applications found in the P/M industry.

CONCLUSIONS

The objective of this research was to develop a reliable and automated characterization technique to characterize alien particles and/or metallic additives in metal powders and parts. The main findings of this work can be summarized as follows.

1. Integration of image analysis, scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray spectrometry proved to be an excellent approach based on the following reasons.
2. The characterization project can be fully automated once the sample is inserted in the microscope and the threshold of the phases of interest are set by the user.
3. Scanning electron microscopy provides higher spatial resolution than optical microscopy and allows to acquire images that already contain some information about the chemistry of the sample through backscattered electron imaging.
4. X-ray Energy dispersive spectrometry allows to fully quantify the chemistry of each feature of interest.
5. The image analysis system manages all the data that is acquired and integrates them in a way that is transparent to the user. Without integrated microscopy, stereological parameters would be acquired with one machine while the X-ray spectra would be acquired on another machine that may not have the same software platform as the former, making data processing difficult and time consuming.
6. Editing of the results is easy and complete. The results can be expressed and displayed in a multitude of ways using stereological criteria, chemical criteria (elemental concentrations or chemical classes) or a combination of stereological and chemical criteria.

REFERENCES

1. ASTM Standard B 795, Standard Test Method for Determining the Percentage of Alloyed or Unalloyed Iron Contamination Present in Powder Forged (P/F) Steel Parts, American Society for Testing of Materials, vol. 02.05, (1996).
2. J. Goldstein *et al.*, Introduction to Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis 2nd edition, Plenum, New York, (1992), pp.191-194.
3. C. Blais, Développement de méthodes pour la caractérisation d'inclusions, M.Sc. Thesis, École Polytechnique de Montréal, (1996).
4. S. Tremblay *et al.*, Integrated Microscopy, From Design Philosophy to Applications, Proceedings Microscopy and Microanalysis '96, Aug. 11-15, Minneapolis, MN, p. 392.
5. Method for Determination of Transverse Rupture Strength of Powder Metallurgy Materials, Standard 41, Standard Test Methods for Metal Powders and Powders Metallurgy Products, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, (1999).
6. P.J. Stulham, Anal. Chem., (1977), vol.49, pp.2149-2154.

ANNEXE II

Article sollicité:

CHARACTERIZATION OF INCLUSIONS IN STEEL: WHEN NOT ONLY SIZE MATTERS

Publié dans le journal avec comité de lecture:

CIM/ICM Bulletin, Vol. 91, N° 1021, 116-120.



Technical Paper

Metallurgy

▲ Characterization of inclusions in steel: When not only size matters

C. Blais and G. L'Espérance, Center for Microscopy and Characterization of Materials — (CMY), École Polytechnique de Montréal, Montréal, Québec

KEYWORDS: Metallurgy, Steel, Inclusions in steel.

Paper reviewed and approved for publication by The Metallurgical Society of CIM.

ABSTRACT

Characterization of second phase particles is important with regard to their influence on mechanical properties of materials. Analytical electron microscopy offers the possibility to achieve complete characterization of inclusions. Complete characterization of inclusions means quantitative evaluation of their chemistry and the stereological parameters. A characterization technique based on integrated microscopy and involving scanning electron

microscopy, image analysis and energy dispersive X-ray spectrometry is presented. A discussion of the use of transmission electron microscopy and electron energy loss spectroscopy is also presented for the characterization of very small particles and compounds (>100 nm).

under the "desirable inclusions" category. Nevertheless, an increasing amount of effort is invested these days in what might be called "inclusion engineering," i.e. promotion of property enhancing inclusions through additions and/or modifications of specific chemical compounds in steel melts. As for the undesirable inclusions, the industry has put enormous efforts in trying to eliminate them. As a result, a point has now been reached where the usual characterization techniques using light microscopy and image analysis are stretched to their limits due to an important decrease of the inclusions' mean diameter and volume fraction.

In this perspective, inclusion characterization becomes even more important. The question to be answered has changed from "how many inclusions are there?" to "what is the proportion of each type of inclusion?" In order to correctly answer this question, the characterization of the inclusions has to be quantitative with regards to



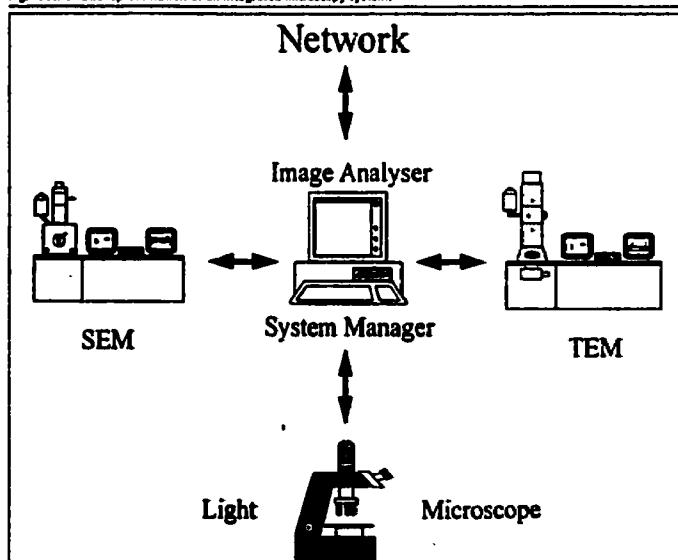
Carl Blais
is presently in the last year of his Ph.D. program in metallurgical engineering at École Polytechnique de Montréal under the supervision of professor Gilles L'Espérance. His work involves characterization of second phase particles in electron microscopy, improvement of machinability in powder metallurgy and the evaluation of the effect of inclusions on the formation of acicular ferrite in steel welds. During his post-graduate studies, Mr. Blais was

recognized many times for the quality of his scientific work. In 1995, he was awarded a Distinguished Scholar Award by the Microbeam Analysis Society. The following year, he received the Gérard L. Simon award from the Microscopical Society of Canada. In 1997, he received the Axel Madorsky Center for Powder Metallurgy Technology award at the annual meeting of the American Powder Metallurgy Institute. Mr. Blais plans to continue working as a R&D engineer when he receives his Ph.D. diploma next winter.



Gilles L'Espérance
received his Ph.D. in metallurgy and materials science from the University of Birmingham, England (1981). In 1982, he joined the department of metallurgy and materials engineering of École Polytechnique de Montréal. He was appointed professor in 1987 and is also the director of the Centre for Characterization and Microscopy of Materials (CMY) of École Polytechnique de Montréal. His research interests include the application of analytical electron microscopy to materials processing, powder metallurgy and sintered sheets.

Fig. 1. Schematic representation of an integrated microscopy system.



the stereological parameters (diameter, shape, volume fraction, ...) and chemistry (Al_2O_3 , MgSiO_4 , MnSiO_4 , MnS , CaS , ...).

This paper presents characterization techniques that allow us to achieve a complete characterization of inclusions, i.e. quantitative evaluation of both stereological parameters and chemistry using integrated microscopy. The concept behind integrated microscopy is to bring together all the necessary equipment to perform complementary and quantitative measurements. Thus, the pieces of equipment are all linked together to acquire and process all signals on a unique computer and software platform. Examples are given in relation to the characterization of inclusions using scanning electron microscopy, image analysis and energy dispersive X-ray spectrometry. Furthermore, examples are presented for cases where higher spatial resolution is needed, i.e. cases that require the use of transmission electron microscopy, electron energy loss spectrometry and image analysis.

Integrated Microscopy and the Scanning Electron Microscope

The use of a scanning electron microscope (SEM), contrary to a light microscope, allows us to obtain quantitative information regarding the chemistry of the features characterized using X-ray spectrometry. This way, chemistry classification does not rely solely on the shape or the brightness of the inclusions (ASTM, 1997), but rather on the results obtained from the quantification of X-ray spectra. As was mentioned earlier, integrated microscopy implies that the different pieces of equipment are all linked and work together, even in multi-tasking environments, to acquire the signals needed to quantify the chemistry and the stereological parameters of inclusions (Tremblay et al., 1996). Figure 1 presents a schematic representation of an integrated microscopy system.

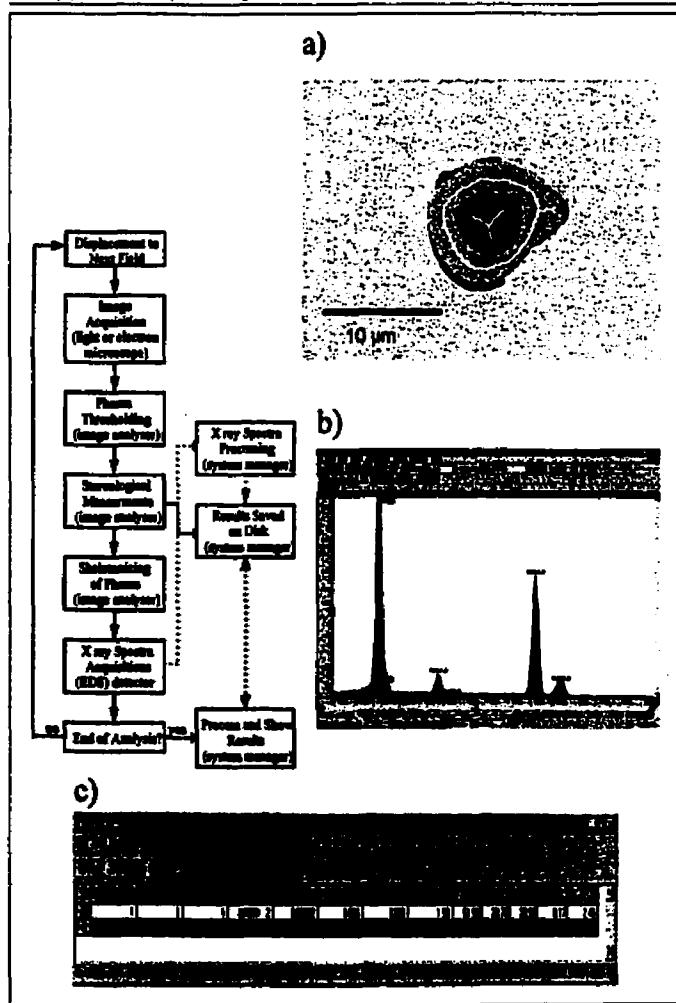
The integrated system eliminates the problems that arise when different pieces of equipment work on different software platforms. This system, therefore, allows easy linkage of the different sets of results generated. Furthermore, it enables complete automation of the characterization project because the sequences of acquisition and processing are controlled by a single computer. Therefore, there is no need for the user to keep track of which X-ray spectrum corresponds to which inclusion because each X-ray spectrum of each inclusion is saved and attached to the stereological parameters measurements. Figure 2 presents the major steps involved in the complete characterization of inclusions in a steel sample.

As can be seen in Figure 2, the first step is the acquisition of an image of the field of inter-

est. SEM's, through the use of a backscattered electron detector, allow the acquisition of images in which contrast is a function of the mean atomic number of the area scanned by the electron beam (Goldstein et al., 1992). Thus, very good contrast can be achieved without using special preparation techniques or etching, as long as the difference of the backscattered-electron coefficient between two areas is sufficient (>5%). Next, each particle is identified, based on the threshold values initially selected by the user. Then, for each inclusion, the stereological parameters are measured and the results are saved on disk (Fig. 2a). Once the stereological parameters

have been measured, the routine calls for the image analyzer to perform a few more calculations to specify the next position of the electron beam to acquire an X-ray spectrum on each inclusion (Fig. 2b). Indeed, it appears that by calculating the skeleton of each inclusion and by moving the electron beam on a central point along the skeleton, it is possible to optimize the X-ray generation volume so it is homogeneous (Blais, 1996; Blais et al., 1997). The skeleton of a phase can be visualized as what would be left if we could set the boundary of a phase on fire and let it burn until almost nothing is left (Fig. 2a). Thus, a complete X-ray spectrum is acquired on each inclusion and saved on disk,

Fig. 2. Sequence of steps and typical outputs associated with the complete characterization of inclusions using integrated microscopy with a SEM: (a) results obtained after thresholding and skeletonizing of each phase; (b) typical X-ray spectrum of a phase acquired along its skeleton; (c) data browser where the stereological measurements and chemistry quantification are presented together.



Bulletin**Characterization of inclusions in steel: When not only size matters**

in addition to the stereological parameters measured previously (Fig. 2c). This method is more reliable than the criterion based on the positioning of the electron beam on the center of gravity of each phase. Indeed, for severely concave or hollow phases (Fig. 2a), the center of gravity is outside the boundaries of the particles thus leading to an erroneous X-ray spectrum acquisition.

As the system is now ready to move to the next field and start the routine again, the X-ray spectra can be automatically processed for background stripping, deconvolution and quantification, or it can wait until the whole data acquisition is done. Finally, as the characterization project ends, the user has a multitude of possibilities for displaying the results based on both stereological parameters and chemistry. For example, it is possible to compare the size distribution of different chemical classes based on the concentrations of a specific element. Furthermore, the X-ray spectra that do not fall in any preset chemical class can be re-analyzed and re-processed with different algorithms because all the X-ray spectra are saved on disk and can be accessed whenever needed.

Integrated Microscopy and the Transmission Electron Microscope

The use of a transmission electron microscope (TEM) allows us to characterize very small (0.01 μm to 1 μm) inclusions and precipitates. Although sample preparation can be time consuming, the results obtainable are certainly worth the effort. As for the scanning electron microscope, the TEM can be easily interfaced to an image analyzer, thus providing the basis for integrated microscopy in a manner similar to that presented in the previous section for the SEM. Unfortunately, diffraction contrast effects can prevent the observation of all the particles in a given volume of the sample. However, displacement and tilt of the sample becomes possible with recent computerized goniometer control. Nevertheless, the diffraction contrast effects can be overcome using the procedure developed by L'Espérance et al. (1995), although complete automation of the characterization project was not possible with the equipment used.

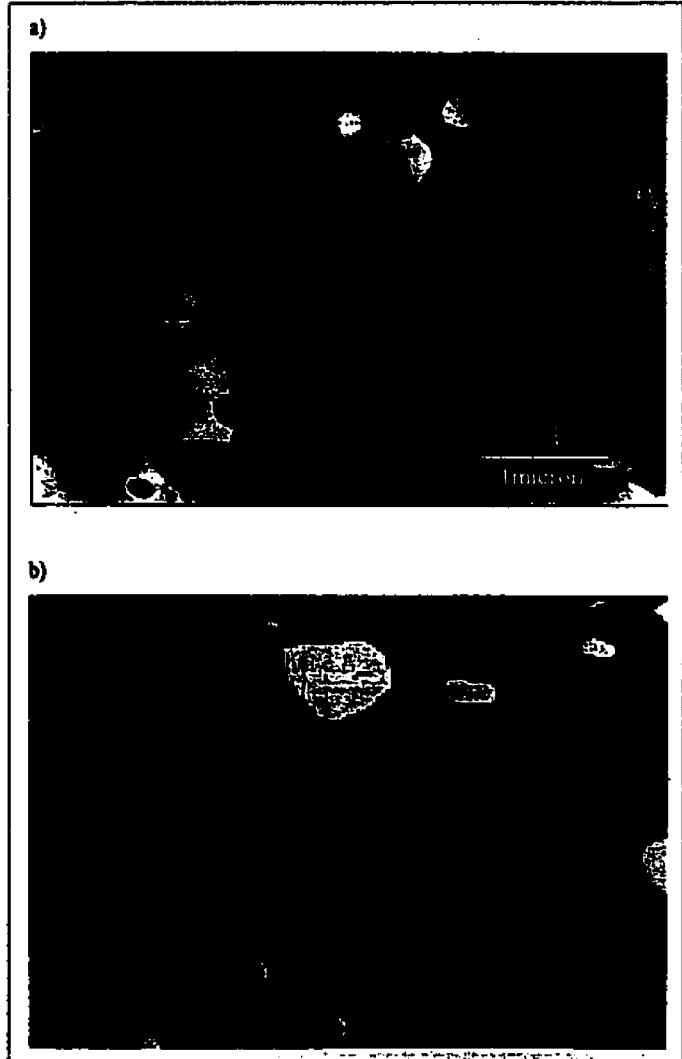
Transmission electron microscopes are generally equipped with an EDS X-ray spectrometer that allows us to characterize the chemistry of second phase particles through X-ray spectra acquisition and processing. However, X-ray spectrum acquisition in the TEM is characterized by low X-ray signal, instrumental contributions (spurious X-rays), frequent phase superimposition and matrix effects. Over the last decade, these authors have been involved in using electron energy loss spectroscopy

(EELS) and spectrum imaging in TEM to achieve complete characterization of inclusions and precipitates (Botton and L'Espérance, 1994; Tremblay, 1995; Blais et al., 1998). Electron energy loss spectroscopy is based on measurements of the amount of the energy lost by the electrons of the beam as they travel through a thin foil (Egerton, 1986). The use of EELS allows us to obtain a higher spatial resolution and a much larger signal than EDS because it involves the primary process of atom excitation (Egerton, 1986). As for spectrum imaging, it consists of acquiring a complete EELS spectrum at each

pixel of an image and saving the spectra on disk (Botton, 1992) followed by the generation of digital elemental maps.

Part of the low energy end of the EELS spectrum contains intensities (peaks) corresponding to plasmon excitations which correspond to electrons losing small amounts of energy (5-35 eV) by creating waves as they travel through the gas of loosely bound electrons of metallic species. As the local concentration of a sample is modified (due to the presence of a precipitate for example), the gas of loosely bound electrons will be changed giving

Fig. 1. (a) Typical micrograph of a Al-5%Ni sample containing Al_2Ni precipitates. (b) Plasmon energy shift image of the same area as in (a) (after Dienne et al., 1995).



rise to a shift of the energy of the plasmon excitation peak. It is, therefore, possible to measure the shift of plasmon peaks found in EELS spectra to identify the presence of precipitates. Figure 3 presents an image obtained by measuring the plasmon energy shifts in a aluminum sample containing 6% nickel. It can be seen that the precipitates are much more visible on the plasmon shift map than on the conventional micrograph. Therefore, the use of plas-

mon energy shift images (PESI) makes the measurements of the stereological parameters more precise than a conventional TEM micrograph. This increase in precision compensates largely for the longer time required to acquire the maps compared to that of acquiring images in TEM scanning mode.

The latter example presented a case where the characterization of the stereological parameters was more important because there was only

one population of precipitates (Al_2Ni). When different types of inclusions are present in the samples or when inclusions are made of more than one phase, it is more convenient to perform EELS spectrum imaging using core loss excitations. This type of excitation corresponds to cases where the electrons of the beam eject tightly bound electrons giving rise to ionization of the atoms involved. The energy losses are higher than for the case of plasmon excitation and have discrete values that depend on the type of atoms where each ionization event occurred.

Core loss spectrum imaging was successfully used to characterize multiphase inclusions found in steel welds. The usual sample preparation technique used to characterize these inclusions is carbon extraction replicas. This technique consists of applying a thin coat of carbon on top of a slightly etched sample prior to the dissolution of the steel matrix. Once the matrix is dissolved, all that remain are the inclusions partially trapped in an amorphous graphite film. The film is then placed on a TEM grid and is ready for characterization in the microscope. However, the inclusions from the steel welds studied were initially too thick for EELS spectrum imaging (~ 350 nm) demonstrating a size limitation for EELS on samples prepared by carbon extraction replicas. Moreover, the phases of interest were nano-phases that solidified at the periphery of the inclusions and which are believed to promote the crystallization of acicular ferrite in steel welds. Not only were the bulk inclusions too thick for EELS, but the phases of interest were also superimposed on top of the core of the inclusions making the electron interaction volume inhomogeneous and therefore useless for quantification. Thus, something had to be done regarding the sample preparation technique to be able to use EELS spectrum imaging. It was decided to cut the inclusions using ultramicrotomy to obtain thin slices of inclusions. Ultramicrotomy consists of preparing thin foils by cutting a needle-shape sample with a diamond knife. The slices obtained are then placed on a TEM grid for characterization in the microscope (McMahon and Malis, 1995; Malchère and Gaffet, 1994; Glanville, 1995).

Figure 4 presents concentration maps (core loss excitation) of an inclusion found in a low alloyed steel weld prepared by ultramicrotomy. In this latter case, the use of EELS spectrum imaging makes it possible to quantify the chemistry of the nano-compounds found at the periphery of the inclusions.

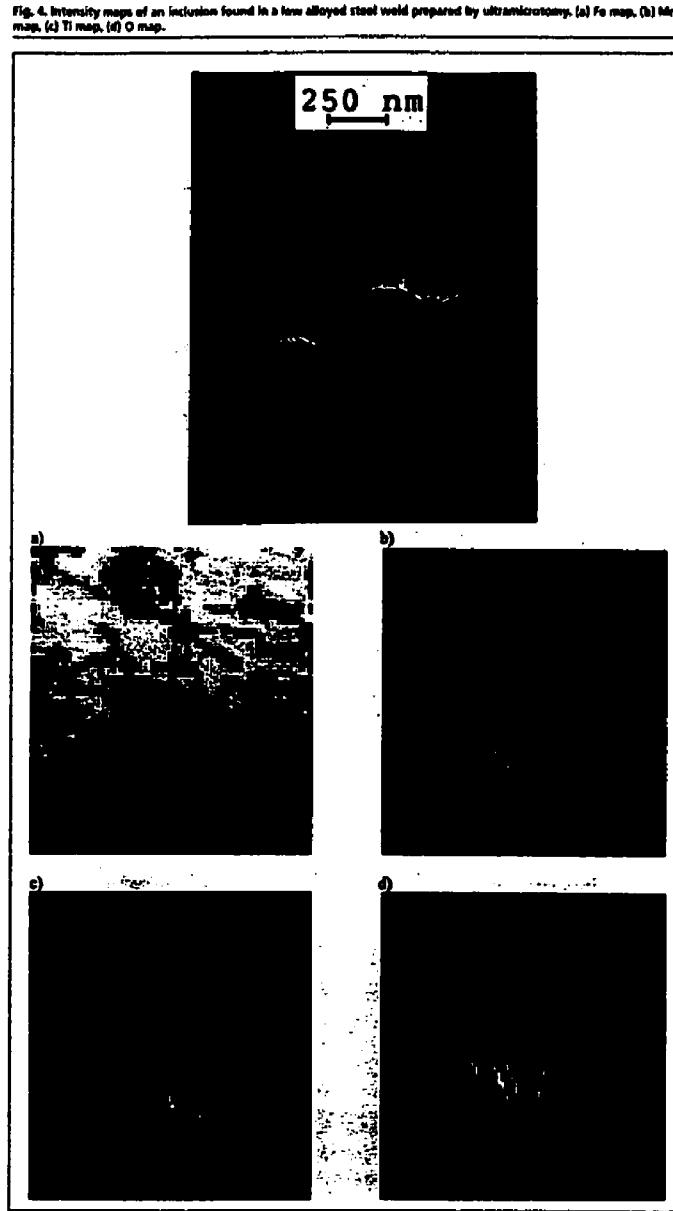


Fig. 4. Intensity maps of an inclusion found in a low alloyed steel weld prepared by ultramicrotomy. (a) Fe map, (b) Mn map, (c) Ti map, (d) O map.

Conclusions

In this paper, the authors presented characterization techniques that allow complete characterization of inclusions, i.e. quantitative

Bulletin

Characterization of inclusions in steel: When not only size matters

evaluation of their chemistry and stereological parameters. The first case presented dealt with integrated microscopy using a scanning electron microscope interfaced to an image analyzer and an energy dispersive X-ray spectrometer. It was shown that integration of these pieces of equipment allows complete automation, the use of a single computer with a unique software environment and easy display of results since all the data are saved at the same place.

As for the use of a transmission electron microscope to completely characterize second phase particles, although complete automation is not necessarily available as was the case for the SEM, it is possible to characterize quantitatively the stereological parameters and chemistry of inclusions. In specific cases, EELS spectrum imaging proves to be more powerful than EDS spectrum acquisition and electron diffraction patterns. The former technique yields a stronger signal and has a higher spatial resolution than X-ray spectrometry. On the other hand, EELS spectrum imaging requires very thin samples which sometimes limits the possibility of using this technique to characterize relatively thick inclusions. It was shown that in the case of inclusions found in steel welds, it was possible to quantify nano-compounds found at the periphery of 350 nm wide inclusions using EELS spectrum imaging with samples prepared by ultramicrotomy.

References

ANNEXE III

Article intitulé:

THE INFLUENCE OF FURNACE ATMOSPHERE ON THE CHEMISTRY OF ADDITIVES TO POWDERS MADE FOR IMPROVED MACHINABILITY

Publié dans:

Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials vol. 2,
Metal Powder Industry Federation, Princeton, NJ, 15-19-15-42.

THE INFLUENCE OF FURNACE ATMOSPHERES ON THE CHEMISTRY OF ADDITIVES TO POWDERS MADE FOR IMPROVED MACHINABILITY

Carl Blais*, Gilles L'Espérance**, Benoit Deschênes*, Amedeo de Rege*

* Center for Characterization and Microscopy of Materials, (CM)², École Polytechnique de Montréal, Montréal, Québec, CANADA.

** Domfer Metal Powders Ltd., LaSalle, Québec, CANADA.

ABSTRACT

Oxidation of the MnS inclusions found in powders and parts made for improved machinability follows a mechanism of internal oxidation. Indeed, elements in solution such as Mn and Si combine with oxygen to form hard oxides such as SiO_2 and MnSiO_3 . Indeed, high proportions of oxide phases in the inclusions tend to increase tool wear. On the other hand, an increase of the mean diameter of the inclusions reduced this detrimental effect and improved machinability even if the proportion of oxide phases was still important. Our investigation shows that large dual phase inclusions consisting of oxides covered with MnS favor machinability and decrease tool wear by partly reducing the plastic flow of the inclusions and promoting crack formation in the chips. Finally, Auger electron characterization of the surface of sintered samples heat treated with nitrogen indicates that some nitrogen is absorbed in the matrix.

INTRODUCTION

In recent years, much effort has been made to improve the machinability of parts made via powder metallurgy. Different approaches have been investigated to increase this property. Among the most recognized techniques we find: impregnation [1-2], additives admixing [3-5] and MnS prealloying [6-8]. The latter technique offers the advantage of increased powder homogeneity, longer shelf life, etc. Unfortunately, it is often not enough to incorporate additives either by mixing or prealloying. Indeed, furnace atmospheres can influence the chemistry of the additives during both powder elaboration and parts sintering, causing oxidation of the machinability enhancing additives.

The work presented here deals with the chemical transformation of prealloyed MnS and/or admixed MnS particles that takes place during powder elaboration and part sintering. The objectives of this study are: a better understanding of the mechanisms governing oxidation of MnS particles in iron powders, identify the conditions for which this type of oxidation can be prevented through proper atmosphere selection, and finally investigates the effects of oxidized MnS versus pure MnS on the machinability of P/M parts. This work has been achieved by elaborating powders and sintering parts using different atmospheres. The

parts were then tested for machinability using a drilling test rig [9]. Following each step of the process, samples were taken and prepared for microstructure and chemistry characterization.

METHODOLOGY

The initial material used for this study was ground shot of the same type used for producing DOMFER's MP37 which is a powder designed for improved machinability. In the DOMFER process, molten iron containing a large amount of prealloyed MnS is water-atomized, ground, and mixed with mill scale prior to decarburization and annealing [10]. The decarburization involves reactions between the oxygen from the mill scale and carbon from the cast iron ground shot. Therefore, the decarburization process consists in decarburizing the iron shot while reducing the iron oxide.

The powders were decarburized and annealed using three different atmospheres. Steel bushings were then prepared with the three different powders obtained with each series divided in three lots that were each sintered with the same three atmospheres as those used for decarburization and annealing. Nine different conditions were therefore obtained for machinability evaluation. Figure 1 summarizes the combination of atmospheres that were used, and table I gives the detailed sintering conditions. Table II presents the powder composition of the three series prior to sintering.

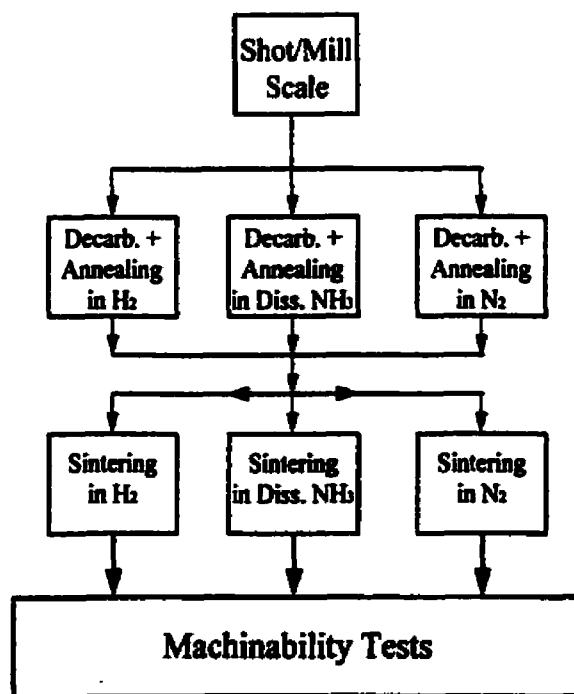


Figure 1. Outline of the atmospheres that were used at the different steps of the process.

Table I. Time and temperature used for the different heat treatments.

Series (Decarb. + Ann.)	Decarburization Time at 1150°C (2100° F) (min.)	Annealing Time at 1025°C (1900° F) (min.)	Sintering Time at 1100°C (2050° F) (min.)
H ₂	60	30	30
Diss. Ammonia	60	30	30
N ₂	90	30	30

Table II. Composition of the powders after decarburization and annealing, i.e. prior to sintering.

Series	C	O	S	P	Mn	Si	Fe
Diss. NH ₃	0.012	0.21	0.20	0.03	0.8	0.15	Balance
H ₂	0.010	0.17	0.21	0.03	0.8	0.15	Balance
N ₂	0.003	0.57	0.21	0.03	0.8	0.15	Balance

Bushings were prepared using the nine series of the final powder mixed with 0.75 % (wt.) zinc stearate and 1% (wt.) of copper. Graphite was added to some samples to bring the carbon content to the same level for all series. The final composition of the bushings regarding carbon, oxygen, and sulfur is given in table III.

The bushings were sintered to obtain a final density of 6.8 g/cm³. The drill used was 3.2 mm in diameter. The velocity of the drill was 1200 rpm and the feeding rate was 2.5 mm/s. A total of 108 holes were drilled for each of the nine series of bushings prepared.

Table III. Final composition of the nine series of bushings used in this study.

Series	Decarb. + Annealing Atmosphere	Sintering Atmosphere	Hardness (HRB)	Chemistry of Sintered Bushings (wt. %)		
				C	O	S
1	Diss. NH ₃	N ₂	74 ± 4	0.61	0.16	0.18
2		Diss. NH ₃	76 ± 3	0.61	0.13	0.19
3		H ₂	73 ± 3	0.61	0.13	0.18
4	H ₂	N ₂	72 ± 4	0.57	0.14	0.19
5		Diss. NH ₃	73 ± 2	0.59	0.13	0.19
6		H ₂	76 ± 3	0.59	0.12	0.18
7	N ₂	N ₂	61 ± 2	0.49	0.15	0.20
8		Diss. NH ₃	70 ± 3	0.54	0.14	0.19
9		H ₂	71 ± 4	0.61	0.14	0.19

Desulfurization of the powder was below 10% for all cases except for series 6 where $S_0 - S_f / S_0 \times 100 = 14\%$. This is an important aspect favoring the use of prealloyed MnS powders compared to MnS admixing. Indeed, in the former case, the dissociation of MnS by H₂ to form H₂S is strongly inhibited by the fact that the MnS inclusions are embedded inside the steel particles. This protection against desulfurization is less efficient with MnS admixing since the MnS particles are found in the pores between the steel particles. These pores provide a path for hydrogen to rapidly reach the MnS particles allowing for important sulfur removal from the sintered piece.

The microscopical characterization was performed using the Clemex ISAAC characterization system for integrated microscopy [11-13]. This system integrates light microscopy, scanning electron microscopy (SEM), image analysis, and energy dispersive X ray spectrometry (EDS). It allows to fully characterize the stereological parameters as well as the chemistry of the microstructural constituents of interest. In the present case, it allowed to measure the volume fraction of inclusions and asses the chemistry of their constituting phases.

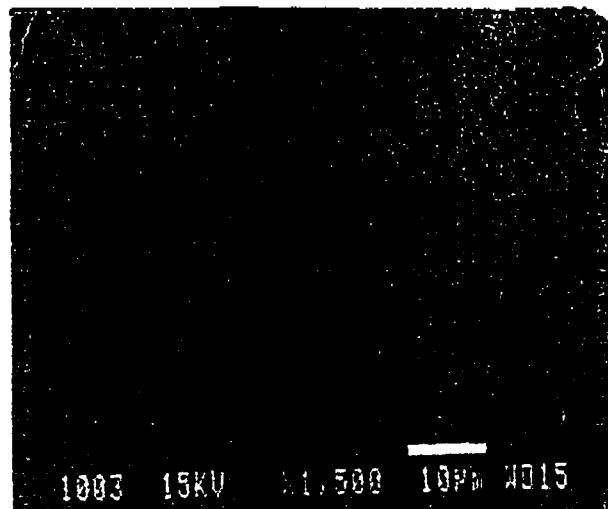
RESULTS AND DISCUSSION

Characterization of the Inclusions

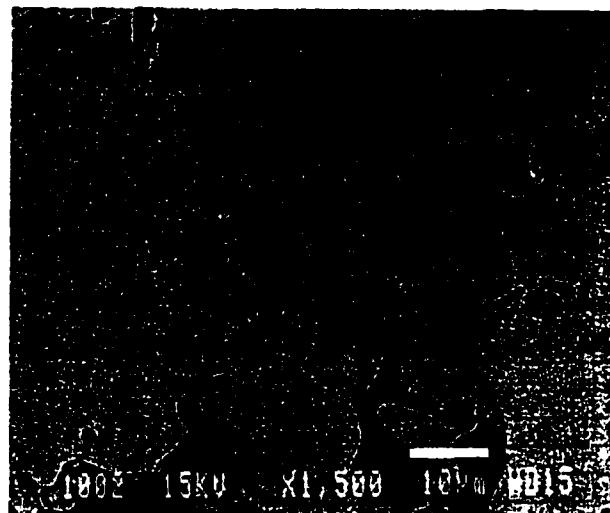
The ground shot used for preparing the nine different series of bushing was characterized to make sure that oxidation of the MnS inclusions had not occurred during atomization. The average diameter of the MnS particles in that sample was 1.2 μm .

Figure 2 shows typical microstructures of the inclusions found in the samples after sintering. An important difference can be seen between the micrographs regarding the size of the inclusions. Indeed, for the cases where the decarburization and annealing of the powders was performed using an atmosphere of pure H₂ (figure 2a), the inclusions were small ($\sim 1 \mu\text{m}$ in diameter) and chemically homogeneous, while the inclusions found in the samples decarburized and annealed in dissociated ammonia and sintered in pure N₂ were larger and dual phase (figure 2b). Finally, figure 2c presents a micrograph of the typical inclusions found in samples decarburized, annealed and sintered in pure N₂ where it can be seen that the inclusions are the largest.

a)



b)



c)

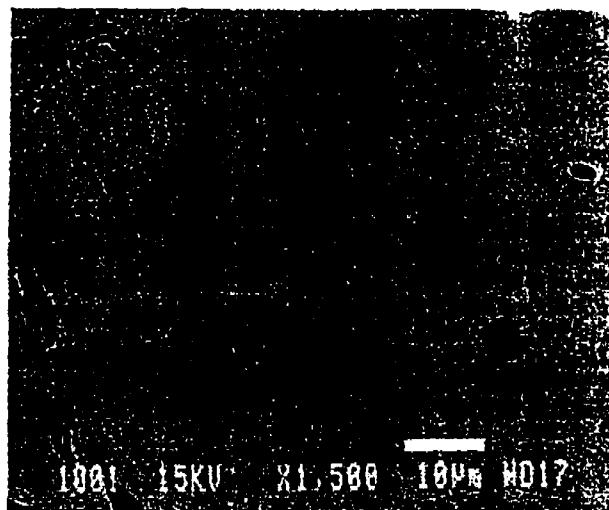


Figure 2. Typical micrographs of sintered bushings.a) Decarburization, annealing and sintering in pure H₂, b) Decarburization and annealing in dissociated ammonia, sintering in pure N₂, c) Decarburization, annealing and sintering in pure N₂.

The characterization of the chemistry of the inclusions shows that the oxides that form on the initial small Mn₃ particles are mainly SiO₂, Mn₂O, Mn₃O₄, and occasionally iron oxide. No particle oxide phase could be associated with a specific atmosphere. Indeed, the chemistry of the inclusions varied greatly from one inclusion to the other in the same sample. The composition between the initial Mn₃ inclusions and the oxides (SiO₂, Mn₂O, Mn₃O₄, etc.) at the interface between the matrix and the Mn₃ particles. Figure 3 illustrates oxidation [14]. Surface elements present in the matrix (Si, Mn) combine with oxygen to form intermediate oxidation [14]. Surface elements present in the transition region of the Mn₃ particles follows a mechanism of oxidation of the particles clearly indicates that the transition region of the Mn₃ particles was formed on the surface in the atomized shot and in the flame bushings, and the fact that no oxide scale was formed on the surface of the atomized shot and in the flame bushings. The composition between the initial Mn₃ inclusions of the particles may be typical X-ray spectra of some of the inclusions characterized.

Characterization of the Chemistry of the Inclusions

When hydrogen-rich atmospheres are used and large hydrogen is used as the heat treating atmosphere, the inclusions are found to be smaller and to prevent the oxidation of the Mn₃ inclusions. Furthermore, the inclusions are found to be smaller as shown by the micrographs of Figure 2. It can be seen from Table IV that hydrogen-rich atmospheres inclusions. Indeed, the oxides always found with a Mn₃ phase forming dual phase single phase inclusions. It must be mentioned that the oxides present in the all the samples were rarely consisting single phase inclusions. In fact, the oxides were almost always found with a Mn₃ phase forming single phase inclusions. Indeed, the oxides were almost always found in the all the samples were rarely consisting single phase inclusions. In fact, the oxides were almost always found with a Mn₃ phase forming single phase inclusions.

Series	Decat. + Annealing Atmosphere	Annealing Atmosphere	Volume Fraction of Inclusions	Mean Diameter of Inclusions	Volume Fraction Oxide Phase				
9									
8	N ₂	D ₂ , N ₂	1.7	1.5	1.65	0.4	1.1		
7		N ₂	1.6	1.77	0.5	1.2			
6	H ₂	D ₂ , N ₂	0.8	1.60	0.4	1.2			
5	H ₂	D ₂ , N ₂	1.2	1.21	0.1	0.7			
4		N ₂	1.0	1.31	0.1	0.9			
3		H ₂	0.7	1.18	0.2	0.5			
2	D ₂ , N ₂	D ₂ , N ₂	1.4	1.23	0.3	1.1			
1		N ₂	1.5	1.20	0.3	1.2			

Table IV. Stereological parameters of the inclusions characterized.

Table IV gives the volume fraction of the oxide phase and the sulfide phase present in each sample. Table IV gives the volume fraction of the oxide phase and the sulfide phase present in each sample. In addition, Table IV gives the volume fraction of all inclusions found in each sample. In addition, Table IV gives the volume fraction of all inclusions found in each sample.

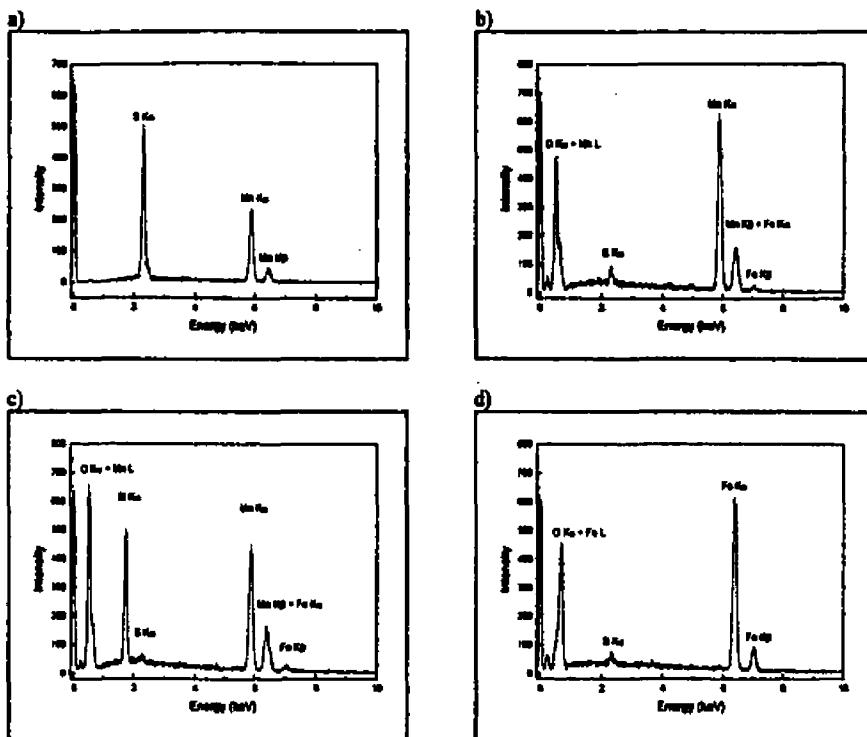


Figure 3. Typical X ray spectra of the phases most often encountered in dual phase inclusions. a) MnS, b) MnO, c) MnSiO, d) FeO. ($E_0=15$ kV, $I=1$ nA, Time of Acquisition=50 s).

Drilling Tests

Figure 4 shows a typical graph of the force vs. number of holes obtained after performing the drilling tests with the conditions specified earlier. Starting with such graphics, we measured the slope of the linear portion of the graph which is representative of tool wear (figure 5). Furthermore, we extrapolated this slope to intersect with the Y axis in order to measure F_0 which is an indication, along with the slope of the curve, of the machinability of the sample (figure 6). Based on figure 5, it can be seen that, for a given series of decarburized and annealed samples, an increase in the nitrogen content of the sintering atmosphere tends to increase F_0 . This increase can be explained by the fact that the samples pick up nitrogen during the different heat treating processes. Figure 7 demonstrates this by presenting Auger spectra acquired from the surface of samples 4, 6 and 7 (cf. table IV). It can be seen that for the sample treated only with pure hydrogen atmosphere, nitrogen is not detected (figure 7a). On the other hand, the Auger spectrum of the sample decarburized and annealed in pure H₂ and sintered in pure N₂ clearly shows the presence of some nitrogen (figure 7b) as for the sample treated only with pure N₂ (figure 7c).

One exception to this increase is observed for the sample which had been decarburized, annealed and sintered in pure nitrogen which shows a F_0 much lower than the rest of the samples. The abrupt decrease of the force by changing the sintering atmosphere from D.A. to nitrogen in the N₂ series comes from a larger decrease of the final concentration of carbon as shown in table III. This decrease of the carbon

content is due to the reaction during sintering between carbon in the sample and residual oxygen (oxides) which was relatively higher in this particular series.

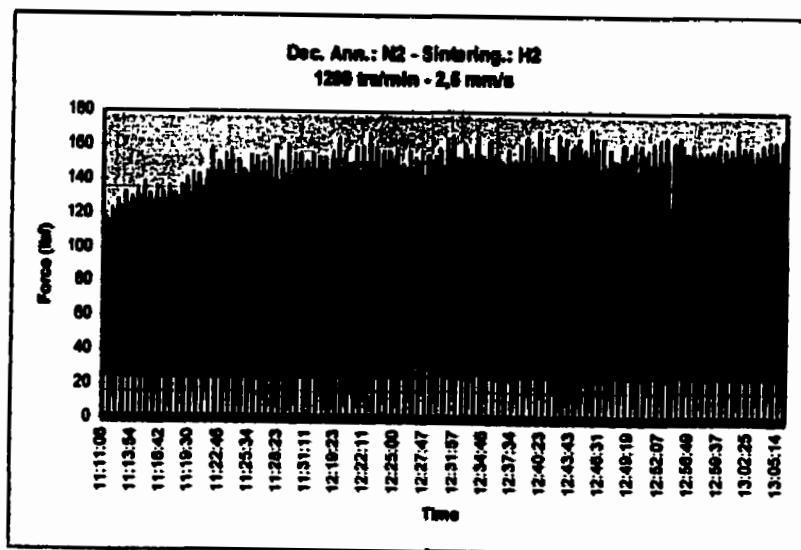


Figure 4. Typical graph of the drilling force vs. number of hole.

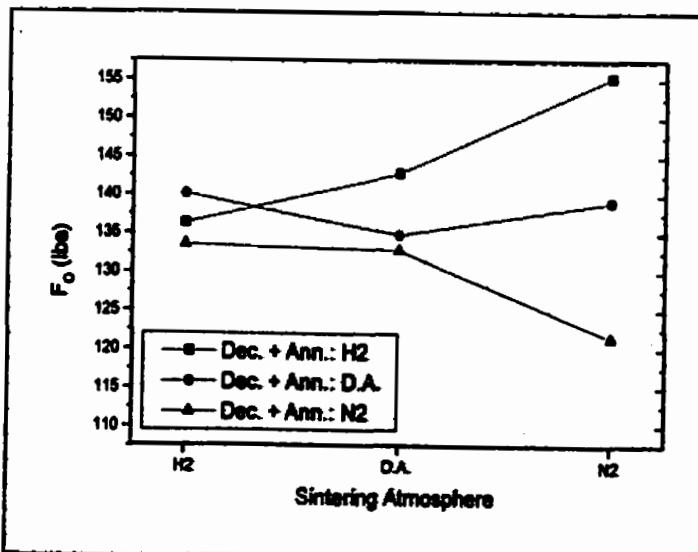


Figure 5. Graph of the initial force F_0 (extrapolated) for the different atmospheres studied (D.A. stands for Dissociated Ammonia).

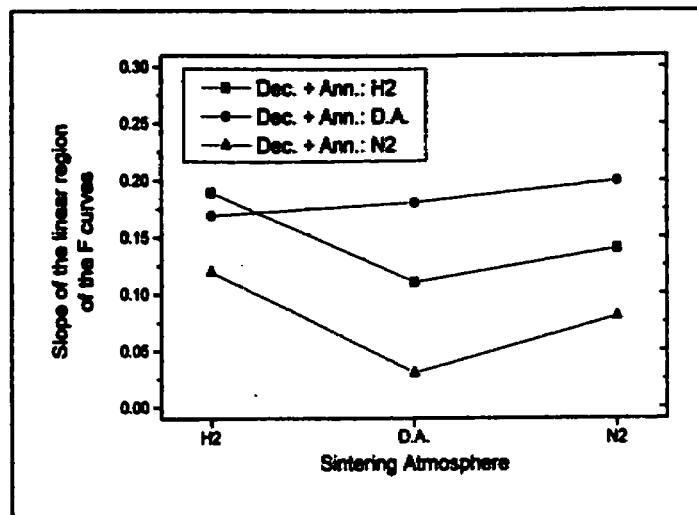
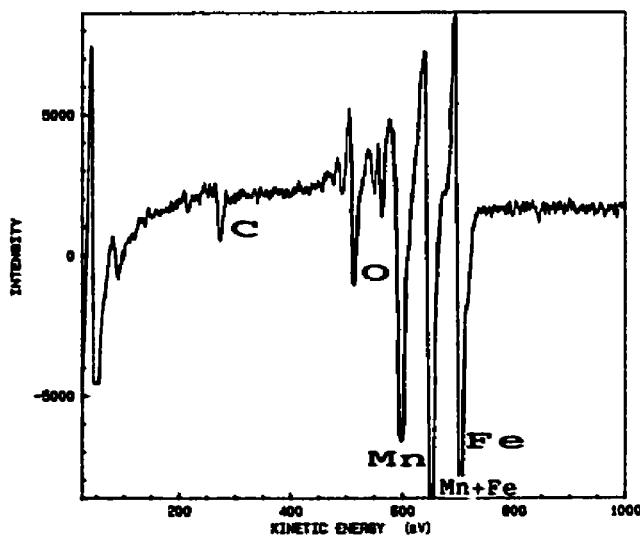
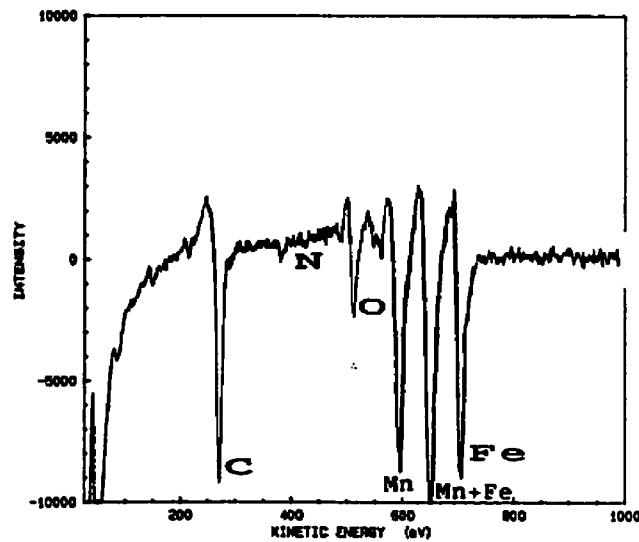


Figure 6. Graphic of the slope of the linear region of the force vs. hole curves for the different atmospheres studied (D.A. stands for Dissociated Ammonia).

a)



b)



c)

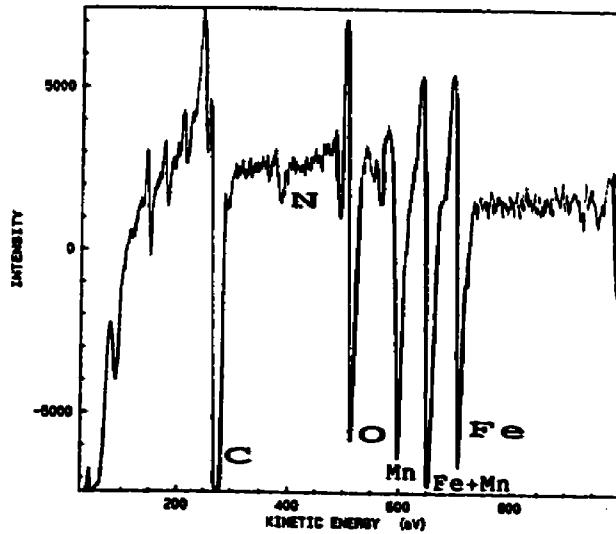


Figure 7. Auger spectra indicating that there is some pick up of nitrogen in the samples when nitrogen is used. a) Decarburization, annealing and sintering in pure H_2 , b) Decarburization and annealing in pure H_2 , sintering in pure N_2 , c) Decarburization, annealing and sintering in pure N_2 .

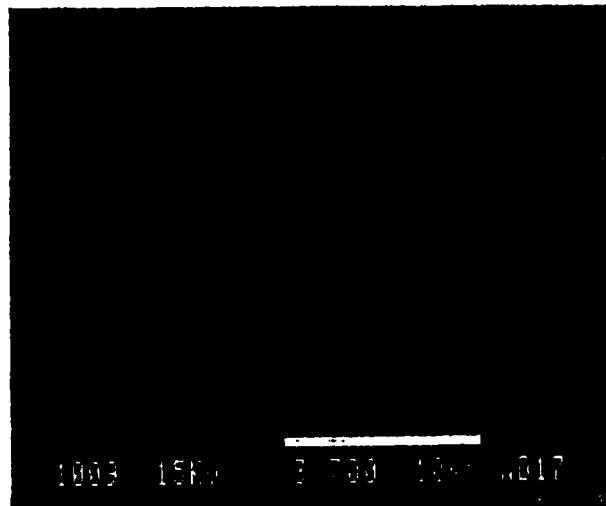
As for tool wear, figure 6 indicates that at first, wear decreases with an increase in the amount of nitrogen in the sintering atmosphere. Table V presents more detailed results about the characterization of the inclusions. Indeed, it can be seen from tables IV and V that for the series decarburized and annealed in H₂ and N₂, the minima observed in figure 6 correspond to the conditions where the volume fraction of the MnS phase and the equivalent spherical diameter (D_{eq}) of the inclusions are at their maximum (D_{eq} = (4*area/%)^{1/2}). Although the mean diameter of all the inclusions does not seem to vary much, it is important to point out that almost all of the samples characterized presented a distinct bimodal distribution of the equivalent spherical diameter of the particles. Therefore, as can be observed by comparing the micrographs in figure 2 and the data of table V, the increase in the mean particle size is small due to the large amount of small particles (<1 μm) but the appearance of considerably larger inclusions is significant.

As could be expected, more MnS present in the sample means less tool wear. On the other hand, the series decarburized and annealed in dissociated ammonia (D.A.) does not seem to obey this rule completely. Indeed, this latter series contains more MnS than the H₂ series and should consequently result in less tool wear. On the other hand, if we take into account the proportion of oxide phase which is almost always combined to MnS to form dual phase inclusions, we find that the D.A. series contain a large number of rather small inclusions (table V) which contain oxide phases in proportion varying between 20% and 30%. This shows an interesting relationship between inclusion composition, size, and machinability. Indeed, as presented above, it is not sufficient to have a high proportion of MnS inclusions in the sample. These inclusions, if small, also have to contain the lowest proportion of oxide phase and a large number of them must be pure. The alternative is to have large inclusions even though they may be partially oxidized. Let us take the example of the series decarburized and annealed in pure N₂. The volume fraction of the MnS phase is not much more important than for the D.A. series and the proportion of oxide phase is typically the same, but the diameter of the large inclusions, which are more numerous than in any other series, seems to compensate. This can be explained by the fact that large dual phase inclusions made of MnS and an oxide of the type identified in figure 3 offer two advantages. First, an increase of the mean diameter of the MnS inclusions tends to increase machinability by increasing the amount of stress concentration areas [15]. Secondly, since it is recognized that MnS inclusions reduce the shear stress in the plane in front of the tool by favoring the formation of cracks at the extremity of the deformed MnS inclusions [16], it can be expected that the presence of a certain amount of oxide phase in dual phase inclusions could partially reduce the level of deformation of the MnS phase and accelerate crack formation and chip breaking as long as the inclusions are large enough.

As our results show, small dual phase inclusions having an important proportion of oxide phase, such as those found in the D.A. series, increase tool wear. In the case of the H₂ series, the inclusions are smaller but much less oxidized so they are less harmful to machining and tool wear than the former series. Moreover, their large number compensates for their relatively small size by increasing the number of stress concentration areas. As for the N₂ series, it contains large inclusions that partially deform while inducing some brittle behavior of rupture due to the amount of oxide phase that they contain. This behavior decreases the plastic flow of the inclusion and the chip and increases machinability. Figure 8 presents a typical case taken from a sample of the N₂ series sintered in pure N₂. Shown are two inclusions, one dual phase and the other homogeneous (MnS), found in one of the chip collected after the drilling test. It can be seen that the crack formation is favored by the less deformed dual phase inclusion and that no crack has yet been initiated at the pure MnS inclusion which is strongly deformed. From this observation, it can be expected that the optimum machinability enhancing particles would consist of dual phase inclusions having the morphology of the type of inclusions often encountered in Ca injection treatment of steel. These inclusions generally consist of an oxide phase in the middle of an outer layer of MnS that formed around the hard oxide during cooling [11]. Finally, as can be seen from tables IV and V, the increase of tool wear brought by sintering with pure N₂ rather than D.A. comes from a decrease of the volume fraction of inclusions along with the nitrogen enrichment shown by the Auger spectra of fig. 7.

Table V. Detailed parameters of the characterization of the inclusions.

Series	Decarb. + Annealing Atmosphere	Sintering Atmosphere	Mean Diameter of Oxide Phase (μm)	Mean Diameter of Sulfide Phase (μm)	Number of Particles Analyzed (Oxides)	Number of Particles Analyzed (Sulfides)	Proportion of Sulfide Phase in the Inclusions (%)
1		N ₂	1.16	1.15	230	663	71
2	Diss. NH ₃	Diss. NH ₃	1.28	1.25	389	1052	79
3		H ₂	1.23	1.24	352	1263	80
4		N ₂	1.10	1.16	167	885	88
5	H ₂	Diss. NH ₃	1.22	1.18	220	1173	87
6		H ₂	1.23	1.16	131	1081	93
7		N ₂	1.45	1.65	271	726	73
8	N ₂	Diss. NH ₃	1.60	1.77	267	628	71
9		H ₂	1.51	1.65	359	747	75

Figure 8. Micrograph of inclusions found in a chip of a sample decarburized, annealed and sintered in pure H₂. Cracks are preferentially initiated at dual phase inclusions rather than homogeneous inclusions.

CONCLUSIONS

The aim of our work was to investigate the effect of three different atmospheres to (1): decarburize a shot/mill scale mix, (2): anneal the decarburized shot, and (3): sinter a series of bushings. The bushings made from these nine combinations of atmospheres have then been tested for machinability using a drilling rig. The initial powder used for our tests was DOMFER MP37 type made for improved machinability. Our study puts forward the following points:

- The use of nitrogen rich atmospheres provoke the absorption of nitrogen in the sample further decreasing machinability and tool wear;
- Oxidation of the MnS particles follows a mechanism of internal oxidation: hydrogen-rich atmospheres prevent MnS particles oxidation and coarsening; while the MnS inclusions found in samples treated with nitrogen-rich atmospheres are larger and oxidized;
- Large dual phase inclusions favor machinability and reduce tool wear by partly promoting brittle rupture of the chip leading to lower deformation and ultimately lower force;

REFERENCES

1. S. Bradbury, *Source Book on Powder Metallurgy*, ASM International, Materials Park, OH, 1979, p.245.
2. Machining, *ASM Metals Handbook*, Desk Edition, ASM International, Materials Park, OH, 1985, pp. 27.9-27.10.
3. K. Hayashi *et al.*, "Enhanced Machinability of Valve Guides made from P/M Materials", 1996 World Congress on Powder Metallurgy & Particulate Materials Proceedings, Washington, D.C., June 16-21., pp.13-117,13-121.
4. K.S. Chopra, "Improvement of Machinability in P/M parts using Manganese Sulfide", *Progress in Powder Metallurgy*, Vol. 43, Freeby and Hjort, Metal Powder Industries Federation, NJ, 1987, p.501.
5. F. Chagnon, "Machinability of P/M Materials; Effect of Admixing Additions and Processing Conditions ", presented at APMI/MPIF Powder Metallurgy Machinability Seminar, Baltimore, MD, Aug. 13-14, 1996..
6. Amedeo de Rege *et al.*, "Prealloyed MnS Powders for Improved Machinability in P/M Parts", 1988 Near Net Shape Manufacturing Conference Proceedings, Columbus, OH, Nov. 8-10, ASM International, Materials Park, OH, 1988, p. 57.
7. L. Roy *et al.*, "Prealloyed Mn/S Powders for Improved Machinability in P/M Parts", *Progress in Powder Metallurgy*, Vol. 43, Freeby and Hjort, Metal Powder Industries Federation, NJ, 1987, p.489.
8. P.F. Lee *et al.*, "P/M, Valve Seat Insert Material with Improved Machinability", 1997 SAE International Congress & Exposition Proceedings, Detroit, MI, Feb. 24-27, SAE International, Warrendale, PA.

9. Amedeo de Rege *et al.*, "Bench Test for the Routine Evaluation of Machinability of Powder Metallurgy Materials", paper presented at PM2TEC '97 in session 48, Machinability II.
10. Powder Metallurgy, Vol. 7, *ASM Metals Handbook*, 9th Edition, ASM International, Materials Park, OH, 1984, p.89.
11. C. Blais *et al.*, "Development of an Integrated Method for Fully Characterizing Multiphase Inclusions and Its Application to Calcium-Treated Steels", *Mater. Char.*, (1997) 38:25-37.
12. C. Blais *et al.*, "State of the Art Characterization of Second Phase Particles in Powders and P/M Parts", paper presented at PM2TEC '97 in session 42, Machinability I.
13. C. Blais *et al.*, "Complete Characterization of Second Phase Particles Using a System Integrating SEM, Image Analysis and EDS", in proceedings of the annual IMS meeting (1997), July 20-23, Seattle, WA.
14. N. Birks, G.H. Meier, *Introduction to High Temperature Oxidation of Metals*, Edward Arnold, London, (1983), 94.
15. H. Yagushi, *J. Applied Metalworking*, vol. 4, no.3, (1986), 24.
16. M.C. Shaw *et al.*, *Trans. ASME*, vol. B83, (1961), 181.

ANNEXE IV

Article intitulé:

**CHARACTERIZATION OF 25-75 NM PHASES FOUND AT THE PERIPHERY
OF MULTIPHASE INCLUSIONS: TECHNIQUES COMPARISON AND
SELECTION**

Publié dans le journal avec comité de lecture:

Journal of Microscopy, Vol. 189, Part 3, 249-262.

Journal of Microscopy, Vol. 189, Pt 3, March 1998, pp. 249–262.
 Received 25 January 1997; accepted 17 September 1997

Characterization of 25–75 nm phases found at the periphery of multiphase inclusions: techniques comparison and selection

C. BLAIS, G. L'ESPÉRANCE & É. BARIL

Centre for Microscopy and Characterization of Materials – (CM)², École Polytechnique de Montréal, PO Box 6079, Succ. Centre-Ville, Montréal, Québec, Canada, H3C 3A7

Key words. (P)EELS imaging, carbon extraction replicas, EDS, inclusions, SEM, TEM, ultramicrotomy.

Summary

It is believed that particular phases found at the surface of inclusions in steel welds favour the formation of acicular ferrite. Such a microstructure increases tremendously the toughness of the weld deposits. Until now, it is not clear which phases are favourable, the uncertainty being partly due to the difficulty of characterizing phases with sizes of about 100 nm at the periphery of inclusions. We compared characterization techniques including scanning electron microscopy, transmission electron microscopy, energy-dispersive spectrometry and parallel electron energy-loss spectroscopy. We found that, in general, it is possible to identify the phases unambiguously by comparing the results of energy-dispersive spectrometry and electron diffraction patterns in the transmission electron microscope on samples prepared by carbon extraction replicas. For cases where the size is very small (< 50 nm) and/or when similarities in composition and crystal structure are difficult to differentiate, spectrum imaging using parallel electron energy-loss spectroscopy on samples prepared by ultramicrotomy is the most powerful characterization technique.

Introduction

Second phase particles play an important role in the mechanical behaviour of metals. Therefore, the characterization of their stereological parameters (diameter, volume fraction, etc.) and chemistry is a critical issue. With the constant improvement in the elaboration processes of metals, inclusions are less numerous and their size decreases to a point at which conventional characterization techniques (optical microscopy, JK-charts, etc.) rapidly reach their limits. This is the case for many engineering situations in powder metallurgy, aluminium alloys and steels. Moreover, this problem is critical when

characterizing multiphase inclusions found in low alloyed steel welds.

The welding of offshore structures, especially those found near the Arctic Circle, is delicate since it is important to obtain high toughness weldments at low temperature. High toughness in welds is generally proportional to the amount of acicular ferrite found in the microstructure (Terashima & Hart, 1984; Abson & Pargeter, 1986; Dowling *et al.*, 1986; Mills *et al.*, 1987; Oh *et al.*, 1990; Evans, 1996). Moreover, numerous authors have specified that inclusions, particularly specific phases on the surface of these inclusions, favour the formation of acicular ferrite (Keville, 1983; Bhatti *et al.*, 1984; Evans, 1986; Abson, 1989; Court & Pollard, 1989; Thewlis, 1989; Es-Souni *et al.*, 1991; St-Laurent & L'Esperance, 1992a, b; Thewlis, 1994; Fox & Brothers, 1995). However, unanimity is not reached when it comes to identifying which chemical phases are responsible for the increase in acicular ferrite formation. Among the phases considered to be of some importance we find: BN, TiO, TiN, TiC, MnO·SiO₂, MnO·SiO₂·Al₂O₃, MnS, CuS, etc.

Part of the uncertainty regarding the favourable phases comes from the chemical characterization of inclusions found in those welds. Carbon extraction replicas is usually the favoured sample preparation technique compared to thin foils because of the matrix effects when attempting to characterize the chemistry of the inclusions. Nevertheless, some drawbacks cannot be avoided with the former technique. Indeed, the inclusions are generally in the size range 0.1–1 µm as can be seen in Fig. 1. This makes them too thick for electron energy-loss spectroscopy (EELS) in the transmission electron microscope, making it necessary to use energy-dispersive X-ray spectrometry (EDS) in TEM. The problem with this latter technique is that, owing to the inhomogeneity of the inclusions, the electrons are scattered throughout their whole volume. Therefore, the X-ray



Fig. 1. SEM image of a typical inclusion found in steel welds. Different phases can be identified on the surface of the inclusion. The image was obtained using backscattered electron imaging.

spectra acquired are not representative of specific and individual phases of interest. This is added to the difficulty, in energy-dispersive spectrometry, of adequately detecting soft X-rays such as those generated by boron, carbon, nitrogen and oxygen. Although it is possible to obtain convergent-beam electron diffraction patterns in a TEM, it is very difficult to differentiate some phases such as TiO, TiN and TiC since they all have an fcc crystal structure with a lattice parameter of 0.418 nm, 0.424 nm and 0.436 nm, respectively, and an identical space group ($Fm\bar{3}m$).

Since better scanning electron microscopes (SEM) are now equipped with field-emission guns (FEG), the use of an FEGSEM to characterize the inclusions prepared on carbon extraction replicas was investigated. Indeed, FEGSEMs have a much higher cross-over brightness than conventional tungsten filament SEMs. This allows us to perform X-ray spectra acquisitions with lower accelerating voltages and higher spatial resolution. Indeed, theoretical calculations such as those made by Gauvin *et al.* (1995) show that FEGSEMs with low accelerating voltages could be used to characterize embedded inclusions with diameters as low as 10 nm. We thus applied this technique to multiphase inclusions to see if it allows us to identify unambiguously phases present on the surface of inclusions. Furthermore, if the SEM could prove as useful as the TEM for the characterization of such inclusions it would be quite significant since the former is much less expensive, easier to use, easily combines stereological and chemical characterization and is much more readily available for quality control and industrial research and development.

The major problem being the characterization of the

outer phases of the inclusions found in these particular samples (weldments), spatial resolution is a critical factor. Indeed, characterization of tiny areas on the surface of inclusions is difficult because of the superposition of chemically different phases. Therefore, it is impossible, in TEM, to quantify the X-ray spectra that are acquired on such samples. To identify unambiguously the phase of interest, one has to compare the results given by both the X-ray spectra and the electron diffraction patterns. As mentioned earlier, this is sometimes very difficult to do, as in the case of TiO, TiN and TiC. For SEM, the goal is to use low accelerating voltages to obtain a homogeneous X-ray generation volume originating uniquely from the phase characterized. This is made even more difficult because of the size of the phase of interest (≤ 50 nm thick in our case) and because we cannot rely on electron diffraction patterns to discriminate between plausible results.

In order to increase the probability of analysing homogeneous chemical volumes, ultramicrotomy was used to prepare very thin sections of inclusions. This also allowed the use of (P)EELS and (P)EELS spectrum imaging. Although this type of sample is well suited for characterization using energy-filtered TEM (Crozier, 1995; Hofer *et al.*, 1995), the instruments for performing these analyses are not widely available. Furthermore, (P)EELS spectrum imaging allows us to acquire and save on disk a full EELS spectrum at each pixel of an image, an important feature which is not possible with energy-filtered TEM. The acquisition of a full spectrum at each pixel gives us the possibility to deconvolute each spectrum to remove the effects of plural scattering in relatively thick sections (Johnson & Spence, 1974; Leapman

CHARACTERIZATION OF MULTIPHASE INCLUSIONS IN STEEL WELDS 251

& Swyt. 1981; Egerton & Crozier, 1988). These latter operations are certainly not trivial, but since all the spectra are saved on disk, the raw data are available for multiple processing.

The following pages compare the two characterization techniques (SEM vs. TEM) along with two sample preparation techniques (extraction replicas vs. ultramicrotomy) applied to inclusions found in low-alloyed steel welds with an emphasis on Ti-rich phases. A summary of the results obtained will be presented. Finally, we will make recommendations as to which technique should be used to characterize unambiguously small multiphase inclusions (mean diameter = 360 nm) such as those found in low alloyed steel welds.

Samples and experimental procedures

The samples used were multirun welds of low-alloy steel containing various amounts of titanium with 80 ppm of nitrogen. Table 1 presents the overall chemical composition of the welds characterized. The characterization of the inclusions contained in these samples is of tremendous interest since they seem to play an important role as sites for the nucleation of acicular ferrite. The multiphase chemical nature of these inclusions along with their size range (0.1–1 μm) makes their full characterization very challenging.

Characterization equipment

The scanning electron microscopy was performed using a Philips XL 30 SEM equipped with a field-emission gun and an ECON 5/6 energy-dispersive X-ray spectrometer. Processing of the X-ray spectra was performed using the ISAAC system developed by CLEMEX Technologies Inc. (Tremblay et al., 1996). The TEM was a Philips CM 30 equipped with a LINK L2-4 energy-dispersive X-ray spectrometer (ultrathin window) and with a GATAN 666 parallel-electron energy-loss spectrometer. Processing of the (PEELS) spectra was performed using Xeels software developed at (CM)² by Botton (1992) and updated by Tremblay (1995). We used an RMC MT-7 ultramicrotome to prepare samples that were mounted on nickel grids.

Table 1. Overall composition of the welds characterized.

Sample	C (%)	Mn (%)	Si (%)	S (%)	P (%)	N (ppm)	O (ppm)	Ti (ppm)
1	0.069	1.47	0.45	0.005	0.006	77	282	410
2	0.074	1.45	0.30	0.007	0.009	84	337	120
3	0.077	1.46	0.27	0.008	0.007	81	459	34

Methodology

The observation of TEM grids in the SEM was performed using a graphite sample holder with a small hole (2 mm in diameter, 30 mm deep) in the middle. The grids were then placed on top of the hole and kept in place with a small drop of carbon paint. This type of sample holder tends to constrain scattered electrons and diminishes the emission of spurious X-rays. Indeed, when the grids are placed on a flat sample holder such as the aluminium stubs often used in SEM, backscattering of the electrons induces spurious X-rays that are generated far from the inclusion being characterized, leading to erroneous acquisitions (Fig. 2a). The relatively deep hole (30 mm) and the use of graphite minimizes backscattering of the electrons (Fig. 2b). Moreover, it can be used as a Faraday cup to measure beam currents.

Preparation of samples using carbon extraction replicas was done by slightly etching the polished surface of the last bead of the weld with 3% nital. Then, the etched surface

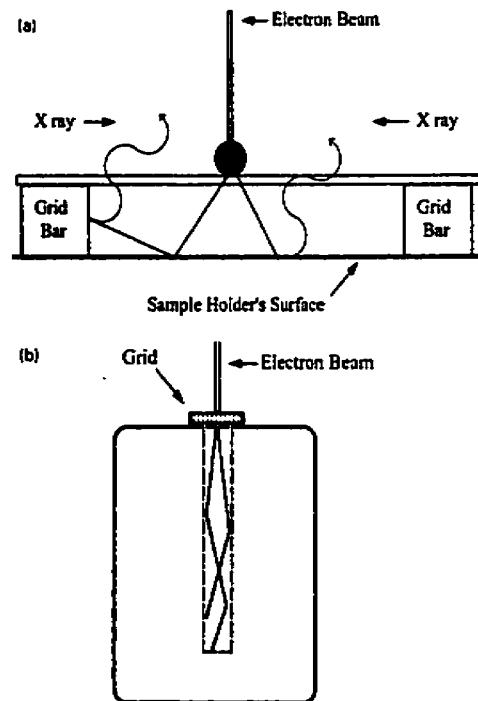


Fig. 2. Comparison between sample holders used for the observation of carbon extraction replicas and slices prepared by ultramicrotomy in SEM. (a) Conventional sample holder. (b) Side view of the sample holder that was used, i.e. a holed piece of graphite.

was covered with a thin layer of carbon. This was followed by a more important dissolution of the matrix using 5% nital to detach the carbon layer. Finally the small carbon layers were put on nickel grids for characterization in either TEM or SEM.

For the samples prepared by ultramicrotomy, a small piece was cut from the last bend of each sample and shaped into the form of a truncated pyramid. Then the sample was mounted on the ultramicrotome and slices from the top of the pyramid were made using a diamond knife. Once the slices were removed from the water using tweezers and nickel grids, the samples were ready for observation. The idea behind using ultramicrotomy is to try to obtain a homogeneous volume through the thickness of the sample by slicing both the matrix and the inclusions. Indeed, the phases of interest would present a homogeneous volume which would allow quantification of the X-ray spectra

acquired from this area in TEM. Furthermore, thinner sections allow the use of (P)EEL spectroscopy and eventually (P)EELS spectrum imaging. This new sample preparation technique for the characterization of inclusions was supported by the excellent results obtained while preparing galvanized steel samples (L'Espérance *et al.*, 1992; Barreto *et al.*, 1995; Botton & L'Espérance, 1994), nanocrystalline materials (Malchère & Gaffet, 1994; McMahon & Mallis, 1995) and semiconductors (Glanville, 1995). Figure 3 presents the problem of X-ray acquisition on superimposed phases and the improvement brought about by preparing the samples using ultramicrotomy.

(P)EELS spectrum imaging consists of obtaining a full (P)EELS spectrum at each pixel of an image. The spectra can then be processed to obtain net intensities of the chemical elements and eventually concentrations. By performing spectrum imaging, quantitative elemental maps can be obtained showing the spatial variation of concentrations of any given element.

X-ray mapping in TEM and SEM was used to accelerate the identification of areas of interest. Indeed, in TEM, instead of characterizing the different individual phases of an inclusion by trial and error, obtaining both diffraction patterns and X-ray spectra for each phase in the inclusion, it proved more convenient to perform X-ray mapping over the whole inclusion of interest and isolate titanium-rich areas. Examples will be given in the following sections.

Figure 4 summarizes the methodology and the techniques used.

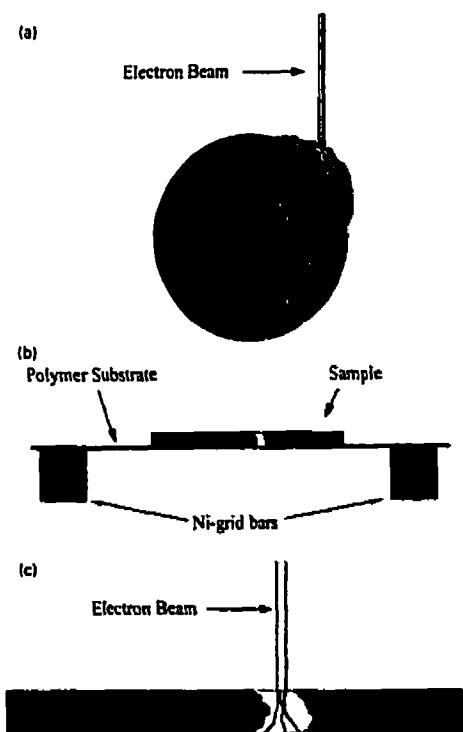


Fig. 3. (a) Electron scattering in a multiphase inclusion. It can be seen that not all the electrons (eventually X-rays) can be constrained in the phase of interest (light grey). (b) same inclusion prepared by ultramicrotomy. (c) The volume of the outer phase (white area) is homogeneous through the volume and electrons are not scattered out of the phase of interest.

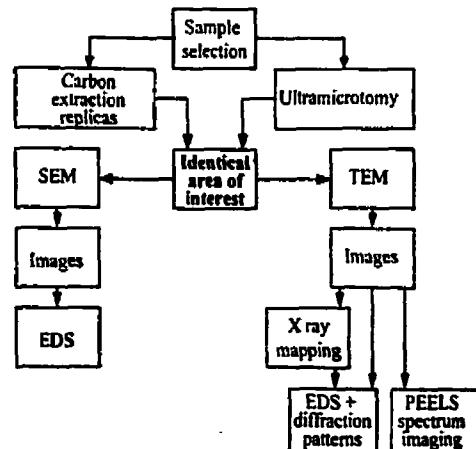


Fig. 4. Summary of the methodology and the techniques used.

CHARACTERIZATION OF MULTIPHASE INCLUSIONS IN STEEL WELDS 253

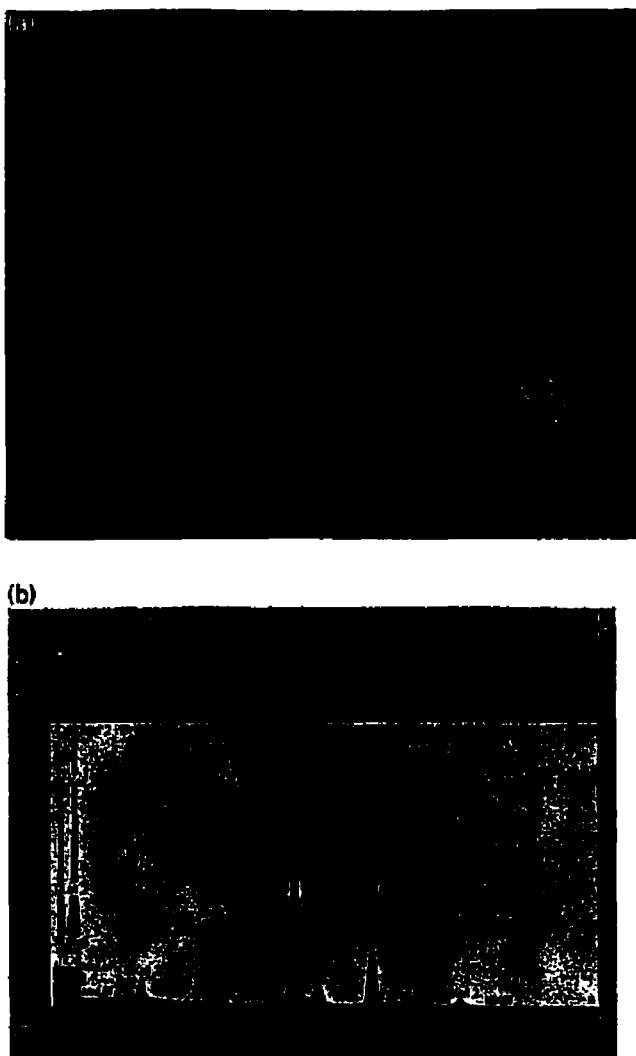


Fig. 5. (a) SEM image of a typical inclusion found in sample 1 (i.e. 410 ppm of Ti). (b) EDS X-ray spectrum of the phase arrowed in (a). $E_0 = 15$ kV. (c) (see overleaf) Same as (b) with $E_0 = 10$ kV. (d) Same as (c) with $E_0 = 5$ kV.

Results and discussion

SEM + EDS

Results from the sample containing a relatively large amount of Ti (410 ppm) are presented first. Figure 5 shows an SEM image of an inclusion analysed on carbon extraction replica along with three spectra acquired at 15, 10 and 5 kV, respectively. It can be seen that the elements detected are O, Si, Ti and Mn. Since there is no known

compound containing oxides of Mn, Si and Ti, (ICDD, 1995) it can be assumed that the X-ray generation volume is nonhomogeneous.

TEM + EDS + electron diffraction patterns (homogeneous phases)

The same extraction replica was then characterized in TEM. Figure 6(a) shows a TEM image of the same inclusion as the

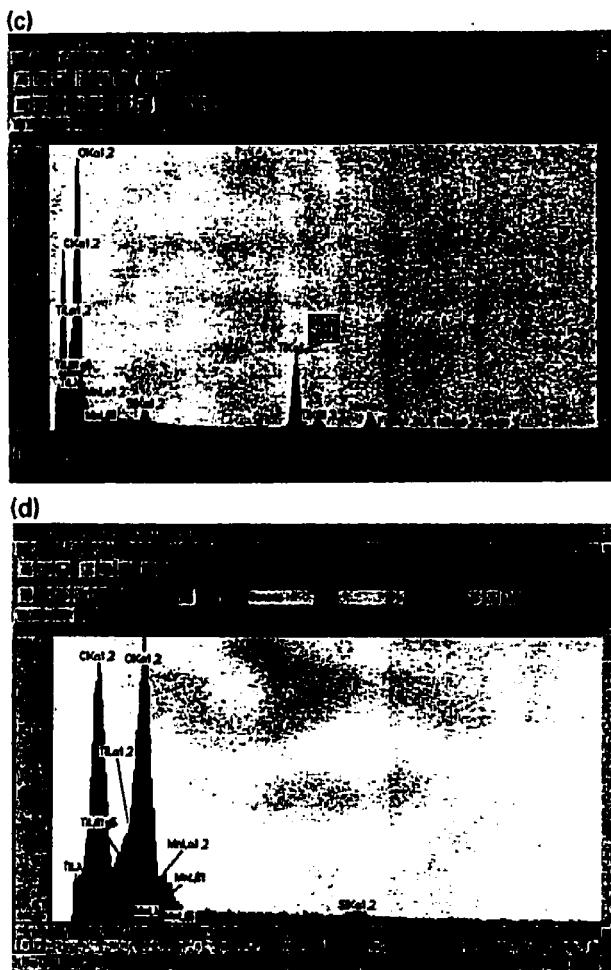


Fig. 5. continued

one shown in Fig. 5 with the identical area of interest being in strong diffracting conditions (arrowed black phase in the image). The data obtained by indexing the diffraction pattern of Fig. 6(b) were combined with the information found in the spectrum of Fig. 6(c). Note the absence of the silicon peak on that spectrum. Plausible phases were compared to see if they matched these results; among the phases investigated were: $2\text{MnO}\cdot\text{TiO}_2$, $\text{MnO}\cdot\text{TiO}_2$ and TiO_2 . It was found that the phase of interest is in fact MnTiO_3 . Relating these findings to the results obtained with the SEM, it can be seen that for the latter technique the use of a low accelerating voltage (5 kV) is not sufficient to prevent the detection of silicon. Its presence on the spectra of Fig. 5 is due to electrons scattered out of the phase of interest and

into the core of the inclusions, which is MnSiO_3 (known from prior observations; Blais, 1996). In fact, Monte Carlo simulations performed with the CASINO program (Drouin *et al.*, 1996) showed that the X-ray generation volume of a hypothetical 50-nm layer of TiO_2 covering a core of MnSiO_3 would not be homogeneous using a 5 kV accelerating voltage.

It soon became obvious that even an FEGSEM did not provide sufficient spatial resolution to characterize unambiguously the phases found at the periphery of the small inclusions (mean diameter = 0.36 μm) prepared using carbon extraction replicas. Furthermore, the use of low accelerating voltages for X-ray acquisitions necessitates working in the low energy end of the spectra. In our

CHARACTERIZATION OF MULTIPHASE INCLUSIONS IN STEEL WELDS 255

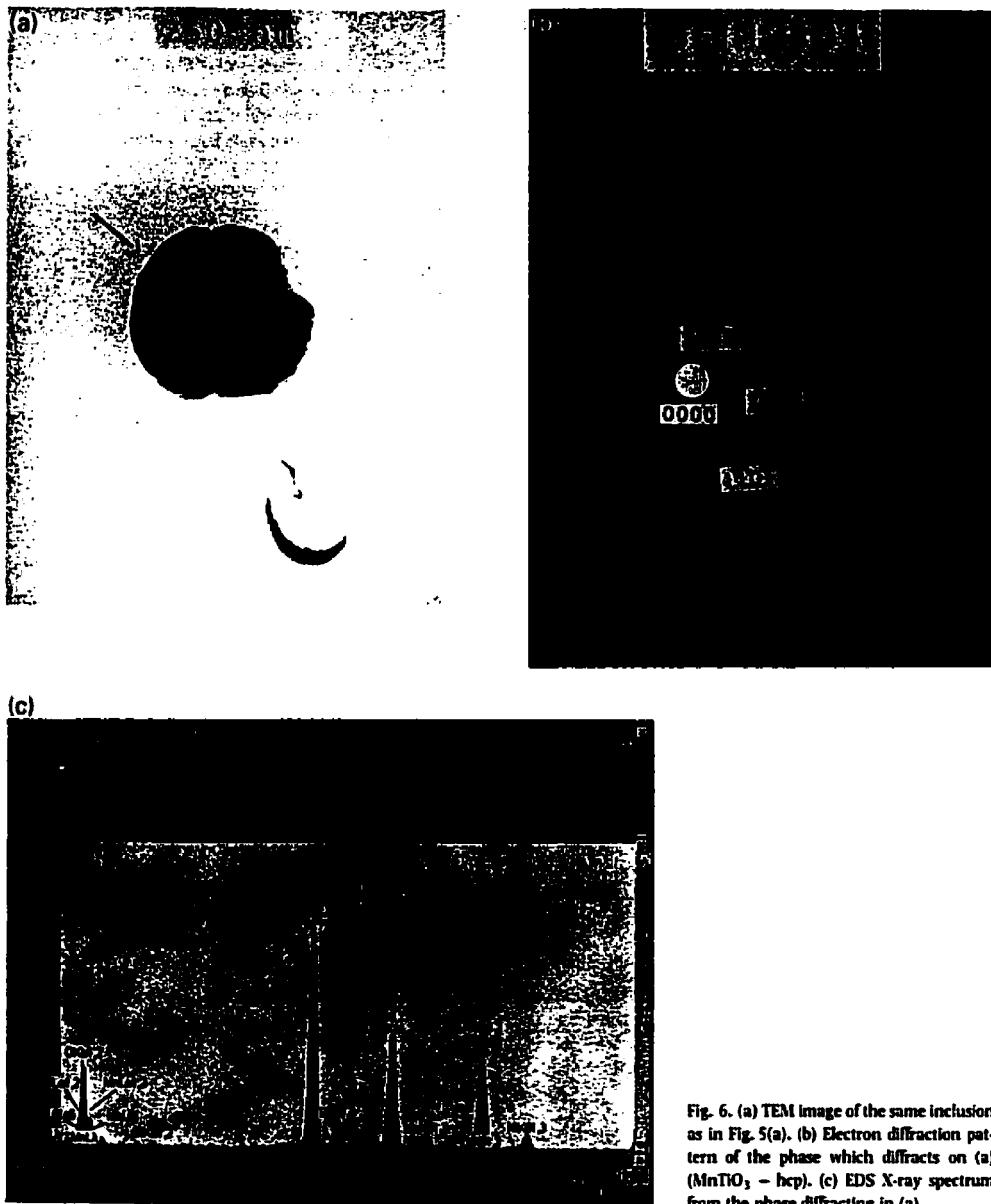


Fig. 6. (a) TEM image of the same inclusion as in Fig. 5(a). (b) Electron diffraction pattern of the phase which diffracts on (a) (MnTiO_3 – hcp). (c) EDS X-ray spectrum from the phase diffracting in (a).

particular system, we are faced with severe convolution between L lines of transition elements and K lines of light elements (e.g. Ti L_{2,3} and O K_α). It should be mentioned that the system chosen was very complex even when an FECSEM

is available. For example, the FECSEM has proven very valuable in characterizing 'homogeneous' inclusions in the same size range (Gauvin *et al.*, 1996). Nevertheless, it is considered that the comparison is of interest since



Fig. 7. Example of compensation for the nonlinearity of the energy scale below 1 keV. Note that the peaks are in their correct position.

inclusions, in most relevant engineering cases, are rarely homogeneous. Figure 5(d) also illustrates the problem that arises when using low accelerating voltages. It can be seen that the modelling of a background could lead to erroneous deconvolution results, especially for the deconvolution of O, Ti, Mn and eventually N. Furthermore, the energy scale is nonlinear in the low-energy portion of EDS X-ray spectra, which means that the positions of the peaks on the energy scale do not correspond to their actual energy even if the analyser is calibrated for energies larger than 1 keV (Statham, 1981). The ISAAC processing software used in this investigation allows us to account for this nonlinearity of the energy scale at low energies so that the peaks are in their correct position even for energies less than 1 keV, as can be seen in Fig. 7. Although wavelength-dispersive X-ray spectrometry (WDS) has a much better energy resolution than EDS, the problem of nonhomogeneous volumes along the electron beam in relatively thick inclusions still remains. This demonstrates the need to develop more robust deconvolution algorithms and/or look towards new X-ray detection devices with better energy resolution such as microcalorimeters (Wollman *et al.* 1996).

TEM + EDS + electron diffraction patterns (superimposed phases)

As for TEM, the spatial resolution is less of a concern since the electrons pass through the inclusion. The problem related to EDS analyses in TEM is that there is a superposition of phases in the path of the electron beam. To some extent, superimposed phases can be characterized in TEM providing that their size is large enough (≥ 100 nm)

and that the chemistry and crystal structure of the two superimposed phases are different. We can rely on electron diffraction patterns in TEM to distinguish the different phases. For example, the EDS spectrum of Fig. 6(c) shows the presence of Ti, Mn, O and Ni. We know that there is no Ni in our sample and that its detection is due to spurious X-rays generated from the grid of the sample. This leaves Ti, Mn and O. As mentioned earlier, the spectrum cannot be processed directly for quantification because it is not a certainty that the X-ray emission volume is homogeneous. Fortunately, we can obtain an electron diffraction pattern of the area where the spectrum was acquired (Fig. 6b). By indexing this diffraction pattern, and knowing that the phase contains Ti, Mn and O, we deduce that the phase characterized is MnTiO_3 . This way of combining the results of EDS and electron diffraction pattern is what gives TEM an advantage over SEM for the case of interest here.

By contrast, pathological cases can arise where it is not possible to distinguish between two superimposed phases owing to their size and/or similar crystal structure. An example of this is given in Fig. 8. This time the inclusion comes from sample 2 ($\text{Ti} = 120$ ppm). According to the diffraction pattern of Fig. 8(b), the phase which diffracts electrons is an fcc Ti compound. We could not identify unambiguously this phase since the lattice parameters of TiO_2 , TiN and TiC are too close to differentiate them using spot electron diffraction patterns. The spectrum of Fig. 8(c) is still less convincing since a strong Mn peak can be observed. As explained earlier, this peak is associated with X-rays that were generated in the core of the inclusion (MnSiO_3). In the present case, electron diffraction patterns are helpful for discriminating between the plausible results, but not sufficient to identify unambiguously the chemical

CHARACTERIZATION OF MULTIPHASE INCLUSIONS IN STEEL WELDS 257

nature of the phase characterized. This particular problem of similarity of crystal structure shows the limit of this technique (TEM + EDS + electron diffraction patterns) which, in most cases, would be adequate to identify unambiguously the phase characterized. Clearly, the size of the phase characterized plays a limiting role for the use of

TEM + EDS + electron diffraction patterns. The use of ultramicrotomy to prepare thin sections and (P)EELS can further reduce the size of the inclusions that can be characterized.

The size problem is highlighted in the following example involving the characterization of inclusions found in

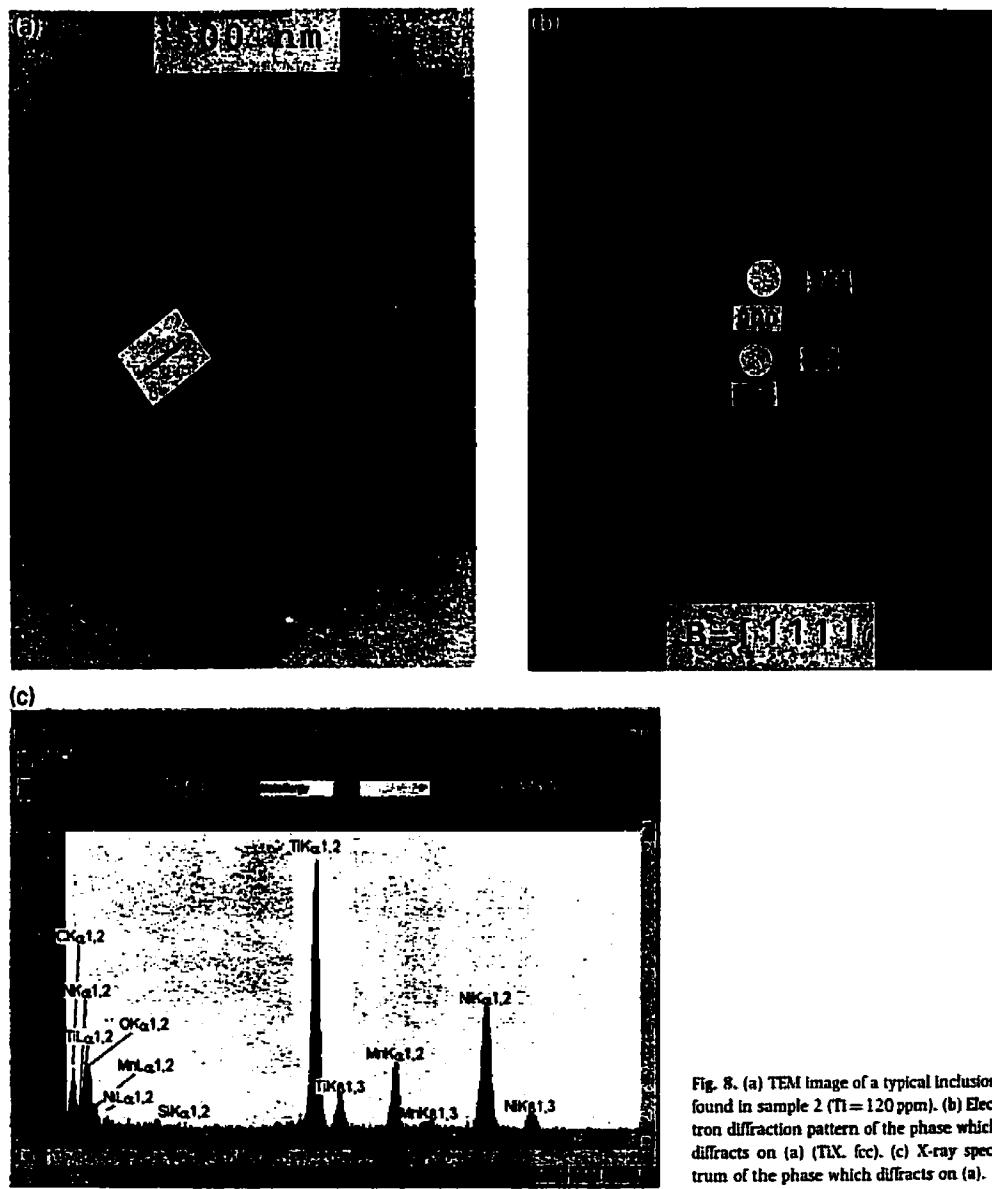
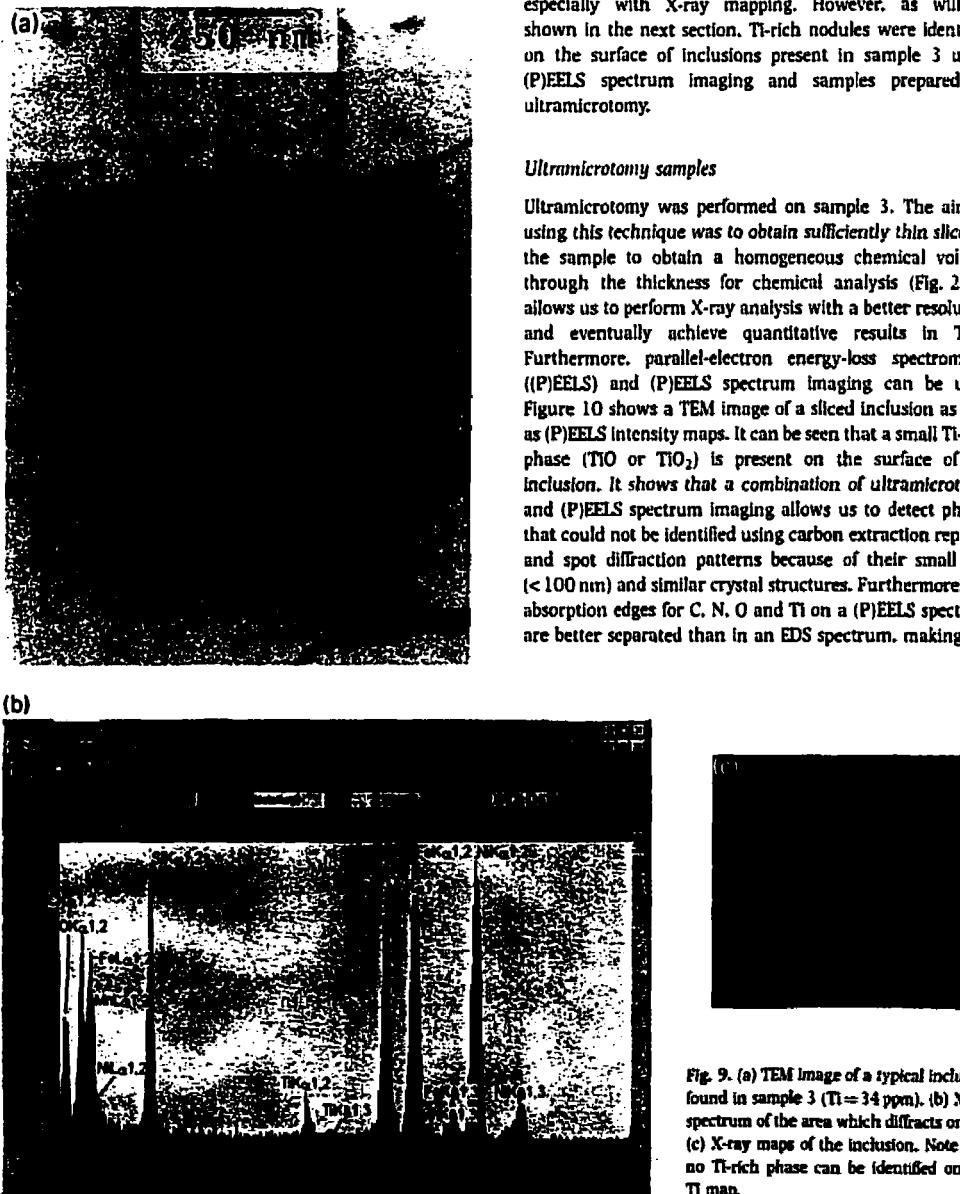


Fig. 8. (a) TEM image of a typical inclusion found in sample 2 (Ti = 120 ppm). (b) Electron diffraction pattern of the phase which diffracts on (a) (TiX, fcc). (c) X-ray spectrum of the phase which diffracts on (a).

samples containing only 34 ppm of titanium (sample 3). Figure 9(a) shows a micrograph of an inclusion taken from that sample. The X-ray maps of Fig. 9(c) do not show any Ti-rich area on the inclusion. Based on this result and on the spectrum of Fig. 9(b), one could conclude that the



inclusions found in this sample do not have nodules of titanium-rich phases. It rather seems that the Ti is spread all over the volume of the inclusions. Obviously, this result is influenced by the size of the phase and the size of the inclusion. However, if the Ti-rich phase is too small, the X-ray signal will not be sufficient to allow detection especially with X-ray mapping. However, as will be shown in the next section, Ti-rich nodules were identified on the surface of inclusions present in sample 3 using (P)EELS spectrum imaging and samples prepared by ultramicrotomy.

Ultramicrotomy samples

Ultramicrotomy was performed on sample 3. The aim of using this technique was to obtain sufficiently thin slices of the sample to obtain a homogeneous chemical volume through the thickness for chemical analysis (Fig. 2). It allows us to perform X-ray analysis with a better resolution and eventually achieve quantitative results in TEM. Furthermore, parallel-electron energy-loss spectrometry ((P)EELS) and (P)EELS spectrum imaging can be used. Figure 10 shows a TEM image of a sliced inclusion as well as (P)EELS intensity maps. It can be seen that a small Ti-rich phase (TiO or TiO_2) is present on the surface of the inclusion. It shows that a combination of ultramicrotomy and (P)EELS spectrum imaging allows us to detect phases that could not be identified using carbon extraction replicas and spot diffraction patterns because of their small size (< 100 nm) and similar crystal structures. Furthermore, the absorption edges for C, N, O and Ti on a (P)EELS spectrum are better separated than in an EDS spectrum, making the

Fig. 9. (a) TEM image of a typical inclusion found in sample 3 (Ti = 34 ppm). (b) X-ray spectrum of the area which diffracts on (a). (c) X-ray maps of the inclusion. Note that no Ti-rich phase can be identified on the Ti map.

CHARACTERIZATION OF MULTIPHASE INCLUSIONS IN STEEL WELDS 259

deconvolution and quantification of the (P)EELS spectra more precise for these elements.

EDS spectra on this type of sample were also acquired both in TEM and SEM from the same area. Figure 11(a) shows an EDS X-ray spectrum acquired on the same Ti-rich phase of Fig. 10 in TEM (spot size ≈ 10 nm). As can be seen, the proportion of X-rays generated outside the phase

of interest is considerable (C, Si, Fe, Ni from grid). Furthermore, the intensities of the peaks are very low. Figure 11(b) shows an X-ray spectrum of the same area, acquired this time in SEM. As for the one acquired in TEM, this spectrum has a large number of X-rays coming from neighbouring phases as well as low peak intensities (≈ 400 counts for a live time of 100 s). Moreover, for these

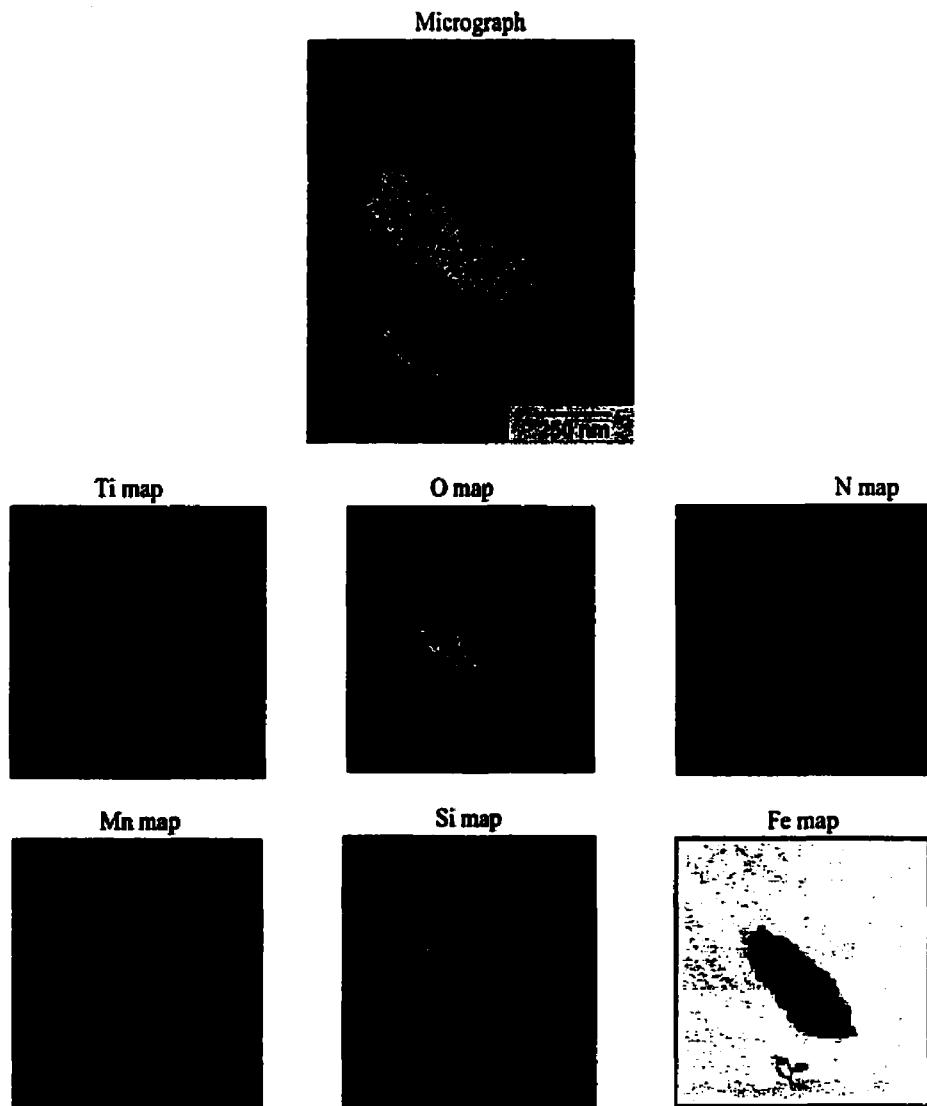


Fig. 10. PEELS intensity maps of an inclusion found in a sample prepared by ultramicrotomy (sample 3, Ti = 34 ppm).

samples, X-ray mapping is not useful (for normal dwell time = 30 ms) because the X-ray signal generated for these very thin samples is too weak. Therefore, longer dwell times in conjunction with an image drift correction program could prove useful in increasing the counting statistics.

Conclusions

The characterization of small multiphase inclusions found in many engineering materials as in low-alloyed steel welds ($0.1 \mu\text{m} \leq \Phi \leq 1 \mu\text{m}$) is a critical problem. A comparison of SEM and TEM coupled to EDS and (P)EELS and of two

sample preparation techniques (carbon extraction replicas and ultramicrotomy) were used to characterize in detail such inclusions. The main findings of our investigation can be summarized as follows.

1 The use of an SEM coupled to EDS for the characterization of small multiphase inclusions ($0.1 \mu\text{m} \leq \Phi \leq 1 \mu\text{m}$) showed that the spatial resolution of the EDS analysis is insufficient even at low accelerating voltages owing to multiple scattering that takes place in the inclusions, outside the boundaries of the phase of interest. However, the complexity of the chosen problem does not give full credit to the FEGSEM. Indeed, FEGSEM can prove very

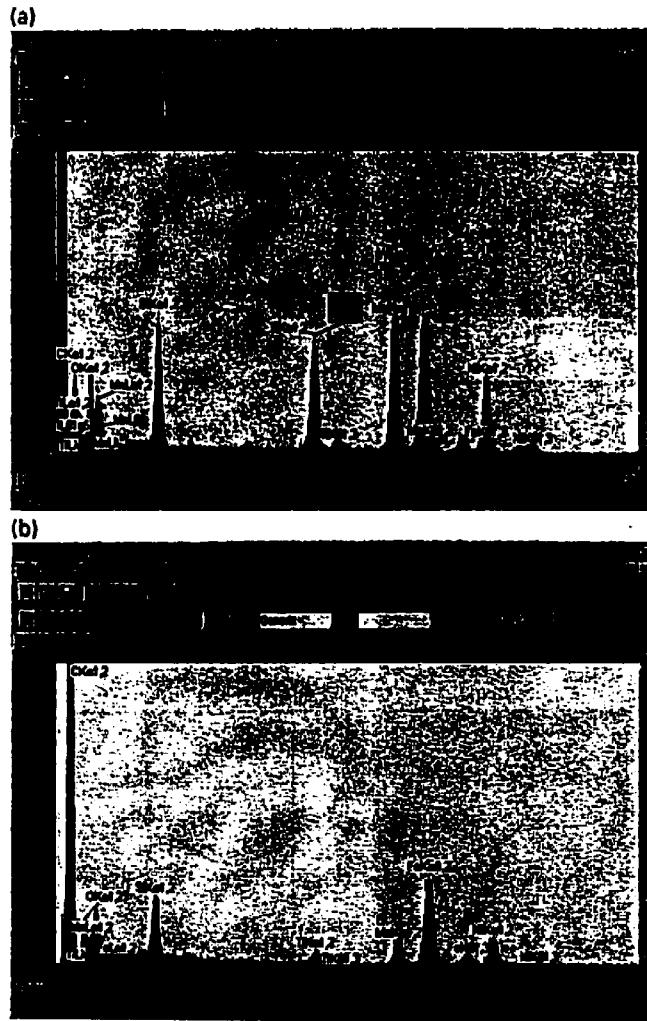


Fig. 11. (a) X-ray spectrum acquired in TEM in the Ti-rich area of Fig. 10 ($E_0 = 300 \text{ kV}$, $I = 0.1 \text{ nA}$). (b) X-ray spectrum acquired in SEM on the Ti-rich area of Fig. 10 ($E_0 = 15 \text{ kV}$, $I = 5 \text{ nA}$).

reliable for homogeneous inclusions in the same size range. There are also severe problems of deconvolution owing to the shape of the background in the low-energy end of the spectra. In addition, the improvement of spatial resolution requires us to use low accelerating voltages which necessitates working with L lines of transition elements which are often convoluted with K lines of light elements. This necessitates the use of robust deconvolution algorithms in conjunction with an X-ray detector having a high energy resolution such as a microcalorimeter. Finally, since not all the electron energy is lost in the sample, the available matrix correction programs become unusable.

2 TEM, because of its higher spatial resolution, presents an undeniable advantage. Even though the problem of electron scattering is similar to that in the SEM, there is the possibility of combining electron diffraction and EDS to identify unambiguously a particular phase. However, our results indicate that for the system of interest here, if the size of the phase is smaller than 100 nm and/or the crystal structures of plausible phases are too similar, this technique becomes qualitative.

3 Ultramicrotomy allowed us to obtain a homogeneous chemical volume through the entire thickness of the sample. This did not prove very helpful when using EDS for chemistry assessment owing to the fact that the X-ray signal is very low, leading to poor counting statistics unless long collection times and image drift correction are used. In addition, the convolution problem in the low-energy end of the spectra remains the same. However, for samples prepared via ultramicrotomy, the deconvolution of the low energy peaks could be helped by using the K and L lines of the transition metals using suitable standards also prepared by ultramicrotomy.

4 (P)EELS spectrum imaging on samples prepared by ultramicrotomy clearly proved to be the most powerful characterization technique for inclusions or phases below 100 nm in size. Indeed, owing to its higher spatial resolution than TEM + EDS it allowed the quantitative characterization of phases as small as 50 nm. Furthermore, (P)EELS spectrum imaging combined with ultramicrotomy allows the acquisition of maps with quantitative data about the spatial distribution of the elemental concentrations. Finally, it allows us to circumvent the problems of phase superposition, size and crystal structure similarities.

5 This latter technique will allow us to correctly identify the phases present on the periphery of inclusions found in weldments of the Ti-N series. Therefore, it is believed that using this technique it will be possible to verify whether the amount of acicular ferrite in the microstructure is related to a particular phase.

Acknowledgments

We would like to thank Dr Glyn M. Evans of Air Liquide,

Zurich, Switzerland, for providing the samples used in this research and Mr René Veillette for preparing them.

References

- Abson, D.J. (1989) Inclusions non métalliques dans le métal fondu en acier ferritique. Étude bibliographique. *Le Soudage dans le Monde*, 27, 77-101.
- Abson, D.J. & Pargeter, R.J. (1986) Factors influencing as-deposited strength, microstructure, and toughness of manual metal and arc welds suitable for C-Mn steel fabrications. *Int. Metal Rev.* 31, 141-194.
- Barreto, M.P., Veillette, R. & L'Espérance, G. (1995) Development and application of a dry ultramicrotomy technique for the preparation of galvanized sheet coatings. *Microsc. Res. Tech.* 31, 293-299.
- Bhatti, A.R., Saggese, M.E., Hawkins, J.A., Whitman, J.A. & Golding, M.S. (1984) Analysis of inclusions in submerged arc welding in microalloyed steels. *Weld. J. Res. (Suppl.)*, July, 224S-230S.
- Blais, C. (1995) Développement de méthodes pour la caractérisation d'inclusions. MSc thesis, École Polytechnique de Montréal, Canada.
- Botton, G.A. (1992) Caractérisation des mécanismes de croissance de la phase $MgAl_2O_4$ dans le composite Al-Mg renforcé avec Al_2O_3 . PhD thesis, École Polytechnique de Montréal, Canada.
- Botton, G.A. & L'Espérance, G. (1994) Development, quantitative performance and applications of a parallel electron energy-loss spectrum imaging system. *J. Microsc.* 173, 9-25.
- Court, S.A. & Pollard, G. (1989) Inclusion chemistry and morphology in shielded metal arc (SMA) steel weld deposits. *Metallurgy*, 22, 219-243.
- Crozier, P.A. (1995) Quantitative elemental mapping of materials by energy filtered imaging. *Ultramicroscopy*, 58, 157-174.
- Dowling, J.M., Corbett, J.M. & Kerr, H.W. (1986) Inclusion phases and nucleation of acicular ferrite in submerged arc welds in high strength low alloy steels. *Metall. Trans. A*, 17A, 1611-1623.
- Drouin, D., Hovington, P., Gauvin, R. & Beauvais, J. (1996) How to Get the Most of a SEM Using the Casino Monte Carlo Program. *Proc. 54th Annual Conference of the Microscopy Society of America*.
- Egerton, R.F. & Crozier, P.A. (1988) Use of Fourier techniques in EELS. *Scanning Microsc. Suppl.* 2, 245.
- Es-Souni, M., Beavenand, P.A. & Evans, G.M. (1991) Microstructure and mechanical properties of Cu-bearing shielded metal arc C-Mn weld metal. *Weld. J. Res. (Suppl.)*, March, 80-S-90-S.
- Evans, G.M. (1986) Effects of sulfur and phosphorus on microstructure and properties of C-Mn all-weld metal deposits. *Metal Constr. October*, 631R-636R.
- Evans, G.M. (1996) Microstructure and properties of ferritic steel welds containing Ti and B. *Weld. J. Res. (Suppl.)*, August, 251-S-260-S.
- Fox, A.G. & Brothers, D.G. (1995) The role of titanium in the non-metallic inclusions which nucleate acicular ferrite in the submerged arc weld (SAW) fusion zones of navy HY-100 steel. *Welding Struct.* 32, 1061-1066.
- Gauvin, R., Drouin, D. & Hovington, P. (1995) Simulation of X-ray and backscattered SEM images. *Proc. 29th Annual Conference of the Microbeam Analysis Society*.

- Gauvin, R., Drouin, D. & Hovington, P. (1996) Energy filtered electron backscattering images of 10-nm NbC and AlN precipitates in steels computed by monte carlo simulations. *Proc. 54th Annual Conference of the Microscopy Society of America*, Glanville, S.R. (1995) Ultramicrotomy of semiconductors and related materials. *Microsc. Res. Tech.* 31, 275-284.
- Hofer, E., Warbichler, P. & Grogger, W. (1995) Imaging of nanometer-sized precipitates in solids by electron spectroscopic imaging. *Ultramicroscopy* 59, 15-31.
- ICDD (1995) PC-PDF version 2.16. International Center for Diffraction Data, Newton Square, PA, U.S.A.
- Johnson, D.W. & Spence, J.C.H. (1974) Determination of the single-scattering probability distribution from plural scattering data. *J. Phys. D*, 7, 771-780.
- Keville, B.R. (1983) Preliminary observations of the type, shape and distribution of inclusions found in submerged arc weldments. *Weld. J. Res. (Suppl.)*, September, 253-S-260-S.
- Leapman, R.D. & Swyt, C.R. (1981) Electron energy-loss spectroscopy under conditions of plural scattering. *Analytical Electron Microscopy - 1981* (ed. by R. H. Geiss), pp. 164-172. San Francisco Press, San Francisco.
- L'Espérance, G., L'Ecuyer, J., Simard, A., Barreto, M.P. & Botton, G.A. (1992) Analytical electron microscopy of galvanneal coatings. *2nd Int. Conf. on Zinc Alloy Coated Steel Sheet*.
- Malchère, A. & Gaffet, E. (1994) TEM thin foils of mechanically alloyed powders prepared by ultramicrotomy. *Proc. Int. Conf. Electron Microscopy - ICEM*.
- McMahon, G. & Mallis, T. (1995) Ultramicrotomy of nanocrystalline materials. *Microsc. Res. Tech.* 31, 267-274.
- Mills, A.R., Thewlis, G. & Whiteman, J.A. (1987) Nature of inclusions in steel weld metals and their influence on formation of acicular ferrite. *Mater. Sci. Tech.*, 3, 1051-1061.
- Oh, D.W., Olson, D.L. & Frost, R.H. (1990) The influence of boron and titanium on low-carbon steel weld metal. *Weld. J. Res. (Suppl.)*, April, 151-S-158-S.
- Stacham, P.J. (1981) X-ray microanalysis with Si (Li) detectors. *J. Microsc.* 123, 1-23.
- St-Laurent, S. & L'Espérance, G. (1992a) Effects of chemistry, density and size distribution of inclusions on the nucleation of acicular ferrite in C-Mn steel shielded-metal-arc-welding weldments. *Mater. Sci. Eng. A* 149, 203-216.
- St-Laurent, S. & L'Espérance, G. (1992b) Effect of nitrogen, boron and titanium on the microstructure and the toughness of c-mn weld deposits. *International Trends in Welding Science and Technology* pp. 355-359. American Society for Metals, Metals Park, OH.
- Terashima, H. & Hart, P.H. (1984) Effect of aluminum on C-Mn-Nb steel submerged arc weld metal properties. *Weld. J. Res. (Suppl.)*, June, 173-S-183-S.
- Thewlis, G. (1989) Pipeline welds-effects of pipe material and consumable composition. 2. Discussion and conclusions. *Joining Mater.* 2, 125-129.
- Thewlis, G. (1994) Transformation kinetics of ferrous weld metals. *Mater. Sci. Tech.* 10.
- Tremblay, S. (1995) Optimisation de paramètres expérimentaux et analytique en imagerie par spectrométrie des pertes d'énergie des électrons transmis. MS thesis, École Polytechnique de Montréal, Canada.
- Tremblay, S., Baril, E., St-Pierre, E., Ronaldi, J. & L'Espérance, G. (1996) Integrated microscopy: from design philosophy to applications. *Proc. 54th Annual Conference of the Microscopy Society of America*.
- Wellman, D.A., Hilton, G.C., Irwin, K.D. & Martinis, J.M. (1996) EDS X-ray microcalorimeter with 13 eV energy resolution. *Proc. 54th Annual Conference of the Microscopy Society of America*.

ANNEXE V

Article intitulé:

CHARACTERIZATION OF THE MACHINABILITY OF SINTERED STEELS DURING DRILLING OPERATIONS

Accepté pour publication dans le journal avec comité de lecture:

Powder Metallurgy

CHARACTERIZATION OF THE MACHINABILITY OF SINTERED STEELS DURING DRILLING OPERATIONS

Carl Blais*, Gilles L'Espérance*†, Isabelle Bourgeois†

* Domfer Metal Powders Ltd., 6090, Newman Blvd., LaSalle, (Québec), Canada, H8N 2S3

† Center for Characterization and Microscopy of Materials, (CM)², École Polytechnique de Montréal, P.O. Box 6079, Station "Centre Ville", Montréal, (Québec), Canada, H3C 3A7

KEY WORDS

Powder metallurgy, machinability, drilling, characterization, sinter-hardening, free-machining, MnS, pre-alloyed, admixed.

ABSTRACT

This study deals with the quantitative evaluation of the machinability of sintered steels during drilling operations. A characterization technique using scanning electron microscopy and image analysis was developed to characterize quantitatively the amount of flank wear on drill bits. It was shown experimentally using a drilling test bench that the evolution of flank wear was proportional to the rate of variation of the thrust force as measured during drilling. Thus, the results show that the slope of the linear region measured on the curve of the thrust force vs. the amount of material removed is a more accurate criterion to characterize the machinability of P/M products than the average thrust force which is often suggested in the literature. Furthermore, the effect of the technique used to add MnS to P/M powders was investigated. Quantitative characterization of machinability during drilling operations showed that parts made with steel powders of the type FC-0208+0.5%-wt. MnS machine better when the manganese sulfide particles are pre-alloyed rather than admixed. Finally, machinability of parts made with two sinter-hardening powders was characterized including a pre-alloyed MnS powder. The results showed that the "drillability" of this type of part is improved when they are in the pre-sintered state rather than when they are in the green state i.e. unsintered. Moreover, parts made with the sinter-hardening powder pre-alloyed with manganese sulfide particles (MnS) showed superior machinability characteristics.

INTRODUCTION

Powder metallurgy (P/M) is a near net shape process that requires little secondary operations. Indeed, this process generally allows for the complete production of complex parts without using secondary shaping operations. Yet, features such as holes in the direction perpendicular to the pressing axis, undercuts and threading necessitate the use of machining operations.¹ Unfortunately, parts made via the powder metallurgy process generally show poor machinability characteristics as compared to wrought steels.² The inferior machinability of P/M parts is usually attributed to one or more of these three factors:

- Interrupted cut (due to the presence of porosity)^{3,4}
- Poor thermal conductivity (due to the presence of porosity)⁵
- Presence of hard particles⁶

Nevertheless, the important advantages of the powder metallurgy process in terms of production cost and productivity put forward the necessity to increase the machinability performances of steel powders. Thus, machinability enhancing materials such as sulfur⁷, manganese sulfide (MnS),^{8,9,10,11,12,13,14} molybdenum disulfide (MoS₂),^{7,13,14} enstatite (MgSiO₃),¹⁵ boron nitride (BN)¹⁶ and free graphite^{17,18,19} have been added to powder mixes to increase the machinability of P/M parts. Although a large amount of work has been done on increasing the machinability of steel powders, little efforts have been made in improving the means of characterizing machinability. This is due, in part, to the difficulty of agreeing on a proper definition for machinability. Indeed, machinability is often referred to as a measure of the ease with which a material can be cut.¹³ This definition reaches its full meaning only when the criterion that was used to characterize machinability is specified. In this regard, the criteria most often proposed in the literature are: productivity, rate of material removal, tool life, dimensional tolerances, chip formation and quality of surface finish. Thus, a unique definition of machinability cannot exist since it appears that there is no unique criterion to define it. Furthermore, machinability characteristics are linked to the machining process used. Indeed, the machinability behavior of a material is often completely different in turning operations as compared to drilling operations. This is mainly due to differences in strain and plastic flow of the material in the surroundings of the tool. Therefore, as was suggested in a recent paper, "The P/M industry uses a wide range of metal removal methods that cannot be represented by a single machinability test".²⁰ In other words, there is no universal method to characterize machinability quantitatively. Thus, as was the case 100 years ago with the machining of wrought steels, the P/M industry will have to build its own machinability charts for different parameters such as : machining operation, powder chemistry, sintering conditions (green, pre-sintered, fully sintered) part density, tool material, tool size, tool speed, tool feed, etc.

The first and probably most important aspect in the elaboration of machinability charts is to identify an accurate and reproducible approach to quantitatively characterize machinability in different machining operations. This is the subject of this paper. Drilling was selected to conduct our research, as it is one of the secondary operations most frequently performed in the P/M industry.¹³ This article presents a characterization technique based on measurements taken from a drilling test bench. Tool wear characterization using advanced image analysis will be shown to certify of the robustness of the technique. Finally, examples of the characterization of the drilling behavior for two P/M metallurgical systems are presented. The metallurgical systems chosen are namely a comparison of the drilling performance of 1) Parts made with pre-alloyed MnS vs. parts made with admixed MnS and 2) Sinter-hardened parts machined in the green state vs. the pre-sintered state.

DRILLABILITY CHARACTERIZATION

The main difficulty in characterizing machinability is to identify an accurate and meaningful test method. The machinability tests most frequently found in the P/M literature are: tool life tests,^{21,22,23,24,25,26} tool wear tests,^{27,28,29,30} cutting force tests^{31,32,33} and surface finish tests.³⁴ Tool life tests are certainly the most interesting since the results are straightforward and require little processing. The main disadvantage of these tests is that they are time consuming especially in cases where they are used to optimize machinability. For example, drilling of a resulfurized steel can require hundreds of holes before signs of tool failure can be detected. Similar conclusions can be reached with the tool wear test where the amount of wear needs to be measured a number of times during the tests. The tools have to be characterized frequently with a microscope to evaluate the amount of wear after a certain quantity of material has been cut. Furthermore, this practice introduces a bias due to thermal cycling that takes place as the tool is cooled down each time the tests is interrupted for microscopical characterization. The tests based on measurements of the cutting forces rely on the assumption that machinability increases as the cutting forces decrease for given cutting conditions. It consists of making an arithmetic mean of the forces measured while cutting a certain quantity of material. As in the case of the surface finish tests, these tests are used mostly as a screening process to identify qualitatively the best materials and/or parameters to improve machinability.

The results that can be obtained with the tests presented above are strongly influenced by tool wear. Thus, if it was possible to evaluate the rate of tool wear while performing a machining operation, it would be possible to assess quantitatively the machinability performance of different metallurgical systems and compare the results to identify the most favorable machining parameters and/or optimum powder chemistry. Furthermore, the time required to characterize the machinability could be substantially reduced since the microscopical characterization would no longer be required. The difficulty of this task is to identify a measurable parameter that varies proportionally with tool wear. Indeed, tool wear is a complex phenomenon that can be explained using

several wear mechanisms. Among the most important are: abrasion wear, adhesion wear, diffusion wear and heat deformation. The effects of these wear mechanisms on tool geometry are summarized in figure 1.

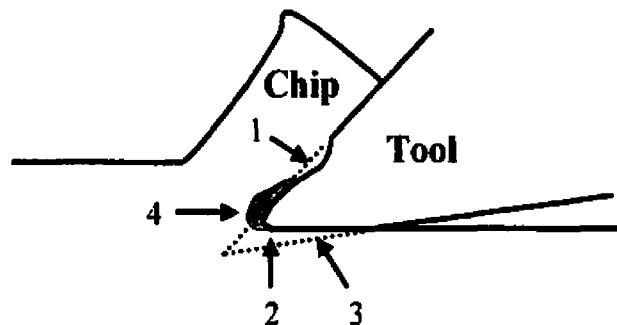


Figure 1 Schematic representation of the effect of tool wear on tool geometry. 1) Crater wear, 2) Cutting edge wear, 3) Flank wear, 4) Built-up edge.

Among the effect of tool wear, the most important is flank wear. Indeed, flank wear is the best measure of tool wear³⁵ and is the parameter most often used in machine shops to qualitatively evaluate tool life. Furthermore, flank wear is the only wear effect that can be tolerated when machining a work piece because it is the only one that can be predicted. The effect of the evolution of flank wear during machining is presented in figure 2. Figure 2a) shows a schematic representation of the forces acting on a new tool. As the tool wears and the flank surface gets larger, the friction between the work piece and the tool increases. Since the friction force increases as the real surface of contact increases,³⁶ the augmentation of the friction force should be correlated to that of the flank wear surface. Thus, as the flank wear surface gets larger, the cutting forces should increase. Furthermore, Shaw³⁰ has shown that the horizontal force F_H is proportional to the vertical force F_V . Thus, as the horizontal force increases due to the addition of the friction force to the original horizontal force ($F_H' = F_H + F_F$) the vertical force F_V should increase proportionally. Therefore, the measurement of the rate of variation of the thrust force as a function of material removed should be an accurate parameter to monitor the evolution of flank wear during drilling.

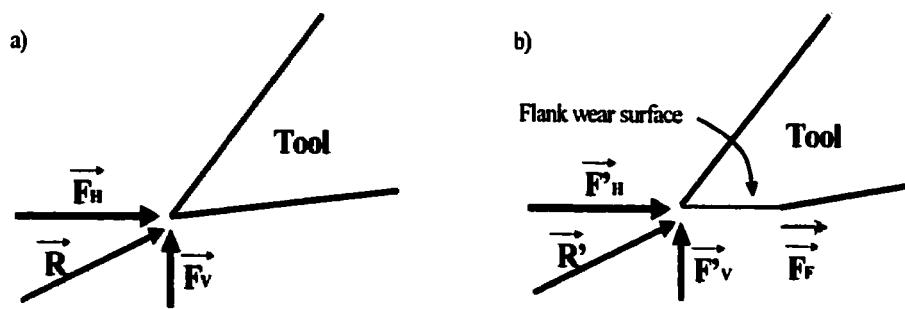


Figure 2 Schematic representation of the forces acting on the tool. a) Forces acting on a new tool. b) Forces acting on a worn tool. As the tool wears, the flank wear surface increases leading to an increase of the friction between the work piece and the tool.

In order to characterize quantitatively the machinability of sintered steels and optimize the cutting parameters during drilling operations, a drilling test bench was developed. Figure 3 presents a schematic representation of the test bench that was used in this study.

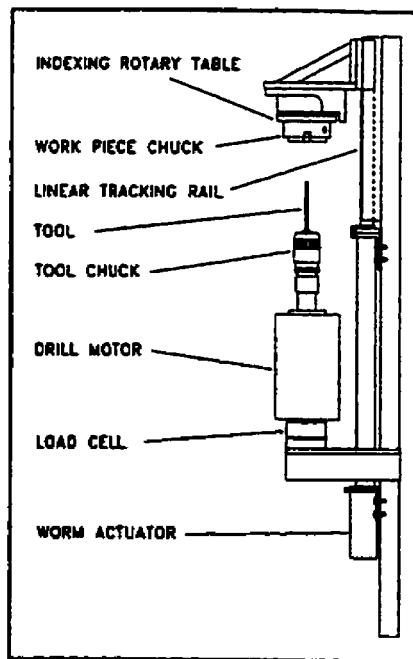


Figure 3 Schematic representation of the drilling bench used in this study.³⁷

The bench resembles an upside-down drill press where the work piece to be drilled is fed to a stationary drill. This design allows for better chip evacuation and maintains a constant compression state on the load cell that is located underneath the drill motor. The work piece is fixed in a three-jaw chuck installed on an indexable table. This feature combined with the possibility of adjusting the assembly to provide off-center position between the work piece and the tool permits automatic drilling of numerous holes arranged in a circle as the work piece is rotated after each hole. The entire unit is managed by a programmable logical controller (PLC) linked to a computer. Drilling parameters such as feed rate and rotational speed can be modified through the computer which also records and processes the data collected. The variables that can be measured by the system are: thrust force from the load cell, position of the work piece relative to the tool, feed rate, rotating speed and electrical power requirements of the drill motor. The bench was designed to measure the thrust force every 1 ms which yields a very precise characterization of the evolution of the thrust force while a hole is being drilled. The interface of the software used to control the bench is MS-Windows compatible that allows for easy data processing as well as efficient report generation.

The data recorded by the load cell can be easily processed to create a graph of the thrust force as a function of the amount of material removed. Figure 4a) shows a typical "drillability curve" obtained with the drilling test bench presented in figure 3. Figure 4b) shows the three different regimes that are generally observed in a drillability curve. The first stage is the running-in wear that corresponds to the initial fast wear of the tool. This stage is rapidly followed by a permanent regime that is linear and is called the stationary wear. Based on the theoretical analysis presented above, the rate of variation of the second stage should be proportional to the rate of increase of the flank wear on the tool. In other words, there should be a direct correlation between the measure of the slope of the linear region of the drillability curve and the flank wear surface on the tool. The last stage is characterized by a steep increase of the thrust force and corresponds to the critical wear stage that generally precedes tool failure. It can also be seen in figure 4b) that another parameter can be measured by extrapolating the linear section of the curve onto the y-axis to measure the y-axis intercept. This value is called the "hole zero" thrust force and it has often been used in the literature to represent the inherent resistance to drilling of the work piece material when it is free from the influence of drill wear.³⁷

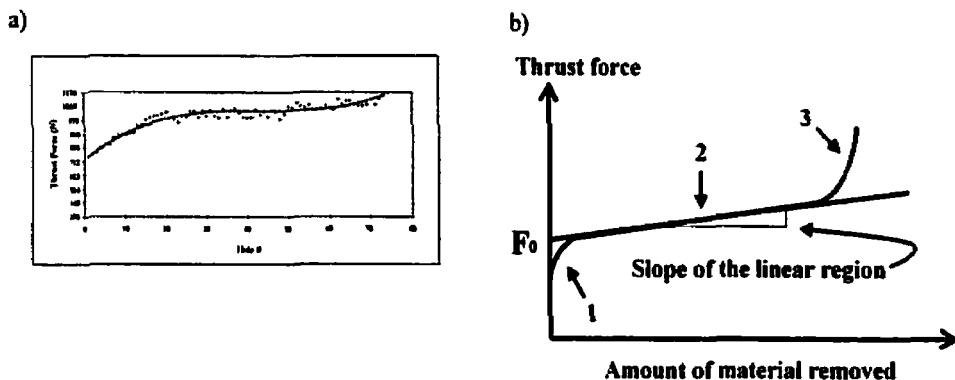


Figure 4 Examples of drillability curves. a) Typical graph of the thrust force as a function of the amount of material removed. b) Schematic representation of a drillability curve showing the three distinct regimes which are generally observed as well as the parameters that are measured to evaluate drillability (F_0 and the slope of the linear region). 1 = Running-in wear, 2 = Stationary wear, 3 = Critical wear.

The theory presented above predicts that by using a drilling test bench to acquire drilling curves and by measuring the slope of the linear region on the curve of the thrust force as a function of material removed, it should be possible to monitor quantitatively the variation of the tool flank wear. The latter appears to be a preferable criterion for the characterization of sintered steel parts during drilling operations over the use of the "hole zero" thrust force. In order to confirm this, the quantitative characterization of the flank wear of tools was performed. The following section describes the technique developed to characterize the flank wear surface on drill bits.

MICROSCOPICAL CHARACTERIZATION

The characterization of flank wear on drill bits is not a straightforward task. Indeed, the geometry to the tool makes it difficult to acquire images that are in focus over the whole surface of the tip of the drill. Thus, the accurate characterization of the flank wear surface can be achieved more easily with a scanning electron microscope since its depth of field is 30 times higher than that of an optical microscope.³⁸ The next concerns are the measurements that have to be carried out to characterize quantitatively the flank wear surface on the drill bits. Generally, researchers have used average values of the width of the wear lands measured at different locations on both drill flanks.⁵ Others have tried to use image analysis operations to measure the flank wear surfaces by thresholding the gray level values of digitized images.^{37,39} Figure 5 summarizes the approaches generally used to characterize the flank wear of drill bits.

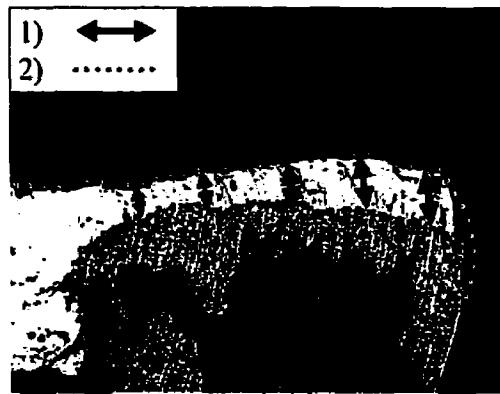


Figure 5 Examples of methods generally used to characterize flank wear on the surface of drill bits. 1) Averaging the width of the flank wear land with discrete measurements along the length of the lip. 2) Measurement of the flank wear surface using image analysis on digitized images.

Of the measurement techniques discussed above, the one using image analysis appears to be the most accurate as long as the image analyzer is properly calibrated for the size of the image and the magnification used. Furthermore, it is mandatory that the cutting lips of the drill are free of built-up edges. Built-up edges correspond to a heavily strained material from the work piece which adheres to the surface of the tool as the cutting action takes place (see figure 1). The presence of built-up edges leads to inaccurate results due to an over estimation of the width of the flank wear. Figure 6 shows an example of the presence of built-up edge on the cutting lips of a drill.

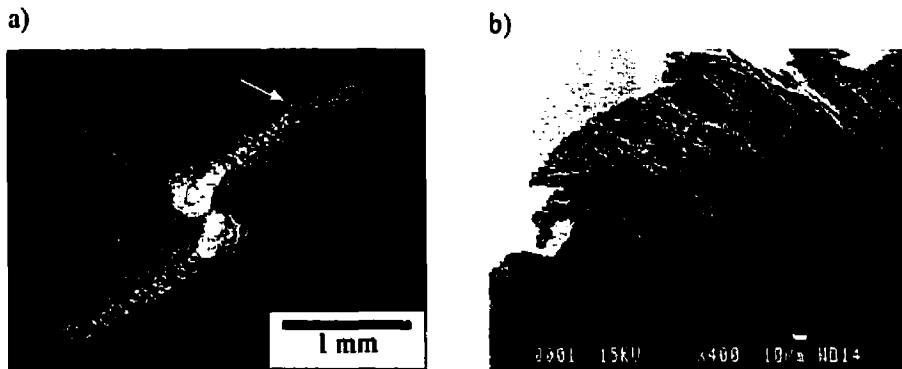


Figure 6 Example of the presence of built-up edges on the surface of the cutting lips of a drill bit. a) Low magnification micrograph of the tip of a drill showing areas with distinct built-up edges (see arrows). b) Higher magnification of one of the built-up edges arrowed in a) showing the layered structure typical of built-up edges.

The characterization technique developed in this study allows the elimination of the problem due to the presence of built-up edges by superimposing the image of the original tool (as received from the manufacturer) on the image taken after the tool has drilled a certain number of holes. Since tool wear leads to erosion of the surface of the drill, the areas outside the boundaries set by the outline of the original tool surface can only correspond to built-up edges. Therefore, by using advanced image analysis operations, the flank wear area can be accurately characterized by measuring the area which corresponds to the intersection between the surface of the original tool and that of the worn tool that is not a built-up edge. Figure 7 shows the main steps involved in the characterization technique developed.

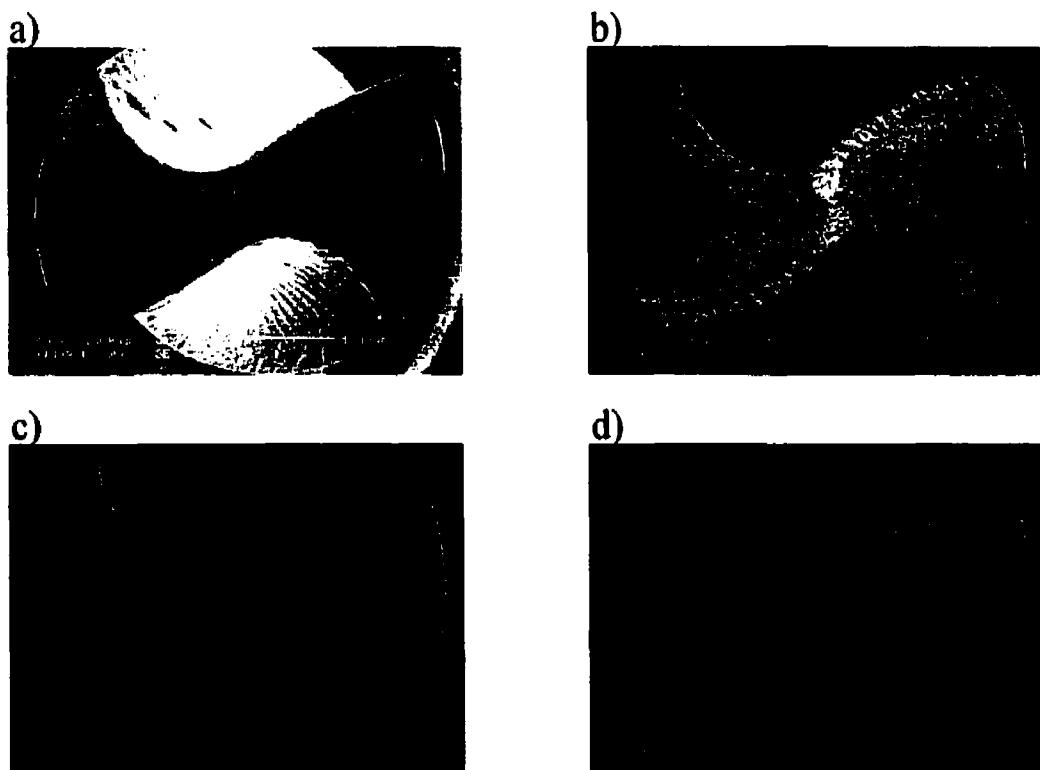


Figure 7 Main steps of the characterization technique developed to characterize quantitatively the flank wear surface on drill bits. a) digitized micrograph of the original tool with its surface thresholded (light red) using the image analyzer. b) Micrograph of the worn tool. c) Bit plane of the original surface of the tool used for superimposition over the surface of the worn tool. d) Results of the superimposition. The presence of a built-up edge can be clearly seen (arrow #1). The image analyzer is now ready to measure the surface that corresponds to the intersection between the red bit plane and the flank wear surface of the worn tool (arrow #2).

TOOL STANDARDIZATION

To characterize the machinability of a given work piece, the tools characteristics need to be kept constant. This is particularly important when a series of tests requires tool change. The standardization method used in this study is based on the one developed by de Rege *et al.*³⁷ which refers to a database generated by testing typically one hundred drill bits of the same model. Each tool is used to drill three holes in a slug of standard material (free machining steel AISI-12L14) and the average thrust force required to drill the three holes is recorded and used for statistical analysis. The drills that deviate by more than $\pm 1\sigma$ from the average force required to drill the three holes are discarded.

RELEVANCE OF THE "DRILLABILITY CURVE"

This section presents the results of the tests that were performed to evaluate the accuracy of using the slope of the linear region measured on the "drillability curve" as the criterion of choice to characterize machinability during drilling operations. Twelve series of steel bushings were prepared using different powder mixes where carbon and copper concentrations were intentionally varied. The base powder used was a resulfurized steel powder pre-alloyed with 0.5%-wt. of manganese sulfide particles (Domfer MP37). Table 1 presents the characteristics of the mixes used. The geometry of the bushings was: inner diameter: 20.6 mm (0.813 in.); outer diameter: 34.9 mm (1.375 in.); thickness: 9.5 mm (0.375 in.). All the samples were pressed to achieve a density of 6.8 g/cm³. The drilling parameters used were: drill diameter = 3.18 mm (0.125 in.), drill geometry = 118° conventional point, drill material = high speed steel (HSS), drill speed = 1600 rpm, drill feed = 0.02 mm/rev. (0.0008 in./rev.), type of holes = through holes.

Table 1 Composition of the mixes that were used to prepare samples for the identification of the most meaningful criteria for the characterization of machinability during drilling operations.

Sample	%Cu	%C
1	1.0	0.27
2	1.0	0.46
3	1.0	0.64
4	1.0	0.84
5	2.0	0.27
6	2.0	0.46
7	2.0	0.65
8	2.0	0.83
9	3.0	0.29
10	3.0	0.46
11	3.0	0.64
12	3.0	0.86

Figure 8 shows the results of the characterization of tool wear as measured using the microscopical characterization technique presented above. It should be noted that the drill bits used to characterize the samples with 0.8%-wt. carbon: 2.0%-wt. copper and 0.8%-wt. carbon: 3.0%-wt. copper failed after 63 and 23 holes respectively. Figure 9 presents the variation of the slope of the linear region as a function of the final chemistry of the sintered steel bushings. These values of the slope of the linear region were measured on the curves of the thrust force vs. the amount of material removed as recorded by the drilling test bench (ref. Figure 4). The dotted line in figure 9 corresponds to the case where tool failure was observed after only 23 holes. The low number of holes drilled did not provide a linear regime that was sufficiently long to obtain a precise value of the slope. As expected from the theoretical analysis described before, the values of the slope of the linear region vary similarly to those of the percentage of tool wear presented in figure 8. Indeed, by comparing figures 8 and 9, it can be seen that the variations are very small when the carbon concentration in the sample is below 0.5%-wt. of carbon. When the carbon content is above 0.5%, however, the values of the slope increase significantly and the effect of copper as a ferrite hardener can clearly be observed.

Figure 10 shows the variation of the average thrust force as a function of the final carbon and copper content of the samples. This criterion is often used in the P/M industry and important studies such as the one presented by Sanderow *et al.*³² use this approach to classify different steel powders with respect to their machinability. By comparing figures 8 and 10, it can be seen that the values of the average thrust force do not reflect the evolution of flank wear as the carbon and copper concentrations increase. Similar conclusions can be reached when "the zero hole thrust force value, F_0 " (figure 11) or the apparent hardness (figure 12) is used as criteria to characterize machinability.

As suspected initially, the slope of the linear region measured on the "drillability curve" is the most accurate parameter to monitor the evolution of flank wear as a function of material removal during drilling operations. Therefore, when characterizing the machinability of sintered steels, a criterion based on the slope of the linear region of the "drillability curve" should be used rather than to the average force measured during the tests.

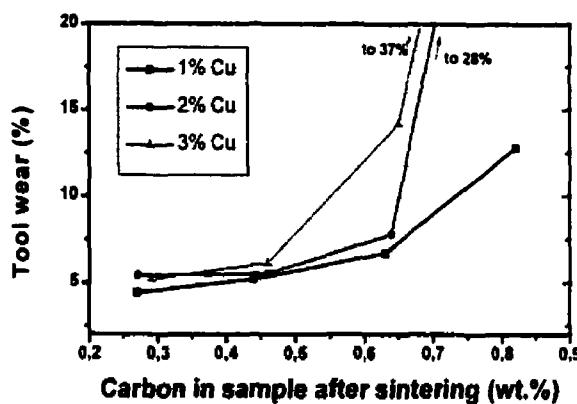


Figure 8 Evolution of drill flank wear as a function of final carbon content for three copper concentrations as measured with the microscopic technique described above.

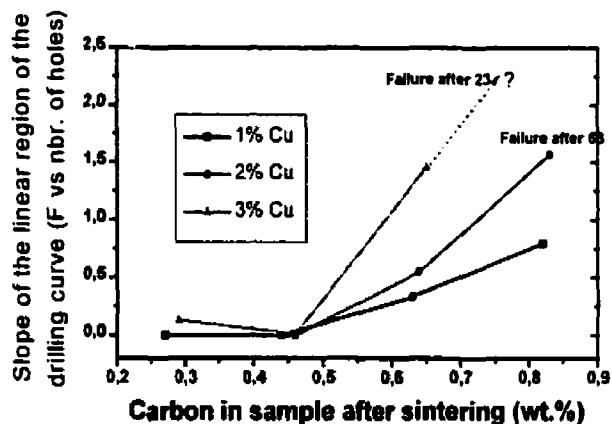


Figure 9 Variation of the slope of the linear region (measured on the curves of the thrust force vs. the amount of material removed while drilling) as a function of final carbon content for three copper concentrations. Comparing figures 8 and 9, the similarity of the variations of the different series of curves can be readily observed.

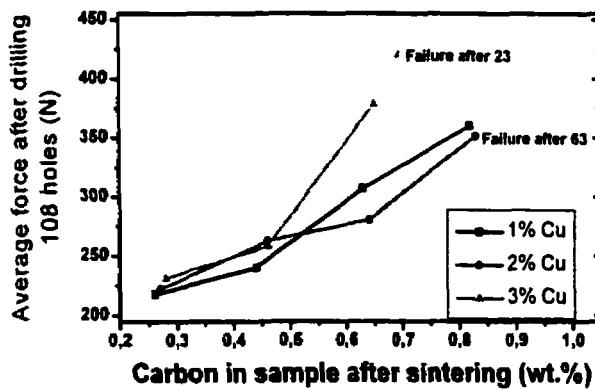


Figure 10 Curve of the average thrust force as a function of final carbon content for three copper concentrations in the steel bushings. The relationship between tool wear and the average thrust force is not as clear as it was for the slope of the linear region and tool wear.

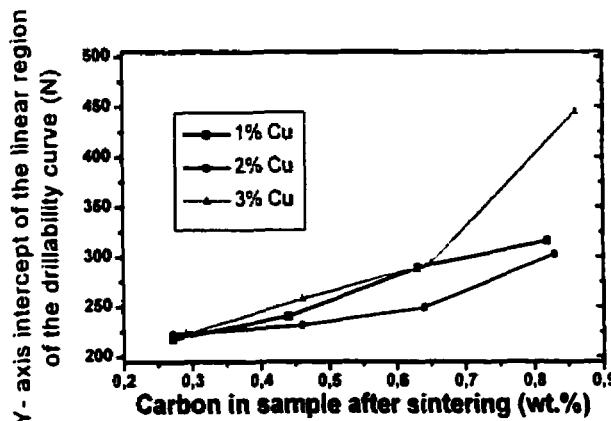


Figure 11 Variation of the values of the Y-axis intercept of the linear region of the drillability curve (F_0) as a function of carbon content for three copper concentrations.

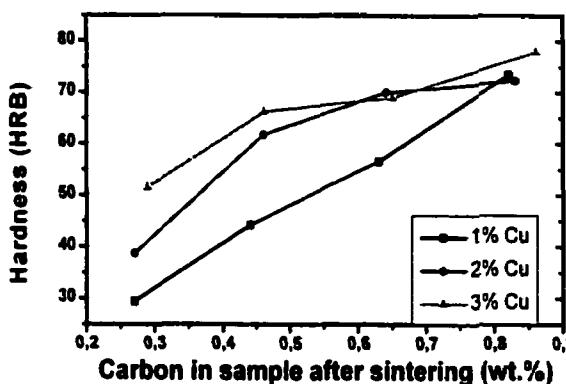


Figure 12

Curve of the values of the apparent hardness of the steel bushings as a function of carbon content for three copper concentrations. As was the case for figures 10 and 11, this criterion does not appear suitable for accurately characterizing the evolution of flank wear during drilling operations.

DRILLABILITY OF PARTS MADE WITH POWDERS CONTAINING MnS : PRE-ALLOYING vs. ADMIXING

Manganese sulfide (MnS) is the machinability enhancer most often used to improve the machinability of sintered steels. Its role is double, firstly, MnS particles act as stress concentrators in the primary shear zone; secondly, MnS acts as a lubricant at the chip/tool interface thus favoring chip flow on the tool (ref. figure 13). Nevertheless, there is no consensus on the best approach to add the MnS particles to steel powders. Basically two methods can be used. One is to pre-alloy the MnS particles by adding MnS in the liquid metal prior to the atomization, the other is to admix the MnS particles before pressing the parts. Contrary to admixed MnS particles, pre-alloyed particles are embedded in the volume of the steel particles before sintering. Therefore, they are always present where they are needed the most i.e. in the bulk of the steel not in or near the pores or necks.

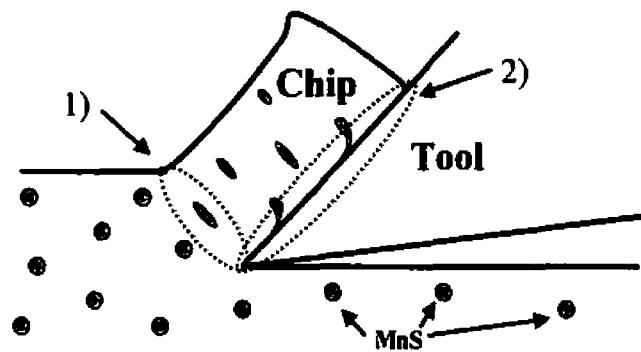


Figure 13 Mechanisms by which manganese sulfide (MnS) particles improve machinability: a) stress concentrators in the primary shear zone, b) lubricant at the chip/tool interface.

The effect of the method of MnS addition on the machinability of sintered steels was characterized quantitatively. Two series of samples were prepared. The first series was produced using a powder pre-alloyed with 0.5%-wt. MnS. The second series of samples was made of an unalloyed steel powder admixed with 0.5%-wt. MnS prior to pressing. Graphite was carefully adjusted so that each series of samples had a similar carbon content after sintering (\approx 0.65%-wt.) and 2.0%-wt. copper was added to each powder blend. The samples were sintered at 1121°C (2050°F) for 30 minutes in an atmosphere of dissociated ammonia. The dimensions of the bushings were identical to those presented above and the drilling parameters were: drill diameter = 3.18 mm (0.125 in.), drill geometry = 118° conventional point, drill material = high speed steel (HSS), drill speed = 1200 rpm, drill feed = 0.02 mm/rev. (0.0008 in./rev.), type of holes = through holes.

Figure 14 shows the "drillability curves" recorded during drilling 108 holes for each set of samples. The slope of the linear region of the curve corresponding to the samples that were admixed with MnS particles is much larger than that of the blend made with a powder pre-alloyed with MnS. Thus, based on the results of figure 14 and the discussion of the previous sections, MnS pre-alloying is a more efficient technique in improving machinability than MnS admixing.

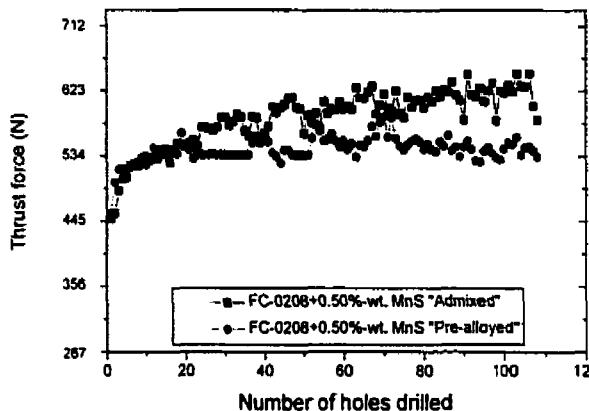


Figure 14 Effect of the MnS addition technique on the drillability of two FC-0208 + 0.5%-wt. MnS. a) Pre-alloyed MnS, b) admixed MnS particles.

In situ characterization of chip formation during drilling was performed to understand why pre-alloyed MnS particles are better machinability enhancers than admixed MnS. The drilling bench was used to initiate a hole in a part taken from the each set of samples. Once the tool had traveled approximately half the thickness of the bushing, the drill was stopped using the emergency button. Epoxy resin was then poured over the hole with the drill bit in it to prevent any further movement of the tool in the hole. After hardening of the epoxy resin, the assembly was removed from the bench and by comparison with a reference drill bit, the orientation of the cutting edges of the tool in the bushing was determined. Then, the shank of the drill was cut using a diamond saw and only the section of the bushing that contained the tool tip was kept and mounted in bakelite. Knowing the orientation of the cutting edges of the drill bit, the mounted samples were polished along a plane perpendicular to these edges to reveal the interface between the chip and the tool. Precision polishing was performed using 1 μm diamond suspension and characterization was performed using a scanning electron microscope. Figure 15 presents micrographs taken from each sample. In order to compare the effect of MnS particles on the formation of chips during drilling, a third sample free of MnS particles was prepared. Figure 15a) shows the micrograph of a typical FC-0208 mix (2%-wt. Cu; 0.8%-wt. C) which did not contain MnS. The absence of second phase particles in the primary shear zone prevents the formation of cracks that result in an increase of the force necessary to form the chips. Figure 15b) presents an example of chip formation in the FC-0208 + 0.5%wt. admixed with MnS. Arrows point to MnS particles. It can be seen that the MnS particles are plastically deformed along the primary shear zone. On the other hand, they do not appear to initiate cracks that would improve machinability by promoting the formation of small chips. Figure 15c) shows a micrograph of the samples that was pre-alloyed with 0.5%-wt. MnS. As was the case for the admixed particles, the pre-alloyed MnS particles are extensively deformed along the axis of the primary shear plane. The main difference between micrographs 15b) and 15c) is that the pre-alloyed particles promote the formation of cracks in the primary shear

zones (see arrows in figure 15c) leading to a better chip formation and reduced forces on the tool.

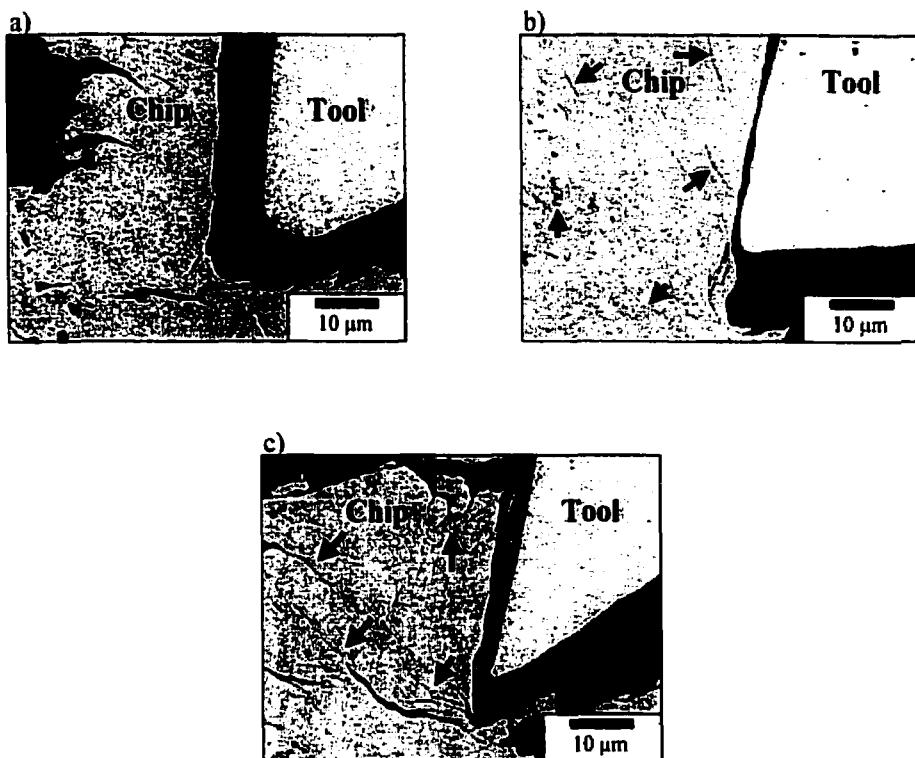


Figure 15 In situ characterization of the effect of the MnS addition technique on chip formation during drilling. a) FC-0208 without MnS added. b) FC-0208 + 0.5%-wt. admixed MnS. c) FC-0208 + 0.5%-wt. pre-alloyed MnS.

DRILLABILITY OF GREEN VS. PRE-SINTERED PARTS

This section presents an example of the use of drillability curves to characterize the machinability in drilling of sinter-hardening materials. Sinter-hardening powders were developed to eliminate heat treating of P/M parts after sintering. Thus, by controlling adequately the cooling rate of the sintering furnace, martensitic and/or duplex microstructures can be obtained.⁴⁰ The latter phases are well known to be hard and difficult to machine. In order to increase the machinability of parts made with those powders, drilling of unsintered (green) as well as partially sintered (pre-sintered) parts

was performed. The green state refers to a part in the as-pressed condition. The structural integrity of a green part is due to mechanical interlocking of the powder particles during pressing. Pre-sintering corresponds to an incomplete sintering operation. It permits the formation of small necks between neighboring powder particles that increase the strength of a part compared to that of a green part. The sinter-hardening powders that were used in this study were Domfer's MP 52 and MP 52FM. Their chemical composition is given in table 2. The main difference between the two powders is that MP52FM is pre-alloyed with MnS particles which confer better machining characteristics. The powder mixes were prepared by adding 2.0%-wt of copper and 0.8%-wt of graphite so that the final compositions were identical. Bushings with the same geometry to those in the previous section were pressed to achieve a density of 6.8g/cm³. Pre-sintering was done at a temperature of 871°C (1600°F) for twenty minutes in an atmosphere of dissociated ammonia. The drilling parameters selected were: drill diameter = 3.18 mm (0.125 in.), drill geometry = 118° conventional point, drill material = high speed steel (HSS), drill speed = 1600 rpm, drill feed = 0.02 mm/rev. (0.0008 in./rev.), type of holes = through holes.

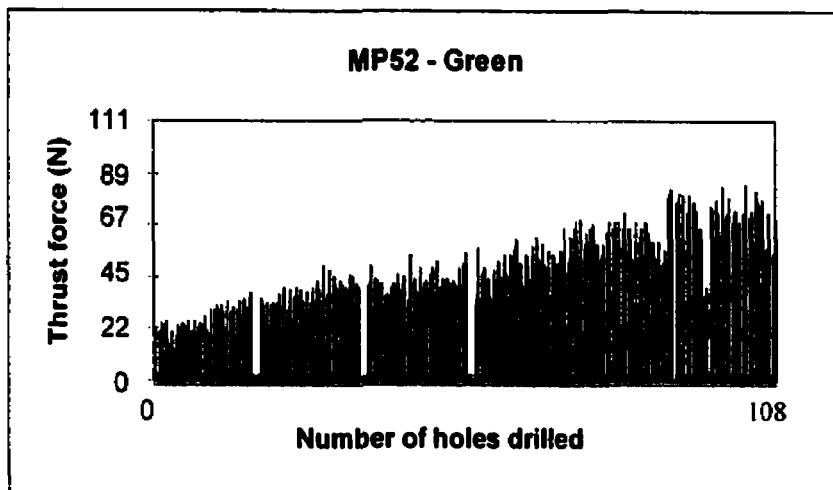
Table 2 Chemical composition of the two grades of sinter-hardening powders used in this study.

	S (wt.%)	O (wt.%)	Mn (wt.%)	Ni (wt.%)	Mo (wt.%)	Fe (wt.%)
MP 52	0.015	0.25	0.40	0.48	0.72	Balance
MP 52FM (0.5%-wt. pre- alloyed MnS)	0.250	0.26	0.70	0.47	0.71	Balance

Figures 16 and 17 show the "drillability curves" of the MP 52 and MP 52FM powders respectively in the green and pre-sintered states. The slopes of the linear region measured on the curves recorded when drilling the green parts are much steeper (fig. 16a and 17a) than in the case where the parts were partially sintered (fig. 16b and 17b). Thus, characterization of the "drillability" of these powders based on the criterion of the slope of the linear curve, as discussed in this paper, indicates that drilling in the pre-sintered state leads to lower tool wear than in the green state. On the other hand, if the criterion of the average thrust force was used, the opposite conclusions would be reached i.e. drilling of green parts should be easier than pre-sintered ones. The answer is given by figures 18 and 19 that show micrographs of the tools used to drill 108 holes for each of the four sets of samples. As can be seen for both MP52 and MP52FM, the tools that were used to drill the pre-sintered samples show a much smaller flank wear than the ones used to drill the green samples. Furthermore, as expected from the values of the slopes of each series, the MP 52FM series in the pre-sintered state generated less tool wear than that of samples of MP 52 under the same conditions. This can be attributed to the effect of the presence of pre-alloyed MnS particles in MP 52FM. This example clearly shows that the evaluation of

machinability during drilling operations can be quantitatively characterized when the slope of the linear region measured on the "drillability curve" is used instead of the average of the thrust force.

a)



b)

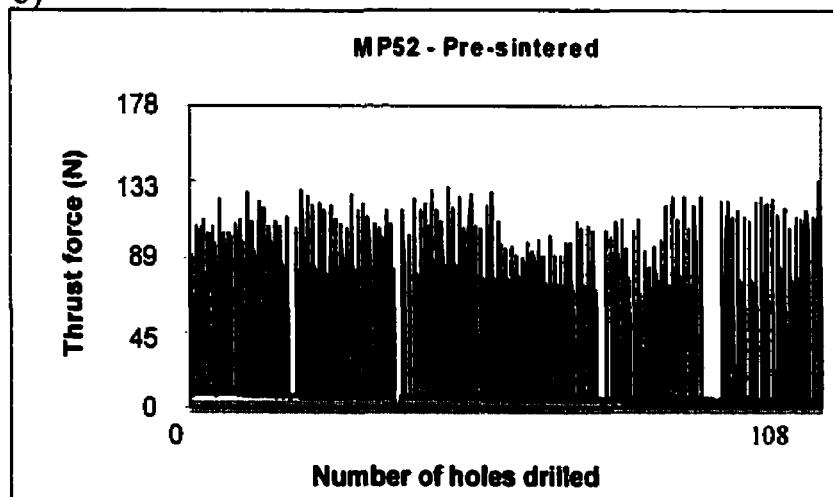


Figure 16 "Drillability curve" of a sinter-hardening powder (MP 52). a) curve obtained during drilling unsintered (green) samples, b) curve obtained for pre-sintered samples.

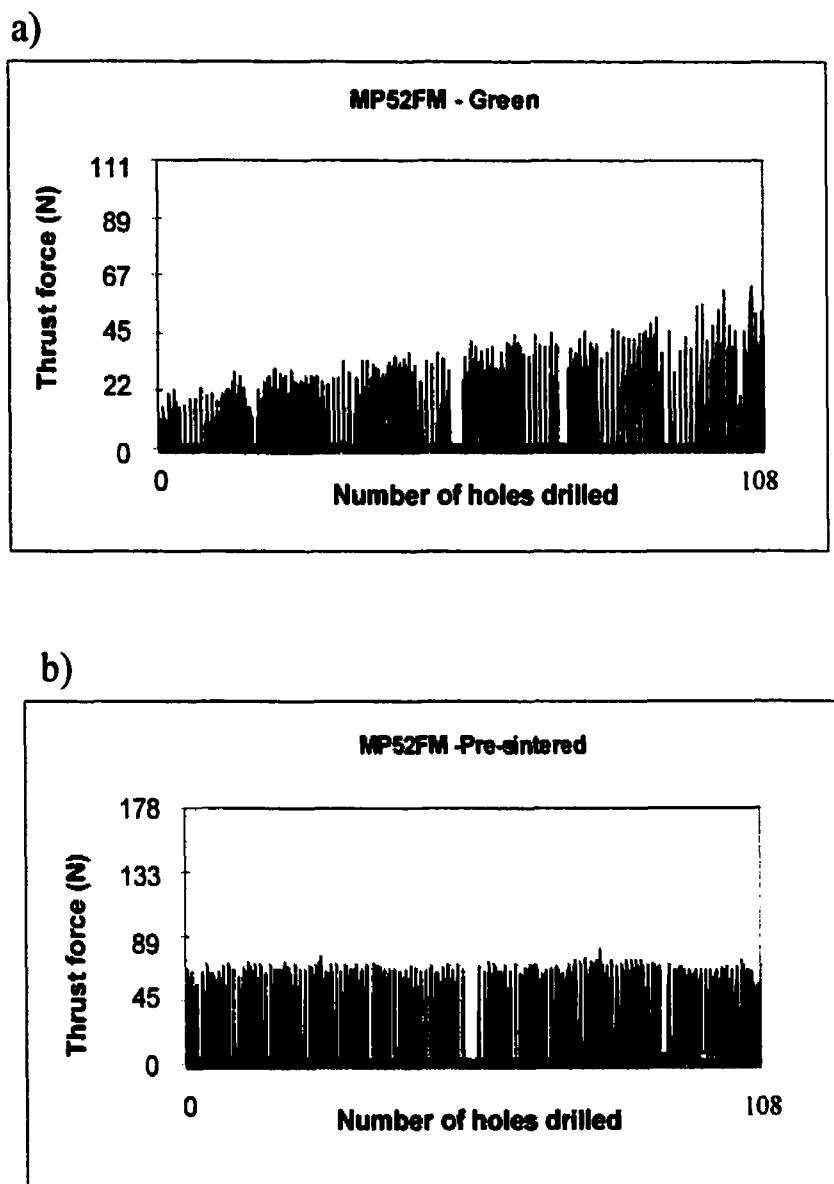
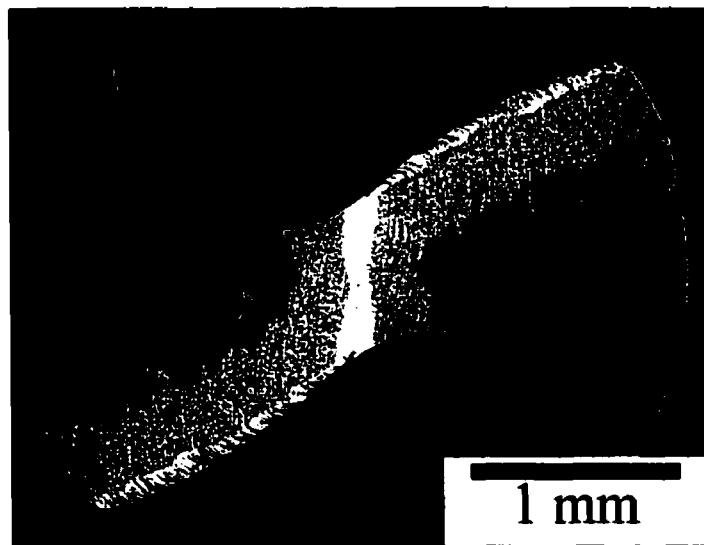


Figure 17 "Drillability curve" of a sinter-hardening powder (MP 52 FM) pre-alloyed with 0.50%-wt. MnS particles a) curve obtained during drilling unsintered (green) samples, b) curve resulting during drilling pre-sintered samples.

a)



b)

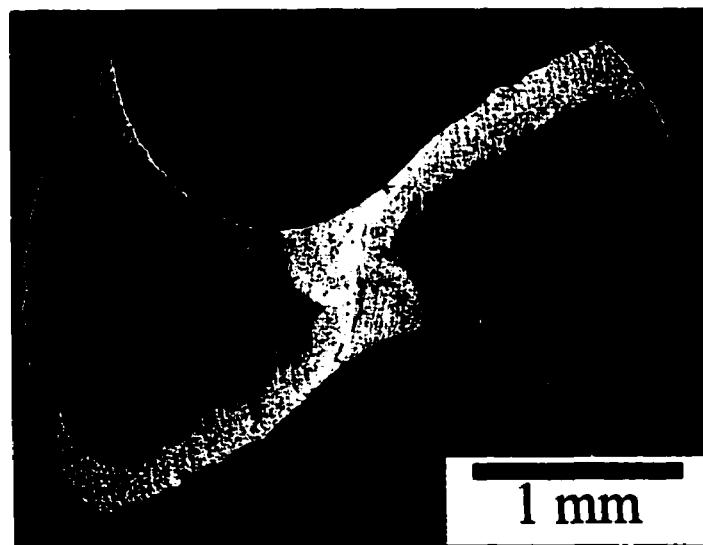


Figure 18 Micrographs of the tool used to generate the "drillability curves" presented in figures 16a and 17a. a) MP 52 in the green state (ref. figure 16a). b) MP 52 FM in the green state (ref. figure 17a).

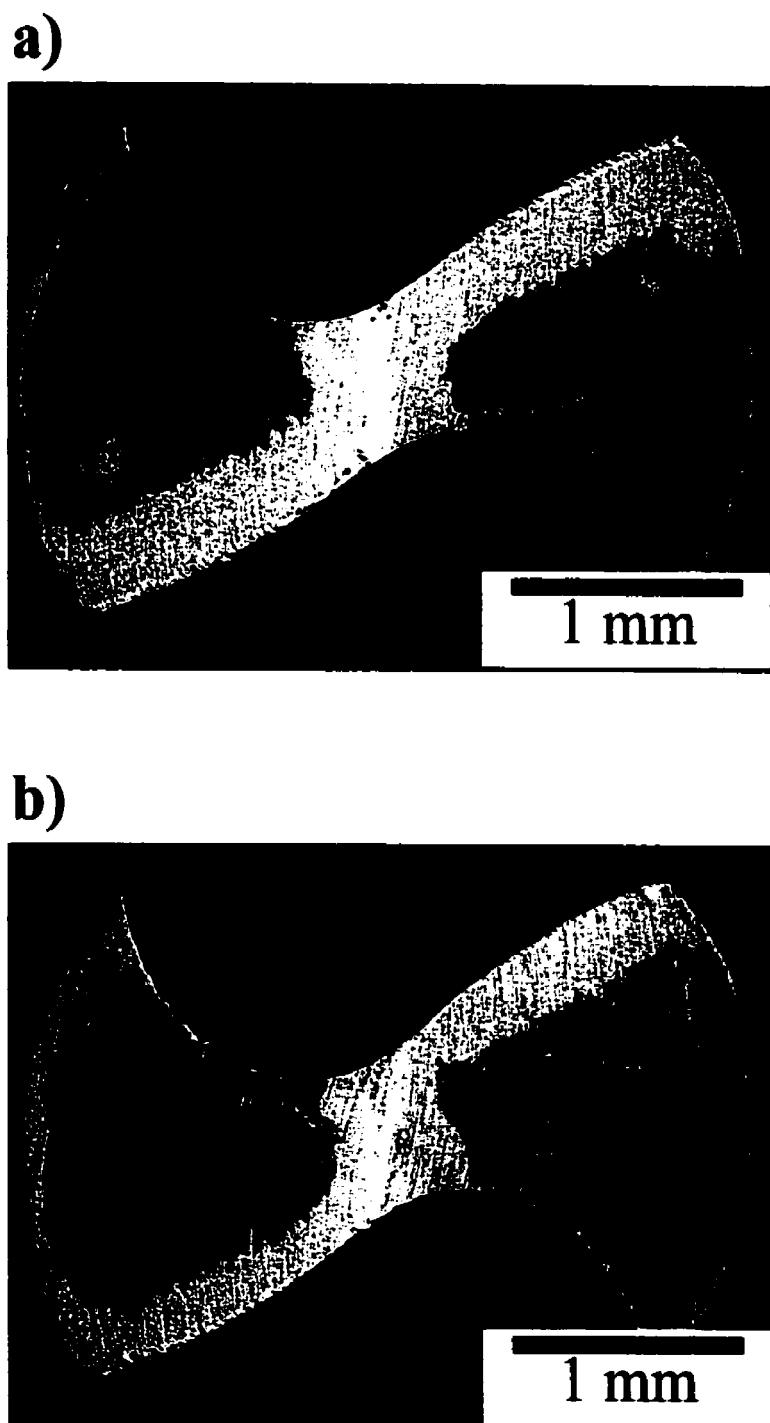


Figure 19 Micrographs of the tool used to generate the "drillability curves" presented in figures 16b and 17b. a) MP 52 in the pre-sintered state (ref. figure 16b). b) MP 52 FM in the pre-sintered state (ref. figure 17b).

CONCLUSIONS

The work presented in this study involved the characterization of machinability during drilling operations. The main findings of our research can be summarized as follows:

- 1) Accurate characterization of flank wear can be achieved by acquiring digitized images of the tools using a scanning electron microscope and by superimposing, using image analysis, the image of the original tool on to that of the same tool after drilling. This approach eliminates the overestimation of the flank wear surface introduced by the possible presence of built-up edges.
- 2) Based on the results generated with a drilling test bench, it was shown that the slope of the linear region (as measured on the curve of the thrust force as a function of the quantity of material removed) is proportional to the amount of flank wear generated on the drill bits.
- 3) The criterion of the slope of the linear region should be used rather than to the average thrust to characterize the machinability of P/M metallurgical systems during drilling operations.
- 4) Pre-alloying of manganese sulfide (MnS) particles is more efficient than admixing in improving machinability of sintered steels. In situ characterization of chip formation during drilling showed that pre-alloyed MnS particles are better stress concentrators in the primary shear zone than admixed ones. Thus, pre-alloyed particles favor chip breakage leading to lower tool wear.
- 5) The drillability of sinter-hardening materials is better for pre-sintered parts rather than green (unsintered) parts. Furthermore, the presence of pre-alloyed MnS particles improves machinability of both types of parts.

ACKNOWLEDGMENT

The authors thank Mr. Natalino Martins of Domfer Metal Powders Ltd. for fruitful discussions as well as Mr. Alexandre Rail of Domfer Metal Powders Ltd. and Mr. Gaétan Hénault of Hentronic Inc. for their valuable contribution to the design and execution of the control system of the drilling bench. This research was made possible in part by the financial support of the "Fonds pour les chercheurs et l'avancement de la recherche - FCAR" of the Government of Québec as well as the VISA program of the Ministry of Industry, Commerce and Technology of the Province of Québec.

REFERENCES

1. 'ASM Handbook Vol. 7 Powder Metal Technologies and Applications', 681; 1998, Materials Park, Ohio, ASM International.
2. J.S. Agapiou, G.W. Halldin, M.F. DeVries: *J. Engr. Indus.*, 1988, 110, 339.
3. R.J. Causton: 'Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials vol. 2', 8-149 - 8-170 - 1995; Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation.
4. W.I. Kononenko: *Powder Metallurgy International*, 1976, 2, 24-28.
5. J.S. Agapiou, G.W. Halldin, M.F. DeVries: *Intl. J. Powder Metal.*, 1989, 25, 127-139.
6. J.L. Seefelt *et al.*: 'Advances in Powder Metallurgy vol. 1', 323-340; 1990, Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation.
7. U. Engström: *Powder Metal.*, 1983, 26, 137-144.
8. V.A. Tipnis, N.H. Cook: *AIME Mechanical Working*, 1965, 285-308.
9. R. Kiessling: Non metallic inclusions in steel (Part III), 1968, *ISI Publication* 115, 83.
10. J. Hazra *et al.*: *Trans. ASME*, 1973, nov., 1230-1238.
11. M.E. Trent: *JISI*, 1963, 201, 1001.
12. L. Roy *et al.*: *Met. Powder Rep.*, Feb. 1989, 116-119.
13. D.S. Madan: APMI/MPIF Powder Metallurgy Machinability Seminar, 1996, August 13-14, Baltimore MD.
14. K.S. Chopra: 'Advances in powder metallurgy and Particulate Materials', 501-510; 1988, Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation.
15. K. Hayashi *et al.*: 'Advances in powder metallurgy and Particulate Materials vol. 13', 117-121; 1996, Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation.
16. F. Chagnon: APMI/MPIF Powder Metallurgy Machinability Seminar, 1996, August 13-14, Baltimore MD.

17. S. Uenosono *et al.*: 'Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials vol. 2', 8-171 – 8-176; 1995, Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation.
18. H.J. Grobke *et al.*: *Surface Science*, 1977, 63, 377.
19. K. Nii *et al.*: *J. Japan Inst. Metal.*, 1980, 44, 100.
20. T. Cadle *et al.*: 'Advances in powder metallurgy and Particulate Materials', 2-3 – 2-15; 1998, Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation.
21. P. Beiss: *Powder Metall.*, 1989, 32, (4), 277-284.
22. P. Beiss, U. Kutsch: *Powder Metall.*, 1996, 39, (1), 66-70.
23. H.K. Tönshoff *et al.*: 'Advances in powder metallurgy and Particulate Materials vol. 2', 8-105 – 8-128; 1995, Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation.
24. D.S. Madan: 'Advances in powder metallurgy and Particulate Materials vol.2', 8-55 – 8-68; 1995, Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation.
25. A.G. Abbott *et al.*: 'Advances in powder metallurgy and Particulate Materials vol. 2', 8-69 – 8-89; 1995, Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation.
26. S.F. Claeys, K.S. Chopra: 'Advances in powder metallurgy and Particulate Materials vol. 2', 18-111 – 18-123; 1997, Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation.
27. P.J. James: *Powder Metall.*, 1994, 37, (2), 133-136.
28. G.M. Faulring, S. Ramalingam: *Metall. Trans. A*, Nov. 1979, 10A, 1781-1788.
29. C. Zimmerman *et al.*: in 'ASM Handbook Vol. 16 Machining', 1989, 645; Materials Park, Ohio, ASM International.
30. M.C. Shaw: *Metal Cutting Principles*, 1989, 237; Oxford, Oxford University Press.
31. D.A. Stephenson, J.S. Agapiou: 'Metal Cutting Theory and Practice', 599-600; 1997, New York, Marcel Dekker Inc.
32. H.I. Sanderow *et al.*: *Int'l. J. Powder Metall.*, 1998, 34, (3), 37-46.

33. M. Gagné, F. Chagnon: in Proc. Conf., '1998 Powder Metallurgy World Congress', Granada, Spain, October 18-22, European Powder Metallurgy Association, vol. 2, 370-375.
34. G.T. Smith: *Powder Metall.*, 1988, 32, (2), 117-125.
35. E. Oberg *et al.*: 'Machinery's Handbook 23rd ed.', 924; 1990, New York, Industrial Press Inc.
36. E. Rabinowicz: 'Friction and wear of materials, 2nd edn', 74; 1995, New York, John Wiley & Sons.
37. A. de Rege *et al.*: 'Advances in powder metallurgy and Particulate Materials vol. 2', 15-43 – 15-58; 1997, Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation
38. J. Goldstein *et al.*: 'Introduction to scanning electron microscopy and X-ray microanalysis 2nd ed.', 167; New York, Plenum Press.
39. S. Martel: Center for Characterization and Microscopy of Materials – (CM)², École Polytechnique de Montréal, Montréal, Canada, unpublished research.
40. G. L'Espérance, E. Duchesne, A. de Rege: 'Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials vol. 3', 11-397-11-413; 1996, Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation.

ANNEXE VI

Article intitulé:

TURNING AND DRILLING OF PARTS MADE FROM SINTER-HARDENABLE STEEL POWDERS

Accepté pour publication dans le journal avec comité de lecture:

Powder Metallurgy

TURNING AND DRILLING OF PARTS MADE FROM SINTER-HARDENABLE STEEL POWDERS

Carl Blais*, Gilles L'Espérance*†

* Domfer Metal Powders Ltd., 6090 Newman Blvd., LaSalle, (Québec), Canada, H8N 2S3

† Center for Characterization and Microscopy of Materials – (CM)², École Polytechnique de Montréal, Montréal, (Québec), Canada, H3C 3A7.

KEY WORDS

Sinter-hardenability, free-machining, MnS, pre-alloyed, characterization, machinability, turning, drilling

ABSTRACT

The constant demand for improved mechanical properties and lower production costs of P/M parts has lead to the development of sinter-hardenable steel powders. These powders permit to obtain fully martensitic microstructures by appropriately controlling the cooling rate during the sintering operation. Thus, the heat treatment operation (ex.: oil quenching) that would generally be required to obtain hardened parts can be eliminated. However, machining of the relatively hard sinter-hardenable parts obtained is difficult. The results presented in this paper show that, when turning or drilling parts prepared using sinter-hardenable powders of the 4200 series, tool life can be increased by 57% if the powder is pre-alloyed with MnS. Characterization of chip formation during turning showed that pre-alloyed MnS particles minimize seizure of the chip at the tool/chip interface thus lowering strain hardening in the chip and cutting

forces on the tool. Finally, machining charts are presented for use when turning and drilling P/M parts made with FL-4205 and FL-4205 + (pre-alloyed MnS) powders.

INTRODUCTION

In order to be more competitive when compared to wrought steels, parts made via the powder metallurgy route have to respond to the growing demand for high performance applications. Therefore, properties such as compressibility, toughness, elongation and fatigue resistance have to be maximized to compete with, and eventually replace, parts currently produced with more conventional shaping processes. Moreover, environmental aspects have become an issue when selecting materials that can be used for high performance applications. Indeed, the difficulty to dispose of oils used for heat treating motivates end users to select a material that is friendlier to the environment. For those reasons, parts made with sinter-hardenable powders are increasingly appealing to designers and manufacturers. Indeed, by controlling precisely the cooling rate during the last stage of the sintering process, it is possible to control the phase transformations to obtain the desired proportion of martensite, bainite and pearlite¹.

Dimensional tolerances is another very important aspect that has to be considered when designing parts with sinter-hardenable steels. Moreover, high performance applications often require dimensional accuracy that cannot be obtained without the use of secondary shaping operations such as machining². On the other hand, sintered steels are known to be difficult to machine³. This is usually attributed to the presence of pores in the parts which leads to interrupted cutting and inferior thermal conductivity of the workpiece. Important work has been done to improve the machinability of parts made with P/M materials. Some of the most successful attempts have certainly been obtained with the use of manganese sulfide (MnS) particles^{4,5,6} although other machinability enhancing materials such as molybdenum disulfide (MoS₂)⁷, enstatite (MgSiO₃)⁸ and boron nitride (BN)⁹ have been used with some

success. It has also been shown that pre-alloyed MnS particles, i.e. particles that are formed in the liquid metal prior to atomization, are more efficient to reduce cutting forces and tool wear than are admixed MnS particles⁴. Indeed, pre-alloyed particles are better stress concentrators and crack initiators because they are found throughout the volume of the steel particles forming the part and not only in necks and pores as this is the case for admixed MnS particles.

Machining of sinter-hardenable grades is more difficult than unalloyed ones also because of the presence of hard phases (martensite and bainite) in the microstructure. Until recently, parts produced with sinter-hardenable grades were often thought of by some end users as being “unmachinable” because of the accelerated tool wear and the loss of productivity that was observed when machining such parts. Therefore, the objectives of the present study consist of assessing the gains in machinability that result from using sinter-hardenable grades pre-alloyed with MnS particles. Tool selection and cutting parameters optimization will also be discussed. Finally, the results obtained will be used to develop a complete “part manufacturing chart” that can be used by designers and end users.

Experimental procedures

Powders studied

Two types of sinter-hardenable powders were considered in this study namely MP52 and MP52 FM, both produced by Domfer Metal Powders Ltd. Their chemistries, given in table 1, correspond to powders of the 4200-series according to MPIF standard 35¹⁰. The main difference in their composition comes from the presence of additional manganese and sulfur that are added to the liquid metal of MP52 FM to form manganese sulfide particles in the melt prior to atomization. In MP52 FM, MnS particles are encapsulated inside the atomized particles which confers better shelf life,

lower sulfur loss during sintering and better machinability than admixed manganese sulfide particles⁴. Furthermore, the mean diameter of the MnS particles that are present in MP52 FM is approximately 5 μm . Their presence, therefore, does not influence significantly the toughness of parts made with this grade because the particles are small and are not found in mechanically weak areas such as necks and pores, as it is the case when MnS particles are admixed.

Table 1: Composition of the sinter-hardenable powders studied.

Powder	Mn (w/o)	Ni (w/o)	Mo (w/o)	S (w/o)
MP52	0.40	0.45	0.70	-----
MP52FM	0.70	0.45	0.70	0.25

Characterization of sinter-hardenability

The characterization of the sinter-hardenability of the powders studied was done using the same technique as the one described by Duchesne *et al.*,¹. Figure 1 presents a schematic representation of the experimental montage used. The technique consists of austenitizing a test piece at 980°C and cooling it using gaseous nitrogen. Then, by varying the flow of nitrogen around the sample, different cooling rates can be obtained, thus simulating different sintering conditions. The main feature of the technique consists of placing numerous thermocouples inside the test piece. This approach permits to record the local cooling rates. Moreover, by characterizing the microstructure of the test piece in the vicinity of the position of the thermocouples and by measuring the apparent hardness in the same area, it is possible to plot an “apparent hardness-cooling rate-microstructure” diagram which can be used to predict the effect of cooling rate on the microstructure and apparent hardness. Such processing diagram can also be used to optimize the sintering process and help in the initial design of the parts as explained in detail in [1].

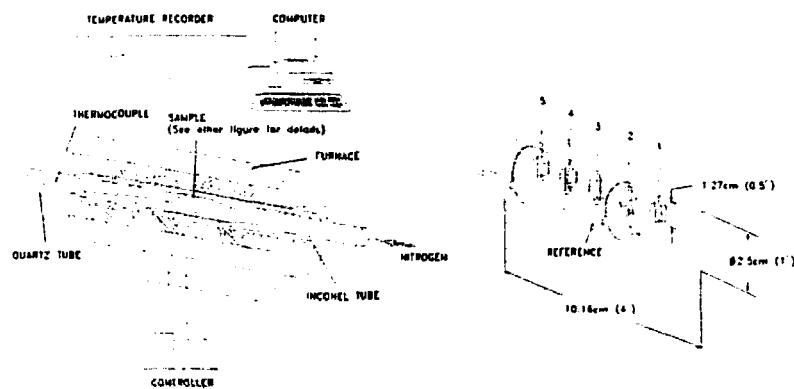


Figure 1 Schematic representation of the montage used to characterize sinter-hardenability.

Tool wear characterization (indexable insert used for turning)

Flank wear and crater wear are usually the two most important forms of wear taking place on a cutting tool. On the other hand, the only acceptable form of wear is flank wear because it is the only one that can be predicted. Therefore, to characterize quantitatively the machinability of parts made of different grades of powder during turning operations, a robust and quantitative characterization technique had to be developed to monitor the evolution of flank wear on the tools used. Due to the shape of the indexable inserts, it was necessary to use a scanning electron microscope (SEM) to acquire images of the worn areas. Indeed, SEM's can acquire images with a depth of field 30 times higher than that of an optical microscope¹¹. Furthermore, since flank wear takes place on a width that corresponds to the depth of cut, and since accurate stereological characterization using image analysis requires high spatial resolution, it became necessary to use advanced image processing technique to build mosaics of images that show the entire worn area at an appropriate magnification. Figure 2 shows an example of the juxtaposition of three images using the Clemex Technologies R'Kive system to show the entire cutting area of an insert at a magnification sufficiently high to

eventually perform image analysis operations. Indeed, if only one image was used to characterize the same area shown in figure 2, it would be necessary to use a lower magnification. As a result, the measurements made with the image analysis system would be much less accurate because a smaller number of pixels would be used to represent the worn area on the tool. Indeed, the larger the number of pixels used to represent a feature in an image, the more accurate the measurements performed by image analysis, clearly showing the need for higher magnification.



Figure 2: Mosaic (3 images) of the flank and surface areas of an insert.

An image analysis routine was developed to process images obtained with the approach presented above and to measure the evolution of flank wear as a function of the quantity of material removed during machining. Figure 3 shows the main steps involved in the characterization technique. Figure 3a presents the result obtained after combining two images to highlight the worn area on the flank surface of the insert (ref. figure 2). The next major step, presented in figure 3b, consists in thresholding the image based on the histogram of gray level values of the pixels of the image to extract the area that corresponds to the worn surface. Finally, measurements can be performed to evaluate the width of the flank wear at different locations and build statistics on the evolution of flank wear as a function of material removed (Figure 3c).

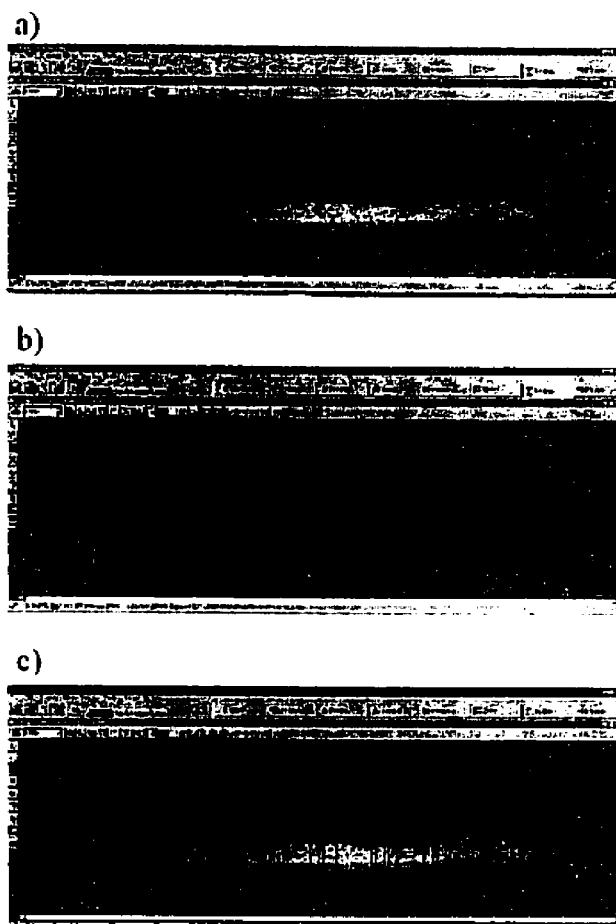


Figure 3 Highlights of the steps involved in the microscopical characterization of flank wear on indexable inserts. a) Combination of two separate micrographs to image the entire worn surface. b) Result obtained after thresholding the image using the histogram of the gray level values of the pixels. c) Example of the measurements taken and the statistics that can be generated regarding the width of the flank wear surface.

Testpieces

A large quantity of cylindrical testpieces were prepared using both MP52 and MP52 FM sinter-hardenable powders. Additions of 2.0 w/o copper and graphite (0.65 w/o carbon after sintering) were made. The parts were pressed to an apparent density of 6.8 g/cm³ and were simultaneously sintered in an atmosphere of 15%-H₂, 85%-N₂.

Their final apparent hardness was 27 HRC. The length of the pieces was 50.8 mm (2 in) and their diameter was 38.1 mm (1.5 in).

Turning

Three types of tools were considered for turning of sinter-hardenable grades. The selection criteria were: good hardness and chemical stability at high temperature as well as oxidation resistance. Alumina (aluminum oxide : Al_2O_3) therefore seemed to be a good choice since it is not only harder and more stable than most titanium compounds (TiN, TiC, TiCN, TiAlN), it is also very resistant to oxidation being an oxide. Similarly, polycrystalline cubic boron nitride (PCBN) was an appealing choice as it is the second hardest material known to man after diamond. Furthermore, it appeared appropriate to use it in this study because, although PCBN is sensitive to the presence of ferrite (solubilities of boron and nitrogen in α -iron are such that it leads to accelerated cratering when machining), there is practically no ferrite in parts made with sinter-hardenable steel powders (mostly martensite and bainite). Therefore, the inserts selected for turning were the following:

- Tungsten carbide coated with alumina
- TiN coated alumia ceramic – 0.10 mm (0.004 in) * 25° T-land and 0.025 mm (0.001 in) hone
- TiAlN coated PCBN – 0.10 mm (0.004 in) * 25° T-land and 0.025 mm (0.001 in) hone

The lathe used to turn the parts was an Okuma Crown and all the turning operations were performed dry, i.e. without using coolant. The tool holder used had a 5° negative back rake and 5° negative side rake. This type of set up is usually recognized to be ideal for turning hard materials and/or for interrupted cut, two conditions that had to be accounted for in the present study. Indeed, a negative back

rake angle directs the tangential force (which is the most important) towards the center of the tool thus yielding a stronger cutting edge. Furthermore, it permits to flip the insert giving more cutting edges per tool.

The key machining parameters were varied to determine the effect of depth of cut (DOC) feed and surface speed on the machinability of the parts made of the powders considered. Since powder metallurgy is a near net shape process, we concentrated our efforts in characterizing the machinability performances for finishing conditions i.e. using a depth of cut of 0.25 mm (0.010 in). Nevertheless, a small number of tests were performed using a deeper depth of cut (1.59 mm, 0.625 in) corresponding more to a semi-roughing operation. Table 2 summarizes the turning parameters used in this study.

Table 2: Turning parameters used for the two series of samples studied.

		Surface Speed							
		123 m/min (400 ft/min)		185 m/min (600 ft/min)		246 m/min (800 ft/min)		308 m/min (1000 ft/min)	
Feed rate	0.10 mm/rev (0.004 in/rev)	MP 52	MP 52 FM	MP 52	MP 52 FM	MP 52	MP 52 FM	---	MP 52 FM
	0.15 mm/rev (0.006 in/rev)	MP 52	MP 52 FM	MP 52	MP 52 FM	MP 52	MP 52 FM	---	MP 52 FM
	0.20 mm/rev (0.008 in/rev)	MP 52	MP 52 FM	MP 52	MP 52 FM	MP 52	MP 52 FM	---	MP 52 FM

The tests were stopped once the average width of the flank wear surface of a cutting edge was equal or larger than 0.38 mm (0.015 in). The latter criterion being typical for tool indexing while performing finishing operations in turning.

Drilling

The same testpieces as described above were used to evaluate the machinability in drilling of the two sinter-hardenable powders. A Republic-Lagun machining center equipped with a Kistler dynamometer was used to drill the holes. The dynamometer allowed to record the evolution of the axial force as the holes were drilled. This latter parameter is important since it was recently shown that the slope of the linear region of the curve obtained by plotting a graph of the axial force as a function of material removed is a direct function of the evolution of flank wear during drilling¹². The holes were drilled along the radial axis of the cylinders and they were all through holes drilled without using a coolant. The drills were made of uncoated tungsten carbide and their diameter was 6.75 mm (0.27 in). The point angle of the drills was 118° and they all had a split point geometry. The drilling parameters used are summarized in table 3.

Table 3: Drilling parameters used for the two series of samples studied.

		Surface Speed		
		61 m/min (200 ft/min i.e. 2875 rpm)	75 m/min (245 ft/min i.e. 3500 rpm)	83 m/min (271 ft/min i.e. 3900 rpm)
Feed rate	0.10 mm/rev (0.004 in/rev)	MP 52 FM	MP 52 FM	MP 52 FM

RESULTS

Sinter-hardenability

Figure 4 shows the processing diagram (hardness-cooling rate-microstructure) of MP52/MP52 FM at a density of 6.8 g/cm³. This diagram indicates the required cooling rate to obtain a given microstructure and apparent density. For example, let us suppose that the minimum apparent hardness requirement for a given part is 30 HRC. Using the right hand side of figure 4, it can be observed that as the part is cooled from 550°C to 350°C, a minimum cooling rate of 22°C/min. is necessary to obtain the required apparent hardness (ref. dotted line in figure 4). Furthermore, using the left hand side of figure 4, it is possible to evaluate the proportion of martensite and bainite in the microstructure. In the example discussed here, it can be seen that for an apparent hardness of 30 HRC the microstructure is made of 58% martensite and 42% bainite (there is no, or very little, pearlite in parts made with the powder mix used for this study).

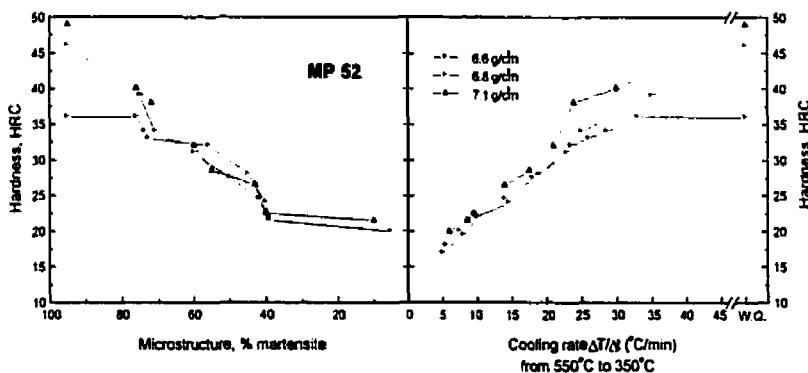


Figure 4 Apparent hardness-cooling rate-microstructure diagram for MP52 and MP52 FM.

Turning

Tungsten carbide inserts coated with alumina

Figure 5 presents the results of the evolution of flank wear on tungsten carbide inserts coated with alumina as a function of time spent turning parts with a depth of cut of 0.25 mm (0.010 in), a surface feed of 123 m/min. (400 ft/min.) for three different feed rates. The numbers seen next to each curve correspond to the number of cuts performed before reaching the tool life criterion of 0.38 mm (0.015 in.) of average flank wear on the tool. It can be observed that a larger number of cuts can be machined when the parts are made of MP52 FM, especially when the feed is maximized in the range of values considered in the study. Furthermore, the largest number of cuts was obtained in the case of MP52 FM with a feed rate of 0.203 mm (0.008 in).

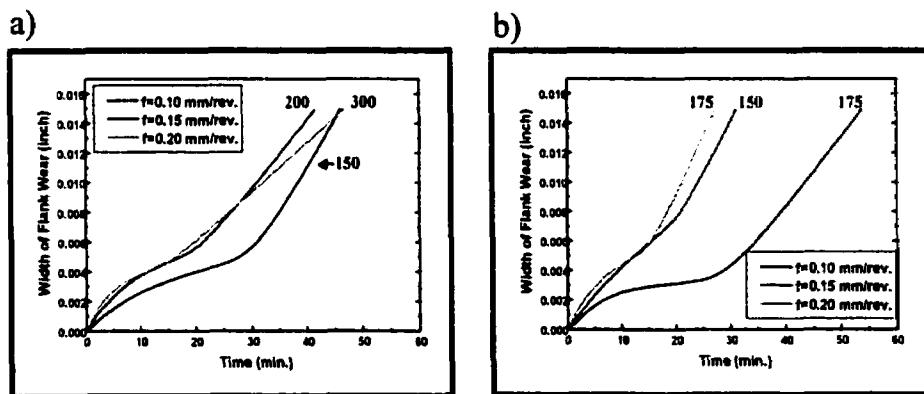


Figure 5 Evolution of flank wear as a function of time spent cutting the testpieces using a Al_2O_3 -coated WC insert with a surface speed of 123 m/min. (400 ft/min.) and a depth of cut of 0.25 mm (0.010 in). a) Results for MP52 FM. b) Results for MP52. The numbers next to each curve indicate the number of cuts taken before reaching the tolerable limit of flank wear.

Figure 6 presents a comparison of the results obtained while turning parts using a surface speed of 185 m/min. (600 ft/min) and keeping the depth of cut at 0.25 mm (0.010 in). The differences between the tool life curves of MP52 and MP52 FM are striking. Indeed, the wear rates of the tools used to machine MP52 are very large, clearly indicating that the surface speed is too large for this type of tool/work combination. As for the tools used to machine the parts made with MP52 FM, they show excellent tool wear behavior and, as was the case when the speed was 123 m/min. (400 ft/min.) in figure 5, it can be seen that the higher the feed rate, the higher the number of cuts that can be done before reaching the tool life criterion of 0.38 mm (0.015 in) for the average width of the flank wear surface.

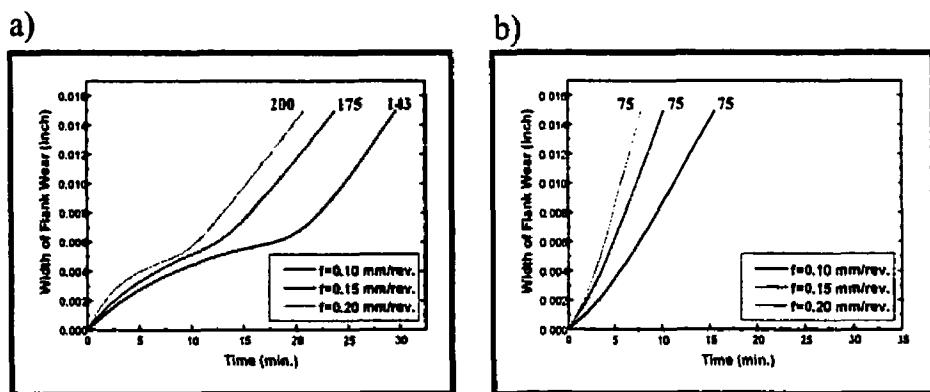


Figure 6 Evolution of flank wear as a function of time spent cutting the testpieces using a Al_2O_3 -coated WC insert with a surface speed of 185 m/min. (600 ft/min.) and a depth of cut of 0.25 mm (0.010 in). a) Results for MP52 FM. b) Results for MP52. The numbers next to each curve indicate the number of cuts taken before reaching the tolerable limit of flank wear.

Figure 7 shows the results obtained when turning parts made of MP52 FM using a surface speed of 246 m/min. (800 ft/min) while keeping the depth of cut at 0.25 mm (0.010 in). It can be observed that the tool wear rates are linear with time, clearly indicating that wear is accelerated with an increasing surface speed.

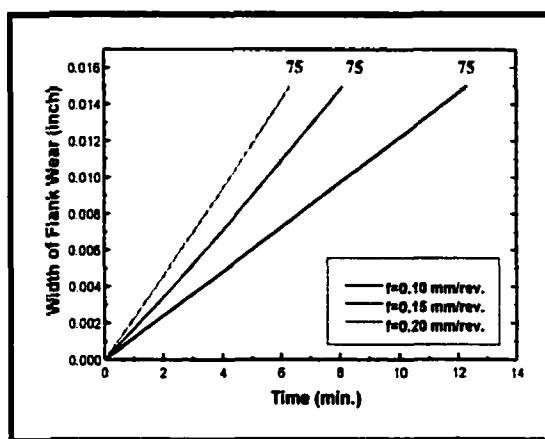


Figure 7 Evolution of flank wear as a function of time spent cutting the testpieces of MP52 FM using a surface speed of 123 m/min. (800 ft/min.) and a depth of cut of 0.25 mm (0.010 in).

Al₂O₃ – Ceramic inserts

The results obtained with this type of tools were catastrophic. Indeed, as they are more expensive than the inserts made of tungsten carbide coated with alumina, it was expected that they would yield a better productivity i.e. a larger number of cuts per edge. Using a surface speed of 185 m/min. (600ft/min.), a DOC of 0.25 mm (0.010 in) and a feed rate of 0.20 mm/rev (0.008 in/rev), the maximum number of cuts before reaching the tool life limit was 100. When the surface speed was increased to improve productivity and compensate for the greater cost per edge, the number of cuts was reduced to a few tens. Thus, the number of cuts was insufficient to generate useful tool life curves. Figure 8 shows micrographs of the cutting edge of ceramic tools used to turn testpieces of MP52 and MP52 FM. The turning parameters used were as follows: surface speed of 246 m/min. (800ft/min.), a DOC of 0.25 mm (0.010 in) and a feed rate of 0.20 mm/rev (0.008 in/rev). Figure 8a) shows the tool used to carry out 67 cuts in testpieces of MP52 FM. Figure 8b) shows similar results for the tool used to carry out

48 cuts in testpieces of MP52. It can clearly be seen that the cutting parameters were too severe for this type of tool/part combination.

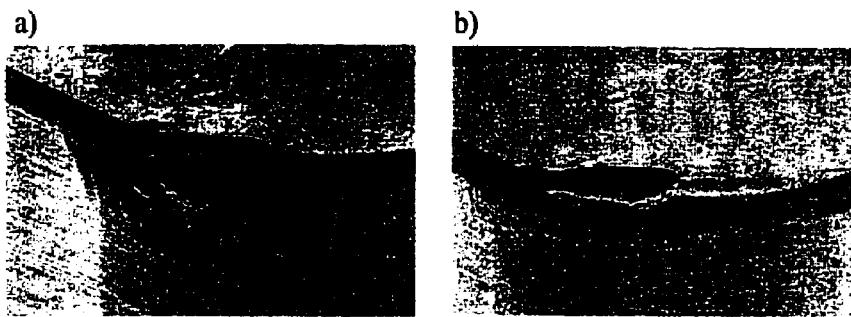


Figure 8 Example of tool wear on Al_2O_3 ceramic tools. a) Insert used to take 67 cuts in testpieces of MP52 FM. b) 48 cuts in testpieces of MP52. The turning parameters were as follows: surface speed = 246 m/min. (800 ft/min.), depth of cut = 0.25 mm (0.010 in), feed rate = 0.20 mm/rev. (0.008 in/rev.).

PCBN

Figure 9 shows the tool life curve obtained while turning parts of MP52 FM with an insert having tips made of polycrystalline cubic boron nitride (PCBN) with the following parameters: a surface speed of 246 m/min. (800 ft/min.), a DOC of 0.25 mm (0.010 in) and a feed rate of 0.20 mm/rev. (0.008 in/rev.). It is seen that the rate of tool wear is strongly reduced when compared to the alumina coated tools (ref. figure 7) since after 365 cuts the average width of flank wear is approximately 0.13 mm (0.005 in). Indeed, the number of cuts that can be carried out before a change of the cutting edge is required is typically one order of magnitude higher in the case of PCBN than with alumina coated tungsten carbide tools. Figure 10 shows similar results obtained while using a surface speed of 308 m/min (1000 ft/min). The latter results indicate that the surface speed is too high since the tool wear rate tends to increase exponentially. Finally figure 11 presents micrographs of the tools used to generate the curves in figures 9 and 10. The tool used with a surface speed of 308 m/min (1000 ft/min), figure 11b, shows the presence of cratering.

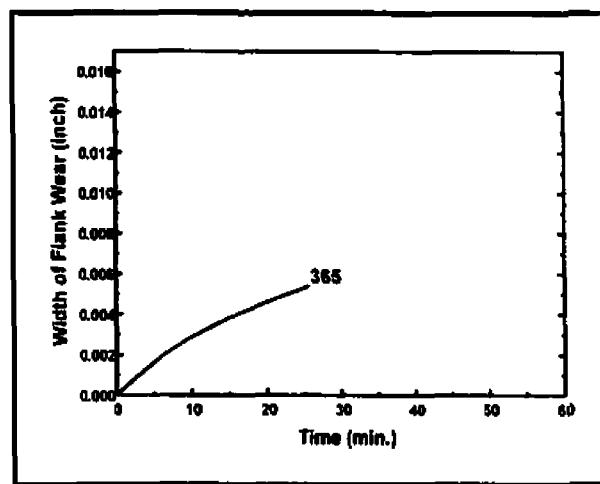


Figure 9 Evolution of flank wear as a function of time spent cutting testpieces of MP52 FM using an insert of PCBN with a surface speed of 246 m/min. (800 ft/min.), a depth of cut of 0.25 mm (0.010 in) and a feed rate of 0.20 mm/rev. (0.008 in/rev.).

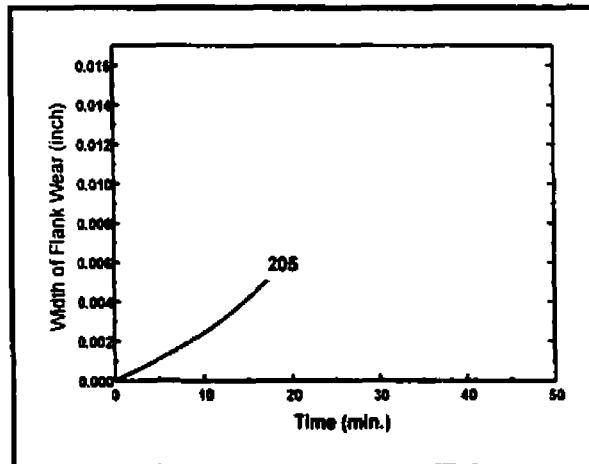


Figure 10 Evolution of flank wear as a function of time spent cutting testpieces of MP52 FM using an insert of PCBN with a surface speed of 308 m/min. (1000 ft/min.) and a depth of cut of 0.25 mm (0.010 in) and a feed rate of 0.20 mm/rev. (0.008 in/rev.).

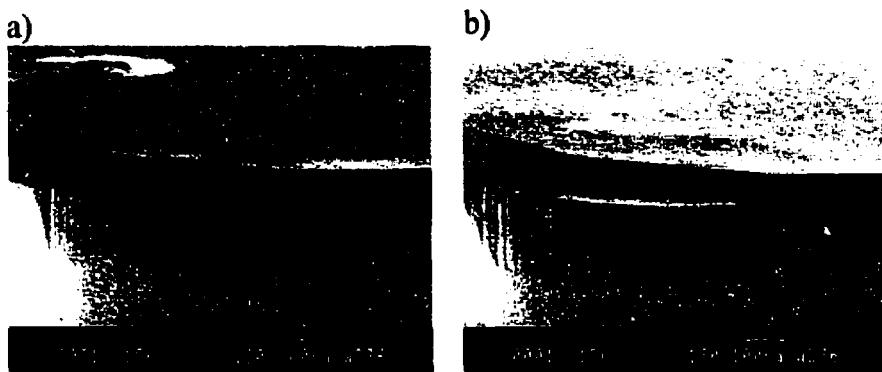


Figure 11 Micrographs showing the evolution of wear on the tools used to generate the curves presented in figures 9 and 10. a) Insert used to take 365 cuts with a surface speed of 246 m/min. (800 ft/min.) and a depth of cut of 0.25 mm (0.010 in) and a feed rate of 0.20 mm/rev. (0.008 in/rev.). b) Insert used to take 205 cuts with a surface speed of 308 m/min. (1000 ft/min.) and a depth of cut of 0.25 mm (0.010 in) and a feed rate of 0.20 mm/rev. (0.008 in/rev.).

Drilling

Figure 12 shows the graphs of the evolution of the axial force measured during drilling parts of MP52 and MP52FM as a function to the number of holes drilled (or quantity of material removed) for three different surface speeds. As mentioned previously, the slope of the linear region of such curves has been shown to be directly proportional to the evolution of flank wear on the tool¹². It can clearly be seen that the axial cutting force is always lower when drilling in MP52 FM compared to MP 52. This behavior is due to the presence of pre-alloyed MnS particles that promote chip formation which lowers the stress on the tool and lowers the tool wear rate. Figures 13, 14 and 15 show the tip of the cutting lips of the tools used to generate the curves of figure 12. The differences in wear between the two sets of tools are striking, especially in the cases where the surface speeds are large (figures 14 and 15). The difference in tool wear between the tools in figure 12 are not as important as for figures 14 and 15. On the other hand, it must be remembered that the number of holes drilled with the two

tools in figure 12 is not the same. Indeed, the tool that cut the parts made with MP52 was able to drill 97 holes while the tool used to machine the parts made with MP52 FM was able to drill 133 holes.

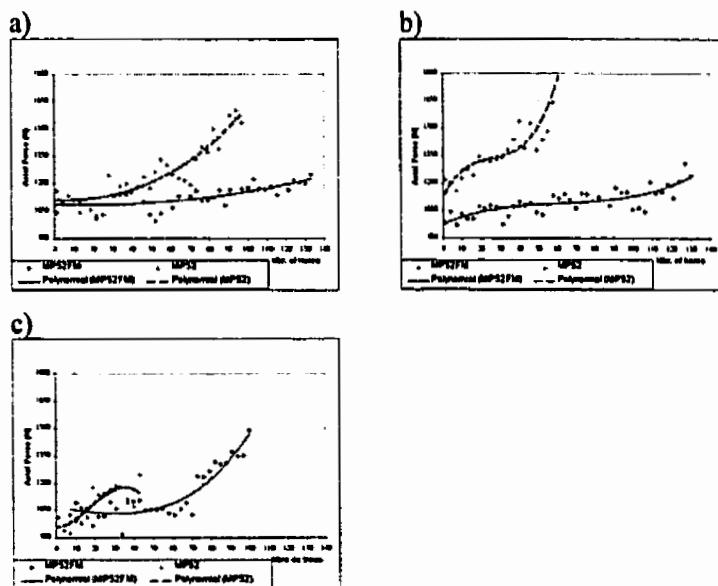


Figure 12 Evolution of the axial force measured while drilling testpieces of MP52 and MP52 FM with a constant feed of 0.10 mm/rev. (0.004 in/rev.) a) Surface speed = 61 m/min. (200 ft/min.). b) Surface speed = 75 m/min. (245 ft/min.). c) Surface speed = 83 m/min. (271 ft/min.).

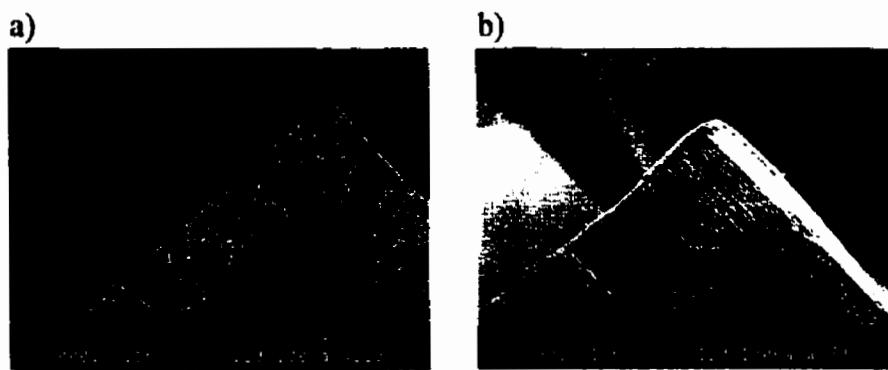


Figure 13 Micrographs showing the amount of tool wear at the tip of the cutting lips (periphery of the drills). The surface speed used was 61 m/min. (200 ft/min.). a) Tool used to drill testpieces of MP52 FM. b) Tool used to drill testpieces of MP52.

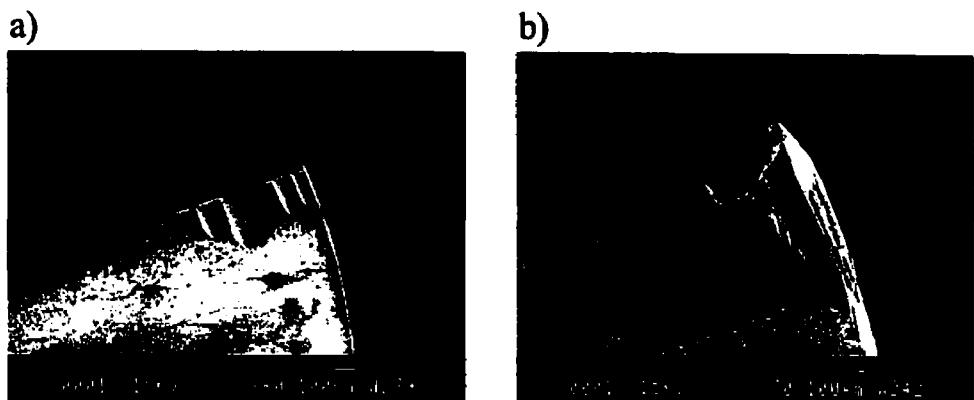


Figure 14 Micrographs showing the amount of tool wear at the tip of the cutting lips (periphery of the drills). The surface speed used was 75 m/min. (245 ft/min.). a) Tool used to drill testpieces of MP52 FM. b) Tool used to drill testpieces of MP52.

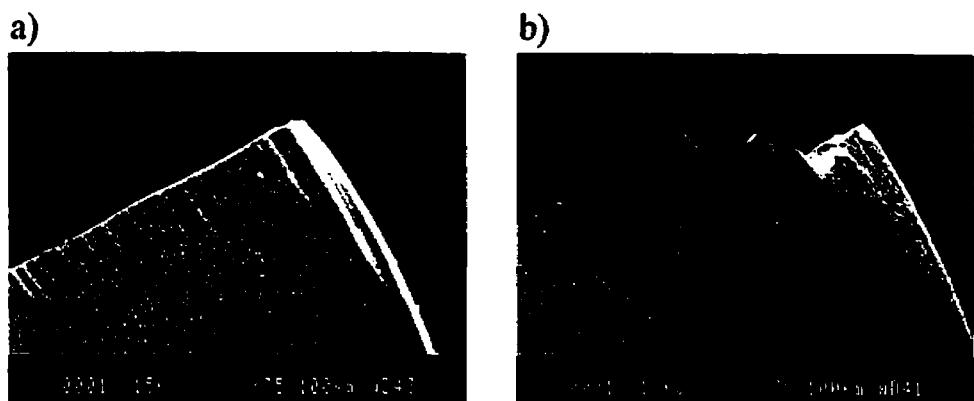


Figure 15 Micrographs showing the amount of tool wear at the tip of the cutting lips (periphery of the drills). The surface speed used was 83 m/min. (271 ft/min.). a) Tool used to drill testpieces of MP52 FM. b) Tool used to drill testpieces of MP52.

DISCUSSION

Although it was shown in previous studies^{4,12} that pre-alloyed MnS particles reduce the cutting forces in the primary shear zone for drilling operations, little was known about the mechanisms involved during turning, especially at the chip/tool interface. It was therefore decided to characterize chips formed during turning of MP52 and MP52 FM. Figure 16 shows top and side views of segments of chips taken after machining parts made with both types of powders with an alumina-coated tungsten carbide insert using the following parameters: surface speed 185 m/min. (600 ft/min.), depth of cut 1.59 mm (0.0625 in), 0.20 mm/rev. (0.008 in/rev.). It can be seen that the chips from the part made with MP52FM has segments that are evenly spaced (cf. 16a and 16b). On the other hand, the chips from the part that was made with MP52 shows an irregular arrangement of material along the length of the chip clearly revealing the presence of bands of segments that are strongly pressed together (cf. 16c and 16d).

Figure 16

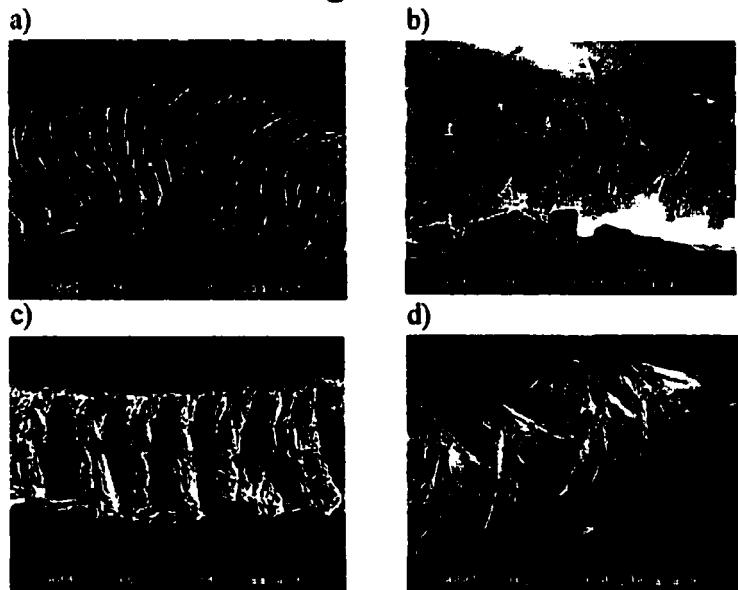


Figure 16 Micrographs of chips generated while turning testpieces of MP52 and MP52 FM. a) Top view of a chip taken from a test piece of MP 52 FM. b) Side view of the same chip as in a). c) Top view of a chip taken from a test piece of MP 52. d) Side view of the same chip as in c).

Figure 17 shows a cross section view of both types of chips. As expected by analyzing the micrographs of figure 16, the chip of MP52 FM (figure 17a) shows segments lying one on top of the other which is typical of a chip that flows easily at the tool/chip interface. As for the chip from MP52, it can be seen that segments are pressed together, thereby indicating that seizure is taking place at the tool/chip interface. Therefore, as the tool cuts through a part that does not contain pre-alloyed MnS, the chip sticks to the tool forcing the segments to be compressed until the stress is sufficiently large to force the bulk of the chip to slide. Once the chip has traveled a short distance, it stops and the process is repeated. Figure 18 shows an enlarged area of the section of the chip shown in figure 17a). The arrows give the location of pre-alloyed MnS particles near the tool/chip interface. This latter micrograph clearly indicates that pre-alloyed MnS particles help reduce the cutting forces in the secondary shear zone (tool/chip interface) by minimizing chip seizure on the tool. Indeed, even though a small volume of material tends to adhere to the tool, the pre-alloyed MnS particles play the same role as they do in the primary shear zone, i.e. they facilitate the formation of cracks at lower shear stresses thus allowing the bulk of the chip to flow freely on the tool surface. On the other hand, when no pre-alloyed MnS particles are present, as is the case with MP52, second-phase particles cannot promote crack initiation and minimize seizure at the tool/chip interface leading to relatively large cutting forces. Furthermore, adherence of the chips on the tool face accelerated tool wear because diffusion and/or micro-welding can take place resulting in the extraction of small pieces of the tool when the stress becomes sufficiently large to make the chip start moving again. Figure 19 summarizes the mechanisms of chip formation involved during turning MP52 and MP52 FM.

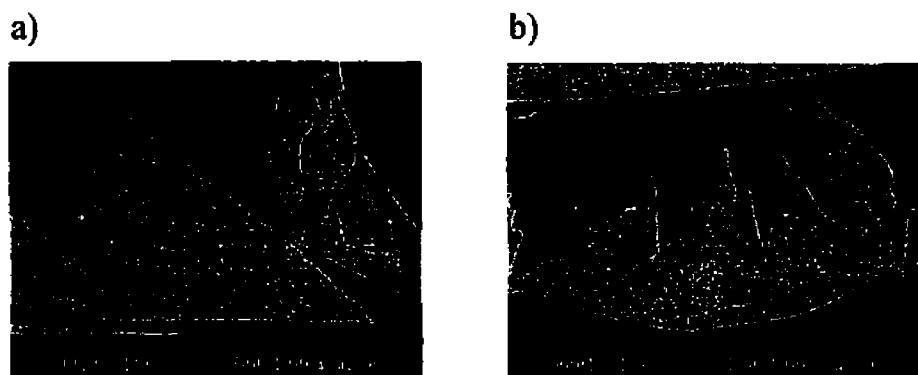


Figure 17 Cross sections of chips generated while turning the two types of testpieces. a) MP52 FM. b) MP 52. The effect of seizure taking place at the tool/chip interface can clearly be seen in b).



Figure 18 High magnification micrograph of the tool/chip interface (secondary shear zone) of a chip generated while turning a testpiece of MP52 FM. The presence of the MnS particles is highlighted by the arrows. These particles reduce the shear stress in that area of the chip allowing it to move more easily thereby reducing the cutting forces and the tool wear rate.

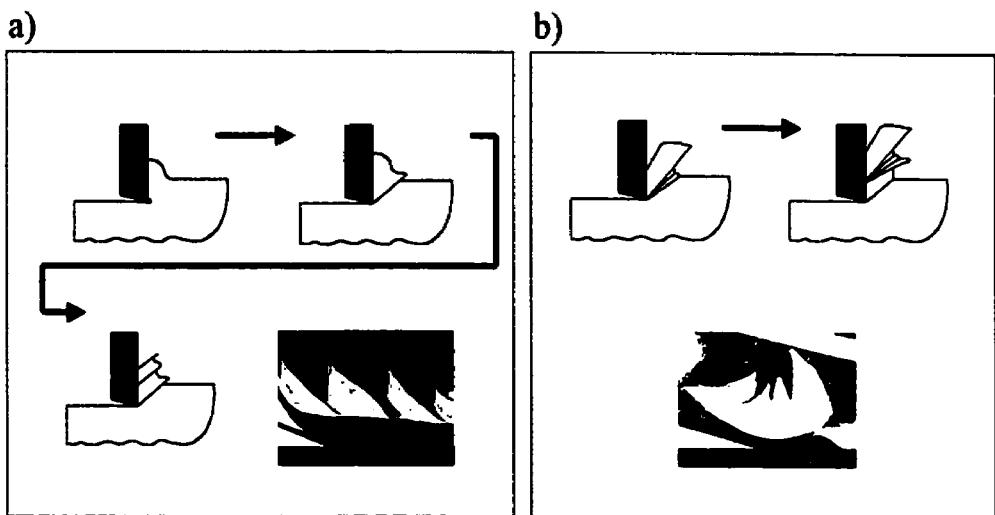


Figure 19 Schematic representation of the chip formation mechanisms taking place when turning testpieces of MP52 FM (cf. 19a) and MP 52 (cf. 19b).

Since the lathe used in this study was not equipped to measure the cutting forces in turning, it was decided to characterize strain hardening by mapping the microhardness over cross sections of chips taken from both types of parts. The principle was that, if cutting forces are larger when turning MP52 than MP52 FM, strain-hardening should be more important and the microhardness values of a chip generated while turning MP52 should be larger than that of a chip generated while turning MP52 FM. Therefore, a microhardness was measured across the entire area of the chips's cross sections shown in figure 18. Figure 20 shows the hardness iso-contours along with a look-up table showing the appropriate hardness values (Vickers). It can be seen that for the chip from the part made with MP52 FM (figure 20a), the microhardness values are homogeneous and rather low. On the other hand, the chip originating from the part made with MP 52 (figure 20b), the hardness values are much larger than for the previous case. Furthermore, it can be seen that the areas between segments and near the chip/tool interface (bottom of the image) have very high microhardness values, clearly indicating that the shear stress in those areas is intense due mainly to the absence of pre-alloyed manganese sulfide particles that lower the

shear stress in the primary (in front of the tool as it cuts) and secondary (at the chip/tool interface) shear zones.

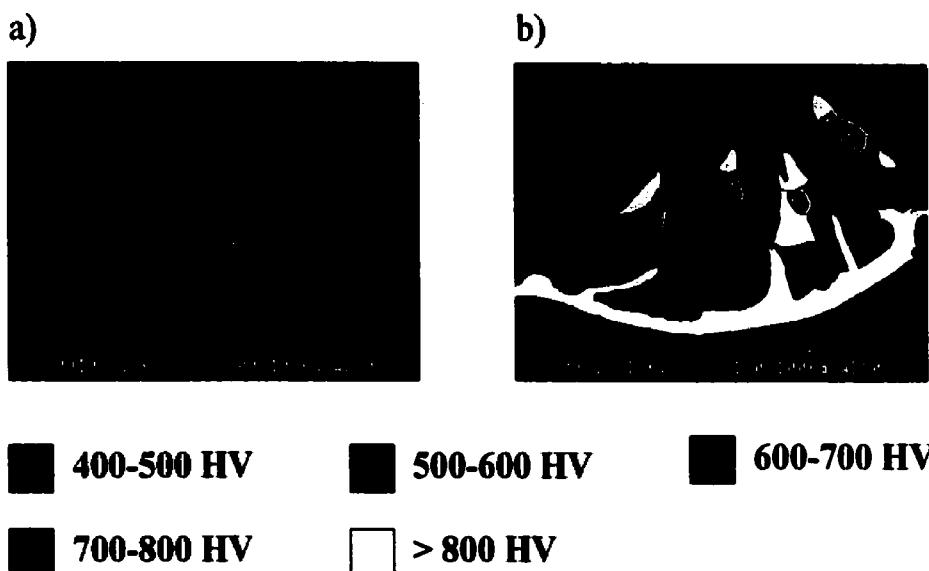


Figure 20 Maps of the variations of microhardness values (in Vickers) in cross sections of chips segments. a) Chip generated while turning a testpiece of MP52 FM. b) Chip generated while turning a testpiece of MP52. It can be seen in that the differences in hardness values vary significantly from one chip to the other. These results indicate that the cutting forces and strain-hardening are much more significant when turning testpieces of MP52 than MP52 FM.

In summary, by combining the results presented above, it is possible to select the appropriate cooling rate during sintering to obtain the desired microstructure and apparent hardness. Moreover, the machining guidelines presented above can be used to optimize the secondary shaping operations. Therefore, all the quantitative information is available to part designers and end users to specify the necessary processing parameters to meet the most demanding specifications of parts made for high performance applications.

CONCLUSIONS

The work presented in this study involved the characterization of the machinability of sinter-hardened parts during turning and drilling operations. The main findings of our research can be summarized as follows:

Quantitative characterization of the sinter-hardenability, obtained by measuring the local cooling rates, allows to precisely specify the sintering conditions required to obtain a given microstructure.

Pre-alloyed MnS improves significantly the machinability, both in turning and drilling, of parts made with sinter-hardenable steel powders.

The presence of pre-alloyed MnS particles minimizes strain hardening and seizure during chip formation thereby reducing cutting forces and minimizing tool wear.

The following machinability guides were determined for a finishing operation in turning i.e. depth of cut = 0.25 mm (0.010 in) of parts having an apparent hardness of 25-30 HRC produced using sinter-hardenable materials:

For MP52 FM with an Al₂O₃-coated WC insert: surface speed: 154-185 m/min. (500-600 ft/min.), feed should be maximized.

For MP52 FM with an PCBN insert: surface speed: 246-277 m/min. (800-1000 ft/min.), feed should be maximized.

For MP52 with an Al₂O₃-coated WC insert: surface speed: 92-123 m/min. (300-400 ft/min.), feed should be maximized.

The following machinability guides were determined for drilling with a uncoated WC drill using a feed rate of 0.10 mm/rev. (0.004 in/rev.):

For MP52 FM: Surface speed: 76 m/min. (250 ft/min.).

For MP52: Surface speed: 53 m/min. (175 ft/min.).

ACKOWLEDGEMENT

The authors thank Mr. Martin Pesant and his team at Précitech for sintering the parts as well as Mr. Jean Labrecque, Mr. Nicolas Hardy and Mr. Bertrand Blais of Poulies Maska Inc. for machining them. The authors also thank Mrs. Isabelle Bourgeois for the fruitful discussions. This research was made possible in part by the financial support of the VISA program of the Ministry of Industry, Commerce and Technology of the Province of Québec as well as the "Fonds pour les chercheurs et l'avancement de la recherche – FCAR" of the Government of Québec.

RÉFÉRENCES

1. É. Duchesne *et al.*, Sinter-hardening and hardenability, *Intl. J. Powder Metal.*, 2000, vol. 36, no.1, 49-65.
2. B.A. Young, to be published in the proceedings of PM2TEC 2000, New York City, NY, USA June 2000, Metal Powder Industry Federation.
3. J.S. Agapiou, G.W. Halldin, M.F. DeVires: *J. Engr. Indus.*, 1988, **110**, 339.
4. C. Blais., APMI/MPIF Powder Metallurgy Machinability Seminar, 1998, October 13-14, Indianapolis, IN.
5. D.S. Madan: APMI/MPIF Powder Metallurgy Machinability Seminar, 1996, August 13-14, Baltimore MD.
6. K.S. Chopra: 'Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials', 501-510; 1988, Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation.
7. U. Engström: *Powder Metal.*, 1983, **26**, 137-144.
8. K. Hayashi *et al.*: 'Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials vol. 13', 117-121; 1996, Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation.
9. F. Chagnon: APMI/MPIF Powder Metallurgy Machinability Seminar, 1996, August 13-14, Baltimore MD.
10. MPIF Standards, 1999, Princeton, NJ, Metal Powder Industry Federation.

11. J. Goldstein *et al.*, Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis, 2nd edn, 167; 1992, New York, Plenum Press.
12. C. Blais *et al.*, accepted for publication in *Powder Metall.*